

**Ortsaufgelöste Polfigurmessung, Texturkartographie
und Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse**

DISSERTATION

zur Erlangung des Grades eines
Doktor-Ingenieurs

vorgelegt von
Armin Helmut Fischer
aus Stapelburg/Harz

genehmigt von der
Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung
23. Oktober 1998

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, Abteilung Metallkunde der Technischen Universität Clausthal angefertigt.

Hauptberichterstatter Prof. Dr. R. A. Schwarzer

Berichterstatter Prof. Dr. Dr. h.c. H. J. Bunge

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
1.1	Gefüge, Textur und Anisotropie	1
1.3	Die Textur in technischen Werkstoffen und natürlichen Materialien	1
2.	Grundlagen der Texturanalyse	4
2.1	Definition der Textur	4
2.2	Lokale Textur	4
2.3	Darstellung von Richtungen und Orientierungen	5
2.4	Polfiguren	7
2.5	Polfigurinversion	9
	2.5.1 Reihendarstellung	9
	2.5.2 Komponentendarstellung	10
2.6	Experimentelle Methoden der lokalen und globalen Texturmessung	15
3.	Texturanalyse durch Röntgenbeugung am Vielkristall	17
3.1	Grundlagen der Beugungstheorie	17
3.2	Texturmessungen mit einer Eulerwiege	19
3.3	Das Polfigurfenster bei monochromatischer Strahlung	23
4.	Röntgenfluoreszenzanalyse und energiedispersive Beugung	27
4.1	Grundlegendes zur Röntgenstrahlung und Röntgenfluoreszenzanalyse	27
4.2	Das Prinzip der energiedispersiven Beugung	33
4.3	Profilanalyse als Grundlage für Gitterdehnungsmessungen in der ED-Beugung	35
4.4	Das Polfigurfenster bei energiedispersiver Beugung	36
4.5	Funktionsweise des energiedispersiven Detektors	40
5.	Die Röntgen-Rasterapparatur	43
5.1	Aufbau der Röntgen-Rasterapparatur	43
5.2	Das Röntgen-Rasterverfahren	46
5.3	Das Funktionsprinzip der Röntgen-Rasterapparatur	47
5.4	Die Ortsauflösung mit dem Röntgen-Rastersystem	51
5.5	Steuer-, Meß- und Darstellungsprogramme	54
5.6	Messungen zum Polfigurfenster	58
	5.6.1 Das Polfigurfenster bei Messungen mit Proportionalzählrohr	59
	5.6.2 Das Polfigurfenster bei Messungen mit energiedispersivem Detektor	64
5.7	Zusammenfassung: Leistungsmerkmale der Röntgen-Rasterapparatur	75

6.	Anwendungsbeispiele zur orts aufgelösten Polfigurmessung, Texturkartographie und Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse	76
6.1	Chinesische 1 Fen Aluminium-Münze	77
6.2	Schlagbuchstaben in Aluminiumblech	80
6.3	Gratgewalzte Aluminiumprobe	83
6.4	Kaltgewalzter TiNi-Einkristall	88
6.5	Elektronenstrahl-Schweißnaht in Aluminiumblech	92
6.6	Reibschweißnaht in Aluminium	98
6.7	Aluminium-Niet	104
6.8	Geologische Hämatit-Probe „ALEGRIA“	117
6.9	Warmstranggepreßte und kaltgezogene Kupfer-Eisen-Probe	126
6.9.1	Warmstranggepreßte Kupfer-Eisen-Probe	129
6.9.1.1	Eisenphase der warmstranggepreßten Kupfer-Eisen-Probe	133
6.9.1.2	Kupferphase der warmstranggepreßten Kupfer-Eisen-Probe	149
6.9.2	Kaltgezogene Kupfer-Eisen-Probe	164
6.9.2.1	Eisenphase der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe	165
6.9.2.2	Kupferphase der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe	178
7.	Einsatz des ED-Detektorsystems „XFlash“ in der ED-Beugung	191
8.	Zusammenfassung	198
9.	Literaturverzeichnis	200

Verwendete Symbole und Formelzeichen

K_S	Probenkoordinatensystem
K_C	Kristallkoordinatensystem
g	Orientierung von K_C bezüglich K_S ; Drehoperator, der K_S in K_C überführt
g^{-1}	inverse Drehung, überführt K_C in K_S
$g = \{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	Eulersche Winkel (Bunge-Konvention)
$f(g)$	Orientierungsdichtefunktion (ODF)
$f(\vec{r}, g)$	lokale ODF
(hkl)	Millersche Indizes
$\langle \text{hkl} \rangle$	Kristallrichtung, Richtung der Netzebenennormale
\vec{h}	Richtung bezüglich des Kristallkoordinatensystems K_C
\vec{y}	Richtung bezüglich des Probenkoordinatensystems K_S
dy	Richtungsintervall
dg	Orientierungsintervall
$d_{(hkl)}$	kristallographischer Netzebenenabstand
α, β	Polfigurwinkel
$P_{(hkl)}(\vec{y})$	Poldichtewert der Netzebenenschar (hkl) zur Probenrichtung \vec{y}
$I_{(hkl)}(\vec{y})$	zur Probenrichtung \vec{y} gemessene Beugungsintensität
Ψ, Φ	Diffraktometerwinkel in Kipp- und Drehrichtung
ω	Diffraktometerwinkel
$\vartheta_{(hkl)}$	(hkl)-Braggwinkel
2ϑ	Detektorwinkel
λ	Wellenlänge
$\Delta\vec{k}$	Beugungsvektor
$\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}_{CH}$	Polfigurfenster bei Verwendung charakteristischer Strahlung
$\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}_{BS}$	Polfigurfenster bei Verwendung von Bremsstrahlung
R	Radius des Meßkreises
H_D	axiale Höhe des Detektorfensters
\tilde{A}_D	axiale Detektorapertur
D	Abstand des Detektors zur Probenoberfläche
B_D	äquatoriale Breite des Detektorfensters
A_D	axiale Detektorapertur
A_{PD}	Primärdivergenz
$E_{(hkl)}$	Energie der (hkl)-Beugungslinie
ΔE	Breite der Beugungslinie im Energiespektrum
x, y	Probenkoordinaten der Translation
z	z-Koordinate des Probenmittelpunktes
$\{x, y\}_i$	Punkt des Probenrasters
$\{\alpha, \beta\}_i$	Punkt des Polfigurrasters
$K(\alpha, \beta)$	Polfigurrasterpunkt zu welchem ein Texturverteilungsbild aufgenommen wird

1. Einleitung

1.1 Gefüge, Textur und Anisotropie

Die meisten natürlichen Materialien (z.B. Gesteine, Mineralien) und in der Technik verwendeten festen Werkstoffe (z.B. Metalle, Legierungen, Halbleiter, Keramiken) liegen in kristalliner Form vor oder sind zumindest teilkristallin (z.B. (entglaste) Gläser, viele glasartigen Werkstoffe, Polymere). Dabei handelt es sich, außer in den Fällen reiner Einkristalle, um Stoffe mit polykristallem Aufbau, d.h. sie bestehen aus Kristalliten unterschiedlicher Größe, Form, Orientierung und eventuell sogar unterschiedlicher Kristallstruktur (Allotropie, mehrphasige Werkstoffe). Das Gefüge (Mikrostruktur) dieser Stoffe wird im wesentlichen durch folgende Merkmale gekennzeichnet:

- Phasenstruktur (Art und Anteil der vorhandenen Phasen)
- Kornstruktur (Form und Größe der Kristallite)
- Textur (Verteilung der kristallographischen Orientierungen der Kristallite)
- Substruktur (Gitterfehler)
- Morphologie (gegenseitige Anordnung und Ausrichtung der Körner und Phasenanteile)

Die Kristallstruktur der Kristallite führt zur Anisotropie einer Reihe technisch wichtiger Materialeigenschaften, wie z.B. der Elastizität und Plastizität, Fließgrenze, Härte, Festigkeit und Spaltbarkeit, thermischen Ausdehnung, Leitfähigkeit, Polarisierung, Magnetisierung und Piezoelektrizität, Korrosionsbeständigkeit oder des Streuverhaltens gegenüber Teilchen oder elektromagnetischer Strahlung. Der Grad der Anisotropie hängt stark vom Gittertyp des Materials und der betrachteten Eigenschaft ab. So ändert sich der Elastizitätsmodul in einem Graphitkristall in Abhängigkeit von der Richtung um einen Faktor 22. Kommt es wie im Falle einer geregelten Textur dazu, daß in einem polykristallinen Werkstück bestimmte Orientierungen der Kristallite einer Phase bevorzugt auftreten, dann wird auch bei einer Mittelung über die in der Regel sehr große Anzahl von Kristalliten eine gewisse makroskopische Anisotropie übrigbleiben. Die maximal mögliche Anisotropie ist dann offensichtlich durch die Anisotropie der entsprechenden Eigenschaft des Einkristalls vorgegeben und wird erreicht, wenn alle Kristallite der Phase praktisch gleiche Orientierung haben. Sind hingegen die Orientierungen gleichhäufig vorhanden (regellose Textur), so ist das makroskopische Verhalten des polykristallinen Materials isotrop, obwohl seine Bausteine (Kristallite) selbst anisotropes Verhalten zeigen.

Die mittleren Materialeigenschaften polykristalliner Materialien hängen also nicht nur von der Größe, Form und Anordnung der Körner ab, sondern auch ganz wesentlich von ihrer Textur, d.h. der Verteilung der kristallographischen Orientierungen. Textur und Korngrenzen sind der Schlüssel zur Beschreibung der Anisotropie polykristalliner Stoffe.

1.2 Die Textur in technischen Werkstoffen und natürlichen Materialien

Die Textur hat als Werkstoffparameter in der letzten Zeit zunehmend an Bedeutung gewonnen und betrifft heute viele Bereiche der industriellen Fertigung. Die Anwendungen der Texturanalyse reichen von der Ur- und Umformung von Werkstoffen, der Rekristallisation über das Kornwachstum und Phasenumwandlungen bis zur Erklärung und Berechnung

texturabhängiger anisotroper Eigenschaften. In der Produktion spielt die Überwachung der Textur eine besondere Rolle, da es ohne deren Berücksichtigung zu erheblichen Unsicherheiten in der Angabe von Eigenschaftswerten kommen kann. Dabei zeigt es sich, daß die texturbedingten Eigenschaften von Produkten, die dasselbe Herstellungsverfahren durchlaufen, in der Regel nur geringfügig variieren. Geht man jedoch zu einem anderen Herstellungsverfahren des gleichen Werkstückes über, so können ganz erhebliche Änderungen in der Textur und den daraus resultierenden Eigenschaften auftreten. Technologische Prozesse wie das Walzen, Gießen, Strangpressen und Wärmebehandlungen können die Orientungsverteilung im Werkstück in charakteristischer Weise ändern. Aus der Analyse der Textur können Rückschlüsse auf die Prozeßparameter gezogen werden, dem das Material ausgesetzt war. Den texturmodifizierenden Prozessen der plastischen Verformung und der Rekristallisation kommt dabei besondere technische Bedeutung zu. Die plastische Verformung beruht auf dem Erzeugen und der Bewegung von Versetzungen und der Zwillingsbildung. Durch die Rekristallisation, z.B. während des Glühvorganges, wird die Versetzungsdichte herabgesetzt.

Ein anderer Aspekt ist die Entwicklung von Werkstoffen mit maßgeschneiderter Textur. Da ein Werkstück meist nicht in alle Richtungen gleich beansprucht wird, können durch das gezielte Einstellen bestimmter Texturen die anisotropen Eigenschaften eines vorzugsorientierten Werkstückes dem jeweiligen Einsatzprofil genau angepaßt werden. Aber auch in der Grundlagenforschung ist die Texturanalyse zu einem exzellenten Hilfsmittel geworden. So ist die Messung von Ausgangs- und Endtextur eine Voraussetzung zur Untersuchung des Ablaufs fundamentaler Vorgänge, die mit Änderungen des kristallinen Aufbaus korreliert sind.

Die Geologie ist neben der Metallkunde ein weiteres klassisches Anwendungsgebiet der Texturanalyse. Bedingt durch tektonische oder metamorphe Vorgänge in der Erdkruste unterliegen auch die Gesteine texturmodifizierenden Prozessen. Technologische Begriffe wie Walzebene und Walzrichtung finden ihre geologischen Entsprechungen in den Begriffen Foliation und Lineation. Die Ursachen für die Ausbildung geologischer Texturen sind jedoch sehr mannigfaltig.

Die Quantitative Texturanalyse hat heute einen solchen Stand erreicht, daß die Beschränkungen auf hohe Proben- und Kristallsymmetrien überwunden sind. Damit werden nun auch moderne nichtmetallische, intermetallische oder keramische HiTec-Werkstoffe und Polymere der Analyse zugänglich, die häufig eine niedrige Kristallsymmetrie haben, oder insbesondere in kleinen Probenbereichen eine niedrige Probensymmetrie aufweisen.

Ein in der letzten Zeit zunehmend an Bedeutung gewinnendes Forschungsgebiet sind *lokale Texturen*. Die Messung der lokalen Textur im Mikrobereich ist von Interesse, da Werkstoffe oftmals eine inhomogene Textur zeigen, d.h. die Textur von der betrachteten Probenstelle abhängt, auch wenn statistisch hinreichend viele Kristallite erfaßt werden. Die Kenntnis von Texturinhomogenitäten ist für den Einsatz von Werkstücken wichtig, da sie stets mit Unterschieden in den lokalen physikalischen Werkstoffeigenschaften verbunden sind. So haben Schadensfälle durch Bruch, Riß oder Korrosion meist lokale Ursachen.

Bei vielen Prozessen, wie der plastischen Verformung, der Kristallisation aus der Schmelze, bei Phasenumwandlungen oder der starren Rotation kann es zur Ausbildung von inhomogenen Texturen im Werkstück kommen. So unterscheidet sich die Textur an den Blechoberflächen von der Textur in der Blechmitte, oder die Textur variiert mit der Kontur des Werkstücks nach dem Pressen. Lokale Texturunterschiede findet man auch in Reibverschleißschichten oder Schweißnähten. Durch die Analyse von Texturfeldern ist es auch möglich, Aussagen über den Ablauf von Mechanismen zu machen, die bisher zum Teil nur in groben Zügen erklärt wurden.

Dazu gehören inhomogene Fließprozesse in polykristallinen Werkstoffen bei der Metallumformung, dem Spritzgießen von Polymeren oder der Grünformung von Keramiken.

Neue Arbeitsgebiete der Texturforschung erschließen sich insbesondere durch die Entwicklung lokal hochauflösender Meßmethoden auf den Gebieten der Dünnschichttechnologie und der Mikrominiaturisierung. Immer dann, wenn die Abmessungen des Werkstückes in den Bereich der Korngröße gelangen, beeinflußt die lokale Textur Stoffeigenschaften in besonderem Maße. Eine elegante Meßmethode ist in diesem Zusammenhang die vollautomatische Einzelorientierungsmessung im Elektronenmikroskop. Durch sie ist es beispielsweise möglich, den Einfluß der Orientierungsverteilung der Körner auf den strominduzierten Materialtransport in mikroelektronischen Metallisierungsschichten zu untersuchen oder das Rekristallisationsverhalten von Materialien in-situ zu studieren.

Neben der Textur geben auch andere Gefügemerkmale Auskunft über den Ablauf von Änderungen des kristallinen Aufbaus, so daß neben der Messung der Orientierungsverteilung auch die Messung der Verteilung der Elemente und Phasen von Interesse ist. Des weiteren gewinnt die Untersuchung des Zusammenhanges zwischen lokaler Textur und lokalen Eigenspannungen zunehmend an Bedeutung.

2. Grundlagen der Texturanalyse

2.1 Definition der Textur

Der Begriff der Textur bezieht sich auf ein polykristallines Material, welches aus einzelnen Körnern (Kristalliten) mit unterschiedlicher Orientierung g und räumlicher Anordnung aufgebaut ist. Nach Wassermann [1] versteht man unter der Textur die Gesamtheit aller Orientierungen der Kristalle eines vielkristallinen Stoffes. Zur quantitativen Beschreibung der Textur wurde eine dreidimensionale Orientierungsdichtefunktion $f(g)$ (ODF) eingeführt [2, 3, 4]. Sie gibt den relativen Volumenanteil (1a) bzw. die relative Häufigkeit (1b) der Kristallite an, die in Bezug auf ein probenfestes Koordinatensystem eine Orientierung g innerhalb eines Orientierungsintervalles dg besitzen.

$$f^V(g) = \frac{1}{V} \frac{dV(g)}{dg} \quad (1a)$$

$$f^N(g) = \frac{1}{N} \frac{dN(g)}{dg} \quad (1b)$$

Dabei ist V das Gesamtvolumen und N die Gesamtzahl der Kristallite. Ist die mittlere Korngröße orientierungsabhängig, unterscheiden sich $f^V(g)$ und $f^N(g)$ voneinander. Die Texturfunktion $f(g)$ ist üblicherweise für den Fall einer regellosen Verteilung auf eins normiert:

$$f_{random}(g) \equiv 1 \quad (1c).$$

2.2 Lokale Textur

In der obigen dreidimensionalen Texturfunktion ist der Ort des Kristallits nicht enthalten, d.h. es wird nur die statistische Orientierungsverteilung der Kristallite beschrieben, ohne dabei deren Position in der Probe zu berücksichtigen. Mit dem Begriff der lokalen Textur können auch Inhomogenitäten im Gefügebau statistisch beschrieben werden [5]. Hierzu wird einem Volumenelement $V(\vec{r})$ am Ort \vec{r} innerhalb des Gesamtprobenvolumens V_p eine lokale Textur zugeordnet und ein Texturfeld als Funktion der Orientierung g und des Ortes \vec{r} definiert:

$$f^V(\vec{r}, g) = \frac{1}{V(\vec{r})} \frac{dV(g)}{dg} \quad (2).$$

Die lokale ODF $f^V(\vec{r}, g)$ gibt den Volumenanteil $dV(g)$ der Kristallite an, die sich in dem Teilvolumen $V(\vec{r})$ am Ort \vec{r} im Probenvolumen mit einer Orientierung g innerhalb des Orientierungsintervalls dg befinden. Dabei soll die Voraussetzung gelten:

$$V_p \gg V(\vec{r}) \gg \text{Korngröße} \quad (3).$$

Sie ist bei röntgenographischen Messungen in den meisten Fällen erfüllt, da bei ausreichend feinkörnigen Materialien im Meßvolumen eine große Anzahl von Kristalliten erfaßt wird.

Der Mittelwert über alle lokale Texturen:

$$\overline{f^V(\vec{r}, g)} = \frac{1}{V_P} \int_{V_P} f^V(\vec{r}, g) d^3r = f^V(g) \quad (4)$$

heißt globale Textur und ist identisch mit der Definition in (1a). Ergibt sich für alle Teilvolumina $V(\vec{r})$ dieselbe Orientierungsverteilung, dann ist die Textur über $V(\vec{r})$ homogen, anderenfalls inhomogen. Für homogene Proben sind also lokale und globale Textur gleich.

2.3 Darstellung von Richtungen und Orientierungen

Um die ODF zu ermitteln ist es notwendig, die Orientierungen aller Kristallite der Probe zu bestimmen. Die kristallographische Orientierung g eines Kristallits in der Probe wird durch die Angabe der Transformation beschrieben, die das probenfeste Koordinatensystem \mathbf{K}_S in das jeweilige kristallfeste Koordinatensystem \mathbf{K}_C überführt (Abb. 2.1). Die Orientierung des Probenkoordinatensystems \mathbf{K}_S ist wiederum in Bezug auf das Laborkoordinatensystem \mathbf{K}_L festgelegt, welches z.B. bei der Nullkalibrierung aller Diffraktometerkoordinaten fixiert wird und als absolutes Referenzsystem dient.

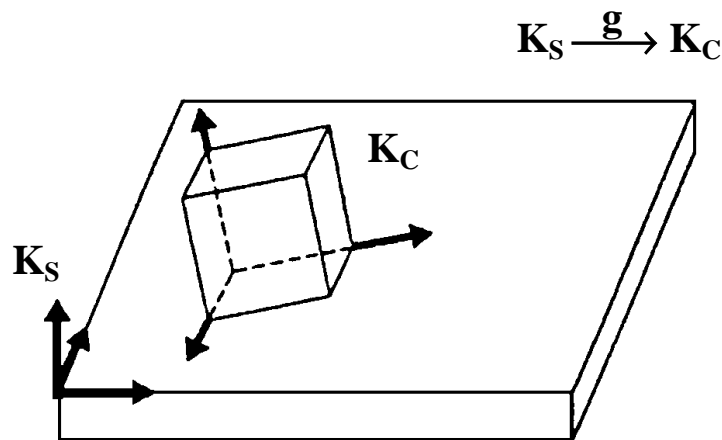


Abbildung 2.1

Definition von Kristallkoordinatensystem \mathbf{K}_C und Probenkoordinatensystem \mathbf{K}_S

Als Probenkoordinatensystem \mathbf{K}_S wird im allgemeinen ein kartesisches Rechtssystem verwendet. Es wird in der Regel der Prozeßgeometrie angepaßt, falls diese bekannt ist. So werden z.B. für die Geometrie des Walzprozesses die Walz-, Quer- und Normalenrichtung als Koordinatenachsen gewählt. Dagegen sind im natürlichen Gestein die Referenzrichtungen oft durch die Foliations- und Lineationsebene vorgegeben. In manchen Fällen soll die genaue Prozeßgeometrie jedoch erst bestimmt werden. Hierbei können die Texturdaten, die bezüglich eines Probensystems ermittelt wurden, unter Verwendung einfacher Transformationsvorschriften auch in Bezug auf ein anderes Probensystem bestimmt werden.

Die Beschreibung von Richtungen bezieht sich im folgenden auf das probenfeste bzw. das kristallfeste Koordinatensystem und kann in kartesischen Koordinaten oder in Polarkoordinaten durch die Angabe des Breiten- und Längswinkels erfolgen. Sie werden entsprechend als

$$\text{Probenrichtungen} \quad \vec{y} = (y_1, y_2, y_3) = \{\alpha, \beta\} \quad (5a)$$

$$\text{bzw.} \quad \text{Kristallrichtungen} \quad \vec{h} = (h_1, h_2, h_3) = \{\Theta, \gamma\} \quad (5b)$$

bezeichnet (Abb. 2.2).

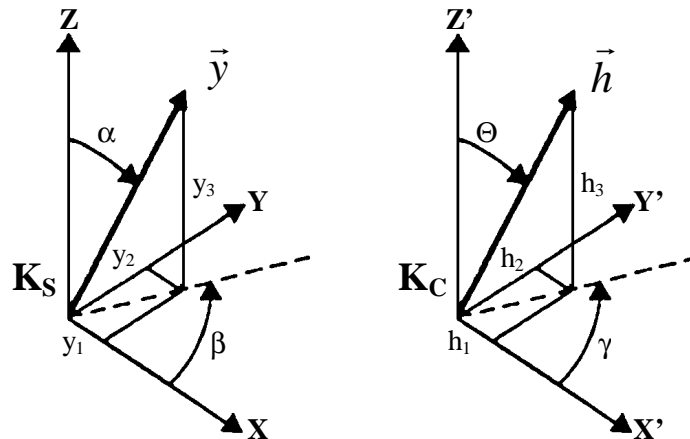


Abbildung 2.2

Probenrichtung \vec{y} bzw. Kristallrichtung \vec{h} , definiert im Probensystem \mathbf{K}_S bzw. Kristallsystem \mathbf{K}_C

Die *Orientierung* g eines einzelnen Kristallits in der Probe wird durch die Angabe von Drehoperationen beschrieben, die das probenfeste Koordinatensystem \mathbf{K}_S in das kristallfeste System \mathbf{K}_C überführt:

$$K_C = g * K_S \quad K_C \xrightarrow{g} K_S \quad (6).$$

Dafür sind mindestens drei unabhängige Parameter notwendig. Zur Darstellung einer Orientierung gibt es eine Vielzahl äquivalenter Möglichkeiten, z.B. durch eine Orientierungsmatrix g_{ij} , Miller-Indizes $(hkl)[uvw]$, Eulerwinkel $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ oder die Angabe von Drehwinkel und Drehachse:

$$g = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} = (hkl)[uvw] = \{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\} = \{d_{(hkl)}, \Theta\} \quad (7).$$

Eine gebräuchliche und im folgenden häufig verwendete Darstellung der Orientierung ist die Angabe der Eulerwinkel $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$. Durch sie werden die Winkel von drei nacheinander folgenden Teildrehungen angegeben. Dabei wird zuerst mit φ_1 um die z-Achse, mit Φ um die neu entstandene x'-Achse und schließlich mit φ_2 um die z'-Achse gedreht.

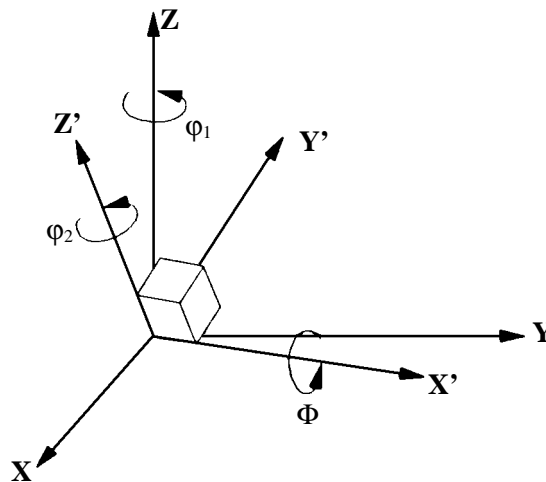


Abbildung 2.3

Definition der Eulerwinkel $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$

Mit der Darstellung der Orientierung durch Eulerwinkel ergibt sich aus der Beziehung (1a) für die Orientierungsdichtefunktion $f(g)$:

$$\frac{1}{V} \frac{dV}{dg} = f^v(g) = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (8)$$

mit

$$0 \leq \varphi_{1,2} < 2\pi \quad \text{und} \quad 0 \leq \Phi \leq \pi \quad (9)$$

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi \cdot d\varphi_1 \cdot d\Phi \cdot d\varphi_2 \quad (10)$$

und der Normierungsbedingung:

$$\oint f(g) dg = 1 \quad (11).$$

Die graphische Darstellung der ODF erfolgt meist in einem kartesischen Koordinatensystem mit den Eulerwinkeln als Achsen. Eine einzelne Kristallorientierung entspricht hierbei einem Punkt im Eulerraum. Die Häufigkeitsverteilung der Orientierungen wird durch Höhenlinien dargestellt, wobei der Eulerraum in eine Reihe zweidimensionaler Schnitte zerlegt wird.

2.4 Polfiguren

In den meisten Fällen liegt die primäre Texturinformation in Form von Polfiguren vor. Diese werden bei Beugungsexperimenten am Vielkristall durch Messungen der Poldichteverteilung ermittelt. Die Bestimmung der Orientierungsdichtefunktion erfolgt danach durch eine sogenannte Polfigurinversion [2, 3, 4].

Der Pol einer Netzebene ist durch den Schnittpunkt seiner Flächennormalen mit einer um den Mittelpunkt des einzelnen Kristallits konstruierten Einheitskugel (Polkugel) gegeben. Zur besseren Veranschaulichung werden die Pole bei der graphischen Darstellung jedoch meist in eine Ebene abgebildet. Dafür gibt es verschiedene Kugelprojektionsarten mit verschiedenen Abbildungseigenschaften. Die wichtigsten sind die stereographische (winkeltreue) und die flächentreue Projektion. Die kartesischen Koordinaten einer auf die Ebene abgebildeten Richtung $\{\alpha, \beta\}$ ergeben sich aus:

$$x = r(\alpha) \cdot \cos \beta \quad y = r(\alpha) \cdot \sin \beta \quad \text{mit} \quad r(\alpha) = \begin{cases} \tan \frac{\alpha}{2} & \text{winkeltreu} \\ \sqrt{2} \sin \frac{\alpha}{2} & \text{flächentreu} \end{cases}$$

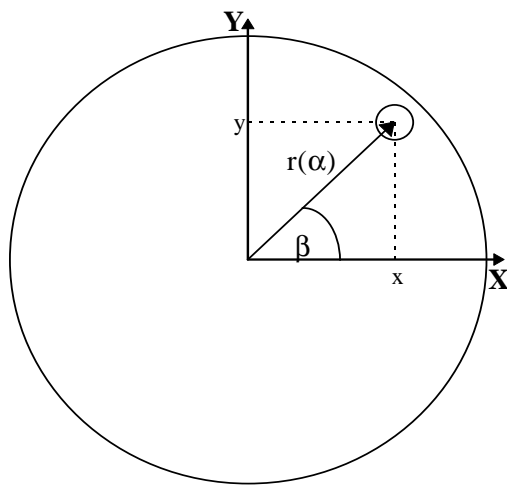


Abbildung 2.4

Koordinaten einer in die Zeichenebene projizierten Richtung $\{\alpha, \beta\}$

Bei einer polykristallinen Probe mit einer statistisch relevanten Zahl von Kristalliten kommt es zur Überlagerung einer großen Anzahl von Polen einer vorgegebenen (hkl)-Netzebenenchar, deren Häufigkeitsverteilung in Bezug auf das probenfeste System als Poldichteverteilung bezeichnet wird.

In einer Polfigur wird jeder Probenrichtung $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$ ein Poldichtewert $P_{\vec{h}}(\vec{y})$ zugeordnet, der den Volumenanteil dV der Kristallite beschreibt, deren Netzebenennormale $\vec{h} \perp (hkl)$ parallel zur Probenrichtung \vec{y} ist:

$$P_{\vec{h}}(\vec{y}) = P_{(hkl)}(\alpha, \beta) = 4\pi \frac{1}{V} \frac{dV_{\vec{h} \parallel \vec{y}}}{dy} \quad \text{mit} \quad dy = \sin \alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta \quad (12).$$

Dabei gibt dy das Raumwinkelelement auf der Polkugel an, um welches die Parallelstellung von Probenrichtung und Netzebenenrichtung abweichen kann. Eine Polfigur beschreibt somit eine Richtungsverteilung von (hkl)-Netzebenenchar relativ zum Probenkoordinatensystem.

Experimentell erfolgt die Aufnahme der Poldichteverteilung $P_{(hkl)}(\alpha, \beta)$ durch Messung der gebeugten Intensität $I_{(hkl)}(\alpha, \beta)$, wobei durch Drehen und Kippen der Probe nacheinander alle

Probenrichtungen abgetastet werden. Die für eine Richtung registrierte Intensität ist bis auf später zu besprechende Korrekturfaktoren ein Maß für den Volumenanteil der beugenden Kristallite. Für die Erfüllung der Beugungsbedingung ist der Drehwinkel γ der Netzebene um die Netzebenennormale \vec{h} ohne Bedeutung. Die Polfigur ist somit das Integral der dreidimensionalen Texturfunktion $f(g)$ über alle Orientierungen, für welche die Netzebenenrichtung \vec{h} parallel zur Probenrichtung \vec{y} steht:

$$P_{(hkl)}(\alpha, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{\vec{h} \parallel \vec{y}} f(\alpha, \beta, \gamma) d\gamma \quad 0 \leq \gamma < 2\pi \quad (13).$$

Die Polfigur kann danach auch als zweidimensionale Projektion der dreidimensionalen ODF aufgefaßt werden. Gleichung (13) stellt die Grundgleichung der Texturanalyse dar. Sie gestattet es, aus den ermittelten Polfigurdaten die Orientierungsverteilung $f(g)$ zu bestimmen.

Aufgrund der Normierungen der ODF in (1c) und (11) ergeben sich der Vorfaktor 4π in Gleichung (12) sowie:

$$P_{(hkl)}(\alpha, \beta)_{random} = 1 \quad \text{und} \quad \oint P_{(hkl)}(\alpha, \beta) dy = 4\pi \quad (14).$$

2.5 Polfigurinversion

Polfiguren sind Verteilungsfunktionen einzelner Kristallrichtungen, die nur zwei der drei Orientierungsparameter enthalten. Über die Grundgleichung (13) wird der Zusammenhang mit der ODF hergestellt. Der mathematische Formalismus, der es gestattet aus den zu unterschiedlichen (hkl) gehörenden zweidimensionalen Polfiguren die dreidimensionale ODF zu berechnen, wird als Polfigurinversion bezeichnet. Dafür existieren verschiedene mathematische Verfahren. Auf zwei soll an dieser Stelle näher eingegangen werden, da sie im Verlauf der Arbeit zur Anwendung kommen.

2.5.1 Reihendarstellung

Bei der häufigsten zur Polfigurinversion verwendeten Methode werden sowohl die ODF als auch die Polfiguren durch eine Reihenentwicklung approximiert [2, 3, 6]. Die ODF wird dabei nach verallgemeinerten Kugelflächenfunktionen T_l^{mm} entwickelt. Die T-Funktionen (Wignerfunktionen) bilden ein vollständiges orthonormiertes Funktionensystem und haben im g-Raum eine Periodenlänge von $2\pi/l$. Der numerische Aufwand wird insbesondere im Fall von hohen Proben- oder Kristallsymmetrien reduziert, indem symmetrisierte Wignerfunktionen $T_l^{\mu\nu}$ verwendet werden:

$$f(g) = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{L_{Max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} T_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (15).$$

Dabei sind $M(l)$ bzw. $N(l)$ natürliche Zahlen, die von der Kristall- bzw. Probensymmetrie abhängen und L_{Max} der Reihenentwicklungsgrad. Die gesuchten C-Koeffizienten charakterisieren somit das periodische Verhalten der ODF.

Die Entwicklung der Polfiguren erfolgt nach symmetrisierten Kugelflächenfunktionen

$$P_{(hkl)}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0}^{L_{Max}} \sum_{v=1}^{N(l)} F_l^v(hkl) K_l^v(\alpha, \beta) \quad (16)$$

Über die Grundgleichung der Texturanalyse (13) sind die Beziehungen (15) und (16) miteinander verknüpft, woraus sich der folgende Zusammenhang zwischen den F-Koeffizienten der Polfiguren und den C-Koeffizienten der ODF ergibt:

$$F_l^v(hkl) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu v} K_l^{*\mu}(hkl) \quad (17).$$

Dabei ist die Normale der (hkl)-Netzebene parallel zur Probenrichtung $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$ ausgerichtet. Die Prozedur der Polfigurinversion läuft dann wie folgt ab: Im ersten Schritt werden aus den experimentell ermittelten Polfiguren die F-Koeffizienten nach (16) bestimmt. Im zweiten Teilschritt, der Koeffizientenrechnung, werden die C-Koeffizienten gemäß (17) ermittelt. Die ODF erhält man schließlich im dritten Schritt, der Synthese, durch Berechnung nach (15). Eine exakte Bestimmung von $f(g)$ wird formal nur für $M(l) \rightarrow \infty$ erreicht und würde eine unendlich große Anzahl von Polfiguren erfordern. Durch den Abbruch der Reihe nach einem endlichen Entwicklungsgrad L_{Max} ist nur eine Approximation der ODF möglich. Hierbei kann insbesondere die per Definition einzuhaltende Positivitätseigenschaft der ODF $f(g) \geq 0$ verletzt werden. Eine Abschätzung zwischen dem Reihenentwicklungsgrad und einer in der approximierten ODF erreichten charakteristischen Orientierungsauflösung $\Delta\omega$ ist gegeben durch [9]:

$$L_{Max} = \frac{360^\circ}{2 \cdot \Delta\omega} \quad (18)$$

2.5.2 Komponentendarstellung

Die Komponentendarstellung bietet gegenüber der Reihenmethode insbesondere dann Vorteile, wenn sich die wichtigsten Texturmerkmale bereits durch wenige Vorzugsorientierungen beschreiben lassen. Sie geht zurück auf den von Wassermann [1] eingeführten Begriff der Ideallagen, welche durch die Angabe einer Vorzugsorientierung mit einer geschätzten Streubreite charakterisiert werden. Eine quantitative Texturbeschreibung kann aber erst mit der Einführung sogenannter Texturkomponenten erfolgen, die durch geeignete Modellfunktionen definiert sind. Dabei beschreibt die Modellfunktion im Orientierungsraum eine um die Vorzugsorientierung herum lokal beschränkte und normierte Verteilung. Im Gegensatz dazu füllen die Funktionen, nach denen in Reihenansätzen entwickelt wird, den gesamten g-Raum aus.

Bei der Komponentenmethode wird davon ausgegangen, daß sich die ODF durch die Überlagerung geeigneter Texturkomponenten approximieren läßt [7, 8]:

$$f(g) = F + \sum_c I^c f^c(g) \quad (19)$$

Dabei wird eine Komponente C beschrieben durch die im Orientierungsraum beschränkte Modellfunktion $f^C(g)$ und eine Intensität I^C , welche das Teilvolumen der zur Komponente gehörenden Kristallite in der Probe angibt. Die durch F gegebene Intensität stellt den Volumenanteil der regellos orientierten Kristallite dar und wird als regellose Komponente oder Fon bezeichnet. Die Modellfunktionen sind stets normierbar, und die Summe der Intensitäten aller Komponenten ist eins:

$$\oint_G f^C(g) dg = 1 \quad F + \sum_C I^C = 1 \quad (20)$$

Weiterhin wird im allgemeinen für alle Orientierungen g Positivität vorausgesetzt:

$$f^C(g) \geq 0 \quad \text{und} \quad I^C \geq 0 \quad (21)$$

Zur quantitativen Beschreibung einer Modellkomponente wurde erstmals von Bunge [2] eine sphärische Gaußverteilung vorgeschlagen:

$$f^C(g, g^C) = f(\tilde{\omega}) = N(\Psi^C) \exp(-(\tilde{\omega} / \Psi^C)^2) \quad (22),$$

wobei der Normierungsfaktor $N(\Psi^C)$ durch eine charakteristische Streubreite Ψ^C gegeben ist:

$$N(\Psi^C) \approx \frac{2\sqrt{\ln 2}}{\Psi^C (1 - \exp(-(\Psi^C / 2)^2))} \quad (23)$$

Die Modellverteilung (22) wird in Anlehnung an eine Normalverteilung im euklidischen Raum definiert, wobei der euklidische Abstand durch $\tilde{\omega}$ ersetzt wird. Der Drehwinkel $\tilde{\omega}$ und die Drehachse \tilde{n}^C beschreiben dabei den Orientierungsunterschied $\tilde{g} = \{\tilde{n}^C, \tilde{\omega}\}$, der zwischen der Orientierung g und der Vorzugsorientierung g^C der Komponente besteht (Abb. 2.5). Sind die Orientierungen durch Eulerwinkel gegeben, berechnet sich dieser Winkelabstand aus:

$$\cos \frac{\tilde{\omega}}{2} = \cos \frac{\varphi_1 - \varphi_1'}{2} \cos \frac{\Phi - \Phi'}{2} \cos \frac{\varphi_2 - \varphi_2'}{2} - \sin \frac{\varphi_1 - \varphi_1'}{2} \sin \frac{\Phi + \Phi'}{2} \sin \frac{\varphi_2 - \varphi_2'}{2} \quad (24)$$

Für den Fall $g = g^C$ (Vorzugsorientierung) erreicht die Modellverteilung ihr Maximum und nimmt mit steigendem Abstand $\tilde{\omega}$ ab. Da die Drehachse \tilde{n}^C selbst keinen Einfluß auf $\tilde{\omega}$ hat, wird dieser Komponententyp als sphärische Komponente, Kugelkomponente oder auch Peakkomponente bezeichnet. Die in (22) gegebene Verteilung erfüllt jedoch nicht die aus der Periodizität des g -Raums

$$\tilde{g} = \{\tilde{n}^C, \pi - \tilde{\omega}\} = \{\tilde{n}^C, \pi + \tilde{\omega}\} \quad (25)$$

folgende Symmetriebeziehung

$$f^C(\pi - \tilde{\omega}) = f^C(\pi + \tilde{\omega}) \quad (26)$$

Echte Normalverteilungen für den g -Raum, die (26) erfüllen, können hingegen durch folgende Beziehung beschrieben werden [10]:

$$f^C(\tilde{\omega}) = N(S^C) \exp(S^C \cos \tilde{\omega}) \quad (27)$$

mit

$$S^C = \frac{\ln 2}{1 - \cos(b^C / 2)} \quad \text{und} \quad N(S^C) = \frac{1}{I_0(S^C) - I_1(S^C)} \quad (28),$$

wobei $I_n(x)$ modifizierte Besselfunktionen und b^C die Breite bei halbem Maximum der Orientierungsverteilung sind.

Neben sphärischen Komponenten enthalten Texturen auch oft axialsymmetrische Anteile. Diese sind insbesondere bei texturmodifizierenden Prozessen zu beobachten, bei denen eine bestimmte Richtung ausgezeichnet ist. Ein klassisches Beispiel dafür ist das Drahtziehen. Anstelle einer einzigen Vorzugsorientierung g^C (wie im Falle einer sphärischen Komponente) existiert nun eine Schar unendlich vieler, gleichberechtigter Vorzugsorientierungen, die durch Drehung um n^C ineinander überführt werden können. Die Schar der Vorzugsorientierungen beschreibt im g -Raum einen „Orientierungsfaden“ \bar{g}^C . Die ausgezeichnete Achse wird mit der Angabe der Richtung bezüglich des Kristallsystems \mathbf{K}_C durch h^C und bezüglich des Probensystems \mathbf{K}_S durch n^C eindeutig festgelegt (Abb. 2.5). Solche axialen Texturkomponenten werden als Fasern, die ausgezeichnete Richtung als Faserachse bezeichnet.

Axialsymmetrische und sphärische Komponentenformen können im Falle „echter“ Normalverteilungen in sogenannten elliptischen Komponenten zusammengefaßt werden, wobei sie im g -Raum ein Rotationsellipsoid bilden. Eine elliptische Komponente ist gegeben durch [7]:

$$f^C(g) = N(S^C, S_{\perp}^C) \exp(S^C \cos \tilde{\omega} + S_{\perp}^C \cos \tilde{\omega}_{\perp}) \quad (29)$$

mit

$$S_{\perp}^C = \frac{\ln 2}{1 - \cos(b_{\perp} / 2)} - S^C \quad (30)$$

und

$$N(S^C, S_{\perp}^C) = 1 / \int_0^1 \exp(S_{\perp}^C \cdot t^2) (I_0(T) - I_1(T)) dt \quad (31)$$

$$T = S_{\perp}^C (1 - t^2) + S^C \quad (32).$$

Dabei ist $\tilde{\omega}$ wiederum der Drehwinkel der sphärischen Komponente, der sich aus dem Orientierungsabstand von g zur Vorzugsorientierung g^C ergibt (24). Für den sphärischen Anteil muß anstelle dieses Orientierungsabstandes der Winkel $\tilde{\omega}_{\perp}^C$ verwendet werden, der sich zwischen der probenfesten Faserachse n^C und der Richtung $g^{-1}h^C$, welche die kristallbezogene Faserachse h^C im Probensystem beschreibt, ergibt. (Abb. 2.5). Eine elliptische Komponente reduziert sich zu einer reinen Faserkomponente für $S^C = 0$ oder zu einer reinen Peakkomponente für $S_{\perp}^C = 0$.

Die zu (29) korrespondierenden Polfiguren ergeben sich aus der Grundgleichung der Texturanalyse (13) in einer geschlossenen analytischen Darstellung:

$$P_{\vec{h}}^c(\vec{y}) = N(S^c, S_{\perp}^c) \cdot \exp\left(S^c \cdot \sin \frac{\vartheta^*}{2} + S_{\perp}^c \cdot \cos \vartheta_1 \cos \vartheta_2\right) \cdot I_0\left(S^c \cos \frac{\vartheta^*}{2} + S_{\perp}^c \sin \vartheta_1 \sin \vartheta_2\right) \quad (33)$$

mit $\vartheta_1 = \angle(\vec{h}^c, \vec{h})$ $\vartheta_2 = \angle(\vec{n}^c, \vec{y})$ $\vartheta^* = \angle(\vec{h}, g^c \vec{y})$ (34)

Für sphärische Komponenten mit kleinen Streubreiten $\Psi^c \ll \pi$ sind die Bunge-Verteilung (22) und die sphärische Normalverteilung (27) annähernd identisch. Neben der Beschreibung der Modellkomponenten durch Gaußverteilungen sind auch andere Varianten denkbar, z.B. durch Lorentzverteilungen. Dabei kann es zu Unterschieden in den ermittelten Volumenanteilen einzelner Texturkomponenten kommen, die als Formeffekte bezeichnet werden.

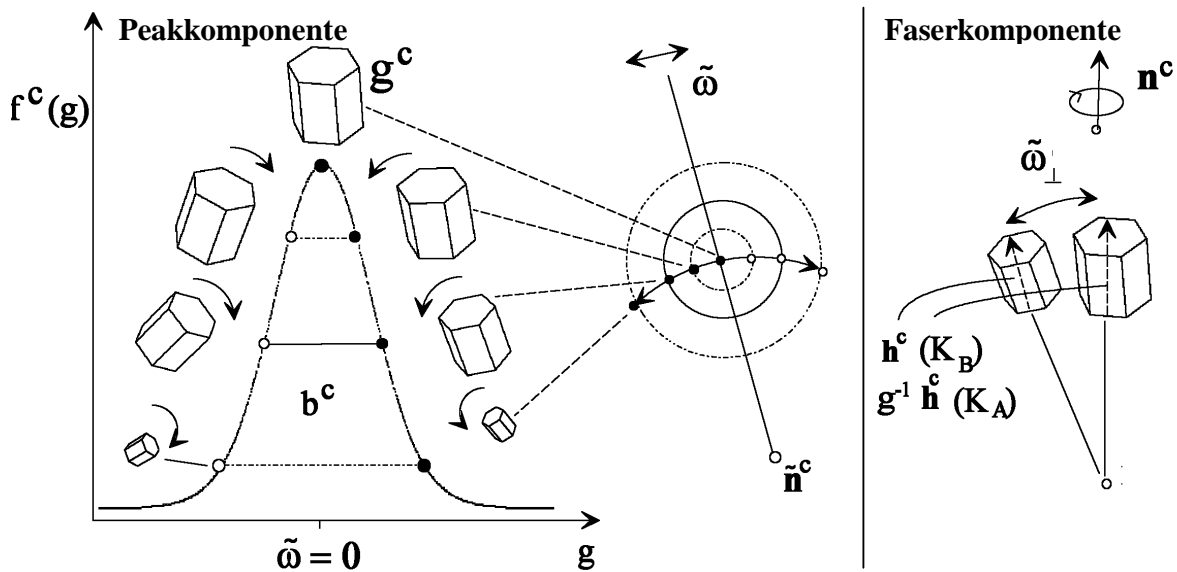


Abbildung 2.5

Schematische Darstellung einer sphärischen Texturkomponente (Peakkomponente) mit Vorzugsorientierung g^c und der Streubreite b^c . Die Modellverteilung $f^c(g)$ hängt nur vom Drehwinkel $\tilde{\omega}$ des Orientierungsabstandes zwischen g und g^c ab, nicht jedoch von der Drehachse \tilde{n}^c . Im Falle einer Faserkomponente treten alle durch Rotation um die bevorzugte Achse n^c erzeugten Orientierungen gleichhäufig auf. In die Modellverteilung $f^c(g)$ für diese Faserkomponente geht nur der Winkel $\tilde{\omega}_{\perp}$ zwischen der probenfesten Faserachse n^c und der Richtung $g^{-1}h^c$ ein, welche die kristallbezogene Faserachse h^c im Probensystem beschreibt (gestrichelt dargestellt).

Bestimmung der Komponentenparameter aus den Polfiguren

Grundsätzlich können im Beugungsexperiment die Netzebenen (hkl) nicht von $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ unterschieden werden (Friedelsches Gesetz), so daß nur reduzierte Polfiguren $\tilde{P}_h(\vec{y})$ gemessen werden können:

$$\tilde{P}_h(\vec{y}) \stackrel{(13)}{=} \int_{\vec{h} \parallel \vec{y}} f(\alpha, \beta, \gamma) d\gamma = \frac{1}{2} [P_{\vec{h}}(\vec{y}) + P_{-\vec{h}}(\vec{y})] \quad (35).$$

Daneben kann es insbesondere bei niedrigen Kristallsymmetrien und in mehrphasigen Systemen zur völligen oder partiellen Koinzidenz von Bragg-Reflexen kommen, wenn bestimmte Netzebenen gleiche oder annähernd gleiche Abstände haben:

$$d_{(hkl)}^p = d_{(h'k'l')}^{p'} \quad \text{oder} \quad d_{(hkl)}^p \approx d_{(h'k'l')}^{p'} \quad (36).$$

Die gemessenen Polfiguren setzen sich dann wie folgt zusammen:

$$\tilde{D}_d(\vec{y}_r) = N_d \sum_{p,i} q_{id}^p \tilde{P}_{h_i}^p(\vec{y}_r) \quad (37).$$

Dabei sind \vec{y}_r die Probenrichtung, p die Phase und $i \equiv (hkl)$ die Miller-Indizes der Polfiguren. Die Faktoren N_d und q_{id}^p hängen von der Struktur, den Phasenanteilen und der Absorption in komplexer Weise von einander ab [11] und müssen im allgemeinen als unbekannte Parameter behandelt werden.

Gesucht ist für jede Phase p eine Komponentenbeschreibung der ODF $f^p(g)$ mit dem Ziel, eine möglichst gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen Polfiguren $\tilde{D}_d(\vec{y}_r)$ und den durch Modellkomponenten für alle gemessenen Probenrichtungen \vec{y}_r errechneten Werten der Polfiguren $\tilde{D}_d^M(\vec{y}_r)$ zu erzielen. Die Komponentenparameter I^{pc} , g^{pc} , b^{pc} , \bar{n}^{pc} , b_{\perp}^{pc} und die Werte N_d , q_{id}^p werden dabei in einem „least-square“-Verfahren zur Variation freigegeben, bis ein Minimum in der Differenz zwischen experimentellen und errechneten Polfiguren gefunden wird:

$$\sum_{i,r} w_{ir} \left[\tilde{D}_d(\vec{y}_r) / N_d - \sum_{p,i} q_{id}^p \sum_c I^c \tilde{P}_{h_i}^M(g^{pc}, b^{pc}, \bar{n}^{pc}, b_{\perp}^{pc}, \vec{y}_r) \right]^2 \Rightarrow \text{Min} \quad (38).$$

Dabei sind w_{ir} Wichtungsfaktoren. Zur Bestimmung der Parameter einer Komponente ist es notwendig, die Startwerte für diese Iteration in einer interaktiven Prozedur abzuschätzen. Mit Hilfe des Programms MulTex [12] wird dieser Ansatz durch die graphische Darstellung der Pole jeder einzelnen Komponente sowie die Angabe der sich ergebenden Differenzpolfiguren unterstützt:

$$\Delta \tilde{D}_d(\vec{y}_r) = \frac{\tilde{D}_d(\vec{y}_r) - \tilde{D}_d^M(\vec{y}_r)}{N_d} \quad (39).$$

Durch das schrittweise Hinzunehmen weiterer Komponenten werden schließlich alle in den Differenzpolfiguren verbleibenden signifikanten Poldichtekonzentrationen beschrieben. Jeder Iterationsschritt umfaßt dabei folgende Einzelschritte:

1. Ein interaktiver, graphisch unterstützter Ansatz für eine kleine Anzahl von Peak- und Faserkomponenten
2. Berechnung von N_d , q_{id}^p und I^{pc} durch lineare Approximation nach (38)
3. Eine verfeinerte Berechnung von I^{pc} , g^{pc} , b^{pc} , \vec{n}^{pc} , b_{\perp}^{pc} durch nichtlineare Approximation nach (38)

Für mehr Details sei an dieser Stelle auf [7, 13, 14] verwiesen. Die Parameter der Texturkomponenten werden im weiteren Verlauf der Arbeit meist in Tabellenform zusammengestellt. Für Peakkomponenten (PK) werden die Intensität I , die Halbwertsbreite b und die Vorzugsorientierung g^c mit den drei Eulerwinkeln $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ angegeben. Für die Faserkomponenten werden neben der Intensität I und Halbwertsbreite b_{\perp} die Vorzugsorientierungen $g = \{\Phi, \varphi_2 | \alpha, \beta\}$ durch die Angabe der Faserachse in Bezug auf das Kristallkoordinatensystem $\vec{n}^c = \{\Phi, \varphi_2\}$ und das Probenkoordinatensystem $\vec{h}^c = \{\alpha, \beta\}$ festgelegt. Dabei sind \vec{h}^c und \vec{n}^c parallel.

2.6 Experimentelle Methoden der lokalen und globalen Texturmessung

Die experimentellen Methoden zur Texturbestimmung sind sehr vielfältig und lassen sich nach verschiedenen Gesichtspunkten unterscheiden, z.B. der verwendeten Strahlung (Licht, Röntgen-, Synchrotronstrahlung, Neutronen, Elektronen) oder eingesetzten Detektionstechnik (Mikroskop, Diffraktometer, Bildanalysator).

Lichtoptische Verfahren zur Bestimmung von Einzelorientierungen haben insbesondere in der Geologie eine gewisse Verbreitung. Sie beruhen auf der Anisotropie des Brechungsindex bei niedrigsymmetrischen Mineralen. Mehr qualitativ und mit gewissen Einschränkungen lassen sich auch orientierungsabhängige Ätzverfahren zur Abbildung der Textur in kleinen Bereichen nutzen. Daneben existiert die Möglichkeit zur indirekten Bestimmung der Textur durch das Messen der anisotropen Materialeigenschaften.

Für die quantitative Texturanalyse werden jedoch heute fast ausschließlich Beugungsverfahren verwendet, die sich in zwei Hauptgruppen einteilen lassen: Einzelorientierungsmessungen und Polfigurmessungen. Die Polfigurmessung ist ein integrierendes Verfahren, da in der Regel das Meßvolumen eine große Anzahl von Kristalliten enthält. Einzelorientierungsmessungen beruhen auf der Elektronenbeugung an einzelnen Kristalliten, während die Röntgen- oder Synchrotronbeugung hier kaum mehr zum Einsatz kommt.

Die Berücksichtigung von Texturinhomogenitäten muß bei den Messungen stets in Abhängigkeit von der jeweiligen Fragestellung berücksichtigt werden. Ist man nur an der globalen Textur interessiert, so wird die Messung integrierend über die Probe durchgeführt. Dies erreicht man in der Röntgenbeugung zum Beispiel durch die Vergrößerung des Strahlquerschnittes oder durch periodisches Verschieben der Probe unter dem Strahl während der Messung. Insbesondere eignet sich die Neutronenbeugung zur Bestimmung der globalen Textur. Aufgrund der großen Eindringtiefe wird stets ein großes Probenvolumen detektiert, wobei fast immer vollständige Polfiguren gemessen werden können.

Ist man an den Texturinhomogenitäten selbst interessiert, so kann man nach [15] vier verschiedene Möglichkeiten unterscheiden. Die erste besteht darin, aus der Probe einzelne Bereiche durch Abtrennen, Abschleifen, Ausbohren etc. voneinander zu trennen und einzeln zu analysieren. Diese Methode eignet sich gut bei ausgedehnten Inhomogenitäten in massiven Proben. Nachteil ist hier, daß vor der Messung im allgemeinen nicht klar ist, in welchen Probenbereichen bestimmte Texturkomponenten zu finden sind. Daneben ist die Präparation der Probe sehr aufwendig und kann außerdem mit einer Texturmodifizierung verbunden sein.

Die zweite Möglichkeit besteht darin, die Probe in einem geeigneten Verfahren im „Lichte“ eines Polfigurpunktes abzubilden. Das auf dieser Methode basierende Röntgen-Rasterverfahren soll im Laufe dieser Arbeit noch ausführlich vorgestellt werden.

Deutlich eleganter als das mechanische Trennen bestimmter Probenbereiche ist die dritte Möglichkeit zur Bestimmung der lokalen Textur mit Hilfe von Feinstrahl-Texturmessungen. Dabei wird der Primärstrahl zu einer kleinen Sonde ausgeblendet oder fokussiert und damit nur der interessierende Probenbereich bestrahlt. Bei Röntgen- oder kurzwelliger Synchrotronstrahlung kann mangels geeigneter Linsen das Verkleinern der Sonde nur durch Ausblenden erfolgen. Durch die damit verbundene drastische Intensitätsabnahme liegen die maximal erreichbaren Ortsauflösungen bei etwa 10 bis 50 μm . Eine gewisse Verbesserung kann durch die Anwendung von Glaskapillaren oder Kondensorsystemen mit Zonenlinsen erreicht werden.

Bei Verfahren, die auf der Elektronenbeugung basieren, ergeben sich andere Möglichkeiten. Wegen ihrer elektrischen Ladung lassen sich Elektronen durch elektrische und magnetische Linsensysteme hervorragend zu einem extrem intensiven und feinen Strahl fokussieren, was zu einer erheblichen Verbesserung der Ortsauflösung auf bis zu 0,1 μm (SEM) und 10 nm (TEM) führt. Durch eine Strahlablenkung kann außerdem die Probenoberfläche in einfacher Weise abgerastert werden. Durch die vollautomatische Bildauswertung von Kikuchi-Linien können dann Einzelorientierungen mit hoher Präzision bestimmt werden. Dabei werden heute Meßzeiten von 0,2 sec pro Orientierung erreicht. Der große Vorteil von Einzelorientierungsmessungen gegenüber Polfigurmessungen besteht darin, daß neben der vollen Orientierung auch die Form, Größe und Verteilung der Einzelkristalle erfaßt werden kann. Somit sind diese Verfahren die einzige Möglichkeit, Orientierungs-Korrelationsfunktionen, Korngrößen- oder Kornformverteilungen darzustellen. Daneben erlaubt diese Technik das Auffinden und die Bestimmung von Kleinwinkelkorn Grenzen, die sonst nur schwer nachweisbar sind (keine Geister!).

Eine vierte Möglichkeit zur Bestimmung der lokalen Textur ergibt sich bei einigen Sonderfällen auf indirekte Weise. Ist ein inhomogener Teilbereich in eine Matrix mit homogener Textur eingebettet, so kann man zunächst die Textur der gesamten Probe messen und dann im Vergleich die Textur der reinen Matrix. Durch Differenzbildung der geeignet gewichteten Polfiguren bleiben die Texturkomponenten übrig, die dem inhomogenen Teil zugeordnet werden können.

Trotz der Konkurrenz durch die Elektronenbeugung sind die Röntgenbeugungsverfahren nach wie vor die wichtigste Quelle zur Gewinnung von Texturdaten. Mit der Weiterentwicklung der experimentellen Methoden ergeben sich auch hier neue Anwendungsgebiete. Genannt seien an dieser Stelle der ortsempfindliche Detektor und der Flächendetektor. Durch diese Techniken ist neben einer schnellen Peakprofilanalyse auch die Trennung sehr komplexer und überlagerter Beugungsdiagramme möglich, die insbesondere bei niedriger Kristallsymmetrie oder mehrphasigen Materialien ein Problem darstellen. Daneben ergeben sich mit dem Einsatz von energiedispersiven Meßtechniken neue Anwendungen auf dem Gebiet der lokalen Texturmessungen und Gefügecharakterisierung, worauf im Verlauf der Arbeit noch ausführlich eingegangen werden soll.

3. Texturanalyse durch Röntgenbeugung am Vielkristall

3.1 Grundlagen der Beugungstheorie

Trotz zunehmender Bedeutung und rasanter Weiterentwicklung der Orientierungsbestimmung durch elektronenoptische Verfahren basieren auch heutzutage die meisten Methoden zur Bestimmung der ODF auf der Inversion von Polfiguren, die durch Röntgenbeugung an vielkristallinen Materialien erhalten werden. Dies soll im folgenden näher erläutert werden, wobei wir uns zunächst noch auf den Fall monochromatischer Primärstrahlung beschränken.

Die Beschreibung der für die Texturmessungen relevanten Beugungsphänomene kann im Rahmen der kinematischen Beugungstheorie erfolgen. Danach treten Beugungsmaxima n -ter Ordnung unter einem Braggwinkel $\vartheta_{(hkl)}$ auf, wenn ein monochromatischer Röntgenstrahl der Wellenlänge λ auf ein Kristallgitter mit einem Netzebenenabstand $d_{(hkl)}$ trifft, und die Braggsche Gleichung erfüllt wird:

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin \vartheta_{(hkl)} \quad (\text{Braggsche Gleichung}) \quad (40).$$

Hierbei reflektieren nur solche Kristallite des polykristallinen Probenvolumens, deren (hkl) -Netzebenennormalen $\vec{h}_{(hkl)}$ parallel zum Beugungsvektor $\Delta\vec{k}'$ liegen, der sich aus der Differenz der Wellenvektoren von einfallendem und gebeugtem Strahl ergibt:

$$\vec{h}_{(hkl)} \perp (hkl) \parallel \Delta\vec{k} = \vec{k} - \vec{k}' \quad (\text{Reflexionsbedingung}) \quad (41).$$

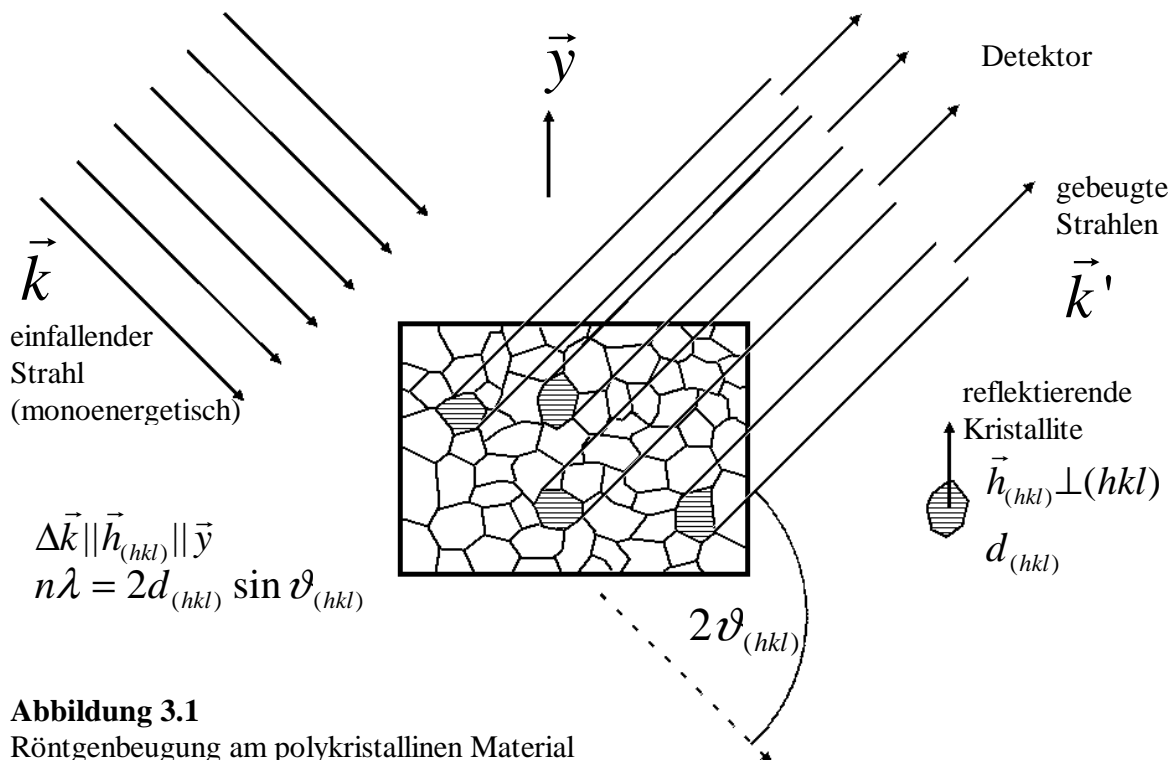


Abbildung 3.1
Röntgenbeugung am polykristallinen Material

Dabei steht die Flächennormale $\vec{h}_{(hkl)}$ senkrecht auf der betrachteten Netzebene (hkl) . Die in der Bragg'schen Gleichung vorausgesetzte monochromatische Strahlung kann in praxi nur annähernd erzeugt werden. Für Texturmessungen ist eine primär- oder sekundärseitig vorgenommene Filterung z.B. durch einen $K\beta$ Filter meist ausreichend, so daß der überwiegende Anteil der Intensität des Röntgenspektrums auf die Wellenlänge der $K\alpha$ -Linie entfällt. Für spezielle Anwendungen kann aber auch höher monochromatisierte Strahlung durch Kristallmonochromatoren generiert werden, was aber stets mit einem erheblichen Intensitätsverlust verbunden ist.

Um die Richtungsverteilung der Beugungsintensität $I_{(hkl)}(\vec{y})$ zu bestimmen, werden schrittweise alle interessierenden Probenrichtungen \vec{y} in Parallelstellung mit dem Beugungsvektor $\Delta\vec{k}$ gebracht:

$$\vec{y} = \{\alpha, \beta\} \parallel \Delta\vec{k} = \vec{k} - \vec{k}' \quad (42).$$

Die Beugungsintensität ist dann bis auf Korrekturfaktoren proportional zum Anteil der in Reflexion liegenden Kristallite des Meßvolumens. Er entspricht dem in (12) definierten Poldichtewert:

$$I_{(hkl)}(\alpha, \beta) = N_{(hkl)} P_{(hkl)}(\alpha, \beta) \quad (43).$$

Dabei ist $N_{(hkl)}$ ein Normierungsfaktor, der sich aus der Intensität I_0 des einfallenden Strahls, dem Quadrat des Strukturfaktors $|F_{(hkl)}|^2$, der Flächenhäufigkeitszahl $m_{(hkl)}$ und dem Faktor $M_{(hkl)}$ zusammensetzt, der alle übrigen Einflüsse zusammenfaßt (Geometrie des Verfahrens, Reflexionsvermögen der Netzebene, Lorentz-Polarisationsfaktor, Debye-Wallerfaktor etc.):

$$N_{(hkl)} = I_0 \cdot |F_{(hkl)}|^2 \cdot m_{(hkl)} \cdot M_{(hkl)} \quad (44).$$

Er kann aus einer vollständigen Polfigur über die Normierungsbedingung (14) bestimmt werden:

$$N_{(hkl)} = \frac{1}{4\pi} \oint I_{(hkl)}(\alpha, \beta) \sin \alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta \quad (45)$$

Weiterhin sind Korrekturen der gemessenen Intensität $I_{(hkl)}(\alpha, \beta)$ für die Absorption, Extinktion, Projektion, Defokussierung und ggf. Morphologie (z.B. bei geschichteten Materialien) notwendig. Diese Korrekturfaktoren müssen bei der quantitativen Texturanalyse berücksichtigt werden und sind Bestandteil moderner ODF-Programme [18].

Gleichung (43) stellt die Basis für die experimentelle Texturanalyse dar. Die ODF kann bestimmt werden, indem die reflektierten Intensitäten $I_{(hkl)}$ für verschiedene (hkl) gemäß (43) gemessen werden und anschließend Gleichung (9) gelöst wird.

3.2 Polfigurmessungen mit einer Eulerwiege

Die meisten Texturmessungen an polykristallinen Materialien werden auf der Basis eines Zweikreis-Pulverdiffraktometers mit Bragg-Brentano-Fokussierung durchgeführt (Abb. 3.2). Die Probe liegt im Mittelpunkt des Meßkreises, auf dem sich die Röntgenquelle und der bewegliche Detektor befinden. Die Fokussierung eines aus der Quelle austretenden divergenten Strahlenbündels auf das Detektorfenster wird ermöglicht durch die Positionierung der Quelle und des Detektors auf den Schnittpunkten zwischen Fokussier- und Meßkreis. Die Probenoberfläche wird dabei für jede Detektorstellung vom Fokussierkreis tangiert. Durch die gekoppelte Drehbewegung der Probe um den Winkel ϑ und des Detektors um 2ϑ wird erreicht, daß der Beugungsvektor $\Delta\vec{k}$ beim $\vartheta - 2\vartheta$ -Scan stets parallel zur Probenoberfläche steht.

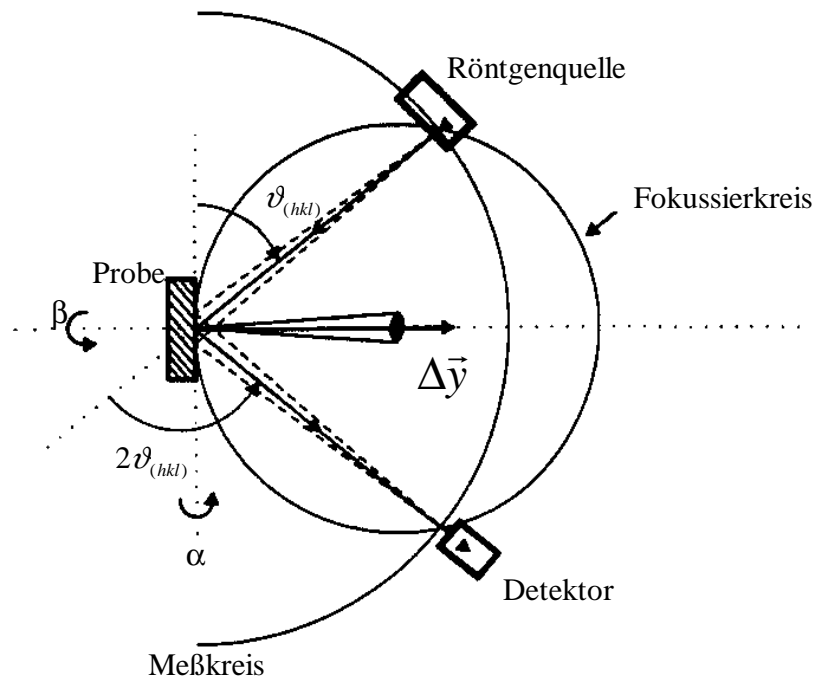


Abbildung 3.2

Geometrie eines Röntgendiffraktometers mit Bragg-Brentano-Fokussierung

In der Praxis kommt es jedoch zu Abweichungen von der idealen Fokussierung. Diese resultieren insbesondere daraus, daß nicht das gesamte Meßvolumen auf dem Fokussierkreis lokalisiert ist, da die Strahlung eine bestimmte Eindringtiefe in das Material hat und die Probe keine sphärisch gewölbte, sondern eine ebene Oberfläche besitzt. Daneben sind auch die räumliche Ausdehnung von Quelle und Detektor sowie die endliche spektrale Breite der Röntgenstrahlung in Betracht zu ziehen. Als Folge dieser Abweichungen kommt es zu einer Verteilung (Peakprofil) der reflektierten Intensität $I_{(hkl)}(2\vartheta)$ über ein Winkelintervall $\Delta 2\vartheta$, wobei das Maximum beim Bragg-Winkel $2\vartheta_{(hkl)}$ liegt.

Um die in (43) gesuchte Richtungsverteilung der Beugungsintensität $I_{(hkl)}(\vec{y})$ zu bestimmen, müssen schrittweise alle Probenrichtungen $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$ in Parallelstellung mit dem Beugungsvektor $\vec{\Delta k}$ gebracht werden, der im Laborsystem \mathbf{K}_L fixiert ist. Dazu muß das Probensystem \mathbf{K}_S in Bezug auf das Laborsystem in alle Orientierungen $G = \{\omega, \Psi, \Phi\}$ gebracht werden können. Dies wird durch eine auf dem Probenkreis ω montierte Eulerwiege ermöglicht. Sie gestattet es, die Probe um den Winkel Ψ zu kippen bzw. um einen Winkel Φ um die Probennormale zu drehen:

$$K_S = G * K_L = \{\omega, \Psi, \Phi\} \quad (46).$$

Die Nullposition der Probe wird meist so definiert, daß in ihr die Achsen des Proben- und Laborsystems zusammenfallen.

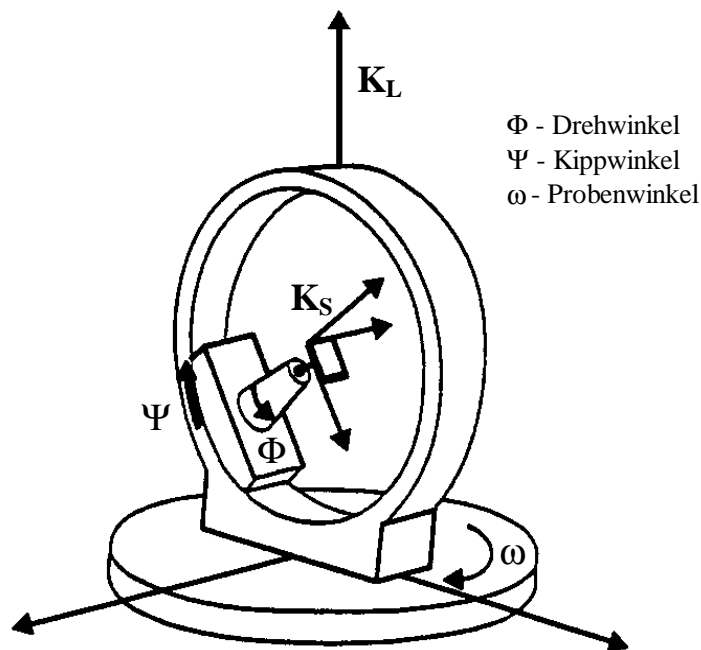


Abbildung 3.3

Definition der Winkel an einer Eulerwiege.

In einem Vierkreis-Goniometer kann die Aufnahme der Polfiguren in Reflexions- oder Transmissionsstellung erfolgen. Da im Rahmen dieser Arbeit nur in Reflexion gemessen wird, soll auf die Transmissionsmethode nicht weiter eingegangen werden.

Bei der Messung in Reflexion liegen einfallender und gebeugter Strahl auf der gleichen Probenseite. Dabei kann prinzipiell bis zu einem Kippwinkel von 90° gemessen werden, bei dem die Strahlen die Probenoberfläche streifen. Da aber mit wachsendem Kippwinkel eine zunehmende Defokussierung und damit verbundene Verbreiterung des Bragg-Reflexes auftritt, werden in der Praxis stets nur unvollständige Polfiguren bis zu einem Kippwinkel von etwa 70° gemessen.

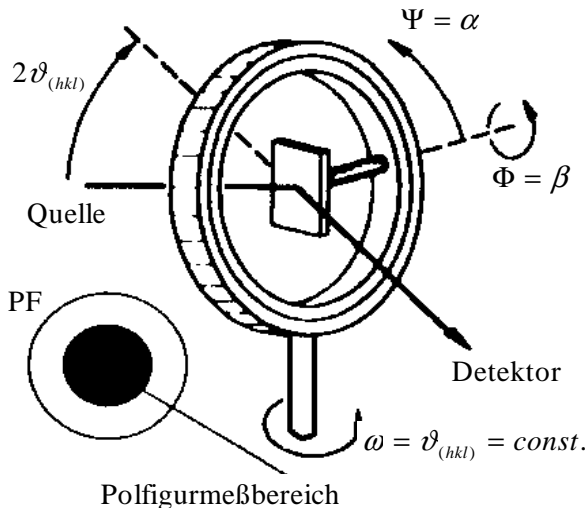


Abbildung 3.4
Polfigurmessung bei
Reflexionsstellung der Probe

In Reflexionsstellung sind die an der Eulerwiege eingestellten Kipp- und Drehwinkel $\{\Psi, \Phi\}$ identisch mit den Winkeln $\{\alpha, \beta\}$ der Probenrichtung und entsprechen somit direkt den Breiten- und Längswinkeln in der Polfigur. Der Winkel ω wird zur Aufnahme einer (hkl) -Polfigur auf den Braggwinkel $\vartheta_{(hkl)}$ eingestellt und bleibt während der Messung unverändert:

$$\begin{aligned} \omega &= \vartheta_{(hkl)} = \text{const.} \\ \Psi &= \alpha \\ \Phi &= \beta. \end{aligned} \quad \text{Reflexionsmethode} \quad (47)$$

Eine Polfigur war nach (12) als kontinuierliche Funktion der Poldichte in Abhängigkeit von der Probenrichtung $\bar{y} = \{\alpha, \beta\}$ definiert. In der experimentellen Praxis ist eine dafür erforderliche unendliche Meßpunktdichte aus Zeitgründen nicht möglich und wegen des begrenzten Winkelauflösungsvermögens (siehe Abschnitt 3.3) auch nicht sinnvoll. Daher werden bei einer Polfigurmessung nur die Poldichten zu einer begrenzten Zahl von Probenrichtungen $\bar{y}_i = \{\alpha_i, \beta_i\}$ aufgenommen. Als Meßpunktraster werden meist sogenannte Equal-Angular-Raster oder Equal-Area-Raster verwendet (Abb. 3.5).

Bei einem Equal-Angular-Raster ist sowohl die Schrittweite der Kippung $\Delta\alpha$ als auch der Drehung $\Delta\beta$ konstant. Dies führt dazu, daß die Meßpunktdichte im Zentrum der Polfigur wesentlich höher ist als am Rand. Bei einer Messung mit einem Equal-Area-Raster wird die Polkugel möglichst gleichmäßig abgetastet. Dabei stellen die Richtungen Mittelpunkte gleich großer Oberflächenelemente auf der Polkugel dar. Fordert man einen annähernd konstanten Winkelabstand D zwischen zwei benachbarten Richtungen, so kann durch [7]:

$$\begin{aligned} \alpha_i &= i \cdot \Delta\alpha & \Delta\alpha &= D = \text{const.} & \text{mit } i &= 0, 1, \dots, i_{\max} \\ \beta_j(\alpha) &= j \cdot \Delta\beta & \cos \Delta\beta &\approx \frac{\cos D - \cos^2 \alpha_i}{\sin^2 \alpha_i} & \text{mit } j &= 0, 1, \dots, j_{\max} \end{aligned} \quad (48)$$

ein Equal-Area-Raster $\{\alpha_i, \beta_i\}$ erzeugt werden, bei welchem die Drehwinkel $\beta_j(\alpha_i)$ auf einem Kreis zu konstantem Kippwinkel α_i liegen. Die Obergrenzen der natürlichen Zahlen i und j werden durch die maximalen Kipp- bzw. Drehwinkel festgelegt, die in der Polfigur gemessen werden sollen. Des Weiteren sind auch untere Grenzen $\neq 0$ denkbar, wenn nur bestimmte partielle Polfigurbereiche von Interesse sind. Im Vergleich zu Equal-Angular-Rastern enthalten Equal-Area-Raster bei gleicher Schrittweite in α -Richtung eine erheblich geringere Anzahl von Meßpunkten (Abb. 3.5). Dies führt teilweise zu deutlichen Verkürzungen der Meßzeit.

Eine dritte aber in der Praxis noch weitgehend ungenutzte Variante zur Festlegung der Polfigurmeßraaster ergibt sich bei Schrittweitenanpassung an das Richtungsauflösungsvermögen des Diffraktometersystems. Darauf soll im nächsten Abschnitt noch näher eingegangen werden.

Je nach Anwendung und der vorhandenen Technik werden die Polfigurmessungen üblicherweise in zwei verschiedenen Moden durchgeführt. Im Step-Modus werden die Poldichten bei jeweils fest eingestellten Probenrichtungen \bar{y}_i des Meßraasters aufgenommen. Im Scan-Modus wird durch eine kontinuierliche Drehbewegung der Probe bei fest eingestelltem Kippwinkel über das Winkelintervall $\Delta\beta$ integriert.

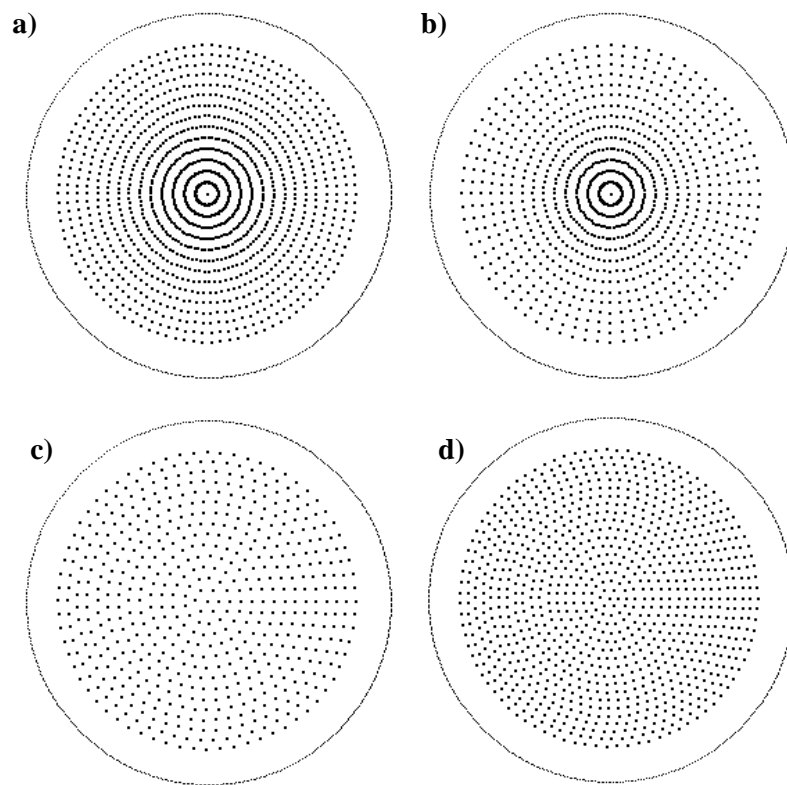


Abbildung 3.5

Oft verwendete Meßraaster für Polfigurmessungen

Equal-Angular: a) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 3.6^\circ$, 1500 Meßpunkte

b) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, $\Delta\beta = 5.0^\circ$, 1080 Meßpunkte

Equal-Area: c) $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 5^\circ$, 583 Meßpunkte

d) $0 \leq \alpha \leq 72^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$, $\Delta\alpha = 4^\circ$, 939 Meßpunkte

3.3 Das Polfigurfenster bei monochromatischer Strahlung

Polfiguren beschreiben die Richtungsverteilung von (hkl)-Netzebenenscharen in Bezug auf das Probenkoordinatensystem. Um den Wert der Poldichte zu einer vorgegebenen Richtung zu bestimmen, muß für das Raumwinkelelement formal nach (12) die Bedingung $\Delta y \rightarrow 0$ erfüllt werden. Grundsätzlich kommt es jedoch bei experimentellen Polfigurmessungen wegen der Abweichungen von der idealen Meßgeometrie neben einer instrumentellen Peakverbreiterung in 2ϑ auch zu einer Verbreiterung des Beugungsvektors (Abb. 3.6). Diese Abweichungen können in der Hauptsache auf die äquatoriale und axiale Ausdehnung des Detektors und der Quelle, sowie die endliche Sondengröße auf der Probenoberfläche zurückgeführt werden. Daraus folgt, daß sich die gemessene reflektierte Intensität bei einer Poldichtemessung aus der Überlagerung verschiedener Netzebenen ergibt, die einem Intervall $\Delta y \cong \sin \alpha \cdot \Delta \alpha \cdot \Delta \beta$ um die vorgegebene Richtung $\vec{y}_0 = \{\alpha_0, \beta_0\}$ ausgerichtet sind. Eine einzelne Richtung $\{\alpha_0, \beta_0\}$ wird dann nicht mehr durch einen Punkt in der Polfigur repräsentiert, sondern durch eine um diesen Punkt verschmierte Fläche. Diese Fläche wird als Polfigurfenster bezeichnet und durch die Größen $\Delta \alpha$ bzw. $\Delta \beta$ auf den Breiten- bzw. Längskreisen charakterisiert (Abb. 3.7).

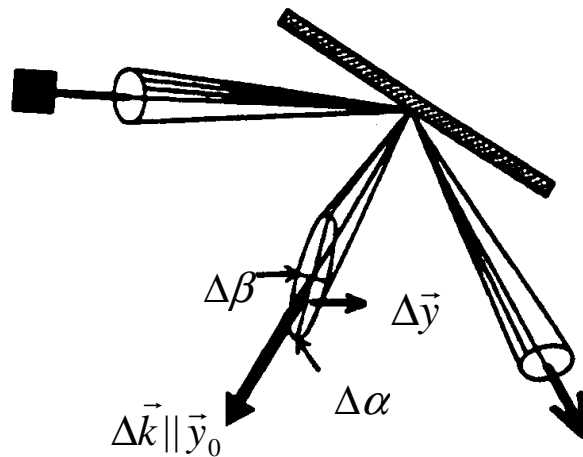


Abbildung 3.6

Entstehung des Polfigurfensters $\{\Delta \alpha, \Delta \beta\}$ als Folge der Abweichungen von der idealen Meßgeometrie

Die Größe Δy stellt das Richtungsauflösungsvermögen bei einer Texturmessung dar. Sie gibt die gerade noch unterscheidbare Richtungsdivergenz von Netzebenen zweier verschieden orientierter Kristallite an. Durch die sogenannte Transparenzfunktion $T(\alpha, \beta, \alpha_0, \beta_0)$ wird beschrieben, mit welcher Gewichtung diese unterschiedlich ausgerichteten Netzebenen zur Intensität des Polfigurpunktes beitragen. Zu einer festen Probenrichtung $\vec{y}_0 = \{\alpha_0, \beta_0\}$ ergeben sich die gemessenen Polfiguren $\bar{P}_{(hkl)}(\alpha_0, \beta_0)$ als Faltung aus der idealen, d.h. zu $\Delta y \rightarrow 0$ gehörenden Polfigur $P_{(hkl)}(\alpha_0, \beta_0)$ und der Transparenzfunktion [16, 17]:

$$\bar{P}_{(hkl)}(\alpha_0, \beta_0) = \iint P_{(hkl)}(\alpha_0 + \alpha, \beta_0 + \beta) \cdot T(\alpha, \beta, \alpha_0, \beta_0) \cdot d\alpha \cdot d\beta \quad (49).$$

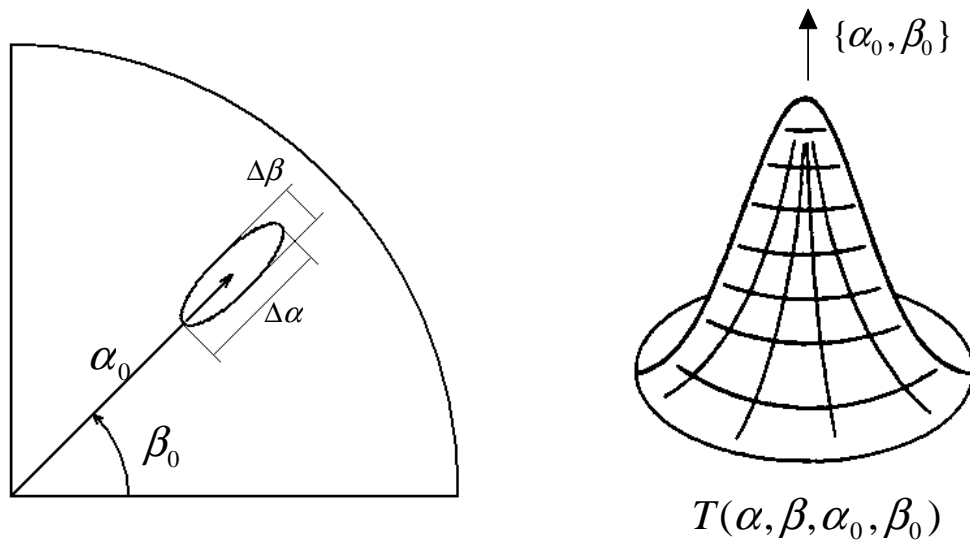


Abbildung 3.7

Polfigurfenster $\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}$ um den Punkt $\{\alpha_0, \beta_0\}$ sowie die Transparenzfunktion $T(\alpha, \beta, \alpha_0, \beta_0)$.

Aus dem Profil der Transparenzfunktion ergeben sich die charakteristischen Größen des Polfigurfensters $\Delta\alpha$ und $\Delta\beta$. Bei scharfen Flanken ist die Festlegung dieser Werte z.B. durch die Halbwertsbreite sinnvoll. Ist der Kurvenverlauf flach, so können sie auch durch die Basisbreiten oder in anderer Weise definiert werden.

Die Transparenzfunktion hängt in komplexer Form von den instrumentellen Parametern, der Probenrichtung, dem eingestellten Bragg-Winkel sowie vom verwendeten Fokussierprinzip ab. Unter Berücksichtigung der spektralen Wellenlängenverteilung, Strahldivergenzen, Ausdehnung von Quelle und Detektor und den Abweichungen vom Fokussierkreis kann die Größe des Polfigurfensters quantitativ erfaßt werden [17]. Die Herleitung erfolgt auf der Grundlage der Bragg'schen Gleichung und Reflexionsbedingung über einfache geometrische Zusammenhänge ausgehend von der Betrachtung der Halbwertsbreiten $\Delta\omega$ bzw. $\Delta\Psi$ der im ω - bzw. Ψ -Scan am Einkristall aufgenommenen Kurven. Im Gegensatz zur Bestimmung der 2ϑ -Reflexbreite in einem $\vartheta-2\vartheta$ -Scan werden diese Kurven bei fest auf den Braggwinkel $2\vartheta_{(hkl)}$ eingestellten Detektor durch einen ω - bzw. Ψ -Scan aufgenommen. Dabei ist unter den gegebenen instrumentellen Bedingungen am Texturgoniometer die durch die Spaltbreite verursachte Verbreiterung des Reflexes im allgemeinen deutlich größer als die durch die Textur (Mosaikbreite) des Einkristalls hervorgerufene. Es sei darauf hingewiesen, daß $\Delta\omega$ bzw. $\Delta\Psi$ für diesen Fall nicht mit den horizontalen bzw. axialen Breiten der Rockingkurven identisch sind. Zur Bestimmung der Güte eines Einkristalls durch Messung von Rockingkurven muß die instrumentelle Verbreiterung klein gegenüber der Verbreiterung durch den Kristall sein.

Nach [17] ist für den Fall der Bragg-Brentano-Fokussierung die Größe des Polfigurfensters $\Delta\alpha$ durch die Halbwertsbreite der im Ψ -Scan aufgenommenen Kurve gegeben:

$$\Delta\alpha = \Delta\Psi \quad (50).$$

Die Halbwertsbreite $\Delta\Psi$ ergibt sich wiederum aus der axialen Detektorfensterhöhe H_D , dem Abstand R des Detektors zur Probenoberfläche (= Radius des Meßkreises) und dem Braggwinkel ϑ [17]:

$$\Delta\alpha = \Delta\Psi = \left(\frac{H_D}{2R} \right) \frac{1}{\sin \vartheta} \quad (51).$$

Dabei wurde vorausgesetzt, daß die axiale Höhe des Detektors groß gegenüber der axialen Ausdehnung des Primärstrahles ist. In späteren Meßreihen wird gezeigt, daß diese Annahme unter den üblichen Aufnahmebedingungen stets erfüllt ist. Die Größe H_D / R wird als axiale Detektorapertur \tilde{A}_D bezeichnet. Sie gibt in diesem Zusammenhang den (vollen) Öffnungswinkel der Detektors in axialer Richtung an:

$$\tilde{A}_D = \frac{H_D}{R} \quad \text{für} \quad H_D \ll R$$

bzw. (52)

$$\tan \frac{\tilde{A}_D}{2} = \frac{H_D}{2R}.$$

Wie aus (51) hervorgeht, ist die Polfigurfenstergröße $\Delta\alpha$ proportional zur axialen Detektorapertur und darüber hinaus nur abhängig vom eingestellten Braggwinkel. Da die Detektorapertur für eine Meßreihe konstant bleibt, ändert sich $\Delta\alpha$ innerhalb einer Polfigur nicht und verringert sich in den Polfiguren zu steigendem Braggwinkel.

Zur Berechnung der Polfigurfensterbreite $\Delta\beta$ wird in [17] gezeigt, daß jede Drehung der Probe um den Winkel Φ in der Projektion auch die Komponente einer Drehung um den Winkel ω enthält. Über den Kippwinkel Ψ_0 sind beide Drehungen miteinander verknüpft:

$$\sin \Phi \sin \Psi_0 = \sin \omega \quad (53).$$

Ausgehend von der Reflexionsstellung $\{\Psi_0, \Phi_0\}$ erhält man die Halbwertsbreite $\Delta\omega$ durch eine Φ -Drehung um $\pm \Delta\Phi_R / 2$. Da $\Delta\Phi_R$ identisch ist mit $\Delta\beta$ und Ψ_0 mit dem fest eingestellten Kippwinkel α_0 , ergibt sich die Größe des Polfigurfensters $\Delta\beta$ aus:

$$\sin \frac{\Delta\beta}{2} = \frac{\sin \frac{\Delta\omega}{2}}{\sin \alpha_0} \quad (54).$$

Die Polfigurfenstergröße $\Delta\beta$ ist also nur von der Breite $\Delta\omega$ und dem eingestellten Kippwinkel α_0 abhängig, wobei $\Delta\beta$ mit steigendem $\Delta\omega$ zunimmt. Die Größe von $\Delta\omega$ hängt von den instrumentellen Parametern und der spektralen Verteilung der einfallenden Primärstrahlung ab.

Erfolgt die Monochromatisierung nicht durch einen Monochromatorkristall sondern durch Filter, kann die Abhängigkeit vom Winkel ϑ in guter Näherung durch [17]:

$$\Delta\omega(\vartheta) = a + b \cdot \tan \vartheta \quad (55)$$

approximiert werden. Hierbei sind a und b von der jeweiligen Meßgeometrie abhängende Konstanten. Daraus folgt, daß $\Delta\omega$ innerhalb einer Polfigur konstant bleibt. Somit nimmt die Größe von $\Delta\beta$ mit der Verkleinerung des Kippwinkels stetig zu. Für $\alpha_0 = 0$ ergibt sich formal ein unendlicher Wert, da eine parallel zur Probenoberfläche liegende Netzebene bei nicht gekippter Probe die Reflexionsbedingung unabhängig von einer Drehung um die Probennormale erfüllt. Für das physikalisch wichtigere Richtungsaufklärungsvermögen Δy ist diese Abhängigkeit jedoch nicht von Bedeutung. Das Raumwinkelement ist gegeben durch $dy = \sin \alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta$. Für nicht zu große $\Delta\alpha$ kann α über das gesamte Intervall durch α_0 ersetzt werden und im Raumwinkelement $\Delta y \cong \sin \alpha_0 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta\beta$ hebt sich die Abhängigkeit vom Kippwinkel wieder heraus. Diese Tatsache ist auch anschaulich zu verstehen, da das bei einer Beugungsmessung an einer Netzebene erfaßte Richtungselement unabhängig davon sein muß, mit welchem Kippwinkel die betreffenden Kristallite in der Probe liegen. Vielmehr kann Δy nur durch die Detektorgeometrie (einschließlich ϑ) vorgegeben werden.

Aufgrund der unterschiedlichen Abhängigkeiten der Polfigurfenstergrößen in α - und β -Richtung ist das Polfigurfenster meist von einer starken Anisotropie gekennzeichnet. Dabei sind die quantitativen Beziehungen (54, 51) stets im Rahmen der gemachten Voraussetzungen als Näherungen zu verstehen. Eine genaue quantitative Beschreibung der Transparenzfunktion und Polfigurfenstergröße erfordert die Berücksichtigung weiterer Einflüsse, die im allgemeinen nur schwer zu erfassen sind. Daher ist es sinnvoll, die Transparenzfunktion und die Polfigurfenstergrößen des jeweiligen Röntgendiffraktometers für bestimmte Spalt- und Kollimatorkombinationen sowie verschiedene Bragg- und Kippwinkel auszumessen. Wie in den Messungen zum Polfigurfenster im Abschnitt 5.6 gezeigt wird, werden durch die hergeleiteten Beziehungen (54, 51) die gemessenen Werte gut beschrieben.

Durch die Bestimmung der Transparenzfunktion kann eine Entfaltung der gemessenen Poldichten gemäß (49) vorgenommen werden. Ist die Polfigurfenstergröße bekannt, kann man eine Schrittweitenanpassung des Polfigurmeßrasters vornehmen. Zum einen sind Schrittweiten, die kleiner als das Richtungsaufklärungsvermögen $\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}$ der Apparatur sind, nicht sinnvoll, da hier trotz der aufgewendeten Meßzeit keine zusätzlichen Orientierungsinformation gewonnen werden. Zum anderen dürfen die Abstände der Punkte des Meßrasters bei scharfen Texturen nicht größer sein als das Richtungsaufklärungsvermögen, da sonst bei Messungen im Step-Modus dazwischenliegende Poldichten nicht erfaßt werden können.

4. Röntgenfluoreszenzanalyse und energiedispersive Beugung

In den bisher behandelten experimentellen Grundlagen der Texturanalyse wurde nur die Beugung monochromatischer Röntgenstrahlung am polykristallinen Material betrachtet. Erweiterte Möglichkeiten ergeben sich durch den Einsatz energiedispersiver Detektorsysteme und der Verwendung ungefilterter Primärstrahlung, die mit dem Probenmaterial in unterschiedlicher Weise wechselwirkt. Für die Texturanalyse werden die im sekundären Energiespektrum auftretenden Intensitäten der Beugungslinien verwendet. Durch die Auswertung des Profils und der Lage von Beugungspeaks können weiterhin Rückschlüsse auf mechanische Spannungszustände gezogen werden. Daneben erlaubt die Analyse der Fluoreszenzlinien die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung des Probenmaterials. Diese erweiterten Möglichkeiten können in der Röntgen-Raster-Apparatur gleichzeitig genutzt werden. Die Summe der gewonnenen Informationen ermöglicht eine umfassende Charakterisierung des Gefüges. Auf die wichtigsten Aspekte der Röntgenfluoreszenzanalyse und der energiedispersiven Beugung soll im folgenden näher eingegangen werden.

4.1 Grundlegendes zur Röntgenstrahlung und Röntgenfluoreszenzanalyse

Charakterisierung der Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen sind elektromagnetische Wellen mit einer Wellenlänge λ und einer Frequenz ν , die mit der Lichtgeschwindigkeit c über $c = \nu \cdot \lambda$ miteinander verknüpft sind. Ein einzelnes Quant dieser Strahlung hat eine Energie:

$$E = h \cdot \nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (56),$$

wobei h die Plancksche Konstante ist. Im Vergleich zu sichtbarem Licht, Radiowellen oder Wärmestrahlung ist Röntgenstrahlung extrem kurzwellig bzw. hochenergetisch. Für typische röntgenspektroskopische Anwendungen liegen die verwendeten Energien etwa zwischen 0.6 ($\lambda = 2$ nm) und 60 keV ($\lambda = 0.02$ nm).

Unter der Intensität der Strahlung versteht man im allgemeinen die Photonenflußdichte, die sich aus der Anzahl der Quanten pro Zeit und Fläche ergibt. Diese Definition berücksichtigt jedoch nicht die Energie des einzelnen Quants. Oft ist es daher sinnvoll, die Intensität zu betrachten, die auf ein bestimmtes Energieintervall entfällt. Die Röntgenstrahlung wird am Entstehungsort als Kugelwelle emittiert, so daß die Intensität quadratisch mit dem Abstand zum Emissionsort sinkt. Ein großer Nachteil der Röntgenstrahlung besteht darin, daß sie einen extrem wenig von eins verschiedenen Brechungsindex und ein sehr kleines Reflexionsvermögen hat. Daher werden sie an Grenzflächen nur sehr schwach gebrochen oder reflektiert. Eine Fokussierung ist nur in eingeschränktem Maße durch den Einsatz von Zonenlinsen oder Glaskapillaren möglich.

Erzeugung von Röntgenstrahlung

Zur Generierung von Röntgenstrahlung kommen hauptsächlich Glühkathoden-Röntgenröhren zum Einsatz. Diese emittieren bei Elektronenbeschuß einer massiven Metallanode Röntgenstrahlung, die sich aus der Bremsstrahlung und der charakteristischen Strahlung zusammensetzt. Die Röntgen-Bremsstrahlung entsteht durch die Abstrahlung eines Teils oder der gesamten kinetischen Energie

der Elektronen infolge des Abbremsens beim Aufprall auf die Anodenoberfläche. Das Bremsspektrum ist durch einen kontinuierlichen Verlauf gekennzeichnet. Es verfügt über eine kurzwellige Grenze λ_{\min} und ein ausgeprägtes Intensitätsmaximum bei einer Wellenlänge λ_{\max} (Abb. 4.1). Die maximal mögliche Energie E_{\max} bzw. kurzwellige Grenze λ_{\min} für ein abgestrahltes Röntgenquant wird erreicht, wenn die gesamte Bewegungsenergie des Elektrons in Strahlungsenergie umgewandelt wird:

$$E_{\max} = eU = \frac{hc}{\lambda_{\min}} \quad (57).$$

Hierbei ist e die Elementarladung und U die Röntgenröhrenspannung, durch die das Elektron beschleunigt wurde. Für die Lage des Intensitätsmaximums gilt näherungsweise die Beziehung:

$$\lambda_{\max} = 2 \cdot \lambda_{\min} \quad (58).$$

Das Bremsspektrum wird auch durch das Anodenmaterial beeinflusst. Mit wachsender Ordnungszahl Z_i nimmt die Intensität proportional zu (Abb. 4.1). Die emittierte Bremsstrahlung ist zum Beispiel bei Wolfram ($Z_w = 74$) etwa dreimal so intensiv wie das einer Chrom-Anode ($Z_{Cr} = 24$). Die kurzwellige Grenze und die Lage des Intensitätsmaximums werden vom Anodenmaterial aber nicht beeinflusst.

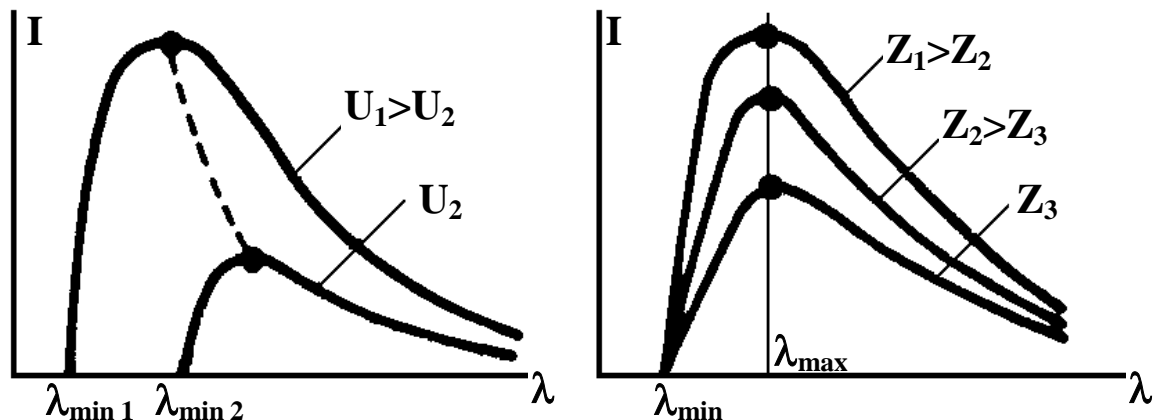


Abbildung 4.1

Änderung des Bremsspektrums

Links: durch unterschiedliche Röhrenspannungen U_1 und U_2

Rechts: durch Anodenmaterialien mit unterschiedlicher Ordnungszahl Z_i

Die charakteristische Röntgenstrahlung entsteht in folgender Weise: Die auf die Oberfläche auftreffenden Elektronen können bei ausreichend hoher kinetischer Energie innere Schalen des Anodenmaterials ionisieren. Durch Elektronen äußerer Schalen können diese Niveaus wieder aufgefüllt werden. Die dabei abgestrahlte Energie hat einen für den Elektronenübergang und das jeweilige Anodenmaterial charakteristischen Wert. Welche Übergänge stattfinden können, wird

durch die Auswahlregeln festgelegt. Die systematische Bezeichnung der charakteristischen Röntgenspektrallinien richtet sich danach, auf welchem Niveau der Übergang endet, aus welchem Niveau das Elektron stammt und mit welcher Intensität die Linie innerhalb einer Gruppe auftritt. So wird z.B. mit $K_{\beta 1}$ ein Übergang bezeichnet, der auf der K-Schale (innerste Schale) endet, wobei das Elektron aus der übernächsten Schale M stammt und innerhalb der K_{β} -Gruppe die größte Intensität hat. Die Intensitäten der Spektrallinien werden durch die jeweiligen Übergangswahrscheinlichkeiten bestimmt. Für die K-Serie gilt ein für alle Elemente etwa gleiches Intensitätsverhältnis von:

$$I_{K\alpha 1} : I_{K\alpha 2} : I_{K\beta 1} = 100 : 55 : 25 \quad (59)$$

und für die Spektrallinien der L-Serie etwa:

$$I_{L\alpha 1} : I_{L\beta 1} : I_{L\beta 2} = 100 : 50 : 15 \quad (60).$$

In Tabelle 4.1 sind die Energien der charakteristischen Linien für Anodenmaterialien zusammengestellt, die im Rahmen der Arbeit verwendet werden. Die Wahl des Anodenmaterials richtet sich nach der konkreten Anwendung.

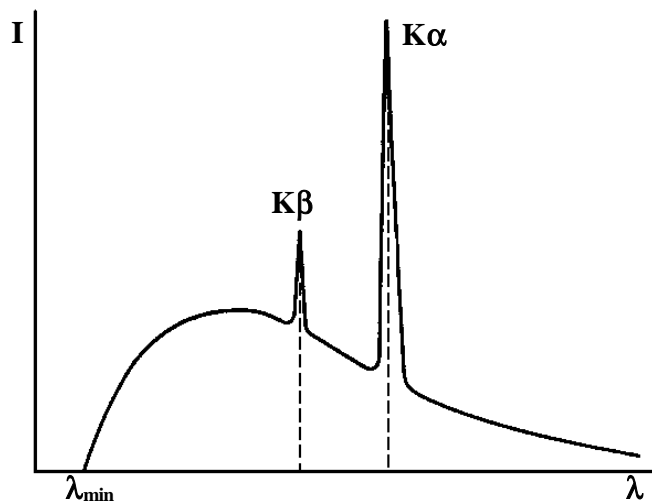


Abbildung 4.2
Primäres Spektrum einer Röntgenröhre mit charakteristischen Linien und dem kontinuierlichen Bremsstrahlungsuntergrund

Anodenmaterial	E [eV]		
	Wolfram	$L_{\alpha 1} = 8398$	$L_{\beta 1} = 9672$
Kupfer	$K_{\alpha 1} = 8048$	$K_{\alpha 2} = 8028$	$K_{\beta 2} = 8905$
Kobalt	$K_{\alpha 1} = 6930$	$K_{\alpha 2} = 6915$	$K_{\beta 2} = 7649$

Tabelle 4.1

Energien der intensivitätsstärksten charakteristischen Linien verschiedener Anodenmaterialien.

Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Röntgenstrahlung und Materie können in verschiedener Weise wechselwirken. Die beiden wichtigsten Mechanismen sind hierbei die Photoabsorption und die kohärente Streuung. Sie bilden die Basis der Röntgenfluoreszenzanalyse und der Diffraktometrie. Photoabsorption und Streuung ergeben zusammen ein Schwächung der Primärintensität. Die dritte Möglichkeit der Paarbildung braucht nicht weiter betrachtet zu werden, da sie erst bei Quantenenergien über 1000 keV auftritt, die weit über denen in der Röntgenspektroskopie oder Diffraktometrie verwendeten liegen.

Schwächung

Die Intensität I_0 eines gerichteten Röntgenstrahls verringert sich beim Durchdringen einer Materieschicht exponentiell mit dem im Material zurückgelegten Weg d :

$$I = I_0 \exp(-\mu \cdot d) \quad (61).$$

Dabei ist der Schwächungskoeffizient μ eine vom Material und der verwendeten Wellenlänge (Energie) abhängige Konstante. Er ist proportional zur Dichte ρ des Materials und wächst mit steigender Ordnungszahl und der Wellenlänge. Das Verhältnis μ/ρ wird als Massenschwächungskoeffizient bezeichnet. Bei Legierungen und Verbindungen mit mehr als einer Atomsorte ergibt sich der resultierende Massenschwächungskoeffizient aus der mit den Massenanteilen c_i gewichteten Summe der Massenschwächungskoeffizienten der einzelnen elementaren Komponenten i :

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{ges} = \sum_i c_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (62).$$

Die Schwächung setzt sich aus den beiden grundlegenden Wechselwirkungsmechanismen der Absorption und Streuung additiv zusammen. Für den Schwächungskoeffizienten gilt:

$$\mu = \tau + \sigma \quad (63),$$

wobei τ der Absorptionskoeffizient und σ der Streukoeffizient ist.

Photoabsorption

Zur Photoabsorption kommt es, wenn die ankommenden Strahlungsquanten infolge des Photoeffektes in einem Material Elektronen aus ihren Schalen herauslösen. Dabei wird die Energie des Strahlungsquants für die Ablösearbeit und kinetische Energie des Photoelektrons verbraucht. Aufgrund ihrer hohen Energie sind die Röntgenquanten (in Analogie zu hochenergetischen Elektronen) in der Lage, innere Schalen zu ionisieren. Damit dieser Effekt eintritt, muß die Quantenenergie größer sein als die des zu ionisierenden Niveaus. Die durch die Strahlungsanregung ionisierte Schale kann über zwei verschiedene Prozesse wieder aufgefüllt werden: Röntgenfluoreszenz oder unter Bildung eines Auger-Elektrons. Erfolgt das Auffüllen der ionisierten Schale durch ein höher gelegenes Elektron unter der Emission eines Strahlungsquants mit einer für den Übergang und das Material spezifischen Energie, spricht man von Röntgenfluoreszenzstrahlung. Sie bildet die Grundlage der Röntgenfluoreszenzanalyse.

Der Absorptionskoeffizient τ ist ein Maß dafür, mit welcher Wahrscheinlichkeit der Photoabsorptionsprozeß auftritt. Er ist eine stoffspezifische Konstante und abhängig von der Dichte ρ und der Ordnungszahl Z des Materials, wobei $\tau \sim \rho Z^3$ gilt. Daneben ist τ abhängig von der Wellenlänge der anregenden Strahlung. Hierbei ergibt sich ein unstetiger Verlauf. Von großen λ kommend vergrößert sich der Absorptionskoeffizient sprunghaft für Wellenlängen, bei denen die Strahlungsenergie ausreicht, um ein bestimmtes Niveau zu ionisieren. Die Unstetigkeitsstellen werden als Absorptionskanten bezeichnet. Zwischen den Absorptionskanten gilt für den Verlauf des Absorptionskoeffizienten $\tau/\rho \sim \lambda^3$. Der resultierende Absorptionskoeffizient τ setzt sich additiv aus den partiellen Absorptionskoeffizienten τ_i der einzelnen Schalen zusammen:

$$\tau = \tau_K + \tau_{LI} + \tau_{LII} + \tau_{LIII} + \dots \quad (64).$$

Hierbei ist τ_K der Koeffizient des K-Niveaus und τ_{LI} , τ_{LII} , τ_{LIII} der drei L-Niveaus. Ein partieller Absorptionskoeffizient τ_i gibt die absolute Häufigkeit der ionisierten i-Schale an.

Auger-Effekt und Fluoreszenzausbeute

Wie schon erwähnt, existiert zum Auffüllen der ionisierten Schale neben der Röntgenfluoreszenz eine zweite Möglichkeit. Beim Auger-Effekt wird die freiwerdende Energie beim Übergang des höher gelegenen Elektrons in das ionisierte Niveau strahlungslos auf ein anderes Elektron (Auger-Elektron) übertragen, welches daraufhin den Festkörper mit einer charakteristischen kinetischen Energie verlassen kann, die der Differenz der Bindungsenergien der beteiligten Schalen entspricht. Die Auger-Elektronen bilden die Grundlage für die Auger-Elektronen-Spektroskopie. Die auf diese Weise abgeregten Zustände gehen jedoch für die Röntgenfluoreszenz „verloren“. Ist ω die Fluoreszenzausbeute, dann charakterisiert $1 - \omega$ die Häufigkeit mit welcher der Auger-Effekt auftritt. Die Fluoreszenzausbeute ist bei einem Element für die K-Schale größer als für die L-Schale und nimmt mit fallender Ordnungszahl der Elemente stark ab. So ist für die K-Schale des Kohlenstoffes die Fluoreszenzausbeute $\omega_K = 0.0009$. Für Barium liegt sie hingegen bei $\omega_K = 0.90$. Dies ist der Grund dafür, daß in der Röntgenfluoreszenzanalyse nur Elemente ab Fluor analysiert werden können. Arbeitet man, wie im Falle der Röntgen-Rasterapparatur in einem offenen Laborsystem, so wird die emittierte Fluoreszenzstrahlung mit Energien unter etwa 3 keV bereits an der Luft so stark absorbiert, daß erst Elemente ab Kalium der Analyse zugänglich werden.

Streuung

Neben der Photoabsorption können die primären Röntgenquanten auch durch Streuung mit dem Probenmaterial wechselwirken. Bei der Streuung bleibt die Strahlung als solche erhalten, ändert aber ihre Ausbreitungsrichtung. Dabei treten zwei Prozesse nebeneinander auf. Bei der Compton-Streuung ist die Wellenlänge der gestreuten Strahlung größer als die der primären (Energieverlust durch Stoß mit Elektron). Bei der kohärenten Thomson-Streuung sind die Wellenlängen der primären und der gestreuten Strahlung gleich (Anregung kohärenter Dipolschwingungen). Ein Spezialfall dieser kohärenten Streuung ist die Bragg-Reflexion.

An der gesamten Schwächung hat die Streuung einen geringen Anteil. Man muß sie aber bei der Analyse des Sekundärspektrums berücksichtigen, da insbesondere die intensiven charakteristischen Linien des Primärstrahls entsprechend stark gestreut werden. Daneben bildet die gestreute Bremsstrahlung auch im Sekundärspektrum einen gewissen Untergrund.

Intensität der Röntgenfluoreszenzstrahlung

Der qualitative Aspekt der Röntgenfluoreszenzanalyse besteht in der Identifizierung von Probenelementen aus der Lage der auftretenden Fluoreszenzlinien im Sekundärspektrum. Bei einer quantitativen Analyse werden aus der gemessenen Intensität der Fluoreszenzlinien die Konzentrationsanteile der einzelnen Elemente bestimmt. Die Intensitäts-Konzentrations-Beziehungen gestalten sich in der Praxis oft sehr schwierig. Das ist insbesondere bei der Anwesenheit mehrerer Elemente, durch unterschiedlich starke Absorption, sekundäre Effekte und Anregungen, Peaküberlappungen, Matrixeffekte usw. der Fall. Darauf soll jedoch nicht näher eingegangen werden. Nur der einfache Fall der Röntgenfluoreszenzanregung einer K_α -Linie durch eine primäre Strahlung der Intensität I_0 wird im folgenden diskutiert. Dazu wird im Primärspektrum zunächst nur die Wellenlänge λ betrachtet. Die primäre Strahlung trifft unter einem Winkel δ_1 mit der Intensität I_0^λ auf die Oberfläche der ebenen Probe. Auf dem Weg in die Probentiefe x wird sie entsprechend (61) geschwächt und regt dort die Röntgenfluoreszenzlinie $K_{i\alpha}$ des Elementes i zur Wellenlänge $\lambda_{iK\alpha}$ an. Die Fluoreszenzstrahlung wird auf dem Weg aus der Probentiefe x ebenfalls nach (61) geschwächt und verläßt die Probe unter einem Winkel δ_2 , unter dem sie vom Detektor erfaßt wird (Abb. 4.3).

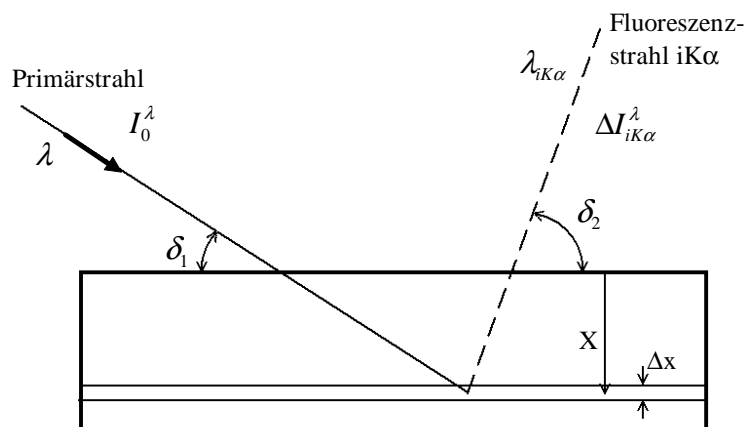


Abbildung 4.3

Beitrag der Schicht Δx zur Intensität der Fluoreszenzlinie $K_{i\alpha}$ des Probenelementes i im Abstand x von der Probenoberfläche.

Nach [19] ist der Beitrag der Schicht Δx zur spektralen Intensität der $K_{i\alpha}$ -Linie proportional:

- der Konzentration c_i des Elementes i in der Probe
- der geschwächten primären Röntgenstrahlintensität in der Probentiefe x
- der absoluten Häufigkeit $(\tau_k)_i$ der Ionisierung der K-Schalen des Elementes i
- der Übergangswahrscheinlichkeit $u_{iK\alpha}$ für die betrachtete K_α -Spektrallinie
- der Fluoreszenzausbeute $(\omega_k)_i$ des Elementes i
- der Schwächung der Spektrallinie $\lambda_{iK\alpha}$ in der Probe

$$\Delta I_{iK\alpha}^{\lambda} = K \cdot I_0^{\lambda} \cdot Q_{iK} \cdot c_i \cdot \left(\frac{\tau}{\rho} \right)_i \cdot \exp \left(- \left(\frac{\mu / \rho}{\sin \delta_1} + \frac{(\mu / \rho)_{iK\alpha}}{\sin \delta_2} \right) x \rho \right) \cdot \rho \cdot \Delta x \quad (65)$$

mit

$$Q_{iK} = u_{iK\alpha} \cdot (\omega_K)_i \cdot \left(\frac{\tau_k}{\tau} \right)_i$$

wobei K eine Apparatekonstante ist. Betrachtet man eine Probe unendlicher Dicke, so ergibt sich die Gesamtintensität $I_{iK\alpha}^{\lambda}$ als Integral der Teilbeiträge aus (65) über die Probentiefe x zu:

$$I_{iK\alpha}^{\lambda} = KI_0^{\lambda} Q_{ik} \left[\frac{c_i \left(\frac{\tau}{\rho} \right)_i}{\frac{\mu / \rho}{\sin \delta_1} + \frac{(\mu / \rho)_{iK\alpha}}{\sin \delta_1}} \right] \quad (66).$$

Der Ausdruck in den eckigen Klammern wird als Anregungswahrscheinlichkeit bezeichnet. Durch die Wellenlängenabhängigkeit des Massenabsorptionskoeffizienten ergeben sich bei konstanter Geometrie ($\delta_1, \delta_2 = \text{const.}$) steigende Werte für wachsende Wellenlängen, bis unmittelbar vor die K -Absorptionskante $(\lambda_K)_i$ des Elementes i . Für $\lambda > (\lambda_K)_i$ findet keine Anregung mehr statt.

Bisher wurde im primären Röntgenspektrum nur der Beitrag zur Wellenlänge λ zur spektralen Intensität der $K_{i\alpha}^{\lambda}$ -Linie betrachtet. Üblicherweise besteht die anregende Primärstrahlung aus dem kontinuierlichen Bremsspektrum und den charakteristischen Linien des Anodenmaterials. Entsprechend ergibt sich die gesamte spektrale Intensität als Integral von (66) über alle vorhandenen Wellenlängen des Spektrums. Aus der sich ergebenden Beziehung ist es dann möglich, die Konzentration eines Elementes c_i in der Probe zu bestimmen.

4.2 Das Prinzip der energiedispersiven Beugung

Die Grundlagen der Röntgenbeugung in der Texturanalyse wurden bereits ausführlich im Abschnitt 3 diskutiert. Dabei wurde stets eine monochromatische Strahlung vorausgesetzt. Im Gegensatz dazu wird bei der energiedispersiven (ED) Beugung ungefilterte Primärstrahlung verwendet, die aus dem kontinuierlichen Bremsspektrum und den intensiven charakteristischen Linien des Anodenmaterials besteht. Dadurch wird primärseitig ein ganzes Wellenlängenband angeboten. Die Primärstrahlsonde beleuchtet innerhalb der Probe ein kleines Volumen, welches in der Regel aus Kristalliten unterschiedlicher Orientierung besteht. Aus dem einfallenden „weißen“ Röntgenspektrum wird dann ein Teilspektrum entsprechend der lokalen Orientierungsverteilung abgebeugt. Es tragen in dem ausgeleuchteten Probenvolumen nur solche Netzebenen zur Reflexion bei, welche die Reflexionsbedingung (41) erfüllen. Dabei werden aus dem primärseitig angebotenen Wellenlängenband genau die Wellenlängen abgebeugt, welche zur Erfüllung der Bragg'schen Gleichung (40) notwendig sind. Das energiedispersiv analysierte Sekundärspektrum kann somit mehrere Beugungslinien $(hkl)_i$ zu unterschiedlichen Netzebenenabständen d_i nebeneinander enthalten. Da zu allen Reflexen $(hkl)_i$ die jeweilige Netzebenennormale \vec{h}_i parallel zum Beugungsvektor $\Delta \vec{k}$ bzw. der Probenrichtung \vec{y} ist, haben alle reflektierenden Netzebenen

dieselbe Richtung im Probenkoordinatensystem (Abb. 4.4). Für die ED-Texturanalyse ergibt sich dadurch die Möglichkeit, zu einer festen Probenrichtung \vec{y} die Poldichten verschiedener (hkl) simultan zu messen. Vernachlässigt man die Energieabhängigkeit der Eindringtiefe, dann beziehen sich diese simultan gemessenen Poldichten auf das gleiche Probenvolumen. Dies kann bei ortsaufgelösten Messungen mit monochromatischer Strahlung grundsätzlich nicht ermöglicht werden. Hier muß der Detektor stets neu auf den Braggwinkel des betreffenden (hkl)-Reflexes eingestellt werden, wobei sich das erfaßte Probenvolumen erheblich verändert. Der zweite Vorteil der ED-Beugung besteht darin, daß durch die Aufnahme eines ganzen Energiespektrums kein $\omega-2\vartheta$ -Scan notwendig ist, um die Lage und das Profil eines Beugungspeaks zu bestimmen. Dies ist mit einer erheblichen Verkürzung der Meßzeit verbunden. Die Energie der Beugungslinie einer (hkl)-Netzebenschar mit dem Netzebenenabstand $d_{(hkl)}$ ergibt sich aus der Braggschen Gleichung (40) unter Verwendung von (56) zu:

$$E_{(hkl)} = n \cdot \frac{hc}{2d_{(hkl)} \sin \vartheta} \quad (\text{Braggsche Gleichung in Energieform}) \quad (67).$$

Dabei ist n die Beugungsordnung und 2ϑ der Winkel zwischen Primärstrahl und der Richtung, unter dem der fest eingestellte Detektor den gebeugten Strahl aufnimmt (Abb. 4.4). Hierbei wurde vorausgesetzt, daß die Energie $E_{(hkl)}$ bzw. die Wellenlänge $\lambda_{(hkl)}$ im primären Spektrum existiert, bzw. mit einer ausreichenden Intensität vorhanden ist.

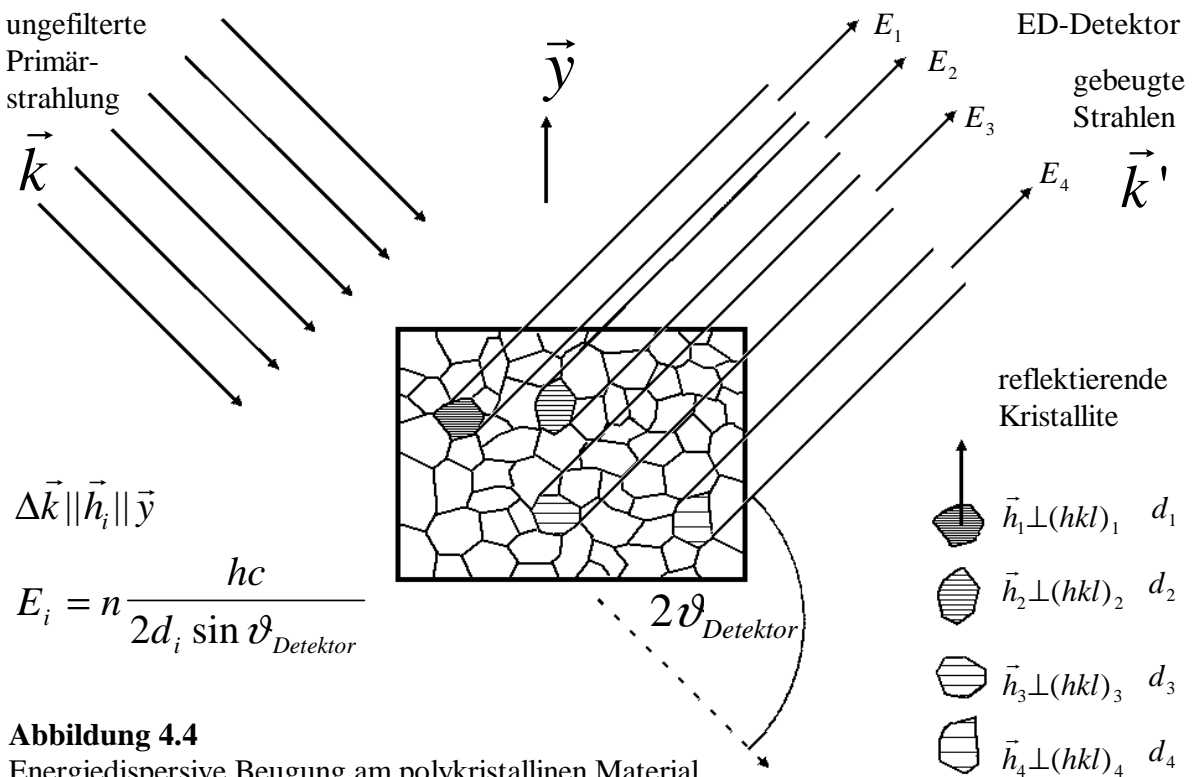


Abbildung 4.4
Energiedispersive Beugung am polykristallinen Material

Die Variation der Detektorstellung ist nach (67) mit einer Verschiebung der Beugungslinien im Energiespektrum verbunden. Die Intensität eines (hkl)-Reflexes kann erheblich angehoben werden, wenn die Detektorposition so eingestellt wird, daß die Wellenlänge einer charakteristischen Linie des Anodenmaterials reflektiert wird. Dies wird häufig bei der Aufnahme von Texturverteilungen ausgenutzt. Man muß aber grundsätzliche methodische Unterschiede beachten, die es zwischen Beugungspeaks auf einer charakteristischen Linie und Beugungspeaks, die Wellenlängen aus dem Bremsspektrum reflektieren, gibt. Darauf wird im Verlauf der Arbeit noch eingegangen.

4.3 Profilanalyse als Grundlage für Gitterdehnungsmessungen in der ED-Röntgenbeugung

Nach (67) ist die Lage des Beugungspeaks $E_{(hkl)}$ im Energiespektrum abhängig vom Netzebenenabstand $d_{(hkl)}$ und vom Winkel ϑ . Variationen des Netzebenenabstandes um $\Delta d_{(hkl)}$ oder des Winkels um $\Delta\vartheta$ führen zu einer Verschiebung des Peaks um $\Delta E_{(hkl)}$. Bildet man in (67) das totale Differential und nähert unter der Annahme kleiner relativer Änderungen die Differentiale durch Differenzen, so ergibt sich die relative Peakverschiebung zu:

$$\frac{\Delta E_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} = -\frac{\Delta d_{(hkl)}}{d_{(hkl)}} + \cot \vartheta \cdot \Delta \vartheta \quad (68).$$

Betrachtet man zunächst die Netzebenenabstände als konstant ($\Delta d_{(hkl)} = 0$), dann ergibt sich der winkelabhängige Teil der Energieverschiebung zu:

$$\frac{\Delta E_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} = \cot \vartheta \cdot \Delta \vartheta \quad (69).$$

Geringe Änderungen der Detektorposition wirken sich auf die Peaklage also besonders stark bei kleinen Winkeln ϑ aus.

Eine Verschiebung des Beugungspeaks kann auch durch Gitterdehnungen bedingt sein. Sie können durch äußere Kräfte oder Eigenspannungen 1. Art, die sich nahezu homogen über makroskopische Probenbereiche erstrecken, hervorgerufen werden. Sind $d_{(hkl)}^0$ bzw. $d_{(hkl)}'$ die Netzebenenabstände im unverspannten bzw. verspannten Zustand, $E_{(hkl)}^0$ bzw. $E_{(hkl)}'$ die dazugehörigen Energien und bleibt während einer Messung die Aufnahmegeometrie konstant ($\Delta\vartheta = 0$), dann ergibt sich nach (68) eine Äquivalenz der relativen Änderungen der Netzebenenabstände und der Energielage des Beugungspeaks:

$$\frac{\Delta E_{(hkl)}}{E_{(hkl)}^0} = -\frac{\Delta d_{(hkl)}}{d_{(hkl)}^0} \quad (70)$$

$$\text{mit} \quad \Delta E_{(hkl)} = E_{(hkl)}^0 - E_{(hkl)}' \quad \text{und} \quad \Delta d_{(hkl)} = d_{(hkl)}^0 - d_{(hkl)}' .$$

Gleichung (70) bildet die Grundlage der lokalen Gitterdehnungskartographie. Zu jedem Meßpunkt wird die Lage des Beugungspeaks aus einer Peakprofilanalyse bestimmt. Da sich die Aufnahmegeometrie bei einem fest eingestellten Detektor von Meßpunkt zu Meßpunkt nicht ändert, sind die relativen Energieverschiebungen bis auf das Vorzeichen mit den relativen

Gitterdehnungen identisch. Gitterdehnungsmessungen können dabei grundsätzlich nur mit Wellenlängen aus dem Bremsspektrum durchgeführt werden. Liegen die Beugungspeaks auf charakteristischen Linien, so fehlt die erforderliche Varianz der Wellenlänge und es können keine Peakverschiebungen festgestellt werden (monochromatischer Fall). Die Analyse von Beugungspeaks zu Wellenlängen aus dem Bremsspektrum führt jedoch im allgemeinen wegen der damit verbundenen geringen Intensitäten zu Meßzeiten von mehreren Minuten pro Meßposition.

Zu einer Verbreiterung der Beugungslinien kommt es durch Eigenspannungen 2. und 3. Art. Die Eigenspannungen 2. Art erstrecken sich dabei homogen über mikroskopisch kleine Bereiche (ein Korn, kleinere Kornbereiche). Eigenspannungen 3. Art sind hingegen schon über kleinste Probenbereiche (einige Atomabstände) inhomogen. Durch eine Analyse der Peakverbreiterung ist es also prinzipiell auch möglich, Rückschlüsse auf diese Eigenspannungen zu ziehen.

Im Rahmen dieser Arbeit kommt die lokale Gitterdehnungsanalyse bei den Messungen am Aluminium-Niet zur Anwendung. Die ED-Röntgenbeugung, die aufgrund des eingeschränkten 2ϑ -Kreises eigentlich eine Domäne der Hochdrucktechnik ist, könnte mit dieser Methode neben der Texturanalyse auch eine Anwendung auf dem technisch wichtigen Gebiet der Spannungsanalyse finden [20].

4.4 Das Polfigurfenster bei energiedispersiver Beugung

Das Auftreten eines Polfigurfensters bei monochromatischer Strahlung wurde in Abschnitt 3.3 beschrieben. Die Größe des Polfigurfensters wird durch die Angabe der Breiten $\Delta\alpha$ und $\Delta\beta$ charakterisiert und der Wert $\Delta y \cong \sin\alpha \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta\beta$ stellt das Richtungsaufhebungsvermögen einer Texturmessung dar. In Analogie dazu kommt es auch bei Messungen mit ungefilterter Primärstrahlung und bei Verwendung eines energiedispersiven Detektors zu einer endlichen Verbreiterung des Beugungsvektors. Da die Wellenlänge als zusätzlicher „Freiheitsgrad“ auftritt, besitzt das Polfigurfenster nun auch spektroskopische Eigenschaften.

Im Rahmen dieser Arbeit kommt die ED-Analyse insbesondere beim Texturmapping zum Einsatz. Bei diesen Messungen ist die Divergenz des primären Strahls ($\sim 0.2^\circ$) stets viel kleiner als die Detektorapertur (einige Grad) und die Strahlbreite ($\sim \varnothing 100 \dots 200 \mu\text{m}$) klein gegenüber der Detektorfensterbreite (einige mm). Unter diesen Annahmen kann man die Polfigurfenstergröße in einfacher Weise abschätzen. Hierbei müssen zwei Fälle methodisch unterschieden werden:

Fall 1 Der Beugungspeak liegt im Bremsspektrum.

Fall 2 Der Beugungspeak liegt auf einer charakteristischen Linie des Anodenmaterials E_0 .

Betrachtet wird die Beugung an der (hkl)-Netzebenenchar eines Einkristalls bei fest eingestelltem Detektor. Der zentrale Primärstrahl wird unter dem Braggwinkel $2\vartheta_0$ zur Probenrichtung $\vec{y}_0 = \{\alpha_0, \beta_0\}$ genau in die Mitte des Detektorfensters abgebeugt (Abb. 4.5). Im Vergleich zur Größe des Polfigurfensters $\Delta\alpha$ bei monochromatischer Strahlung ändert sich in beiden Fällen nichts, da nach dem Ergebnis aus (51) keine Abhängigkeit vom Winkel ϑ und somit der Energie der Primärstrahlung auftritt:

$$(\Delta\alpha)_{CH} = (\Delta\alpha)_{BS} = \Delta\alpha = \left(\frac{H_D}{2D} \right) \frac{1}{\sin\vartheta_0} \quad (71).$$

Dabei ist H_D die axiale Detektorfensterhöhe und D der Abstand des Detektors zur Probenoberfläche, der bei den ED-Messungen nicht notwendigerweise identisch mit dem Radius R des Meßkreises sein muß.

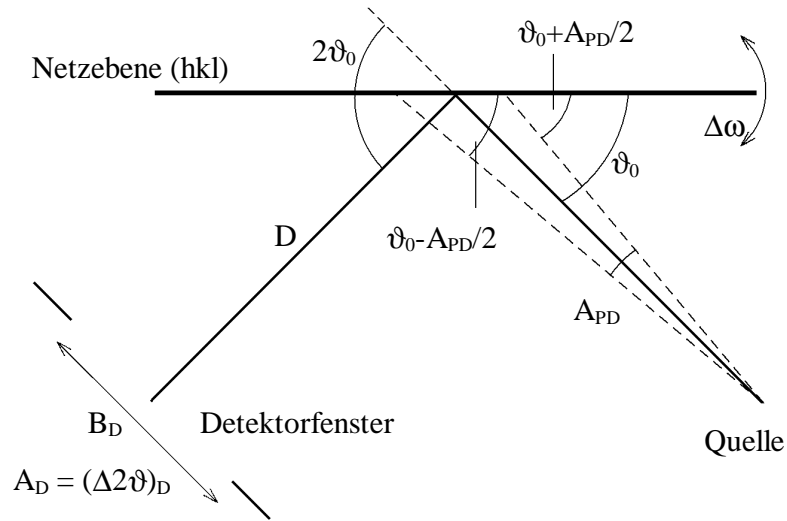


Abbildung 4.5

Schematische Darstellung der Aufnahmegeometrie; Primäre Strahldivergenz A_{PD} , äquatoriale Detektorfensterbreite B_D , durch Detektorapertur A_D gegebenes 2ϑ -Winkelintervall $(\Delta 2\vartheta)_D$, Abstand des Detektors zur Probenoberfläche D .

Für die Größe des Polfigurfensters in β -Richtung, soll zunächst **Fall 1** betrachtet werden. Durch die äquatoriale Detektorapertur A_D wird ein ganzes Intervall $\Delta(2\vartheta)_D$ von 2ϑ -Winkeln vorgegeben, unter denen die gebeugte Strahlung aufgenommen werden kann (Abb. 4.5):

$$2\vartheta_0 - A_D / 2 \leq 2\vartheta \leq 2\vartheta_0 + A_D / 2 \quad \Rightarrow \quad \Delta(2\vartheta)_D = A_D \quad (72).$$

A_D ergibt sich aus der Detektorfensterbreite in der äquatorialen Ebene B_D und dem Abstand zur Probenoberfläche D :

$$A_D = \frac{B_D}{D} \quad \text{für} \quad B_D \ll D \quad (73a).$$

Oft werden, wie im Falle der Aufnahme von Texturverteilungen, die Abstände D recht klein. Dann ist:

$$\tan \frac{A_D}{2} = \frac{B_D}{2D} \quad (73b)$$

vorzuziehen. Der Beugungsreflex kann nun unter jedem Winkel des 2ϑ -Intervalls in (72) aufgenommen werden, da die dafür notwendige Wellenlänge (Energie) im Wellenlängenband des Bremsspektrums existiert. Der Probenwinkel ω kann somit in einem Intervall:

$$\vartheta_0 - A_D / 4 \leq \omega \leq \vartheta_0 + A_D / 4 \quad \Rightarrow \quad (\Delta\omega)_{BS} = \frac{A_D}{2} \quad (74)$$

variiert werden Die Intervallgröße $(\Delta\omega)_{BS}$ entspricht per Definition der Breite der im ω -Scan aufgenommenen Kurve des Einkristallreflexes. Dabei hat der Faktor $\frac{1}{2}$ seine Ursache darin, daß

die Detektorapertur das Winkelintervall auf dem 2ϑ -Kreis vorgibt, die Breite $\Delta\omega$ jedoch auf den ω -Kreis ($\omega_0 = \vartheta_0$) bezogen wird. Nach Gleichung (54) ergibt sich die Breite des Polfigurfensters $(\Delta\beta)_{BS}$ aus der Breite der im ω -Scan aufgenommenen Kurve $(\Delta\omega)_{BS}$ und dem Kippwinkel α_0 für den **Fall 1** zu:

$$\sin \frac{(\Delta\beta)_{BS}}{2} = \frac{\sin \frac{A_D}{4}}{\sin \alpha_0} \quad (75).$$

Während der Aufnahme des ω -Scans verschiebt sich die Energie des Einkristall-Beugungspeaks E^{BS} innerhalb des Polfigurfensters kontinuierlich von E_{\min}^{BS} über E_0 bis E_{\max}^{BS} :

$$E_{\min}^{BS} \leq E^{BS} \leq E_{\max}^{BS} \quad (76)$$

mit

$$E_{\min}^{BS} = E(\vartheta_0 + A_D / 4) ; E_0 = E(\vartheta_0) ; E_{\max}^{BS} = E(\vartheta_0 - A_D / 4),$$

wobei sich $E(\vartheta)$ aus (67) ergibt. Das Polfigurfenster hat bei energiedispersiven Messungen im Bremsspektrum also auch spektroskopische Eigenschaften. Betrachtet man nun ein polykristallines Material, dann ergibt sich der resultierende Beugungspeak aus der Überlagerung aller Reflexe der einzelnen Kristallite. Da die Detektorfenstermitte auf den Winkel $2\vartheta_0$ eingestellt ist, bleibt die Peaklage unverändert bei E_0 . Ist die Textur des Materials nicht zu scharf (Breite des Reflexes in der Polfigur $(\Delta\beta)_{(hkl)}$ muß größer sein als $(\Delta\beta)_{BS}$), wird die Energiebreite des resultierenden Beugungspeaks ΔE_0^{BS} durch den gesamten Energiebereich in (76) vorgegeben:

$$\Delta E_0^{BS} = E_{\max}^{BS} - E_{\min}^{BS} = n \frac{hc}{2d_{(hkl)}} \left(\frac{1}{\sin(\vartheta_0 - A_D / 4)} - \frac{1}{\sin(\vartheta_0 + A_D / 4)} \right)$$

oder mit E_0 ausgedrückt und umgeformt:

$$\frac{\Delta E_0^{BS}}{E_0} = 2 \frac{\sin \vartheta_0 \cdot \cos \vartheta_0 \cdot \sin(A_D / 4)}{\sin(\vartheta_0 - A_D / 4) \cdot \sin(\vartheta_0 + A_D / 4)} \quad (77).$$

Für kleine Detektoraperturen ergibt sich auch in Übereinstimmung mit (69):

$$\frac{\Delta E_0^{BS}}{E_0} \approx \cot \vartheta_0 \Delta \vartheta = \cot \vartheta_0 \cdot \frac{A_D}{2} \quad (78).$$

Bei sehr scharfen Texturen kann das durch die Detektorapertur angebotene 2ϑ -Winkelintervall nicht mehr vollständig ausgenutzt werden. Im Falle eines perfekten Einkristalls kommen zu *einer festen Probenrichtung* nur ω -Winkel zwischen $\vartheta_0 - A_{PD} / 2$ und $\vartheta_0 + A_{PD} / 2$ zur Reflexion. Entsprechend gilt dann $\Delta\vartheta = \Delta\omega = A_{PD}$ (Abb. 4.5). Die Peakbreite wird dann nur noch durch die kleinere Primärdivergenz bestimmt:

$$\frac{(\Delta E_0^{BS})_{\min}}{E_0} \approx \cot \vartheta_0 \cdot A_{PD} \quad (78b).$$

Die im Energiespektrum tatsächlich gemessene Breite des Beugungspeaks wird weiterhin durch das Auflösungsvermögen des Detektors bestimmt, worauf im Abschnitt 4.4 noch eingegangen werden soll.

Fall 2 tritt besonders häufig bei den ED-Rastermessungen zur Aufnahme der Texturverteilungen auf, da auf diese Weise die reflektierte Intensität erheblich gesteigert werden kann. Der Beugungswinkel $2\vartheta_0$ wird so eingestellt, daß die Energie E_0 der Beugungslinie mit einer charakteristischen Linie des Anodenmaterials übereinstimmt. Formal gesehen ist diese Situation im Fall 1 als Teilmenge schon enthalten $E_0 \in [E_{\min}^{BS}, E_{\max}^{BS}]$. Dabei entfällt der Hauptteil der reflektierten Intensität auf die Energie E_0 und ein geringer Anteil auf Energien des Bremsspektrums um E_0 herum. Die Transparenzfunktion hat somit einen monochromatischen Anteil zu E_0 und einen Anteil des Bremsspektrums. Der zweite Anteil wurde bereits im Fall 1 besprochen.

Der erste Anteil ist identisch mit dem monochromatischen Fall (51) zur Energie E_0 . Mit den eingangs gemachten Voraussetzungen, kann die Breite $(\Delta\omega)_{CH}$ der im ω -Scan aufgenommenen Kurve des Einkristallreflexes abgeschätzt werden. Wegen der äquatorialen Primärdivergenz A_{PD} wird nun ein Bragg-Reflex zur Energie E_0 im Detektorfenster detektiert, solange für den Winkel ω

$$\vartheta_0 - A_{PD} / 2 \leq \omega \leq \vartheta_0 + A_{PD} / 2 \quad (79)$$

gilt (Abb. 4.5). Die Breite $(\Delta\omega)_{CH}$ ist dann identisch mit der Primärdivergenz:

$$(\Delta\omega)_{CH} = A_{PD} \quad (80).$$

Mit (54) ergibt sich die Größe des Polfigurfensters $(\Delta\beta)_{CH}$ zur Energie E_0 :

$$\sin \frac{(\Delta\beta)_{CH}}{2} = \frac{\sin \frac{A_{PD}}{2}}{\sin \alpha_0} \quad (81).$$

Die Energiebreite ΔE_0 eines solchen Peaks ist in diesem Fall nur durch die spektrale Verbreiterung der charakteristischen Linie E_0 gegeben und wird im gemessenen Spektrum durch die Detektorauflösung begrenzt. Die Peakbreite ist im Falle monochromatischer Strahlung aber nicht mit der des Einkristalls in (78b) zu verwechseln. Hier gab es zu jedem Winkel ω aus (79) auch die passende Wellenlänge (Energie). Betrachtet man nun wieder ein polykristallines Material, dann ergibt sich der resultierende Beugungspeak aus der Überlagerung aller Reflexe der einzelnen Kristallite. Dies ändert aber nichts an der Peakbreite ΔE_0 . Da die spektrale Verbreiterung nur einige eV beträgt, ist die Breite des Beugungspeaks auf der charakteristischen Linie kleiner als die eines Beugungspeaks im Bremsspektrum.

Zusammenfassung

In der Methodik der ED-Beugung sind zwei verschiedene Fälle zu unterscheiden:

Fall 1 Der Beugungspeak liegt im Bremsspektrum

Fall 2 Beugungspeak liegt auf einer charakteristischen Linie des Anodenmaterials E_0

Bei ED-Messungen unterscheidet sich die Polfigurfenstergröße in α -Richtung in beiden Fällen nicht voneinander. Sie wird nach (51, 71) vom Braggwinkel ϑ_0 und der axialen Detektorapertur bestimmt. Im Fall 1 ist sowohl die Polfigurfenstergröße $\Delta\beta$ gemäß (75) als auch die Peakbreite ΔE_0^{BS} gemäß (78) durch die Detektorapertur A_D bestimmt. Im Fall 2 wird $\Delta\beta$ mit (81) durch die Primärdivergenz A_{PD} bestimmt und die Peakbreite i.a. durch die Auflösung des Detektors begrenzt. Da in der Regel die Detektorapertur erheblich größer als die Primärdivergenz ist, werden bei ED-Poldichtemessungen an polykristallinen Materialien im Fall 1 die (hkl)-Netzebenenscharen eines größeren Raumwinkelelementes $\Delta\gamma$ erfaßt als im Fall 2.

Die Abschätzungen für die Größe des Polfigurfensters und die Energiebreiten sollen durch Messungen im Abschnitt 5.6 unterlegt werden.

4.5 Funktionsweise des energiedispersiven Detektors

Zur Auswertung der sekundären Energiespektren werden energiedispersive (ED) Detektoren mit hoher Energieauflösung benötigt. In der ED-Röntgenanalytik finden dafür Halbleiter-Planardetektoren die größte Verbreitung, die auf den Grundmaterialien Germanium oder Silizium aufbauen und zum p-i-n-Typ gehören. Der aktive Teil des Detektors ist mit einigen Millimetern Dicke das intrinsische Gebiet. Es entsteht im Falle der Silizium-Detektoren Si(Li) durch elektrische Kompensation des ursprünglich leicht p-leitenden Grundmaterials beim Eindringen von Li^+ -Ionen. Bei Germanium ist eine Kompensation nicht erforderlich, da es mit genügend hoher Reinheit hergestellt werden kann. Die elektrische Kontaktierung der p- bzw. n-leitenden Gebiete erfolgt über dünne Goldschichten. Für den Detektorbetrieb wird an den Kontakten eine Hochspannung von 1 bis 2 kV in Sperrichtung angelegt. Eine Kühlung des Halbleiterkristalls mit flüssigem Stickstoff ist notwendig, um eine Diffusion des Lithiums im Feld der angelegten Hochspannung und so die Zerstörung des Detektors zu verhindern. Dringt ein Röntgenquant in die aktive Zone ein und wird von ihr photoabsorbiert, so erzeugt das freigewordene Photoelektron durch Stoßionisation solange weitere Elektron-Loch-Paare, bis es seine kinetische Energie vollständig abgegeben hat. Die mittlere Anzahl \bar{n} der erzeugten Elektronen-Loch-Paare beträgt:

$$\bar{n} = \frac{E}{\varepsilon} \quad (82).$$

Dabei ist E die Energie des absorbierten Strahlungsquants und ε die Energie, welche zum Erzeugen eines Ladungsträgerpaares notwendig ist. Sie beträgt bei Silizium 3.75 eV. Aus dem statistischen Charakter der Primärladungsbildung resultiert eine Schwankung der Anzahl der

erzeugten Ladungsträger um den mittleren Wert \bar{n} . Bei Annahme einer Normalverteilung ergibt sich daraus der statistische Anteil der Energieauflösung ΔE_{stat} des Detektors [19]:

$$\left(\Delta E_{stat}\right)^2 = const \cdot F \cdot E \cdot \varepsilon \quad (83).$$

Dabei ist F der Fano-Faktor und Δ im folgenden immer die Halbwertsbreite der Verteilung. Die durch die Erzeugung der Elektron-Loch-Paare freigewordenen Ladungsträger werden vom angelegten Feld getrennt. Da die entstehenden Signale sehr klein sind, ist eine hohe Ladungsverstärkung erforderlich. Deshalb werden ladungsempfindliche Vorverstärker verwendet, um eine vom dynamischen Verhalten des Detektors unabhängige Ladungsvorverstärkung zu gewährleisten. Das verstärkte Signal wird einem Vielkanalanalysator zugeführt, wo die Anzahl der Quanten in einem bestimmten Energieintervall registriert wird. Bei dem in der Röntgen-Rasterapparatur verwendeten Detektorsystem hat ein Energieintervall eine Breite von 20 eV, wodurch bei einer festen Zahl von 2048 Kanälen ein Energiebereich bis 40 keV analysiert werden kann. Durch das Beryllium-Eintrittsfenster ist die untere Nachweisgrenze allerdings auf 600 eV begrenzt. Dies ist nicht weiter problematisch, da bei der verwendeten Apparatur eine Absorption weicher Röntgenstrahlung unter 3 keV bereits in Luft eintritt. Der durch die Verstärkungselektronik bedingte Anteil der Energieauflösung ΔE_{el} ist abhängig vom Eingangsperrstrom des ersten Verstärkers, von der dynamischen Eingangskapazität am Vorverstärker und der Steilheit des Eingangstransistors [19]. Da sowohl Kapazität als auch Sperrstrom mit sinkender Temperatur abnehmen, sind Halbleiterdetektoren während des Betriebes zu kühlen, was meist durch Stickstoffkühlung geschieht. Das resultierende Energieauflösungsvermögen ΔE_{Det} des Detektors ergibt sich aus der Summe des elektronischen und des statistischen Anteils:

$$\left(\Delta E_{Det}\right)^2 = \left(\Delta E_{stat}\right)^2 + \left(\Delta E_{el}\right)^2 \quad (84).$$

Bei dem in der Röntgen-Rasterapparatur verwendeten Si(Li)-Detektor beträgt die Energieauflösung 143 eV (Mn $K\alpha$). Diese ist für ED-Beugung an Materialien mit nicht zu niedriger Symmetrie im allgemeinen ausreichend. Die tatsächlich im sekundären Energiespektrum gemessene Peakbreite ΔE einer Beugungs- oder Röntgenfluoreszenzlinie ergibt sich dann aus der physikalisch oder geometrisch vorgegebenen Energiebreite ΔE_0 dieser Linien und der Energieauflösung des Detektors:

$$\left(\Delta E\right)^2 = \left(\Delta E_0\right)^2 + \left(\Delta E_{Det}\right)^2 \quad (85).$$

Der Wert für ΔE_0 ist z.B. im Falle einer Beugungslinie im Bremsspektrum für ein polykristallines Material durch (78) gegeben oder für ein Einkristall durch (78b). Für Fluoreszenzlinien oder Beugungslinien, die auf charakteristischen Linien des Anodenmaterials liegen, sind die spektralen Breiten sehr gering (maximal einige eV). Die gemessenen Peakbreiten sind in diesen Fällen nur durch die Detektorauflösung begrenzt. Im Gegensatz dazu können die Breiten von Beugungslinien im Bremsspektrum je nach Detektorapertur bis zu einige Hundert eV betragen.

In den gemessenen Energiespektren kommt es zu Verfälschungen, die insbesondere auf zwei Effekte zurückzuführen sind. Der erste Effekt ist das Auftreten von Escape-Linien. Das durch das

Photoelektron entstandene Loch in der K-Schale kann durch ein höher liegendes Elektronen unter Emittierung von $K\alpha$ -Fluoreszenzstrahlung aufgefüllt werden. Wird dieses Photon nicht wieder absorbiert und verläßt die aktive Zone, so fehlt diese Energie in der Bilanz zur Erzeugung der Ladungsträgerpaare. Im Detektor wird dann nur noch ein Ladungsimpuls gemessen, der einer Energie des Röntgenquants entspricht, welche um die Energie der Si- $K\alpha$ -Linie vermindert ist. Im Spektrum treten daher zu den eigentlichen Linien der Quantenenergie sogenannte Escape-Peaks auf, die um den konstanten Betrag $E_{Si(K\alpha)}=1.741$ keV zur niedrigen Energie hin verschoben sind.

Dieser Effekt ist nur für weiche Röntgenstrahlung wesentlich, da die Anregungswahrscheinlichkeit für die Si- $K\alpha$ -Linie mit der Primärstrahlenergie rapide abfällt.

Im zweiten Fall kommt es zur Verfälschung des Spektrums durch Summationspeaks (pile-up-Effekt). Ursache ist hierfür das zeitlich begrenzte Auflösungsvermögen der Nachweiselektronik. Treffen zwei Röntgenquanten innerhalb einer Zeitdifferenz in den Detektor, die das zeitliche Auflösungsvermögen unterschreitet, so werden sie „irrtümlich“ als ein Quant mit zweifacher Energie detektiert. Im Energiespektrum treten dann Summenpeaks zur doppelten Energie auf. Die Impulsaufstockung kann jedoch durch einen pile-up-rejector unterdrückt, aber nicht ganz vermieden werden. Im verwendeten ED-System beträgt das zeitliche Auflösungsvermögen des pile-up-rejectors 250 ns für $E > 2.5$ keV.

Ausführliche Untersuchungen zur Detektordynamik des ED-Systems der Röntgen-Rasterapparatur ergaben bei Verwendung von Mangan $K\alpha$ -Strahlung für die integrale Intensität der Escape-Linien einen Wert von 0.4% und für die Pile-Up-Linien 0.07% bezogen auf die Intensität des Mn $K\alpha$ -Peaks. Nur bei hohen Zählraten (Totzeiten 80% und höher) müssen Summationspeaks für eine quantitative Auswertung berücksichtigt werden.

5. Die Röntgen-Rasterapparatur

5.1 Aufbau der Röntgen-Rasterapparatur

Die Röntgen-Rasterapparatur (Abb. 5.1) besteht aus einer „weißen“ Röntgenquelle (PHILIPS Generator PW 1830/25), einem Kollimatorsystem zum Ausblenden einer feinen Primärstrahlsonde, einem Zweikreis-Goniometer (PHILIPS PW 1835) und einer offenen Eulerwiege mit motorgesteuertem x-y-Probentisch (PHILIPS X'Pert MRD). Die Signalerfassung erfolgt wahlweise mit einem Xe-Proportionalzählrohr für die Polfigurmessung mit gefilterter Strahlung oder einem energiedispersiven (ED) Spektrometersystem (Spectrace 6100 mit TRACOR Si(Li)-Detektor) für die ED-Beugung und Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse mit ungefilterter Strahlung.

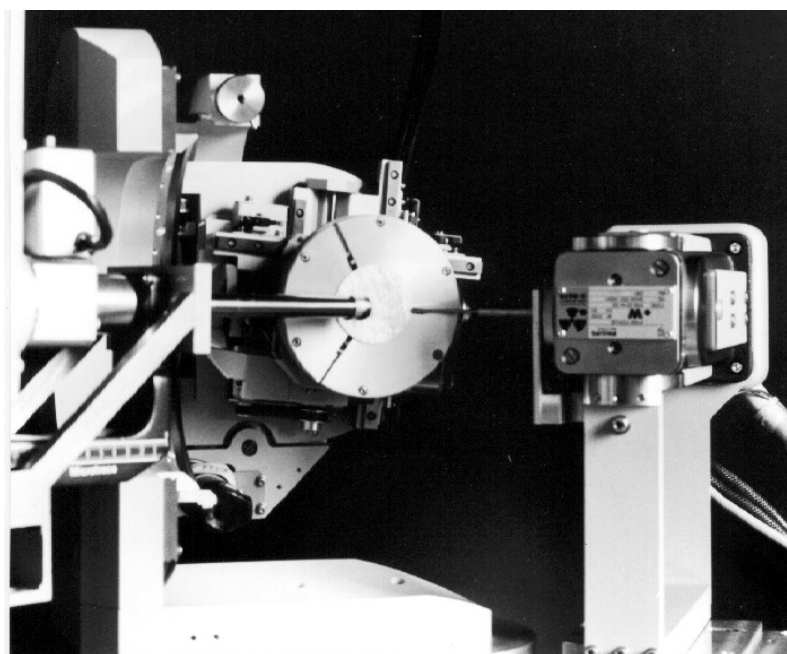


Abbildung 5.1
Aufbau der Röntgen-Rasterapparatur

Die Eulerwiege ist über eine speziell angefertigte Zwischenplatte auf der Goniometerbasis befestigt. Eine Halterung mit Führungsschienen ermöglicht das Verschieben der Röntgenröhre in der Goniometerebene. Auf diese Weise kann der Abstand der Kollimators zur Probe variiert werden. Zur Einhaltung der Fokussierbedingung ist auch das Proportionalzählrohr auf dem 2θ -Arm verschiebbar angebracht. Die Halterung für den Kollimator wurde so entwickelt, daß die Blendensysteme bequem gewechselt werden können, ohne erneut kalibrieren zu müssen. Eine schematische Darstellung in Abb. 5.2 zeigt die Festlegung der einzelnen Winkel- und Ortskoordinaten an der Röntgen-Rasterapparatur. Das Zweikreis-Goniometer bildet die Basis, mit den Winkeln 2θ für den Detektor (wahlweise Proportionalzählrohr oder ED-Detektor) und ω für die Probe. Der Tisch gestattet die Translation der Probe in x - y -Richtung. Mit der Eulerwiege

kann die Probenrichtung $\bar{y} = \{\alpha, \beta\}$ verändert werden. Dabei gibt Ψ den Kippwinkel der Probe an, der bei Beugung in Reflexion identisch mit α ist, und Φ den Drehwinkel, der mit β übereinstimmt. In Tabelle 5.1 sind die Intervallgrenzen dargestellt, innerhalb derer die einzelnen Koordinaten eingestellt werden können. Die dazugehörigen minimalen Schrittweiten geben die reproduzierbare Genauigkeit an, mit der die Mechanik eine Änderung dieser Koordinaten ermöglicht. Durch den relativ großen Translationsbereich in x - y -Richtung von $10 \times 10 \text{ cm}^2$ ist es möglich, auch großflächige Probenbereiche zu untersuchen. Die minimale Schrittweite der Translation ist ausreichend, da im allgemeinen der Strahldurchmesser auf der Probenoberfläche nicht größer als $10 \mu\text{m}$ ist. Für die meisten Anwendungen der Texturanalyse sind die Schrittweiten der Winkelkoordinaten ebenfalls völlig ausreichend.

Goniometersystem			
	Koordinate	[Min, Max]	Δ_{\min}
Probentisch	x [mm]	[-50, 50]	0.010
	y [mm]	[-50, 50]	0.010
	z [mm]	[0, 11]	0.001
Eulerwiege	Ψ [°]	[-95, 95]	0.010
	Φ [°]	[-30, 750]	0.010
Goniometerbasis	ω [°]	[-2, 140]	0.005
	2ϑ [°]	[-2, 140]	0.005
ED-System			
Energieauflösung ΔE_{Det}		143 eV (MnK α)	
Kanalbreite		20 eV	
Kanalzahl		2048	
Energiebereich		0 bis 40 keV	
Pile-up reject		250 ns	

Tabelle 5.1

Apparative Spezifikationen des Goniometer- und ED-Systems der Röntgen-Rasterapparatur

Während die 2ϑ -Position des Proportionalzählrohrs automatisch eingestellt werden kann, muß das ED-Spektrometer aufgrund seiner großen Masse (5 Liter Dewar) manuell ausgerichtet werden. Dies ist insbesondere bei ED-Polfigurmessungen von Nachteil. Wie Messungen mit Si-Einkristallen zeigten, kann aber auch so die 2ϑ -Position mit hoher Präzision eingestellt werden. Abweichungen liegen im Bereich von etwa 0.1° .

Mit dem Röntgeneratore können Hochspannungen zwischen 5 und 60 kV bei Anodenströmen von maximal 60 mA erzeugt werden. Dabei kommen Röntgenröhren mit Feinfokus zum Einsatz, um die Strahldivergenz so niedrig wie möglich zu halten. Die Auswahl des Anodenmaterials richtet sich nach der konkreten Anwendung und dem Probenmaterial. Für energiedispersive Messungen eignen sich Wolfram-Feinfokusröhren (PHILIPS PW 2214/20, 2000 W). Aufgrund der hohen Dichte des Anodenmaterials erhält man ein intensives Bremsspektrum, welches zur ED-Beugung oder Fluoreszenzanregung notwendig ist. Zur Untersuchung eisenhaltiger Proben eignen sich

hingegen Feinfokusröhren mit Kobalt-Anode (PW 2216/20, 1200 W). Die Intensität des Bremsspektrums ist jedoch im Vergleich zur Wolfram-Röhre wesentlich geringer, so daß Beugungspeaks im Energiespektrum meist auf die charakteristischen Linien des Kobalts gelegt werden müssen. Eine Kupferröhre (PW 2213/20, 1500 W) steht als dritte Alternative zur Verfügung.

Für konventionelle Polfigurmessungen wird eine einfache Filterung (K β -Filter im Falle Kupfer oder Kobalt) der Primärstrahlung vorgenommen. Der Filter besteht dabei aus einer dünnen Metallfolie und kann in den primären oder sekundären Strahlengang eingebracht werden. Das Material und die Dicke richten sich nach dem Anodenmaterial.

Zum Ausblenden eines feinen Röntgenstrahles kommen Lochblenden, Doppellochblenden- und Glaskapillarkollimatoren mit verschiedenen Blendendurchmessern und Längen zum Einsatz. Die Auswahl eines Kollimatorsystems richtet sich nach der jeweiligen Anwendung. Dabei bestimmen Blendendurchmesser bzw. Strahldivergenzen das Orts- bzw. Richtungsauflösungsvermögen bei einer Messung.

Insbesondere bei ortsaufgelösten Messungen muß eine sorgfältige mechanische Kalibrierung der Anlage vorgenommen werden. Es ist notwendig, den Röntgenstrahl genau im Euzentrischen Punkt zu fixieren, so daß bei einer Drehung und Kippung der Probe stets derselbe Probenort detektiert wird. Die Grobkalibrierung erfolgt durch die Überwachung der Abbildung des Röntgenstrahls auf eine fluoreszierende Scheibe mit einer Videokamera. Für die Feinabstimmung bedient man sich der Methode der Strahlhalbierung durch Schattenabbildung. Nach jedem Proben- oder Röhrenwechsel muß die Strahlkalibrierung erneut durchgeführt werden. Unterschiedliche Dicken der Proben werden durch das Nachführen der z -Koordinate ausgeglichen, die mit einer Genauigkeit von 1 μm verstellt werden kann. Die Videokamera dient nach der Kalibrierung des Systems auch zur Überwachung der Position des Röntgenstrahles auf der Probenoberfläche und zur Festlegung des Meßbereichs und der Probenreferenzrichtung bei Rastermessungen.

Bis auf die 2θ -Position des ED-Spektrometers sind alle Komponenten der Röntgenrasterapparatur über einen Personalcomputer steuerbar. Die Goniometerkoordinaten und Zählrohrmessungen werden über die parallele Schnittstelle und einen Mikrocontroller, die Funktionen des ED-Systems über eine AD-Wandlerkarte gesteuert. Auf die Funktionsweise der Anlage, die Meßmethoden und Meßstrategien des Röntgenrasterverfahrens sowie die Steuer- und Darstellungsprogramme soll im folgenden näher eingegangen werden.

5.2 Das Röntgen-Rasterverfahren

Vernachlässigt man die Substruktur, dann läßt sich der Gefügebau durch die Angabe der Kornstruktur, der Verteilung der Konzentrationen $c_i(\vec{r})$ der Probenelemente i , der kristallographischen Orientierung $g(\vec{r})$ und inneren Spannungen für jeden Punkt der Probe $\vec{r} = (x, y, z)$ beschreiben. Experimentell lassen sich diese Daten jedoch nur in begrenzter Weise gewinnen. Ein grundsätzliches Problem aller Standardmeßverfahren ist die z -Richtung der Ortskoordinate. Sie ist im allgemeinen nicht zugänglich und durch die Eindringtiefe der Meßsonde in das Material begrenzt. Es kann daher keine Messung im Sinne einer Tomographie erfolgen, sondern nur eine topographische Analyse der Probenoberfläche.

Die derzeit einzige Möglichkeit zur Bestimmung der Orientierungsverteilung im Submikrometerbereich bieten Einzelorientierungsmessungen durch Auswertung von Kikuchi-Diagrammen im Elektronenmikroskop. In der Röntgenanalytik kann man ausgehend von ortsauflösenden Polfigurmessungen einem Teilvolumen der Probe eine lokale Textur zuordnen und nach (2) ein Texturfeld $f(x, y, z, \varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ bestimmen. Trotz fein kollimierter Primärsonden handelt es sich bei den Polfigurmessungen jedoch um integrierende Verfahren, da das Meßvolumen im allgemeinen eine große Anzahl von Kristalliten enthält. Korngrößen und Kornverteilungen sind daher der Messung nicht zugänglich. Aber auch die Angabe von Texturfeldern zur Beschreibung einer inhomogenen Textur bereitet praktische Probleme. Angenommen das Texturfeld besteht aus 1000 Meßpunkten $\{x_i, y_i\}$, was bei einem Sondendurchmesser von 0,1 mm einer Rasterfläche von etwa $3 \times 3 \text{ mm}^2$ entspricht. Bei einer üblichen Meßzeit von rund 50 Minuten pro Polfigur würden für die Aufnahme von jeweils drei Polfiguren pro Meßpunkt etwa 100 Tage Meßzeit benötigt. Eine flächendeckende Aufnahme von Polfiguren über die Probenoberfläche ist daher zur Bestimmung von Texturfeldern nur eingeschränkt möglich.

Einen guten Überblick über die Texturinhomogenität erhält man aber bereits, wenn man für jeden Ort der Probenoberfläche $\{x_i, y_i\}$ die Häufigkeit angibt, mit der jeweils eine ausgewählte *kristallographische Richtung* $\vec{h}_{(hkl)} = \{\Theta, \gamma\}$ bezüglich der Probenrichtung $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$ auftritt.

Die Häufigkeitsverteilung der kristallographischen Richtung entspricht dann der von Probenort zu Probenort variierenden Belegungsichte $P_{(hkl)}(\alpha, \beta)$ des Punktes in der Polfigur gemäß (12).

Die Belegungsichte für die betrachtete Kristallrichtung an der Probenoberfläche kann in einem **Texturverteilungsbild** $P_{(hkl)}(\alpha, \beta, x_i, y_i)$ graphisch dargestellt werden, in dem die Poldichte $P_{(hkl)}(\alpha, \beta)$ für jedem Bildpunkt $\{x_i, y_i\}$ zu einer *fixierten* Probenrichtung $\{\alpha, \beta\}$ durch einen Helligkeits- oder Farbwert kodiert wird [21 bis 25]. Diese Art der Abbildung wird als **Texturkartographie** bezeichnet. Sie bildet die Grundlage für die Methode zur Messung von Texturverteilungen mittels energiedispersiver Beugung in der Röntgen-Rasterapparatur.

Daneben erlaubt die energiedispersive Analyse des sekundären Spektrums auch die Bestimmung der Konzentration von Probenelementen durch die Auswertung von Fluoreszenzlinien. Darüber hinaus sind Informationen über Spannungszustände in der Peaklage und im Peakprofil der Beugungslinien enthalten. Die Kombination von Textur-, Element- und Gitterdehnungsverteilung macht die Röntgen-Rasterapparatur in Verbindung mit herkömmlichen Schlibfbildern zu einem universellen Instrument bei der Analyse des Gefüges polykristalliner Materialien.

5.3 Das Funktionsprinzip der Röntgen-Rasterapparatur

Das Grundprinzip der Röntgen-Rasterapparatur (Abb. 5.2) basiert auf der energiedispersiven Spektroskopie. Primärseitig wird mit ungefilterter Röntgenstrahlung gearbeitet, die in der Regel von einer Feinfokusröhre mit Wolfram-Anode erzeugt wird. Durch die hohe Dichte dieses Anodenmaterials erhält man ein intensives „weißes“ Röntgenspektrum, welches aus dem kontinuierlichen Bremsstrahlungsuntergrund und den charakteristischen Wolfram-Linien besteht. Die Probe wird mit dem x-y-Tisch schrittweise in einem vom Anwender frei vorgegebenen Punktraster bewegt und in jedem Punkt ein Energiespektrum aufgenommen. Dieses Sekundärspektrum wird energiedispersiv mit einem Si(Li) Halbleiterdetektor gemessen. Die 2ϑ -Position des Detektors bleibt während der Messung unverändert.

Die durch das Kollimatorsystem fein ausgeblendete Primärstrahlsonde beleuchtet innerhalb der Probe ein kleines Volumen, das in der Regel aus Kristalliten unterschiedlicher Orientierung besteht. Aus dem einfallenden „weißen“ Röntgenspektrum wird ein Teilspektrum entsprechend der lokalen Orientierungsverteilung energiedispersiv abgebeugt (Abschnitt 4.2). Dabei tragen in dem ausgeleuchteten Probenvolumen nur solche Netzebenen zur Reflexion bei, deren Netzebenenormalen parallel zum Beugungsvektor (41) stehen und die Braggsche Gleichung (40) erfüllen. Zu einer festen Probenrichtung $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$ erhält man so einen ganzen Satz von (hkl)-Reflexen zu verschiedenen Energien (67). Im Falle des symmetrischen Strahlengangs $\vartheta_1 = \vartheta_2$ und eines Probenkippwinkels $\alpha = 0^\circ$ reflektieren nur Netzebenen, die parallel zur Probenoberfläche liegen (Abb. 5.2).

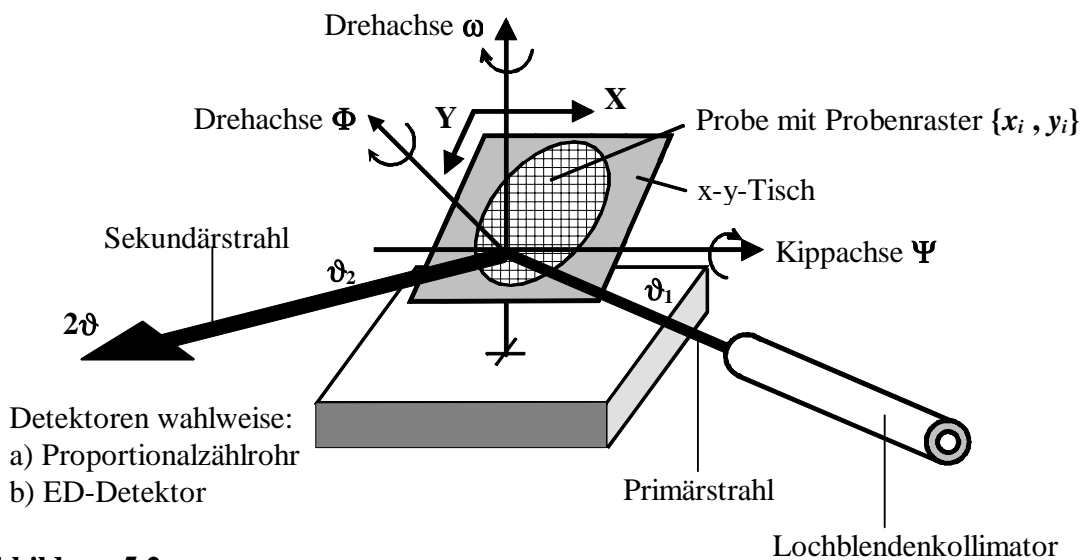


Abbildung 5.2

Röntgen-Rasterapparatur

Schematische Darstellung und Festlegung der Winkel- und Ortskoordinaten

Das Texturverteilungsbild $P_{(hkl)}(\alpha, \beta, x_i, y_i)$ erhält man durch die Bestimmung der Poldichte $P_{(hkl)}(\alpha, \beta)$ zu jedem Probenrasterpunkt $\{x_i, y_i\}$ bei fester Probenrichtung $\vec{y} = \{\alpha, \beta\}$. Die Poldichte ergibt sich aus der integralen Intensität des jeweiligen (hkl)-Beugungspeaks im Energiespektrum. Durch die Variation des Winkels 2ϑ können die Beugungslinien im Energiespektrum verschoben werden (67, 68, 69). Die Intensität schwacher Beugungspeaks kann um ein Vielfaches erhöht werden, wenn die Detektorposition 2ϑ so gewählt wird, daß die Energie der Beugungslinie mit einer charakteristischen Linie des Anodenmaterials zusammenfällt.

Zwischen einem Beugungspeak im Bremsspektrum und auf einer charakteristischen Linie bestehen bei der energiedispersiven Beugung methodische Unterschiede im Richtungsaufklärungsvermögen $\Delta y \cong \sin \alpha \cdot \Delta \alpha \cdot \Delta \beta$ und der Peakbreite ΔE (Abschnitt 4.4). Die Polfigurfenstergröße $\Delta \alpha$ ist in beiden Fällen gleich. Sie wird nach (51, 71) vom Braggwinkel und der axialen Detektorapertur bestimmt. Liegt der Beugungspeak im Bremsspektrum, so wird die Polfigurfenstergröße $\Delta \beta$ gemäß (75) durch die äquatoriale Detektorapertur A_D festgelegt. Liegt er auf einer charakteristischen Linie, dann wird $\Delta \beta$ nach (81) durch die Primärdivergenz A_{PD} bestimmt. In der Regel ist bei der Aufnahme von Texturverteilungen die Detektorapertur deutlich größer als die Primärdivergenz. Deshalb werden bei ED-Poldichtemessungen an polykristallinen Materialien im Bremsspektrum die (hkl)-Netzebenenscharen zu einem größeren Raumwinkelelement Δy erfaßt als auf einer charakteristischen Linie. Die in den Beziehungen für $\Delta \beta$ auftretende Abhängigkeit vom Kippwinkel $1/\sin \alpha$ ist im Richtungsaufklärungsvermögen jedoch *nicht* mehr enthalten (Abschnitt 3.3).

Die Breiten der Beugungslinien im Energiespektrum ergeben sich aus der Energiebreite ΔE_0 und der Detektoraufklärung ΔE_{Det} gemäß Gleichung (85). Dabei ist die Breite eines Beugungspeaks im Bremsspektrum ΔE_0^{BS} nach (78) durch die Detektorapertur A_D bestimmt und kann bis zu einigen Hundert eV betragen. Liegt der Beugungspeak auf einer charakteristischen Linie, so ist dessen Breite durch die spektrale Breite der charakteristischen Linie vorgegeben und wird im gemessenen Energiespektrum durch die Auflösung des Detektors begrenzt.

Regt die Primärstrahlung Röntgenfluoreszenz (Abschnitt 4.1) der Probenatome an und wird diese auf dem Weg zum Detektor nicht durch die Luft absorbiert, so können im Sekundärspektrum neben den Beugungslinien auch Röntgenfluoreszenzlinien der Probenelemente auftreten. Damit können simultan zu den Verteilungsbildern der Textur auch die der Elemente aufgenommen werden. Allerdings wird an der Luft weiche Röntgenstrahlung bereits so stark absorbiert, daß in der Regel erst Elemente ab Kalium nachgewiesen werden können. Die Lage der Fluoreszenzlinien bleibt im Energiespektrum auch bei Variation des Winkels 2ϑ unverändert. Die gemessene Breite einer Fluoreszenzlinie wird durch die Auflösung des ED-Detektors begrenzt, da die natürliche Linienbreite einer Fluoreszenzlinie nur einige eV beträgt.

Neben den Beugungs- und Fluoreszenzlinien ist der dritte Bestandteil des Sekundärspektrums ein Untergrund, welcher durch die gestreute Primärstrahlung entsteht. Er setzt sich aus einem Anteil der gestreuten Bremsstrahlung zusammen, der in der Regel nur sehr schwach ist und einem Anteil der gestreuten Intensität der charakteristischen Strahlung. Dieser kann erheblich sein und darf nicht irrtümlich als Probenelement identifiziert werden. Typische Beispiele für Energiespektren sind in den Abbildungen 5.3 und 5.4 dargestellt.

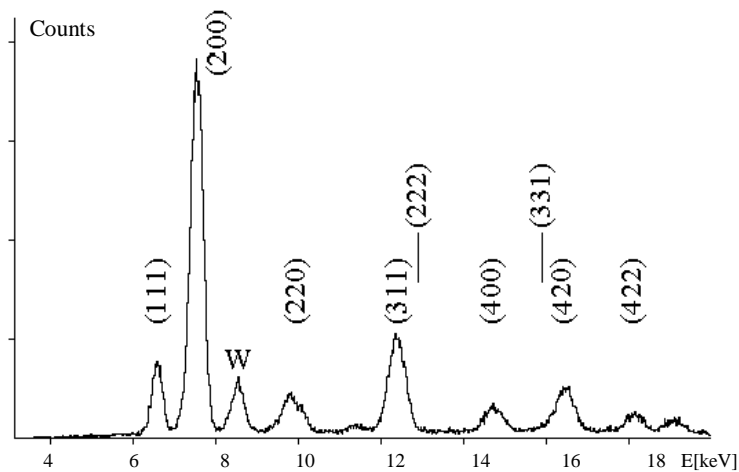


Abbildung 5.3

Energiespektrum einer Aluminium-Probe, $2\vartheta=49.5^\circ$. W = gestreute Intensität der $L\alpha$ -Linie des Wolfram-Anodenmaterials.

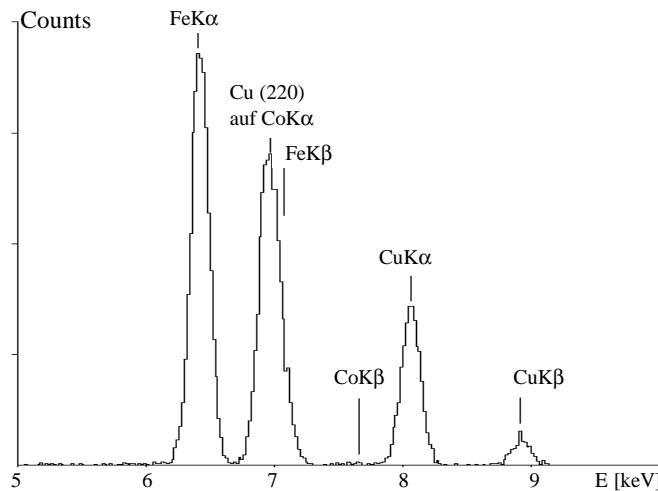


Abbildung 5.4

Energiespektrum einer Kupfer-Eisen-Probe, $2\vartheta=88.94^\circ$; Beugungsspek: Cu(220) auf charakteristischer CoK α -Linie des Anodenmaterials; Fluoreszenzlinien der Probenelemente Cu und Fe: FeK α und FeK β , CuK α , CuK β mit vollständiger Überlappung von FeK β und Cu(220); Gestreute Intensität des Anodenmaterials: CoK β ;

Beugungslinien	$E_{(hkl)} = n \frac{hc}{2d_{(hkl)} \sin \vartheta}$	$(\Delta E)^2 = (\Delta E_{Det})^2 + (\Delta E_0)^2$
Fluoreszenzlinien	elementspezifische Energilage	$\Delta E = \Delta E_{Det}$
Untergrund	gestreute Intensitäten des primären Bremsspektrums und der charakteristischen Linien des Anodenmaterials	

Tabelle 5.2

Bestandteile des sekundären Energiespektrums. Lage und Breite der Beugungs- und Fluoreszenzlinien.

Eine weitere Anwendung der energiedispersiven Analyse ist die Bestimmung *lokaler Gitterdehnungen*. Ausgehend von der Tatsache, daß Eigenspannungen 1. Art zu einer Peakverschiebung und Eigenspannungen 2. und 3. Art zu einer Peakverbreiterung führen (Abschnitt 4.2), läßt sich durch eine Profilanalyse der Beugungslinie prinzipiell auch die örtliche Verteilung der lokalen Gitterdehnung bestimmen. Damit eine Energieverschiebung gemessen werden kann, muß der Beugungspeak im Bremsspektrum liegen. Bleibt die Aufnahmegeometrie wie im Falle einer Texturverteilungsmessung konstant, ist nach (70) die relative Änderung der Peaklage im Spektrum bis auf das Vorzeichen gleich der relativen Änderung der Gitterparameter. Um die apparative Verbreiterung der Beugungslinie (77 bzw. 78) so gering wie möglich zu halten, muß mit einer kleinen Detektorapertur gearbeitet werden. Dies erreicht man nach (73b) durch einen großen Detektorabstand. Wegen der kleinen Detektorapertur und der Lage der Beugungslinie im Bremsspektrum ergeben sich meist sehr niedrige Zählraten. Damit für die Profilanalyse eine ausreichende Statistik gesichert werden kann, liegen die Meßzeiten pro Probenrasterpunkt deshalb bei einigen Minuten.

Ein wichtiger Punkt für die Meßstrategie der Röntgen-Rasterapparatur besteht darin, daß für eine Texturkartographie die globale Textur mit ihren Vorzugsorientierungen bereits im voraus bekannt sein muß. Daher sind vor der eigentlichen Texturkartographie Polfigurmessungen und eine ODF-Analyse durchzuführen. Der große Vorteil der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Apparatur besteht in der Möglichkeit, Polfigurmessungen und ED-Rastermessungen in ein und derselben Anlage ohne Umsetzen der Probe durchführen zu können. Die Polfigurmessungen erfolgen meist mit dem Proportionalzählrohr und gefilterter Strahlung. Bei einigen Anwendungen hat sich jedoch die energiedispersive Aufnahme von Polfiguren als äußerst vorteilhaft erwiesen. Die Polfiguren werden je nach Anwendung global über die gesamte Probe aufgenommen oder ortsaufgelöst in bestimmten Probenbereichen gemessen, die aufgrund der Verformungsgeometrie, des Herstellungsprozesses oder der Schlibbilder Texturinhomogenitäten vermuten lassen. Die Ortsauflösung braucht dabei nicht besonders hoch sein. Sie liegt in der Regel bei 0.2 bis 4 mm. Mit den Polfigurmessungen und der anschließenden ODF-Analyse erhält man einen Überblick über die Verteilung signifikanter Texturkomponenten in bestimmten Probenbereichen. Einzelne interessierende Polfigurpunkte werden dann für die Texturkartographie ausgewählt. Meist sind dies ausgeprägte Maxima $K_{\max}(\alpha_{\max}, \beta_{\max})$ in der Polfigur, die auf eine Vorzugsorientierung bestimmter Kristallite hinweisen. Entsprechend dieser Poldichtemaxima werden dann Dreh- und Kippwinkel der Probenrichtung $\vec{y}_{\max} = \{\alpha_{\max}, \beta_{\max}\}$ in der Eulerwiege fest eingestellt und die Verteilung dieser Poldichten durch eine x-y-Rastermessung aufgenommen. Dazu wird das Kollimatorsystem der Polfigurmessung gegen ein anderes mit kleineren Lochblendendurchmessern ausgetauscht. Die erreichbare Ortsauflösung entspricht der Fleckgröße des Röntgenstrahls auf der Probenoberfläche. Sie ist abhängig von den Lochblendendurchmessern, der Strahldivergenz, sowie dem Probenwinkel ω und dem Kippwinkel α . Die Ortsauflösung liegt bei den meisten Anwendungen in einem Bereich zwischen 20 und 200 μm . Kleinere Blendendurchmesser sind aus Intensitätsgründen problematisch. Die Schrittweite des Probenmeßrasters wird der Ortsauflösung angepaßt.

Ergeben sich in den Texturverteilungen signifikante Bereiche oder Gebiete starker Inhomogenität, dann können zur Bestimmung der lokalen ODF gezielt an diesen Punkten noch einmal Polfigurmessungen mit höherer Ortsauflösung durchgeführt werden. Dies führt im Vergleich zu flächendeckenden Polfigurmessungen zu einer erheblichen Meßzeitverkürzung und Datenreduktion. Auch Einzelorientierungsmessungen im Submikrometerbereich können auf Basis

dieser Texturverteilungen gezielt an bestimmten Punkten durchgeführt werden. Röntgen-Rasterverfahren und Einzelorientierungsmessungen mit elektronenoptischen Methoden können sich somit einander ergänzen.

Zusammenfassung: Meßstrategie bei der Bestimmung von Texturinhomogenitäten

Da im allgemeinen flächendeckende Polfigurmessungen mit hoher Ortsauflösung über die gesamte Probe nicht möglich sind, ergibt sich für die Röntgen-Rasterapparatur folgende Meßstrategie bei der Bestimmung von Texturinhomogenitäten:

1. Schritt

Globale Polfigurmessung oder lokale Polfigurmessungen mit niedriger Ortsauflösung in bestimmten Probenbereichen, die aufgrund der Verformungsgeometrie, des Herstellungsprozesses oder der Schliffbilder Texturinhomogenitäten vermuten lassen.

2. Schritt

Bestimmung der signifikanten Texturkomponenten ergeben Überblick über die wichtigsten Vorzugsorientierungen in der Probe oder in bestimmten Probenbereichen. Aufnahme der Texturverteilungsbilder zu ausgewählten Vorzugsrichtungen $K(\alpha, \beta)$ mit hoher Ortsauflösung.

3. Schritt

Treten in den Texturverteilungsbildern interessante Inhomogenitäten auf, können ggf. an diesen ausgewählten Bereichen Polfigurmessungen mit hoher Ortsauflösung durchgeführt werden oder Einzelorientierungsmessungen mit elektronenoptischen Methoden erfolgen.

5.4 Die Ortsauflösung mit dem Röntgen-Rastersystem

Die Ortsauflösung ist neben der Winkel- bzw. Richtungsaflösung ein weiterer wichtiger apparativer Parameter für die lokalen Polfigur- und Rastermessungen. Sie wird durch die Sondengröße des Röntgenstrahls auf der Probenoberfläche bestimmt und ist von den geometrischen Verhältnissen am Kollimatorsystem sowie vom Probenwinkel ω und Kippwinkel α abhängig. Die Verbreiterung der Sonde durch Streuung in der Probe sowie der Einfluß der endlichen Strahlapertur der Sonde sollen im folgenden vernachlässigt werden. Im Falle eines Doppellochblenden-Kollimators hat der senkrecht ($\omega = 90^\circ$) auf die nicht gekippte Probe ($\alpha = 0^\circ$) einfallende Röntgenstrahl auf der Probenoberfläche die Form eines Kreises mit einem Durchmesser von:

$$d_s = \left(1 + 2 \frac{D_1}{D_2 - D_1} \right) \cdot d_0 \quad (86).$$

Dabei ist d_0 der Durchmesser und $D_{1/2}$ der jeweilige Abstand der beiden Lochblenden zur Probenoberfläche. Die Differenz $L = D_2 - D_1 > 0$ entspricht dem Lochblendenabstand und ist im allgemeinen mit der Kollimatorlänge identisch. Mit typischen Werten für ED-Rastermessungen von $d_0 = 100 \mu\text{m}$, $D_1 = 30 \text{ mm}$ und $L = 100 \text{ mm}$ ergibt sich ein Durchmesser von $d_s = 160 \mu\text{m}$. Fällt der Primärstrahl bei einem Probenwinkel $\omega \neq 90^\circ$ auf die um den Winkel $\alpha \neq 0^\circ$ gekippte Probenoberfläche, so hat die Sonde die Form einer Ellipse (Abb. 5.5). Die axiale Höhe des projizierten Strahls auf der Probenoberfläche ist durch den Kippwinkel α :

$$\Delta y_s(\alpha) = d_s / \cos \alpha \quad (87)$$

und die horizontale Breite durch den Probenwinkel ω bestimmt:

$$\Delta x_s(\omega) = d_s / \sin \omega \quad (88).$$

Der Neigungswinkel ρ_0 des die Ellipse umfassenden Parallelogramms (Abb. 5.5) ergibt sich aus:

$$\tan \rho_0 = \frac{\tan \alpha}{\tan \omega} \quad (89).$$

Bei ED-Rastermessungen ist die Ortsauflösung $(\Delta x_s, \Delta y_s)$ für jeden Meßpunkt (x_i, y_i) konstant, da die Probenrichtung $\vec{y} = (\alpha, \beta)$ und der Einfallswinkel ω für alle Positionen unverändert bleiben. Bei den mit dem Proportionalzählrohr durchgeführten lokalen Polfigurmessungen vergrößert sich Δy_s innerhalb der Polfigur mit steigendem Kippwinkel α , während Δx_s für verschiedene (hkl)-Polfiguren mit steigendem Braggwinkel $\vartheta_{(hkl)}$ der (hkl)-Reflexe abnimmt. Dabei ist zu beachten, daß sich bei einer Drehung der Probe um den Winkel β die im Laborsystem feststehende elliptische Sonde auf der Probenoberfläche entsprechend mitdreht. Ein Maß für die Anisotropie der Ortsauflösung ist durch das Verhältnis:

$$\Delta x_s / \Delta y_s = \cos \alpha / \sin \omega \quad (90)$$

gegeben. In Abb. 5.6 ist die Abhängigkeit dieser Größe von α und ω dargestellt. Insbesondere ergeben sich für kleine α bei kleinen ω bzw. für große α bei großen ω stark von einander verschiedene Werte. In solchen Fällen ist nicht nur die Winkel- sondern auch die Ortsauflösung bei einer Texturmessung durch eine starke Richtungsabhängigkeit gekennzeichnet. Daraus ergibt sich ein astigmatismusähnlicher Abbildungsfehler, der sich als Verzerrung in den mit konstanten Schrittweiten $\Delta x_{step} = \Delta y_{step} \approx \min(\Delta x_s, \Delta y_s)$ gemessenen Texturverteilungsbildern äußert. Da diese Artefakte durch den Betrachter irrtümlich als physikalisch interessante Strukturen fehlinterpretiert werden könnten, ist in einigen Fällen die Korrektur dieses geometrischen Abbildungsfehlers notwendig. Eine sehr einfache Möglichkeit zur Demonstration dieser Bildkorrektur besteht darin, daß man alle innerhalb eines bestimmten Bereiches liegenden Rasterpunkte zu einem Punkt zusammenfaßt und zur Darstellung verwendet. Der Bereich kann dabei die Form eines Kreises haben, dessen Durchmesser durch die Größe der Längsachse der Ellipse gegeben ist. So erhält man ein neues Verteilungsbild mit annähernd kreisförmiger aber kleinerer effektiver Ortsauflösung. Beispiele für die Korrektur des geometrischen Abbildungsfehlers findet man in den Texturverteilungsbildern der Reibschweißnaht in Abschnitt 6.6 und bei den Messungen mit dem XFlash-Detektor an der gratgewalzten Probe in Abschnitt 7. Hier kommt es insbesondere bei solchen Verteilungsbildern zu einer starken Anisotropie der Ortsauflösung, die unter einem relativ kleinen Braggwinkel von $\vartheta_{Al(111)} = 18.5^\circ$ aufgenommen wurden.

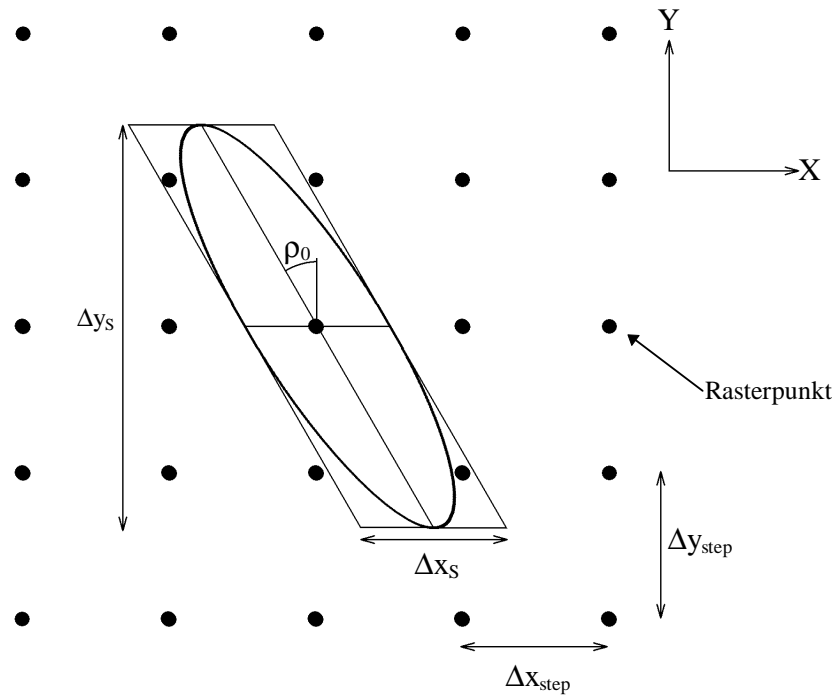


Abbildung 5.5

Anisotropie der Ortsauflösung durch elliptische Verzerrung des unter dem Winkel ω auf die um den Winkel α gekippte Probenoberfläche einfallenden Primärstrahls.

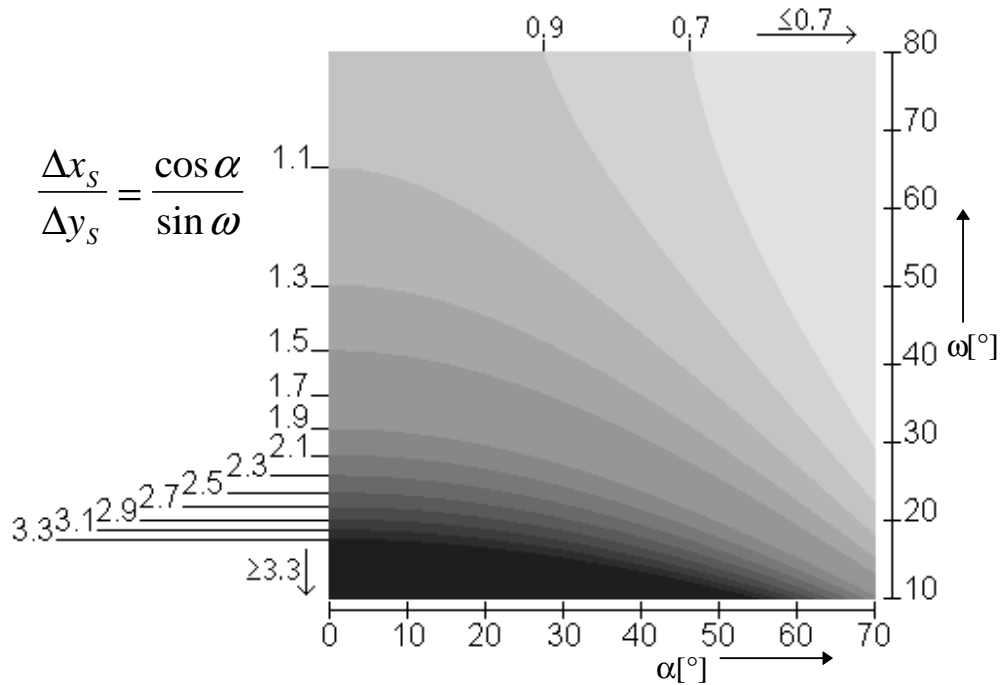


Abbildung 5.6

Verhältnis der axialen Höhe Δx_s und horizontalen Breite Δy_s in Abhängigkeit von ω und α

5.5 Steuer-, Meß- und Darstellungsprogramme

Im Rahmen dieser Arbeit wurden parallel zum Aufbau der Röntgen-Rasterapparatur und der Etablierung der Meßmethode zwei umfangreiche Softwarepakete entwickelt, die zum einen die Steuerung der Anlage und Meßwertaufnahme und zum anderen die Auswertung und Darstellung der Meßwerte enthalten.

Das Paket zur Steuerung der Anlage und Meßwertaufnahme arbeitet unter dem Betriebssystem Windows 3.1. Es beinhaltet die Steuerung des Goniometers sowie des ED-Systems und gewährleistet den automatischen Meßbetrieb über einen Meßrechner. Alle Teilfunktionen des Programms sind über benutzerfreundliche Dialogfenster ausführbar. Außer der 2ϑ -Position des ED-Detektors und den Einstellungen am Röntgengenerator kann auf alle Systemparameter über den Meßrechner zugegriffen werden. Die Steuerung des Goniometersystems erfolgt über eine serielle Schnittstelle. Über diese werden spezielle Befehle zu einem Microcontroller gesendet, der die Ansteuerung des Goniometers übernimmt. Die Befehlsliste wurde vom Hersteller des Goniometersystems, Philips, zur Verfügung gestellt. Die Kommunikation zwischen Computer und Microcontroller erfordert ein spezielles Protokoll, welches auch eine Kodierung der Befehlsketten mit einer Prüfsumme vorsieht. Aktuelle Positionen und Meßwerte werden online dargestellt. Neben den konventionellen Messungen wie $\omega-2\theta$, ω - oder 2θ -Scan wurde der automatische Meßbetrieb insbesondere auf die Durchführung von Polfigur-Rastermessungen optimiert.

Vor jeder Messung wird die Fixierung des Röntgenstrahles im euzentrischen Punkt überprüft. Dazu wird die Abbildung des Strahles auf einer fluoreszierenden Scheibe über eine Videokamera mittels Monitor überwacht. Dabei darf sich die x-y-Position des Strahles beim Verändern der Winkelpositionen Φ , Ψ und ω nicht ändern. Nach Beenden dieser Prozedur wird ein Fadenkreuz auf dem Monitor im euzentrischen Punkt positioniert. So kann man stets die aktuelle Position des Röntgenstrahles auf der Probe bestimmen. Für eine Messung kann die Probe in einer beliebigen Position auf dem Probenstisch befestigt werden. Die z-Koordinate wird so eingestellt, daß der euzentrische Punkt genau in der Oberfläche liegt. Dann erfolgt die Festlegung des Probenkoordinatensystems bezüglich des Probenstisches. Dazu wird über das Fadenkreuz die Nullposition und ein Punkt der Referenzrichtung (z.B. Walzrichtung) angefahren. Nach dieser Festlegung kann direkt im Koordinatensystem der Probe gearbeitet werden.

Zur Durchführung einer Rastermessung ist die Eingabe eines Polfigurmeßrasters $\{\alpha_i, \beta_i\}$ und eines Probenmeßrasters $\{x_i, y_i\}$ notwendig. Das Maximum des Index i ist programmtechnisch praktisch unbegrenzt, liegt aber aus Gründen der Meßzeit für das Polfigurraster meist bei etwa 1000 und für das Probenraster bei 10000. Die Art des Rasters kann vom Benutzer beliebig vorgegeben werden. Probenraster enthalten die Meßpunkte $\{x_i, y_i\}$ in Form einer frei definierten Punktwolke, entlang einer Linie oder, durch die Form des Werkstückes bedingt, innerhalb eines Rechteckes, Polygons oder Kreises (Abb. 5.7). Indem man über das Fadenkreuz nacheinander die einzelnen Meßpunkte oder die Eckpunkte des Polygons anfährt, können die Raster in einfacher Weise über einen Dialog generiert und in der Probenrasterdatei (*.pro) abgespeichert werden. Als Polfigurraster werden meist reguläre Equal-Angular oder verdünnte Equal-Area-Raster verwendet (Abb. 3.5 und 5.8). Manchmal interessieren jedoch nur Ausschnitte oder einzelne Punkte der Polfigur, so daß auch partielle Meßraster oder solche mit nur wenigen Punkten möglich sind (Abb. 5.8). Auch sie können über einen speziellen Dialog vom Anwender generiert und in der Polfigurrasterdatei (*.pol) abgespeichert werden. Vor einer Polfigurmessung werden die Winkel ω und 2ϑ fest auf den jeweiligen (hkl)-Reflex eingestellt. Durch das Laden der Polfigur- und Probenrasterdatei wird die Rastermessung gestartet. Die Abarbeitung der Raster kann wahlweise so erfolgen, daß zu jedem Probenpunkt $\{x_i, y_i\}$ das vollständige Polfigurraster $\{\alpha_i, \beta_i\}$ oder zu

jedem Polfigurpunkt $\{\alpha_i, \beta_i\}$ das vollständige Probenraster $\{x_i, y_i\}$ gemessen wird. Die Meßwerte $\{\alpha_i, \beta_i, x_j, y_j, c_{ij}\}$ werden nach Ablauf der Meßzeit vom Controller zurückgesendet, vom PC verarbeitet, online dargestellt und in der Meßdatendatei (*.pfd) abgespeichert.

Die Steuerung des energiedispersiven Detektorsystems erfolgt über den ISA-Bus des Computers mit einer 8 Bit ADC-Karte, die mit dem Speicherboard des Spectrace 6100 X-Ray Analyzer verbunden ist. Die Quellcodes für die Ansteuerung des Systems sowie für das Auslesen und Löschen der Speicherbereiche wurden von der Firma Tracor zur Verfügung gestellt. Vor Beginn einer energiedispersiven Messung erfolgt die Initialisierung des Systems und Einstellung der Systemparameter. Vor jeder Meßsitzung wird die Energieskala über die MnK α -Linie eines ^{55}Fe -Strahlers kalibriert. Das ED-Spektrometer wird manuell auf den 2ϑ -Winkel und das Goniometer auf $\omega = 2\vartheta/2$ eingestellt. Der Abstand zur Probenoberfläche D bestimmt die Detektorapertur und richtet sich nach der jeweiligen Anwendung. Bevor eine Rastermessung gestartet wird, werden in der Regel mehrere Einzelmessungen an verschiedenen Punkten der Probe durchgeführt. In den aufgenommenen Energiespektren werden in einem interaktiven Dialog die Beugungslinien indiziert und die Fluoreszenzlinien bestimmten Elementen zugeordnet. Um die integrale Intensität einer Beugungs- oder Fluoreszenzlinie zu bestimmen, werden um die interessierenden Peaks herum spektrale Fenster („Regions of Interest“, $\{ROI1, ROI2, ROI3, \dots\}$) definiert und in einer ROI-Datei (*.roi) abgespeichert. Eine $ROI = \{E_{\min}, E_{\max}\}$ gibt das Energieintervall an, in dem die Zählraten integriert werden. Bei starker Streustrahlung kann optional eine Untergrundkorrektur vorgenommen werden, indem für jeden Energiekanal der ROI der Mittelwert der Zählraten an den Intervallgrenzen abgezogen wird. Die Erfahrung zeigt aber, daß unter den üblichen Meßbedingungen einer ED-Rastermessung ein Untergrund praktisch nicht auftritt und eine Korrektur nicht erforderlich ist. Durch das Laden der Polfigurraster-, Probenraster- und ROI-Datei, wird die ED-Rastermessung gestartet. Dabei enthält die Polfigurrasterdatei die Vorzugsrichtungen $\{\alpha_i, \beta_i\}$ der signifikanten Texturkomponenten. Zu einer Probenrichtung wird jeweils das vollständige Probenraster gemessen. An jedem Punkt wird für die um die Totzeit korrigierte Dauer der Meßzeit das Energiespektrum aufgenommen. Das Spektrum wird ausgelesen, die Intensitäten c^{ROI} jeder ROI integriert und die Meßwerte $\{\alpha_i, \beta_i, x_j, y_j, c_{ij}^{ROI1}, c_{ij}^{ROI2}, c_{ij}^{ROI3} \dots\}$ im Meßdatenfile (*.edx) abgespeichert. Optional können auch ganze Teilspektren abgespeichert und nach Beendigung der Messung einer Peakprofilanalyse zur Bestimmung der Peakintensität, Peaklage und Peakbreite unterzogen werden.

Das Programm zur Auswertung und Darstellung der Meßwerte arbeitet unter Windows 95 und NT. Es wurde speziell auf die Verarbeitung und Darstellung der Rasterdaten zugeschnitten, die in der Röntgen-Rasterapparatur gewonnen werden. Das Datenformat ist aber nicht speziell an dieses Programm gebunden, sondern kann auch von anderen Standardanwendungen eingelesen und verarbeitet werden. Bei der Darstellung der Rasterbilder $\{x_i, y_i, c_i\}$ zu einer bestimmten Probenrichtung $K\{\alpha, \beta\}$ wird jedem Intensitätswert c_i ein Farb- oder Graustufenwert zugeordnet und in einem Verteilungsbild dargestellt. Durch das Ändern des Maximums und Minimums der Skalierung können bestimmte Intensitätsbereiche einer Messung untersucht werden. Neben dem Vergrößern und Verkleinern der Rasterbilder kann zur besseren Visualisierung eine Interpolation zwischen den einzelnen Meßpunkten des Verteilungsbildes vorgenommen werden. Weiterhin können elementare mathematische Operationen zwischen den Verteilungsbildern durchgeführt werden, wie z.B. die Summen- oder Differenzbildung. Wie einzelne Parameter die Darstellung einer Rastermessung beeinflussen können, wird an einigen Beispielen in Abb.5.9 gezeigt.

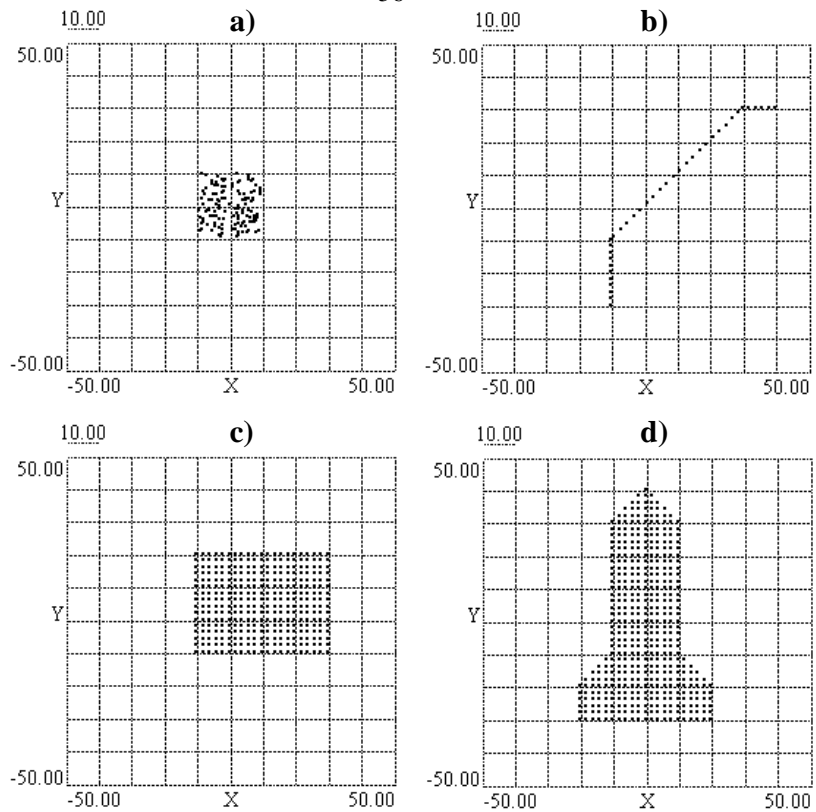


Abbildung 5.7

Möglichkeiten zur Festlegung des Probenmeßrasters $\{x_i, y_i\}$.

a) Punktwolke b) Linienscan c) Rechteckraster d) Polygonraster

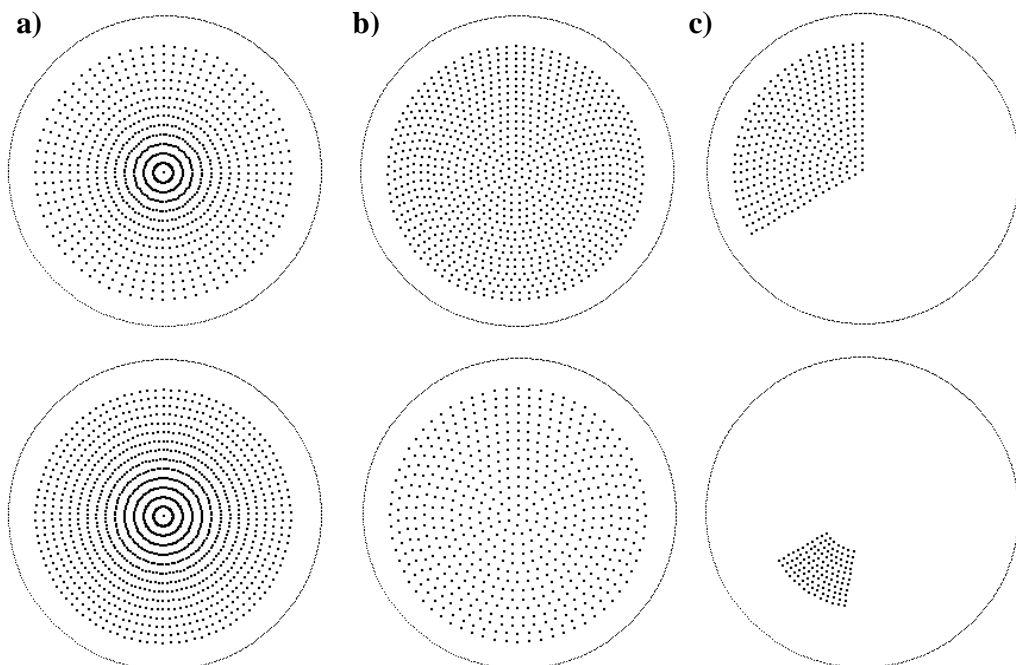
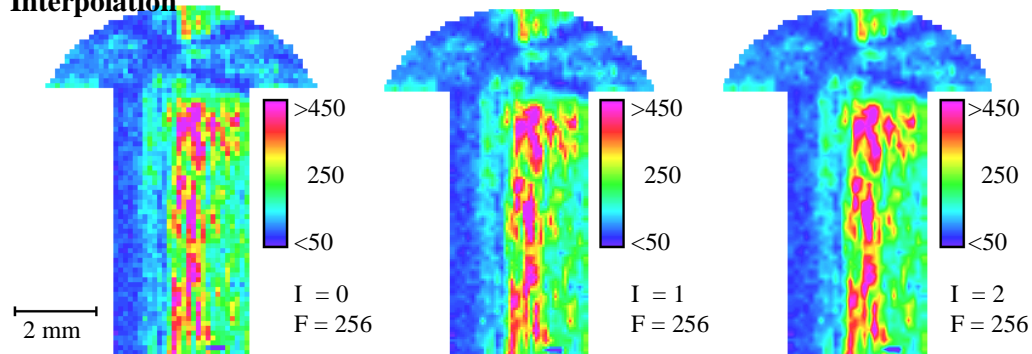
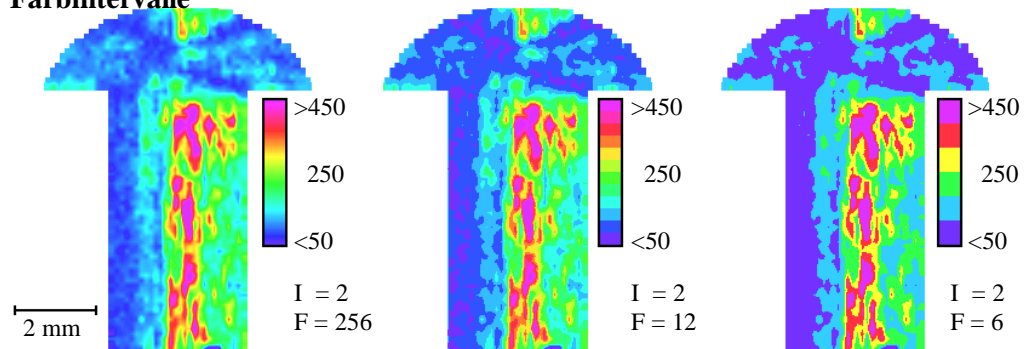
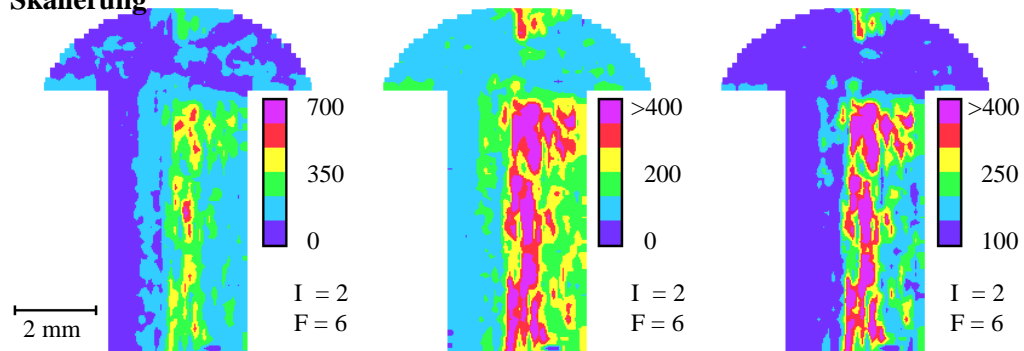
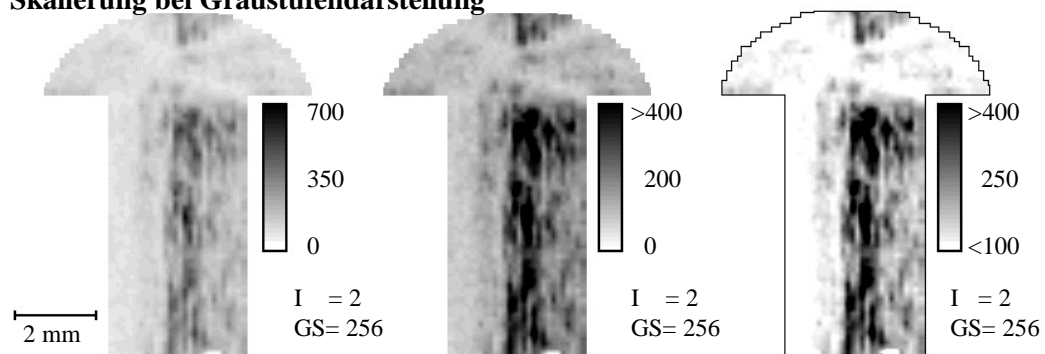


Abbildung 5.8

Möglichkeiten zur Festlegung des Polfigurmeßrasters $\{\alpha_i, \beta_i\}$.

a) reguläres Equal-Angular-Raster b) verdünntes Equal-Area-Raster c) partielle Polfigurraster

Interpolation**Farbintervalle****Skalierung****Skalierung bei Graustufendarstellung****Abbildung 5.9**

Meßwerte derselben Rastermessung in verschiedenen Darstellungsarten. Rasterpunktzahl = 2399, maximaler Meßwert = 700, minimaler Meßwert = 0, I = Anzahl der Interpolationsstufen, F = Anzahl der Farbintervalle, GS = Anzahl der Graustufen;

5.6 Messungen zum Polfigurfenster

In den Abschnitten 3 und 4 wurde ausführlich auf die Verbreiterung des Beugungsvektors und die Entstehung des Polfigurfensters sowie dessen Bedeutung bei klassischen Texturmessungen und der Texturkartographie eingegangen. Dabei stellt der Wert $\Delta y \cong \sin \alpha_0 \cdot \Delta \alpha \cdot \Delta \beta$ das Richtungsauflösungsvermögen einer Texturmessung dar. Er gibt an, welche um eine feste Probenrichtung $\vec{y}_0 = \{\alpha_0, \beta_0\}$ unterschiedlich ausgerichteten Netzebenen einen Beitrag zur Poldichte liefern. Die Transparenzfunktion beschreibt, mit welcher Gewichtung dieser Beitrag erfolgt. Das Richtungsauflösungsvermögen stellt einen wichtigen apparativen Parameter für alle Textur-Diffraktometersysteme dar und sollte an jedem Gerät für die gängigen Meßgeometrien, Detektorsysteme, Spalt- und Kollimatoreinstellungen bestimmt werden. Das Ausmessen der Polfigurfenster erfolgt für die Röntgen-Rasterapparatur an einem Si-Einkristall, dessen (100)-Ebene parallel zu Oberfläche liegt. Im Rahmen der Geräteauflösungen kann man dieses Material als perfekten Einkristall behandeln. Um die Abhängigkeit der Größen $\Delta \alpha$ und $\Delta \beta$ von den einzelnen Parametern zu ermitteln, wurde die Transparenzfunktion an einer Reihe unterschiedlicher (hkl)-Reflexe zu den entsprechenden Braggwinkeln, Kippwinkeln, Detektoraperturen und Primärdivergenzen gemessen. Dafür wurde ein ausreichend großer Polfigurausschnitt um jeden (hkl)-Pol fein abgerastert. Je nach der Größe dieses Ausschnitts betragen die Schrittweiten $\Delta \alpha_{step}$ zwischen 0.1 und 0.5° und $\Delta \beta_{step}$ zwischen 0.02 und 0.1° . Die Meßzeiten lagen zwischen 2 und 10 sec pro Meßpunkt. Die Lagen der verwendeten (hkl)-Reflexe in der Polfigur $\{\alpha_0, \beta_0\}_{(hkl)}$ sind in Abbildung 5.10 dargestellt. Die Meßreihen wurden sowohl mit dem Proportionalzählrohr als auch mit dem ED-System mit Wolfram-Strahlung durchgeführt.

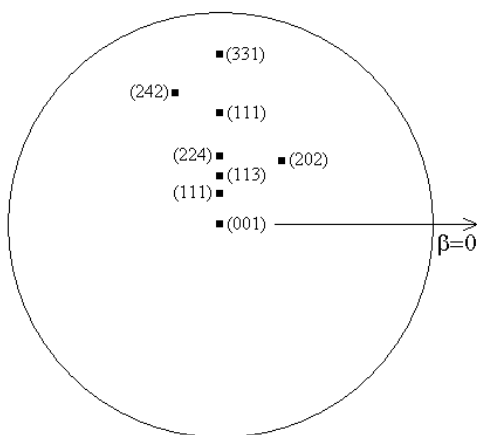


Abb. 5.10

Pole des (100)Si Einkristalls, die zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters untersucht wurden.

5.6.1 Das Polfigurfenster bei Messungen mit Proportionalzählrohr

Grundlage des Röntgenrasterverfahrens sind im allgemeinen Polfigurmessungen zur Bestimmung signifikanter Texturkomponenten. Sie werden mit monochromatischer Strahlung und einem Proportionalzählrohr aufgenommen. Die Monochromatisierung der Wolfram-Strahlung erfolgt mit einem Cu-Filter. Im gefilterten Primärspektrum entfällt dann der Hauptanteil der Intensität auf die $L\alpha$ -Linie mit einer Wellenlänge von $\lambda_{WL\alpha} = 0.1477nm$. Entsprechend dieses Wertes ist die Lage des Bragg-Winkels $2\vartheta_{(hkl)}$ jedes (hkl)-Reflexes nach (40) festgelegt.

Gemäß Gleichung (51) war die theoretische Breite des Polfigurfensters in α -Richtung gegeben durch:

$$\Delta\alpha = \left(\frac{H_D}{2R} \right) \frac{1}{\sin \vartheta_{(hkl)}} .$$

Dabei ist $2\vartheta_{(hkl)}$ der Bragg-Winkel des jeweiligen (hkl)-Reflexes zur Wellenlänge $\lambda_{WL\alpha}$, H_D die axiale Detektorfensterhöhe und R der Detektorabstand zur Probenoberfläche. In β -Richtung berechnete sich die Breite des Polfigurfensters gemäß (54) zu:

$$\sin \frac{\Delta\beta}{2} = \frac{\sin \left(\frac{\Delta\omega}{2} \right)}{\sin \alpha_0} ,$$

wobei $\Delta\omega$ die Breite der im ω -Scan aufgenommenen Kurve des Einkristallreflexes ist und α_0 der Kippwinkel, unter dem der (hkl)-Pol in der Polfigur auftritt. Die beiden theoretischen Zusammenhänge sollten durch das Ermitteln der Transparenzfunktion und die Bestimmung der Breiten des Polfigurfensters experimentell bestätigt werden. Für alle Messungen wurde primärseitig der für ortsaufgelöste Polfigurmessungen routinemäßig verwendete Lochblendenkollimator mit 0.5 mm Durchmesser eingesetzt. Der Radius des Meßkreises beträgt $R=234$ mm. Um die Abhängigkeit von der axialen Detektorfensterhöhe zu bestimmen, konnten durch verschiedene Spaltblenden axiale Höhen von 8, 12, 16 und 19 mm eingestellt werden. Die äquatoriale Breite des Detektors von etwa 3 mm entspricht der vollen Breite des Eintrittsfensters am Zählrohr und bleibt bei den Messungen unverändert. Sie wird bei den Polfigurmessungen genutzt, damit die Beugungspeaks nicht beschnitten werden, welche wegen der Defokussierung bei großen Kippwinkeln in 2ϑ -Richtung zunehmend verbreitern.

Zur Bestimmung von $\Delta\omega$ wird der Detektor auf den Braggwinkel $2\vartheta_{(hkl)}$ des jeweiligen (hkl)-Reflexes eingestellt und der Intensitätsverlauf in einem ω -Scan um den Wert $\vartheta_{(hkl)}$ aufgenommen.

Es ergeben sich für $\Delta\omega$ nahezu konstante Werte von 0.31 bis 0.32° (Tab. 5.3). Danach wurde die Transparenzfunktion jedes Reflexes ausgemessen. Ein exemplarischer Verlauf ist in Abb. 5.11 für den (111)-Reflex bei 8 mm Fensterhöhe dargestellt. Die Größen $\Delta\alpha$ bzw. $\Delta\beta$ wurden aus den Halbwertsbreiten der Kurven bestimmt, die sich beim Schnitt der Transparenzfunktion für $\beta_0 = \text{const.}$ bzw. $\alpha_0 = \text{const.}$ ergeben (Abb. 5.12 und 5.13). In Abhängigkeit von β zeigt sich für die Transparenzfunktion eine meist gaußähnliche Verteilung und in Abhängigkeit von α ein „kastenförmiger“ Verlauf. Die Größen der Polfigurfenster wurden auf diese Weise für alle (hkl) bestimmt und in den Tabellen 5.3 und 5.4 zusammengefaßt.

Für den (111)-Pol ergibt sich eine lineare Abhängigkeit zwischen $\Delta\alpha$ und der axialen Fensterhöhe (Abb. 5.14). Der ermittelte Anstieg von $0.51^\circ/\text{mm}$ stimmt gut mit dem theoretischen Wert von $0.52^\circ/\text{mm}$ überein, der sich aus (51) mit $R = 234 \text{ mm}$ und $2\vartheta_{(111)} = 27.24^\circ$ ergibt. Im Vergleich dazu bleiben die Werte für $\Delta\beta$ nahezu konstant (Abb. 5.14), da es nach (54) keinen expliziten Zusammenhang mit H_D gibt.

Die Abhängigkeiten für $\Delta\alpha$ vom Bragg-Winkel $\vartheta_{(hkl)}$ sind für zwei unterschiedliche Fensterhöhen in Abb. 5.15 dargestellt. Trägt man $\Delta\alpha$ der verschiedenen (hkl)-Pole gegen $1/\sin\vartheta_{(hkl)}$ auf, so ergeben sich lineare Verläufe. Die Anstiege von 2.30° bzw. 1.03° stimmen gut mit den theoretischen Werten nach (51) überein, die sich mit $R = 234 \text{ mm}$ und $H_D = 19 \text{ mm}$ bzw. $H_D = 8 \text{ mm}$ zu 2.33° bzw. 0.98° ergeben. Ein guter linearer Zusammenhang zeigt sich auch für $\sin(\Delta\beta/2)$ in Abhängigkeit von $1/\sin\alpha_0$ (Abb. 5.15). Der Anstieg hat für beide Detektorhöhen fast denselben Wert. Er ist identisch mit dem theoretischen Anstieg $\sin(\Delta\omega/2) = 0.0027$, der sich nach (54) aus dem gemessenen Wert für $\Delta\omega = 0.31^\circ$ ergibt.

Anhand dieser Messungen konnte die Gültigkeit der Beziehungen (51) und (54) bestätigt werden. Insbesondere ändert sich der Wert von $\Delta\beta$ innerhalb einer Polfigur erheblich. Im Polfigurzentrum ist er praktisch 360° , da die Drehung der Netzebennormale um den Beugungsvektor keine Auswirkung auf die Reflexion hat. Bei Kippwinkeln von 60° hat $\Delta\beta$ nur noch die Größe von einigen Zehntel Grad.

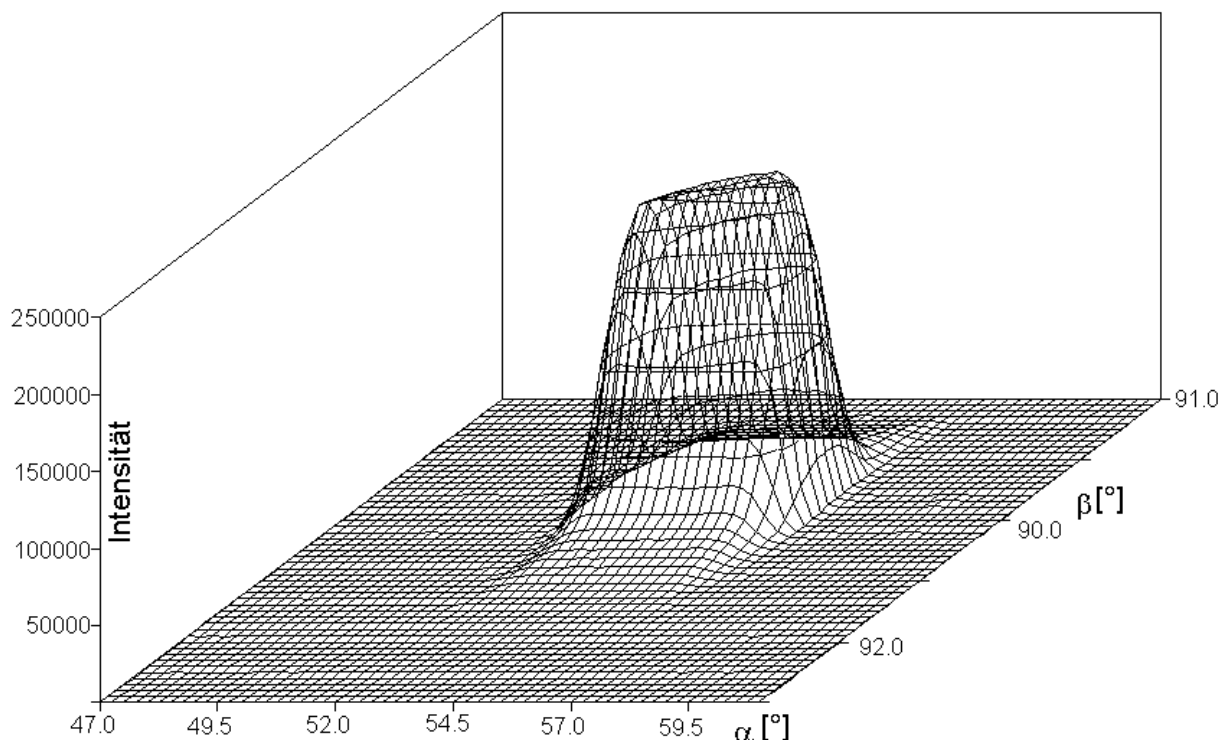


Abbildung 5.11

Mit dem Proportionalzählrohr am Si(111)-Reflex gemessene Transparenzfunktion; $\alpha_0 = 54.7^\circ$, $\beta_0 = 90.0^\circ$, $H_D = 8 \text{ mm}$, $2\vartheta_{(111)} = 27.2^\circ$.

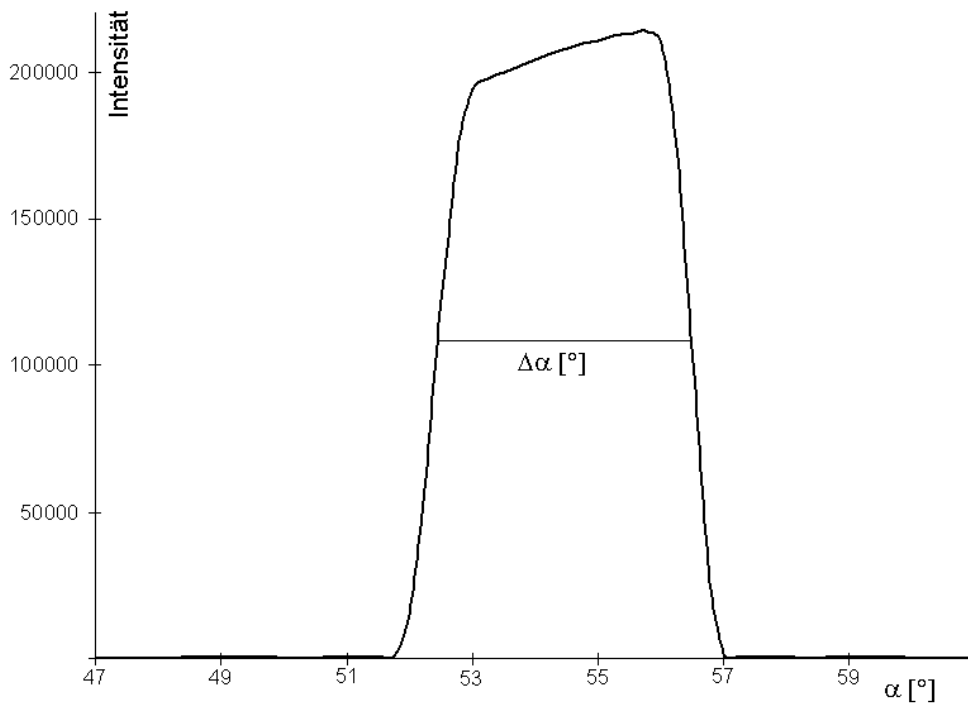


Abbildung 5.12

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.11 für $\beta = 90.0^\circ = \text{const.}$ zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters $\Delta\alpha$.

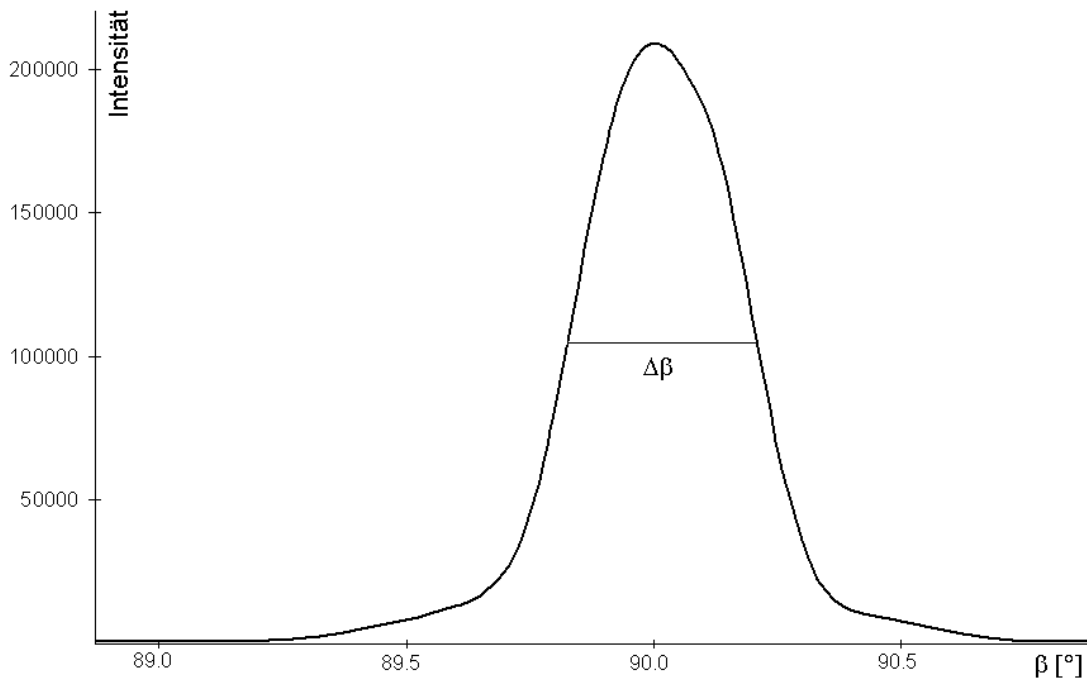


Abbildung 5.13

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.11 für $\alpha = 54.7^\circ = \text{const.}$ zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters $\Delta\beta$.

(hkl)	2ϑ [°]	$\Delta\omega$ [°]	α_0 [°]	$H_D = 19$ mm		$H_D = 8$ mm	
				$\Delta\alpha$	$\Delta\beta$	$\Delta\alpha$	$\Delta\beta$
(111)	27.24	0.309	54.7	9.75	0.390	4.09	0.374
(220)	45.23	0.311	45.0	6.01	0.460	2.49	0.460
(311)	53.60	0.320	25.2	5.11	0.760	2.14	0.760
(400)	65.89	0.320	0.0	4.24	-	1.74	-
(331)	72.69	0.313	76.74	3.91	0.330	1.65	0.333
(422)							
a	83.53	0.320	35.3	3.49	0.560	1.44	0.556
b	83.53	0.314	65.9	3.48	0.355	1.47	0.330
(511)	89.90	0.311	15.8	3.29	1.180	1.34	1.103

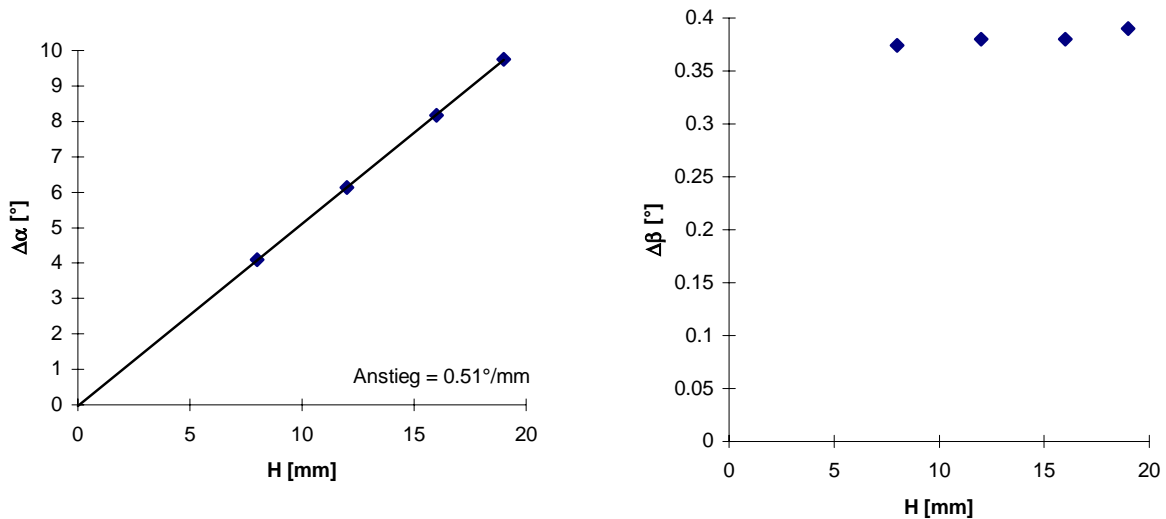
Tabelle 5.3

Am Proportionalzählrohr gemessene Größen des Polfigurfensters $\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}$ für verschiedene (hkl)-Reflexe des (100)Si Einkristalls und axiale Fensterhöhen H_D .

H_D [mm]	$\Delta\alpha$	$\Delta\beta$
19	9.75	0.390
16	8.18	0.380
12	6.13	0.380
8	4.09	0.374

Tabelle 5.4

Am (111)-Reflex gemessene Größe des Polfigurfensters $\{\Delta\alpha, \Delta\beta\}$ in Abhängigkeit von der axialen Fensterhöhe H_D des Zählrohres; $\alpha_0 = 54.7^\circ$, $\beta_0 = 90.0^\circ$, $2\vartheta_{(111)} = 27.2^\circ$

**Abbildung 5.14**

Polfigurfenstergrößen $\Delta\alpha$ bzw. $\Delta\beta$ in Abhängigkeit von der axialen Fensterhöhe H_D des Proportionalzählrohres, gemessen am (111)-Reflex; $\alpha_0 = 54.7^\circ$, $\beta_0 = 90.0^\circ$, $2\vartheta_{(111)} = 27.2^\circ$

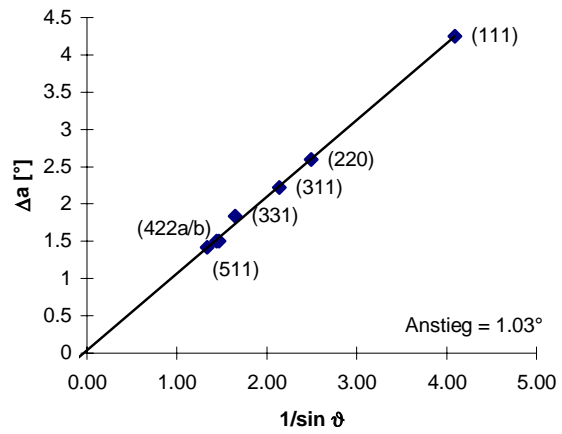
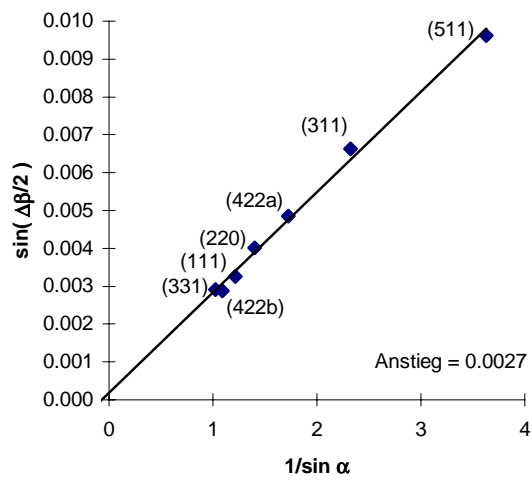
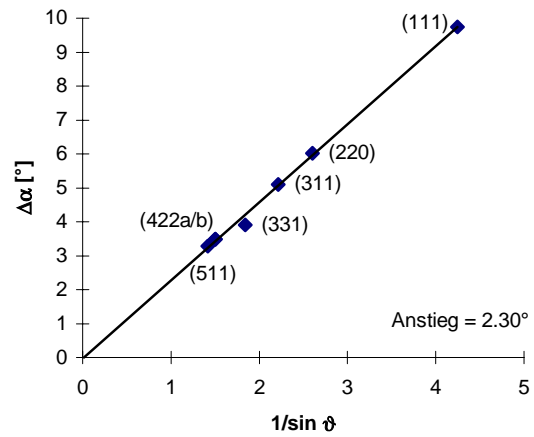
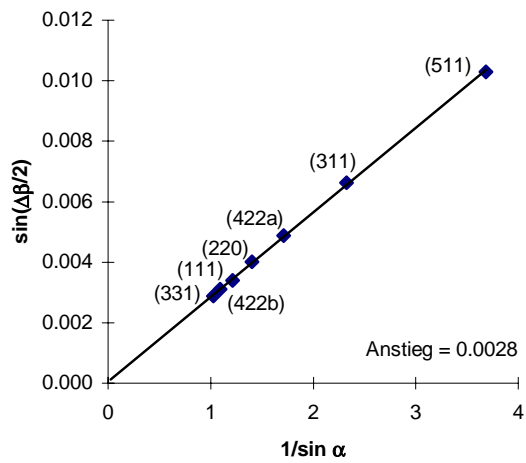


Abbildung 5.15

Polfigurfenstergrößen $\Delta\alpha$ bzw. $\Delta\beta$ gemessen an verschiedenen (hkl)-Reflexen in Abhängigkeit vom jeweiligen Kippwinkel α_0 bzw. Bragg-Winkel $\vartheta_{(hkl)}$. Oben: für axiale Detektorfensterhöhe von $H_D = 19\text{ mm}$; Unten: $H_D = 8\text{ mm}$.

5.6.2 Das Polfigurfenster bei Messungen mit energiedispersivem Detektor

Der ED-Detektor kommt zur Aufnahme von Texturverteilungen zum Einsatz. Primärseitig wird mit ungefilterter Strahlung gearbeitet. Im Gegensatz zu den Zählrohrmessungen können die Beugungsreflexe nun unter einer beliebigen 2ϑ -Position des Detektors abgenommen werden. Bei der Beugung mit Wellenlängen aus dem Bremsspektrum bestimmt sich $(\Delta\alpha)_{BS}$ gemäß (71):

$$(\Delta\alpha)_{BS} = \left(\frac{H_D}{2D}\right) \frac{1}{\sin \vartheta_0},$$

wobei H_D die axiale Höhe, $2\vartheta_0$ die Position des Detektors und D der Abstand zur Probenoberfläche ist. Die Breite des Polfigurfensters in β -Richtung ergibt sich mit (75) zu:

$$\sin \frac{(\Delta\beta)_{BS}}{2} = \frac{\sin \frac{A_D}{4}}{\sin \alpha_0},$$

dabei ist α_0 der Kippwinkel der Probe, unter dem der Pol aufgenommen wird. Die äquatoriale Detektorapertur A_D gibt den Winkelbereich auf dem 2ϑ -Kreis an, der durch die Fensterbreite B_D abgedeckt wird. Nach (73b) berechnet sich A_D aus:

$$\tan \frac{A_D}{2} = \frac{B_D}{2D}.$$

Das Polfigurfenster besitzt bei Beugung von Wellenlängen aus dem Bremsspektrum auch spektroskopische Eigenschaften. Der durch die Detektorapertur erfaßte Energiebereich bestimmt sich nach (77) aus:

$$\frac{\Delta E_0^{BS}}{E_0} = E_{\max}^{BS} - E_{\min}^{BS} = 2 \frac{\sin \vartheta_0 \cos \vartheta_0 \sin \frac{A_D}{4}}{\sin(\vartheta_0 - A_D/4) \cdot \sin(\vartheta_0 + A_D/4)}.$$

Ein besonderer Fall liegt vor, wenn innerhalb dieses Intervalls eine charakteristische Linie des Anodenmaterials liegt. Dann setzt sich die Transparenzfunktion aus einem Anteil der charakteristischen Strahlung und einem Anteil der Bremsstrahlung zusammen, wobei der Hauptteil der reflektierten Intensität auf den ersten Anteil entfällt. Innerhalb des Polfigurfensters der Bremsstrahlung liegt dann das Polfigurfenster der charakteristischen Strahlung. Die Größen in α -Richtung unterscheiden sich nach (71) in beiden Fällen nicht:

$$(\Delta\alpha)_{CH} = (\Delta\alpha)_{BS}.$$

In β -Richtung wird die Größe gemäß (81) durch die Primärdivergenz A_{PD} bestimmt:

$$\sin \frac{(\Delta\beta)_{BS}}{2} = \frac{\sin \frac{A_{PD}}{2}}{\sin \alpha_0}.$$

Die Abschätzung dieser theoretischen Zusammenhänge erfolgte unter der Annahme, daß die Primärdivergenz erheblich kleiner als die Detektorapertur ist und die Strahlbreite klein gegenüber der Detektorfensterbreite. Diese Bedingungen werden bei der Aufnahme der Texturverteilungen im allgemeinen hinreichend gut erfüllt. Oft verwendete Parameter bei diesen Messungen sind Detektorabstände von $D = 35\text{mm}$ und Durchmesser der Mono-Lochblendenkollimatoren von $\varnothing 100\ \mu\text{m}$. Durch das Beryllium-Eintrittsfenster am ED-Detektor ist die axiale Detektorfensterhöhe H_D und die äquatoriale Detektorfensterbreite B_D auf 3 mm festgelegt. Dies entspricht nach (52) bzw. (73b) einer Detektorapertur von etwa 5° . Die Primärdivergenz des Lochblendenkollimators beträgt rund 0.23° . Sie kann experimentell in einem 2ϑ -Scan bei durchgehendem Strahl ausgemessen oder über die Beziehungen des Strahlensatzes berechnet werden. Der Strahlengang ist je nach Blendentyp durch die Blendendurchmesser, Blendenabstände, Fokusgröße etc. festgelegt. Im Intensitätsverlauf müssen ggf. Kernbeleuchtungs- und Halbschattengebiet unterschieden werden.

Mit diesen Standardparametern wurden die Transparenzfunktionen verschiedener (hkl)-Pole des (100)Si-Einkristalls zu unterschiedlichen Kippwinkeln α_0 und Detektorstellungen $2\vartheta_0$ aufgenommen. Die Beugungspeaks lagen sowohl im Bremsspektrum als auch auf der charakteristischen Wolfram $L\alpha$ -Linie. Für jeden Punkt des Polfigurrasters wurde das Energiespektrum für 10 sec aufgenommen und ein hinreichend großes Teilspektrum um den Beugungspeak abgespeichert. Danach wurde für jede Meßposition eine Peakprofilanalyse (Gaußfit) durchgeführt, um die Peakintensität, Energielage, Peakbreite und den Untergrund zu bestimmen.

In Abb. 5.16 und Abb. 5.17 ist die Transparenzfunktion dargestellt, die am (220)-Reflex gemessen wurde. Bei einer Detektorposition von $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$ liegt (220) im Bremsspektrum. Zur Bestimmung der Polfigurfensterbreiten $(\Delta\alpha)_{BS}$ bzw. $(\Delta\beta)_{BS}$ betrachtet man Schnitte der Transparenzfunktion für $\beta_0 = \text{const.}$ bzw. $\alpha_0 = \text{const.}$. Wie die Erfahrung zeigt, treten im Bremsspektrum oft flach verlaufende Flanken auf. Für die Festlegung von $(\Delta\alpha)_{BS}$ und $(\Delta\beta)_{BS}$ werden daher die Basisbreiten und nicht die Halbwertsbreiten verwendet (Abb. 5.18, Abb. 5.19). Dabei wird die Basisbreite bestimmt, wenn sich die Intensität deutlich vom Untergrund abhebt. Die Energie des (220) Beugungspeaks ist in Abb. 5.20 dargestellt. Während sie in α -Richtung nahezu konstant bleibt, ist eine Energieverschiebung in β -Richtung festzustellen. Sie verläuft im betrachteten β -Intervall annähernd linear. Die innerhalb des Polfigurfensters gemessene Differenz des maximalen und minimalen Energiewertes von $\Delta E_0^{BS} = 2500\text{eV}$ entspricht fast exakt dem theoretischen Wert von 2495eV , der sich mit $A_D = 5^\circ$, $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$ und $E_0 = 13710\text{eV}$ aus (77) ergibt.

Am Beispiel des (111)-Reflexes soll der Fall charakteristischer Strahlung innerhalb des Polfigurfensters veranschaulicht werden. Bei einer Detektorstellung von $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$ ist die Mitte des Detektorfensters genau auf den Braggwinkel des (111)-Reflexes zur Wolfram $L\alpha$ -Linie eingestellt. Entsprechend ergibt sich in der Transparenzfunktion (Abb. 5.21) ein starker Intensitätsanstieg, wenn die Energie des Beugungspeaks mit der Energie der Wolfram $L\alpha$ -Linie übereinstimmt (Abb. 5.22). Der flache Untergrund der Transparenzfunktion resultiert aus der Bremsstrahlung. Die Unterschiede in der Größe des Polfigurfensters kann man anschaulich den Konturdarstellungen in Abb. 5.22 entnehmen. Bei großer Skalierung erscheint nur der intensitätsstarke Anteil der charakteristischen Strahlung. Bei kleiner Skalierung kommt das Polfigurfenster der Bremsstrahlung zum Vorschein. Man erkennt in den Abbildungen auch, daß

sich die Größen $(\Delta\alpha)_{CH}$ und $(\Delta\alpha)_{BS}$ nicht unterscheiden. Die Größe des Polfigurfensters in β -Richtung nimmt jedoch für den Fall der Bremsstrahlung erheblich zu. In den Schnitten der Transparenzfunktion werden $\Delta\alpha$ und $\Delta\beta$ bestimmt (Abb. 5.23, 5.24). Für $(\Delta\beta)_{CH}$ wurde wieder die Halbwertsbreite zugrunde gelegt, was aber nicht zwingend ist. Die Energieverschiebung des (111)-Reflexes ist als Konturplot in Abb. 5.22 dargestellt. Außerhalb des Polfigurfensters tritt eine Strahlung mit konstanter Energie von 8400eV auf. Dabei handelt es sich um die gestreute Wolfram $L\alpha$ -Linie. Innerhalb des Polfigurfensters erkennt man wieder die annähernde Konstanz in α - und die lineare Abhängigkeit in β -Richtung (Abb. 5.25). Die gemessene Energiedifferenz beträgt $\Delta E_0^{BS} = 1500\text{eV}$. Sie stimmt gut mit dem theoretischen Wert von 1530eV überein, der sich mit $A_D = 5^\circ$, $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$ und $E_0 = 8400\text{eV}$ aus (77) ergibt.

Die Polfigurfenstergrößen, die an den anderen (hkl)-Reflexen bestimmt wurden, sind in Tabelle 5.5 zusammengefaßt. Gemäß der erwarteten theoretischen Zusammenhänge wurde $\sin(\Delta\beta_{BS} / 2)$ gegen $1 / \sin\alpha_0$ und $\Delta\alpha_{BS}$ gegen $1 / \sin\vartheta_0$ aufgetragen (Abb. 5.26). Im ersten Fall ergibt sich ein linearer Zusammenhang mit einem Anstieg von 0.025. Dies entspricht nach (75) einer äquatorialen Detektorapertur von 5.7° , die etwas über dem eigentlichen Wert von 5° liegt. Im zweiten Fall besteht ebenfalls ein linearer Zusammenhang. Der Anstieg von 2.4° entspricht mit $D = 35\text{mm}$ nach (71) einer axialen Fensterhöhe von 2.9 mm. Diese stimmt etwa mit der Größe des Eintrittsfensters von 3 mm überein. Für die Fälle, daß die charakteristische Strahlung innerhalb des Polfigurfensters auftritt, ist außerdem die Abhängigkeit für $\Delta\beta_{CH}$ vom Kippwinkel α_0 dargestellt (Abb. 5.27). Der Anstieg von 0.0018 entspricht nach (81) einer Primärdivergenz von 0.21° , die mit dem direkt ausgemessenen Wert von 0.23° gut übereinstimmt. Diese Ergebnisse aus den experimentellen Messungen bestätigen die theoretischen Zusammenhänge in befriedigender Weise.

In einer Gegenüberstellung sind in Abbildung 5.28 die Einflüsse der einzelnen Parameter auf die Größe des Polfigurfensters und die Energiebreite graphisch dargestellt. Die Größe des Polfigurfensters und die Energiebreite nehmen ab mit zunehmendem Abstand des Detektors (abnehmender Detektorapertur). Die Breite des Polfigurfensters in α -Richtung bei charakteristischer Strahlung wird größer mit zunehmender Primärdivergenz. Bei der Blende mit 0.5 mm Durchmesser ist allerdings zu bemerken, daß hier die bei den theoretischen Abschätzungen gemachten Annahmen nicht mehr erfüllt werden und es so zu Abweichungen in den quantitativen Werten kommen kann.

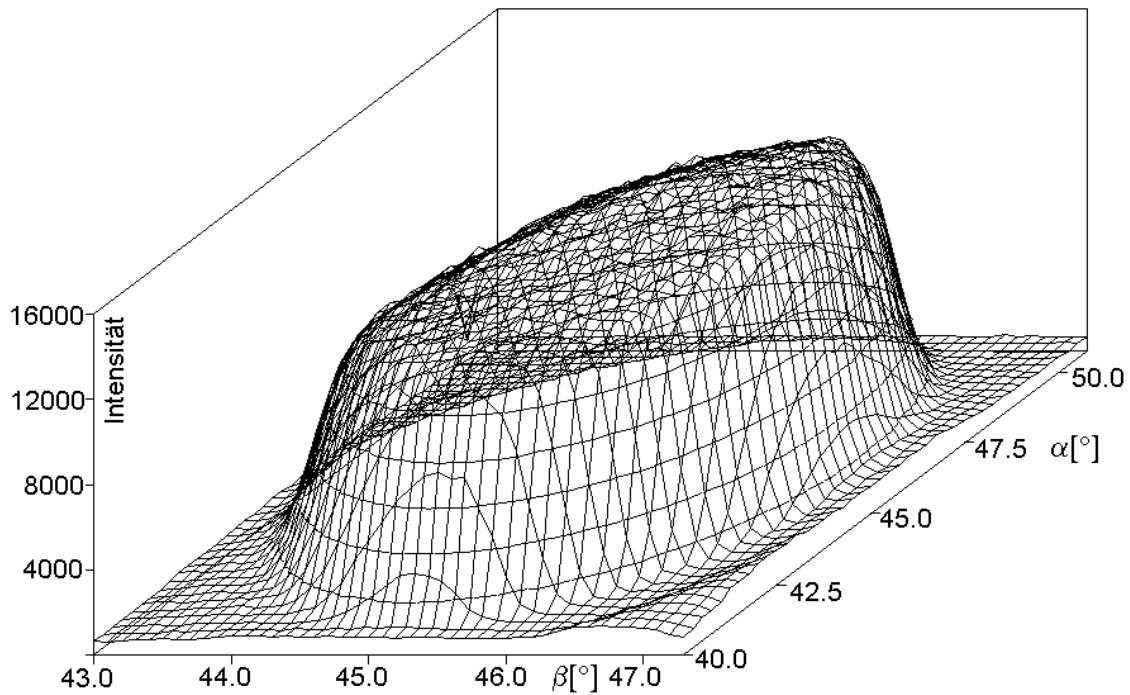


Abbildung 5.16

Mit dem ED-Detektor am Si(220)-Reflex im Bremspektrum gemessene Transparenzfunktion; $\alpha_0 = 45.0^\circ$, $\beta_0 = 45.0^\circ$, $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$, $D = 35\text{mm}$.

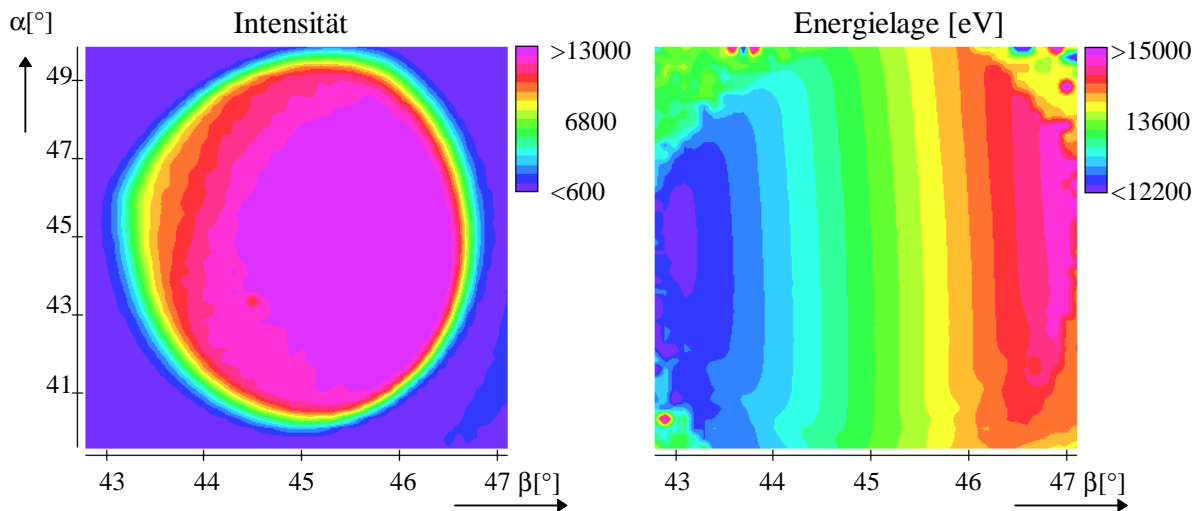


Abbildung 5.17

Konturdarstellungen der Transparenzfunktion mit den Polfigurfenster bei Bremsstrahlung (links) und der Energielage des (220)-Reflexes im gemessenen Polfigurausschnitt (rechts). Innerhalb des Polfigurfensters tritt eine Energieverschiebung in β -Richtung auf.

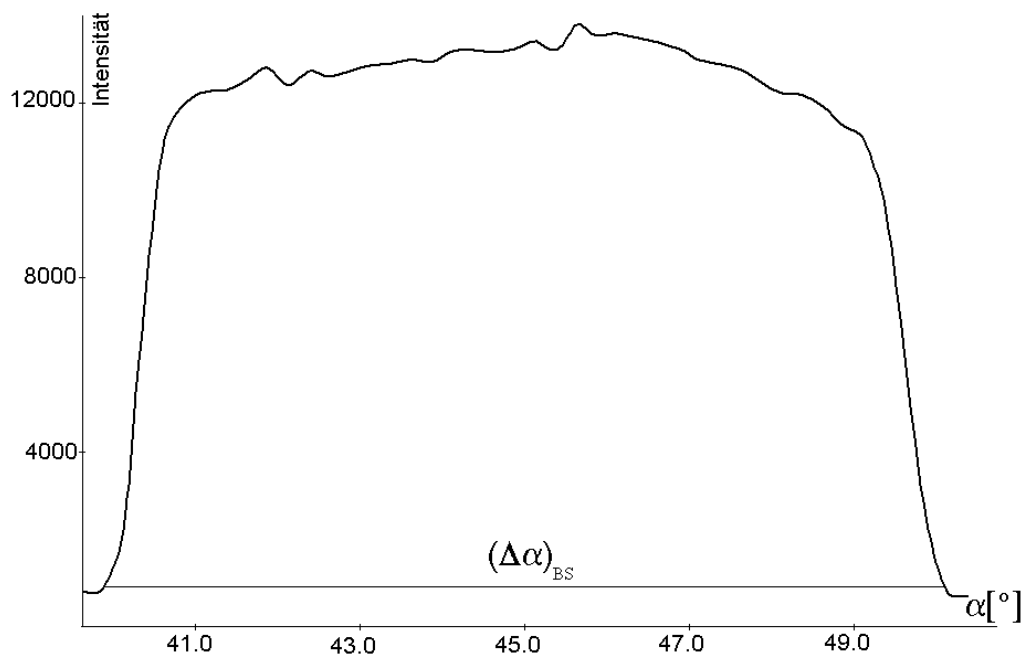


Abbildung 5.18

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.16 für $\beta = 45^\circ = \text{const.}$ zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters $(\Delta\alpha)_{BS}$ bei Bremsstrahlung.

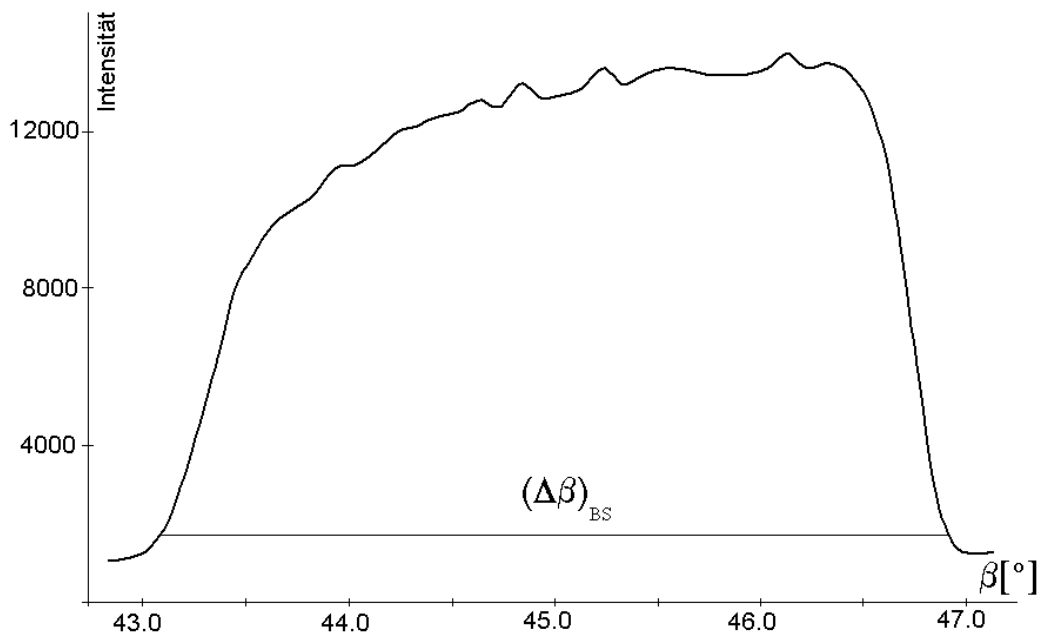


Abbildung 5.19

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.16 für $\alpha = 45^\circ = \text{const.}$ zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters $(\Delta\beta)_{BS}$ bei Bremsstrahlung.

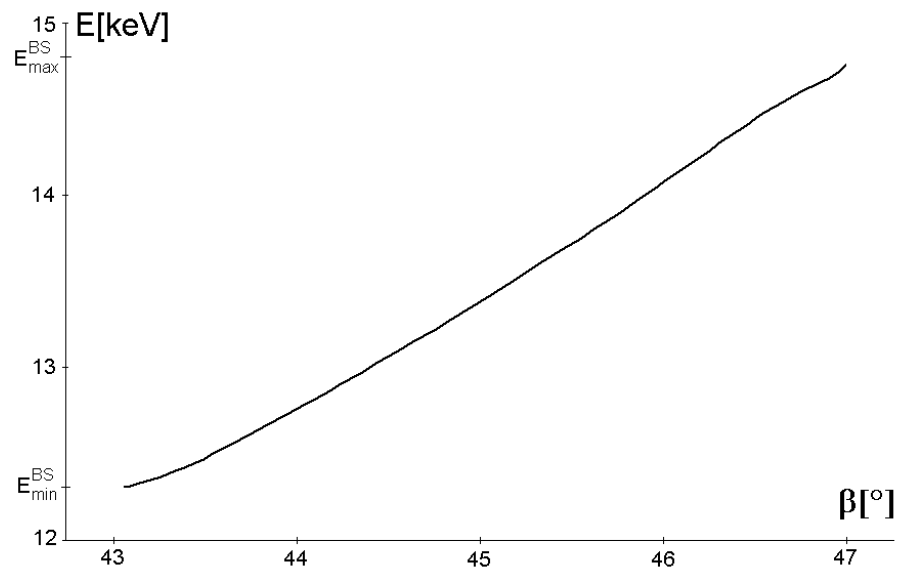


Abbildung 5.20

Energielage des (220)-Beugungspeaks innerhalb des Polfigurfensters in Abhängigkeit von β bei Bremsstrahlung; $\alpha = 45^\circ = \text{const.}$, $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$, $E_0 = 13710\text{eV}$, $D = 35\text{mm}$ und $A_D = 5^\circ$.

Gemessene Energiedifferenz: $\Delta E_0^{BS} = E_{\max}^{BS} - E_{\min}^{BS} = 2500\text{eV}$.

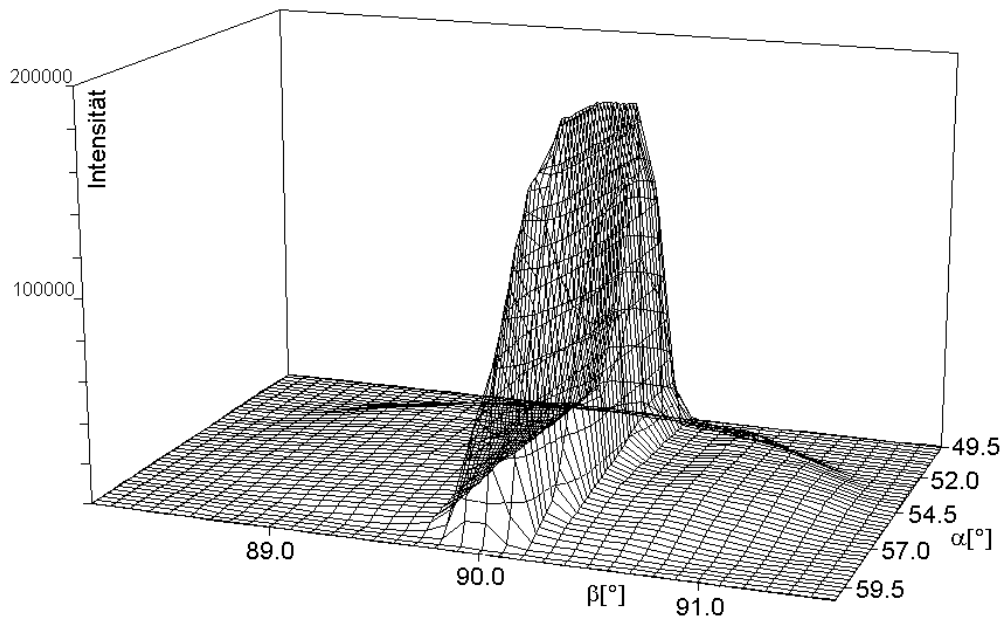


Abbildung 5.21

Mit dem ED-Detektor am Si(111)-Reflex gemessene Transparenzfunktion. Der (111) Reflex liegt bei $2\vartheta_0 = 2\vartheta_{(111)} = 27.2^\circ$ auf Wolfram $L\alpha$. Der scharfe Peak resultiert aus der charakteristischen Strahlung und der flache Untergrund aus der Bremsstrahlung; $\alpha_0 = 54.7^\circ$, $\beta_0 = 90^\circ$, $D = 35\text{mm}$.

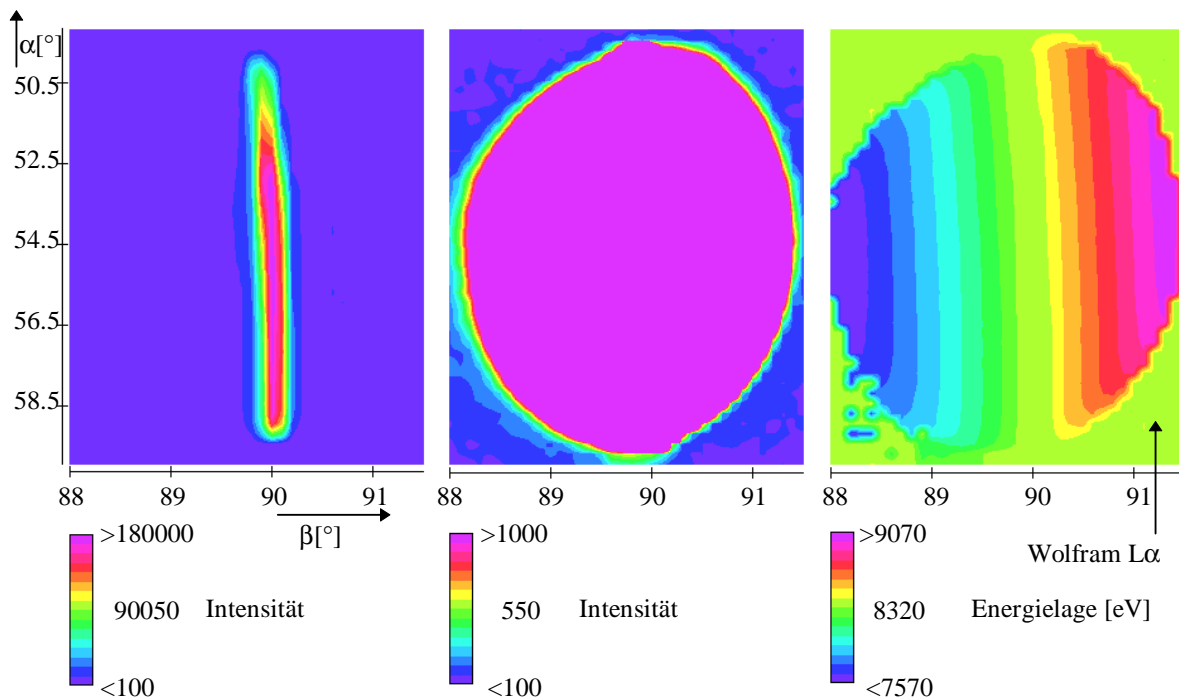
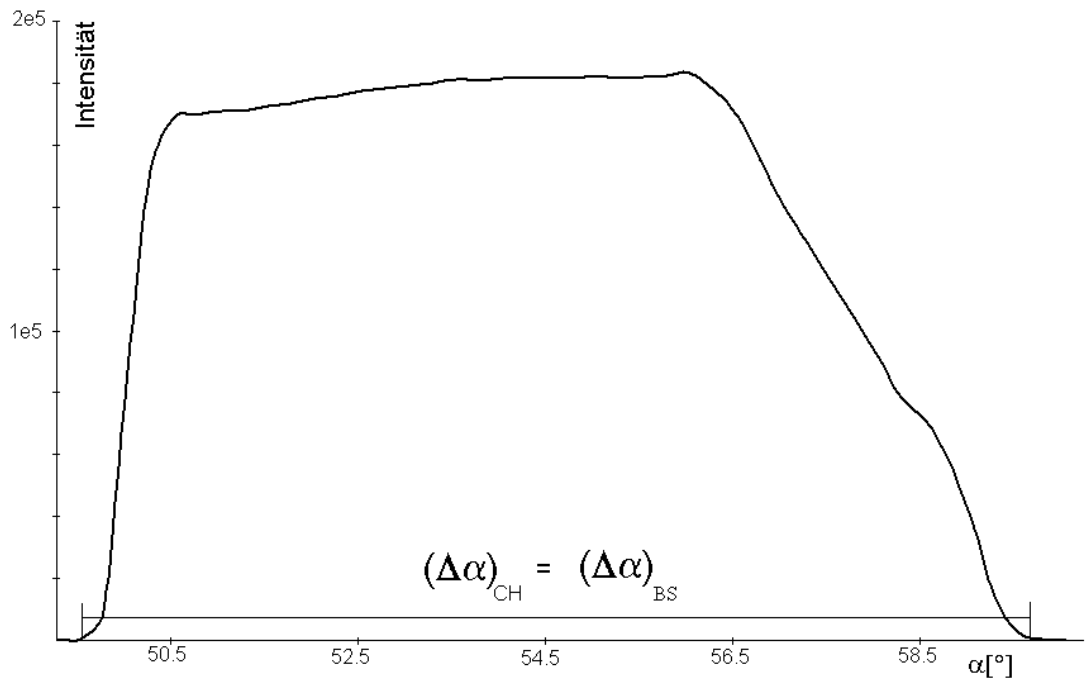
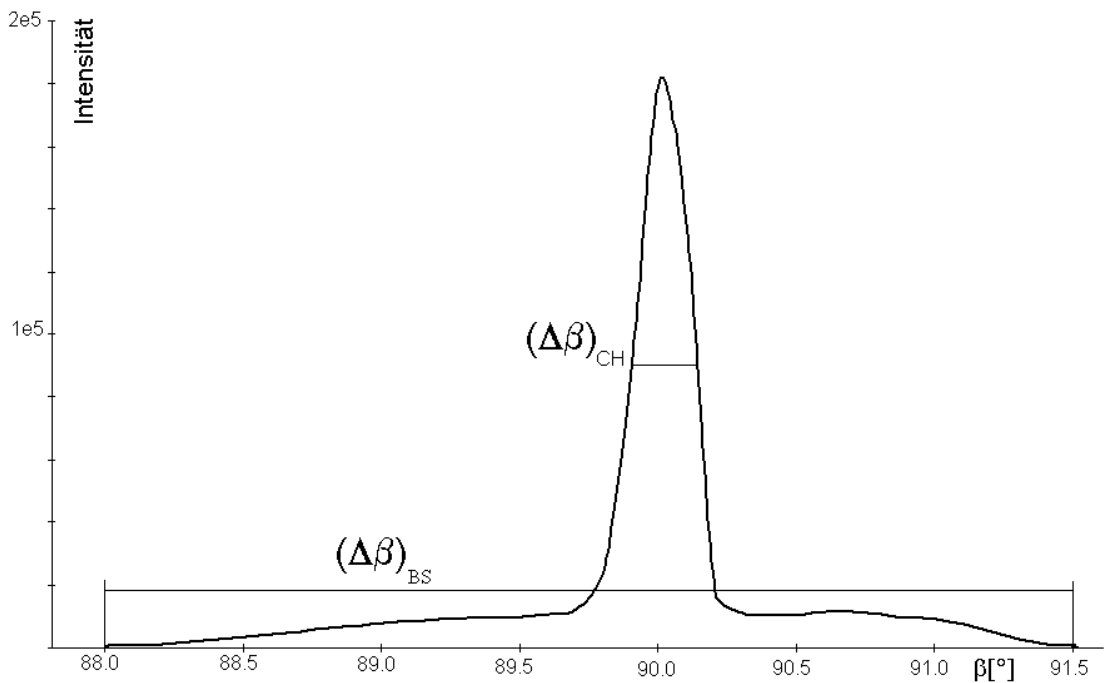


Abbildung 5.22

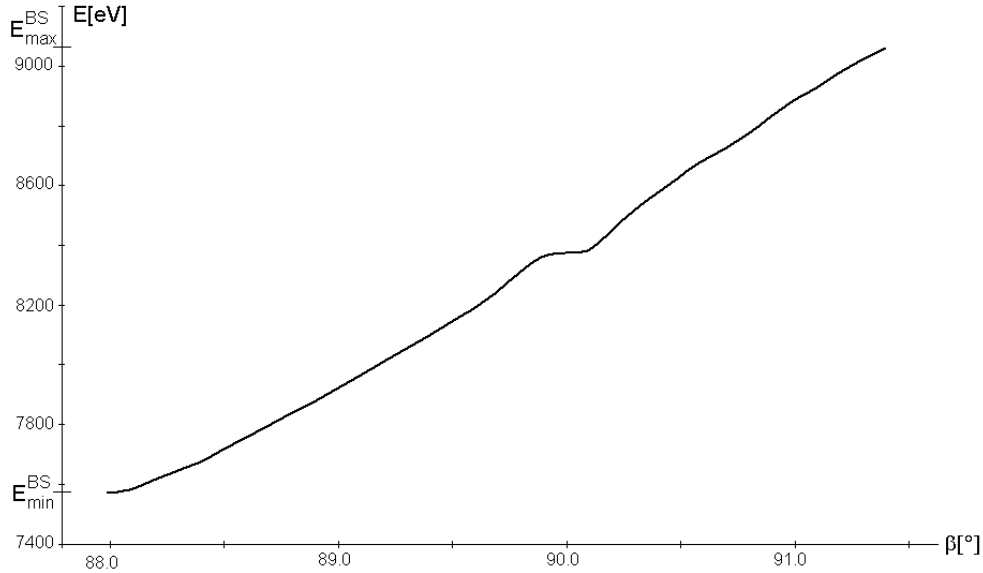
Transparenzfunktion mit unterschiedlicher Skalierung. Links: Polfigurfenster bei charakteristischer Strahlung. Mitte: Polfigurfenster bei Bremsstrahlung. Rechts: Energielage des (111)-Peaks im gemessenen Polfigurausschnitt. Energieverschiebung mit β innerhalb des Polfigurfensters und Wolfram $L\alpha$ Streustrahlung außerhalb.

**Abbildung 5.23**

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.21 für $\beta = 90^\circ = const.$ zur Bestimmung der Größe des Polfigurfensters $\Delta\alpha$.

**Abbildung 5.24**

Schnitt durch die Transparenzfunktion in Abb. 5.21 für $\alpha = 54.7^\circ = const.$ zur Bestimmung der Größen der Polfigurfenster $(\Delta\beta)_{BS}$ bei Bremsstrahlung und $(\Delta\beta)_{CH}$ bei charakteristischer Strahlung.

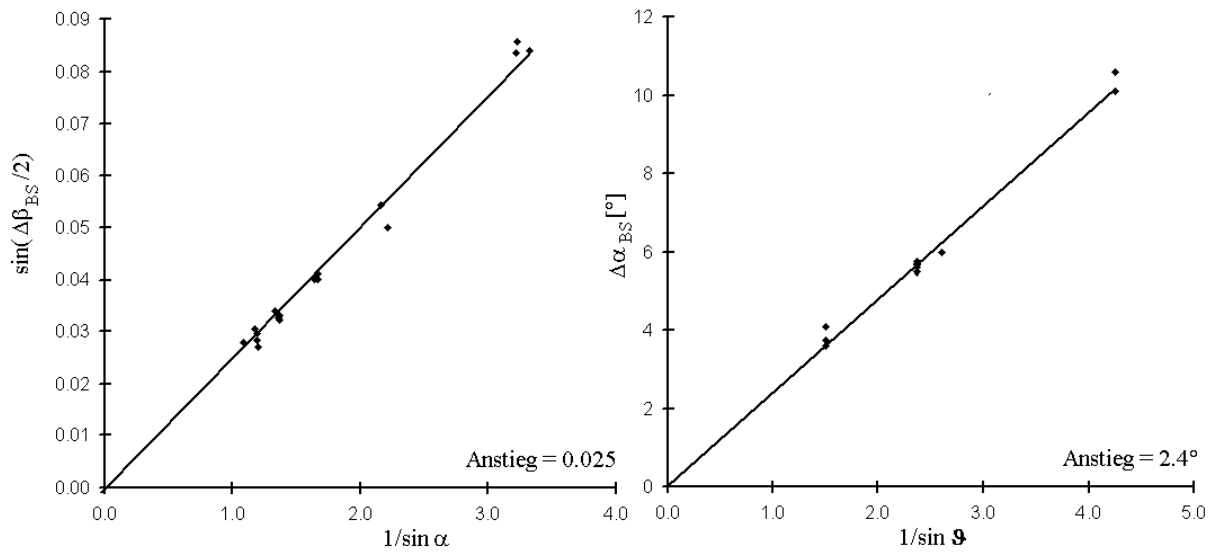
**Abbildung 5.25**

Energielage des (111)-Beugungspeaks innerhalb des Polfigurfensters in Abhängigkeit von β , $\alpha = 54.7^\circ = \text{const.}$, $2\vartheta_0 = 27.2^\circ$, $E_0 = 8400\text{eV} = E_{WL\alpha}$, $D = 35\text{mm}$ und $A_D = 5^\circ$. Gemessene Energiedifferenz: $\Delta E_0^{BS} = E_{\text{max}}^{BS} - E_{\text{min}}^{BS} = 1500\text{eV}$.

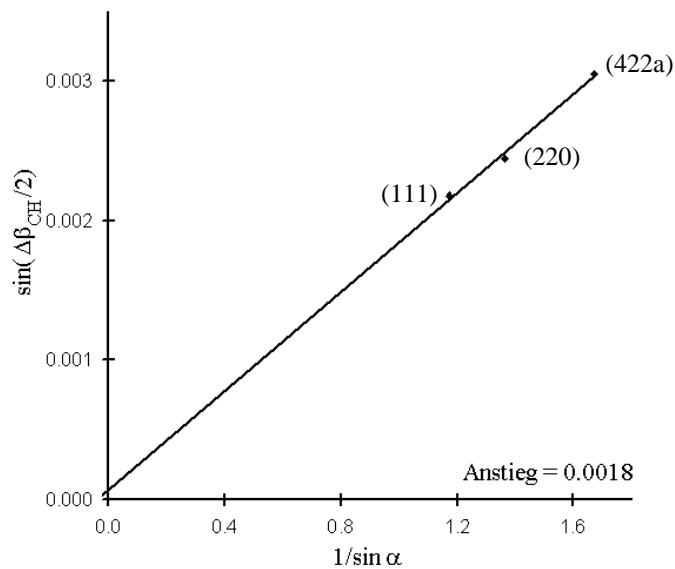
(hkl)	2ϑ	α_0	$(\Delta\alpha)_{BS}$	$(\Delta\beta)_{BS}$	$(\Delta\beta)_{CH}$
(111)	27.24	54.7	10.20	3.50	0.25
(220)	27.24	45.0	10.10	3.90	-
(220)	45.23	45.0	6.00	3.80	0.28
(511)	45.23	15.8	6.00	9.85	-
(111)	50.00	54.7	5.60	3.10	-
(220)	50.00	45.0	5.60	3.75	-
(311)	50.00	25.2	5.75	6.25	-
(422)					
a	50.00	35.3	5.65	4.60	-
b	50.00	65.9	5.70	3.20	-
(511)	50.00	15.8	5.70	9.60	-
(422)					
a	83.53	35.3	4.10	4.70	0.35
(511)	83.53	15.8	3.75	9.65	-
(311)	83.53	25.2	3.60	5.75	-

Tabelle 5.5

Am ED-Detektor gemessene Größen des Polfigurfensters $\{\Delta\alpha_{BS}, \Delta\beta_{BS}\}$ im Bremsspektrum, bzw. bei charakteristischer Strahlung $\Delta\beta_{CH}$; Primärblende $\varnothing 100\ \mu\text{m}$, Primärdivergenz 0.23° , $D = 35\text{mm}$.

**Abbildung 5.26**

Am ED-Detektor bei Bremsstrahlung für verschiedene (hkl) gemessene Polfigurfenstergrößen $\Delta\alpha_{BS}$ bzw. $\Delta\beta_{BS}$ in Abhängigkeit vom jeweiligen Kippwinkel α_0 bzw. Detektorstellung $2\vartheta_0$; Primärblende $\varnothing 100 \mu\text{m}$, Primärdivergenz 0.23° , $D = 35\text{mm}$.

**Abbildung 5.27**

Am ED-Detektor gemessene Größen des Polfigurfensters $\Delta\beta_{CH}$ der charakteristischen Strahlung für verschiedene (hkl) in Abhängigkeit vom jeweiligen Kippwinkel α_0 . Primärblende $\varnothing 100 \mu\text{m}$, Primärdivergenz 0.23° , $D = 35\text{mm}$.

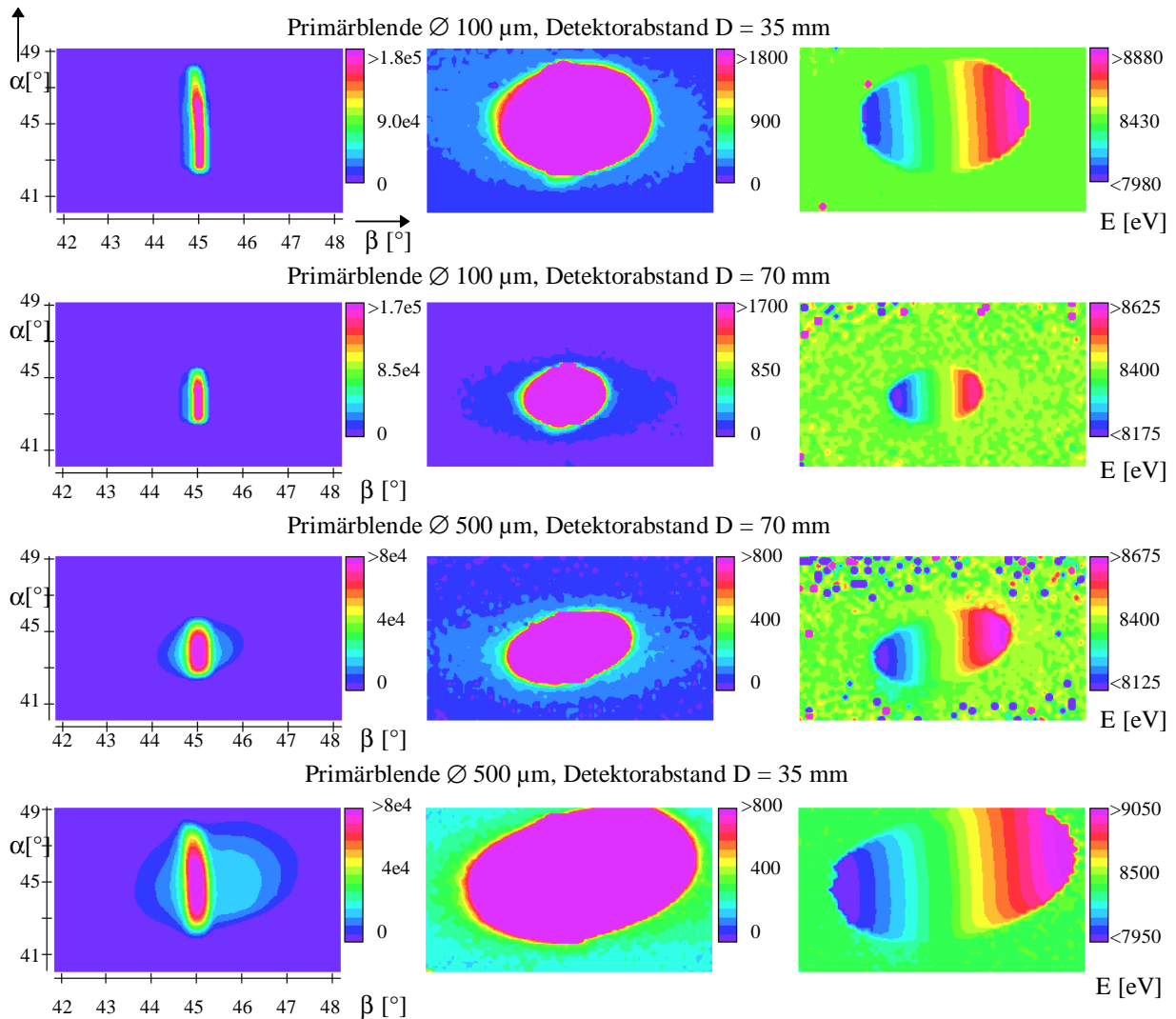


Abbildung 5.28

Änderung des Polfigurfensters am (220)-Reflex in Abhängigkeit von der Primärdivergenz und der Detektorapertur. Links bzw. Mitte: Konturdarstellungen der Transparenzfunktion mit unterschiedlicher Skalierung zeigen das Polfigurfenster der charakteristischen Strahlung bzw. der Bremsstrahlung. Rechts: Konturdarstellungen der Energielage des (220)-Peaks im gemessenen Polfigurausschnitt. Innerhalb des Polfigurfensters: Energieverschiebung mit β , außerhalb: Wolfram $L\alpha$ Streustrahlung; $2\vartheta_0 = 45.2^\circ$.

5.7 Zusammenfassung: Leistungsmerkmale der Röntgen-Rasterapparatur

Für die Untersuchung der lokalen Mikrotextur wurde die Röntgen-Raster-Apparatur zu einem automatischen Meßsystem für kleine, frei definierbare Probenbereiche ausgebaut. Alle Systemkomponenten werden über einen Personalcomputer gesteuert und eine benutzerfreundliche Windows Software erlaubt die einfache Bedienung der Apparatur.

Das Röntgen-Rasterverfahren, welches auf der Kombination von Proportionalzählrohrmessungen und energiedispersiver Spektroskopie basiert, ist eine äußerst vielseitige Methode und ermöglicht die ortsaufgelöste Polfigurmessung, die simultane Abbildung der räumlichen Verteilung von kristallographischen Vorzugsrichtungen und Elementkonzentrationen in einer Anlage ohne Umsetzen der Probe. Des weiteren ist es mit der Methode der energiedispersiven Beugung prinzipiell möglich, aus der Verschiebung und Verbreiterung der Beugungspeaks lokale Gitterdehnungen (als Hinweis auf lokale Eigenspannungen) mit guter Ortsauflösung zu kartieren. Je nach Anwendung variiert die Ortsauflösung zwischen etwa 0.2 bis 4.0 mm bei den Polfigurmessungen und 20 bis 200 μm bei den Verteilungsmessungen. Dabei können die Polfigurmehrastrer und Probenmehrastrer vom Anwender beliebig vorgegeben werden. Der große Translationsbereich des Probenstisches erlaubt dabei großflächige Scans bis zu $10 \times 10 \text{ cm}^2$.

Trotz der vielen Vorteile elektronenmikroskopischer Texturmeßverfahren können in einigen Anwendungen die Texturverteilungen nur mit einer Röntgenrasterapparatur untersucht werden. Beispiele sind hochverformte, sehr feinkörnige oder für die Elektronenmikroskopie ungeeignete, nicht vakuumtaugliche oder nichtleitende Materialien. Daneben erlaubt das probenschonende Meßverfahren wegen seiner großen Schärfentiefe auch die Analyse unebener Proben. Eine aufwendige Probenpräparation ist meist nicht erforderlich.

An einem breiten Spektrum von Beispielen sollen im nächsten Abschnitt die Anwendungen des Röntgen-Rasterverfahrens vorgestellt werden. Es wird gezeigt, dass Texturinhomogenitäten in praktisch allen Materialien auftreten, die einem Deformations- oder Wärmebehandlungsprozeß unterzogen wurden. Dies wird gezeigt am Beispiel einer Münzprägung, von Schlagbuchstaben in einem massiven Aluminiumblech, einer gratgewalzten Probe, eines gewalzten Titan-Nickel-Einkristalls, einer Elektronenstrahlschweißnaht, Reibschweißnaht, eines warmstranggepreßten und anschließend kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Verbundwerkstoffes sowie einer Gesteinsfaltung in einer geologischen Hämatit-Probe. Für einen Aluminiumniet wurde neben der Texturverteilung auch die Verteilung der lokalen Gitterdehnungen mit guter Ortsauflösung kartographiert. In Proben, die mehrere Elemente enthalten, kann parallel dazu die Elementverteilung bestimmt werden.

6. Anwendungsbeispiele zur ortsaufgelösten Polfigurmessung, Texturkartographie und Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse

6.1 Chinesische 1 Fen Aluminium-Münze

Am Beispiel einer geprägten Aluminium-Münze soll in anschaulicher Weise demonstriert werden, wie in massiven Proben die lokale Textur infolge des Prozesses der plastischen Verformung modifiziert wird. In Abb. 6.1.1 ist die Prägung der Originalmünze dargestellt. Vor der Texturanalyse wurde die Probe mechanisch poliert, so daß die Oberfläche plan und das Prägebild nicht mehr sichtbar war. Zur Bestimmung der globalen Textur wurden im ersten Schritt Polfiguren integrierend über die gesamte Probenoberfläche aufgenommen. Sie zeigen eine typische Walztextur, die durch das Kaltwalzen des Münzenrohlinges (Ronde) während seiner Herstellung entsteht (Abb. 6.1.2).



Abbildung 6.1.1

Prägebild der 1 Fen Münze, \varnothing 18 mm, PR = Probenreferenzrichtung, (Photoaufnahme).

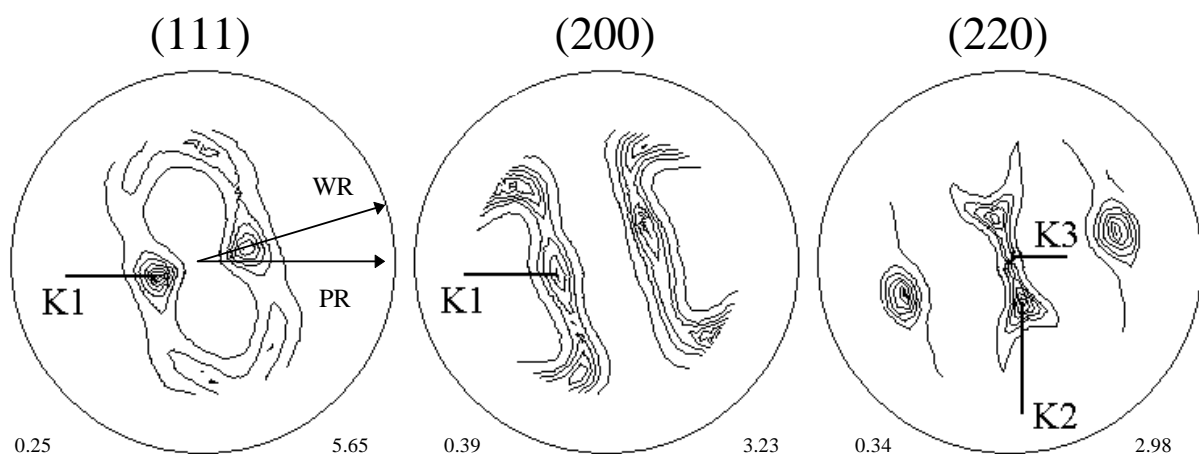


Abbildung 6.1.2

Polfiguren integrierend über die Oberfläche der Münze aufgenommen. K1, K2, K3 markieren die Richtungen signifikanter Poldichtemaxima und werden für die Aufnahme der Texturverteilungen verwendet. PR = Probenreferenzrichtung gemäß Abb. 6.1.1, WR = Walzrichtung.

Signifikante Maxima der Poldichte entsprechen den Vorzugsrichtungen des kaltgewalzten Materials. Sie werden in den Polfiguren durch K gekennzeichnet und korrespondieren zu einer Probenrichtung mit dem Kippwinkel α und Drehwinkel β . Unter diesen Richtungen werden dann die Poldichteverteilungen der (hkl)-Reflexe aufgenommen. Dazu wurde ein Probenraster definiert, welches in Form eines Achteckes um die Münze gelegt ist. In den Außenbereichen liegen die Meßpunkte bereits in der Einbettmasse der Probe. Das Raster besteht aus 7148 Punkten mit einer konstanten Schrittweite von 200 μm . Als Primärblende kommt ein Lochblendenkollimator von 150 μm Durchmesser zum Einsatz. An jedem Probenrasterpunkt wird für 5 Sekunden ein Energiespektrum aufgenommen und die Beugungsintensitäten des jeweiligen (hkl)-Reflexes bestimmt.

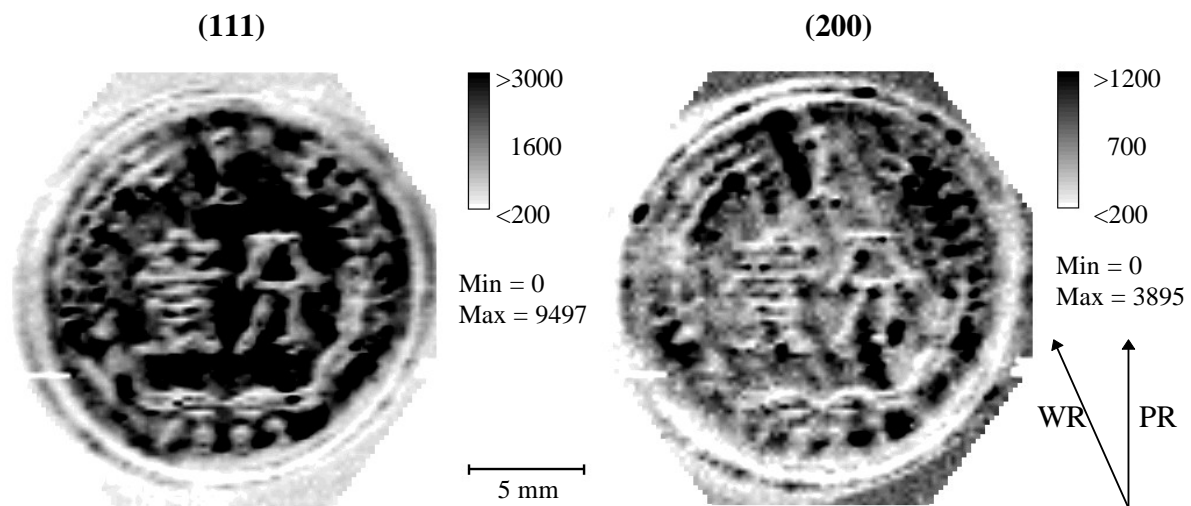


Abbildung 6.1.3

Simultan aufgenommene Texturverteilungsbilder des (111) und (200) Reflexes zur Probenrichtung K1 ($\alpha = 30.00^\circ$, $\beta = 198.50^\circ$). 7148 Rasterpunkte, 5 s/Punkt, Schrittweite 200 μm , $2\vartheta = 37.2^\circ$, (111) auf Wolfram $L\alpha$, (200) auf Wolfram $L\beta$.

Die Texturverteilungsbilder des (111)- und (200)- Reflexes wurden simultan zur Probenrichtung K1 ($\alpha=30.00^\circ$, $\beta=198.50^\circ$) aufgenommen. Bei einem Beugungswinkel von $2\vartheta = 37.2^\circ$ wird die Wolfram $L\alpha$ -Linie an der (111)-Netzebene und die Wolfram $L\beta$ -Linie an der (200)-Netzebene reflektiert. Vernachlässigt man die unterschiedliche Eindringtiefe für die verschiedenen Energien dieser Linien, dann gehören die gemessenen Poldichten zum gleichen Probenvolumen. Die Verteilungsbilder (Abb. 6.1.3) zeigen deutlich, daß die Prägung der Münze auch in der Textur widerspiegelt wird, obwohl vor der Messung die Probenoberfläche poliert worden war. Für die Darstellung wurde eine Graustufenskala gewählt, um einen besseren Kontrast zu gewährleisten. Das Verteilungsbild ergibt auf diese Weise einen plastischen Eindruck. Geringe Poldichten werden an den Stellen des Prägebildes sowie am Rand gemessen. Hier kommt es während der Deformation durch den Prägestempel zu einem starken Materialfluß. Dieser führt dazu, daß die Kristallite in neue Orientierungen gezwungen werden und dadurch ihre ursprüngliche Vorzugsorientierung verlieren.

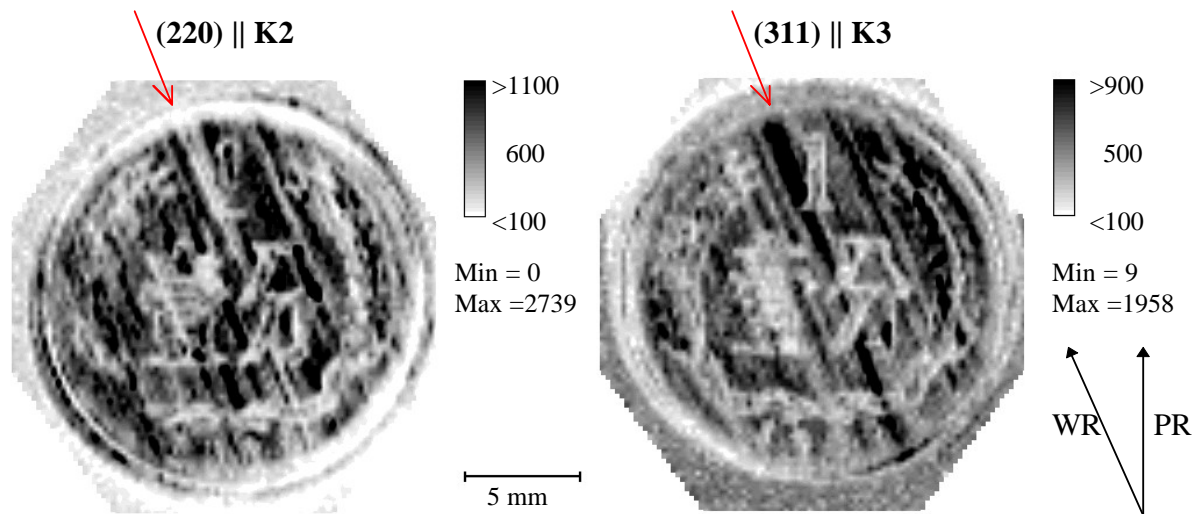


Abbildung 6.1.4

Links: (220)-Texturverteilungsbild für die Probenrichtung K2 ($\alpha = 25^\circ$, $\beta = 286^\circ$) und $2\vartheta = 62.5^\circ$.
 Rechts: (311)-Texturverteilungsbild für die Probenrichtung K3 ($\alpha = 0^\circ$, $\beta = 0^\circ$) und $2\vartheta = 63.7^\circ$.
 7148 Rasterpunkte, 5 sec/Punkt, 200 μm Schrittweite. Neben dem Prägebild bilden sich linienförmige Texturinhomogenitäten entlang der Walzrichtung (WR) aus.

Ähnliche Verteilungsbilder zu anderen Probenrichtungen ergeben sich für die (220)- und (311)-Poldichten (Abb. 6.1.4). Neben dem Prägebild erscheint nun auch eine weitere Struktur. Längs der Walzrichtung bilden sich Inhomogenitäten, welche die Probe lamellenartig durchziehen. Ihre Intensitäten sind für die beiden Verteilungsbilder komplementär, d.h. Linien hoher Intensität im Verteilungsbild der (220)-Poldichten entsprechen an denselben Orten Linien niedriger Intensität der (311)-Poldichten (siehe Pfeile in Abb. 6.1.4). Diese Linienstruktur hat offensichtlich ihre Ursache im Walzprozeß des Rondenmaterials und deutet darauf hin, daß es nicht nur im Zuge des Prägevorganges zur Ausbildung inhomogener Texturen auf der Probenoberfläche kommt, sondern auch schon während des Prozesses des Kaltwalzens.

6.2 Schlagbuchstaben in Aluminiumblech

Ein weiteres Beispiel für die Änderung der lokalen Textur infolge plastischer Verformung soll durch Rastermessungen an einem Aluminiumblech mit Schlagbuchstaben gegeben werden [23]. Die drei Lettern „TUC“ wurden dazu mit Stempeln in die Oberfläche eines kaltgewalzten und nicht speziell präparierten Aluminiumbleches eingeschlagen (Abb. 6.2.1). Beim Eindringen in das Blech wird durch das keilförmige Profil des gehärteten Schlagstempels das weichere Aluminium plastisch verformt. Anders als beim Münzprägen wird bei diesem Verfahren ein Tiefenabdruck des Stempelmusters in der Blechmatrix hinterlassen. Die Ausgangsdicke beträgt 3.2 mm und die maximale Tiefe des Eindrucks 0.6 mm.

Mit den Rastermessungen soll gezeigt werden, wie durch diesen Verformungsprozeß die lokale Textur sowohl in den oberflächennahen als auch in den tieferliegenden Bereichen modifiziert wird. Zwei Meßreihen wurden zu diesem Zwecke aufgenommen. Für die erste wurde das Prägebild entfernt. Dazu ist die Probenoberfläche um 0.6 mm abgeschliffen und anschließend mechanisch poliert worden. Entlang einer Linie in der Mitte des Schriftzuges wurden sieben ortsaufgelöste Polfiguren im Abstand von 1.9 mm aufgenommen (Abb. 6.2.1). Die Fleckgröße des Röntgenstrahles betrug dabei etwa 2 mm. Danach erfolgte die Aufnahme der Texturverteilungen. In der zweiten Meßreihe wurde die Probenoberfläche um weitere 0.6 mm abgeschliffen und nochmals mechanisch poliert. Nach der erneuten Kalibrierung der z-Koordinate des euzentrischen Punktes, die durch die Dickenänderung der Probe notwendig geworden war, wurden nochmals ortsaufgelöste Polfigurmessungen an denselben Positionen durchgeführt. Danach erfolgte die Aufnahme weiterer Texturverteilungen. Da sich die einzelnen Polfiguren innerhalb einer Meßreihe nicht wesentlich von Punkt zu Punkt ändern, sind sie an dieser Stelle in aufsummierter Form dargestellt (Abb. 6.2.2). Es zeigt sich eine für kaltgewalztes Aluminium typische Textur. Sie unterscheidet sich im tieferliegenden Bereich deutlich von der des oberflächennahen Bereichs. Für die anschließende Texturkartographie wurden jeweils zwei Richtungen hoher Poldichte in der (111)-Polfigur ausgewählt.

Die Texturverteilungsbilder wurden auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie für den (111)-Peak in zweiter Beugungsordnung aufgenommen. Aufgrund des größeren Bragg-Winkels ist der projizierte Fleckdurchmesser kleiner als für den (111)-Reflex und damit die Ortsauflösung erheblich besser. Ein Rechteckraster aus 3567 Punkten wurde bei konstanter Schrittweite von 150 μm definiert, welches den Schriftzug abdeckt. Die Meßzeit pro Punkt beträgt 10 s.

In den Verteilungsbildern (Abb. 6.2.3), die wegen des besseren Kontrastes in Graustufen dargestellt sind, ist die inhomogene Textur der Blechmatrix an waagerechten Linien zu erkennen, die das gesamte Gebiet durchziehen. Im oberflächennahen Bereich (Probtiefe 0.6 mm) setzen sich die Schlagbuchstaben klar vor diesem Hintergrund ab und das Schriftbild kommt auch in der Texturverteilung in plastischer Weise hervor. In der Mitte der Buchstaben existieren Linien hoher Intensität, an den Rändern dagegen Bereiche geringerer Intensität. Ursache hierfür könnte der inhomogene lokale Materialfluß beim Eindringen des keilförmigen Stempelprofils in das Blechmaterial sein. Dabei wirken in der Stempelmitte die Kraftkomponenten parallel zur Oberflächennormale, auf den Randflächen jedoch auch seitliche. Im Texturverteilungsbild des tieferliegenden Bereichs (1.2 mm Probtiefe) sind die Umrisse der Buchstaben zwar nicht mehr deutlich erkennbar, aber eine Änderung der lokalen Textur ist auch hier noch nachweisbar.

Im Zusammenhang mit diesem Beispiel könnte neben der rein materialwissenschaftlichen Seite eine Anwendung des Röntgenrasterverfahrens auf dem Gebiet der Kriminalistik beim Nachweis manipulierter Seriennummern bei Fahrzeugen, Schußwaffen etc. liegen.

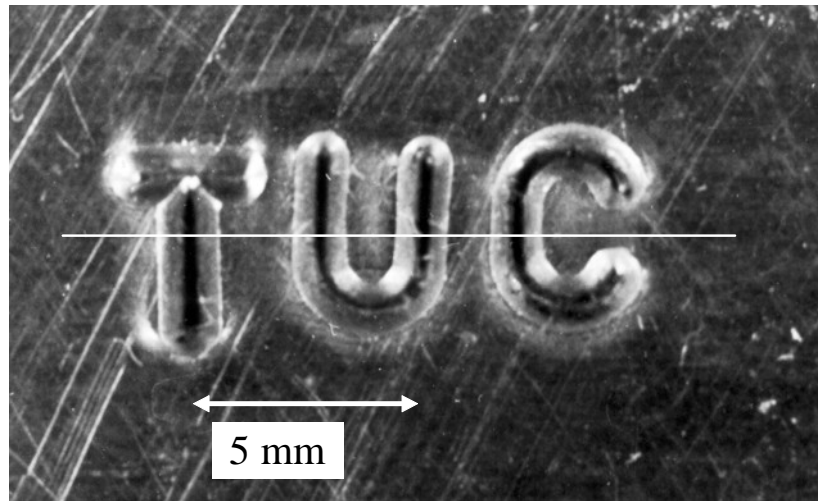


Abbildung 6.2.1

Photoaufnahme der Schlagbuchstaben „TUC“ in einem Aluminiumblech vor dem Abschleifen der Oberfläche. Entlang der Linie wurden im Abstand von 1.9 mm sieben ortsaufgelöste Polfiguren aufgenommen. Ausgangsdicke des Blechs 3.2 mm, maximale Tiefe des Eindrucks 0.6 mm.

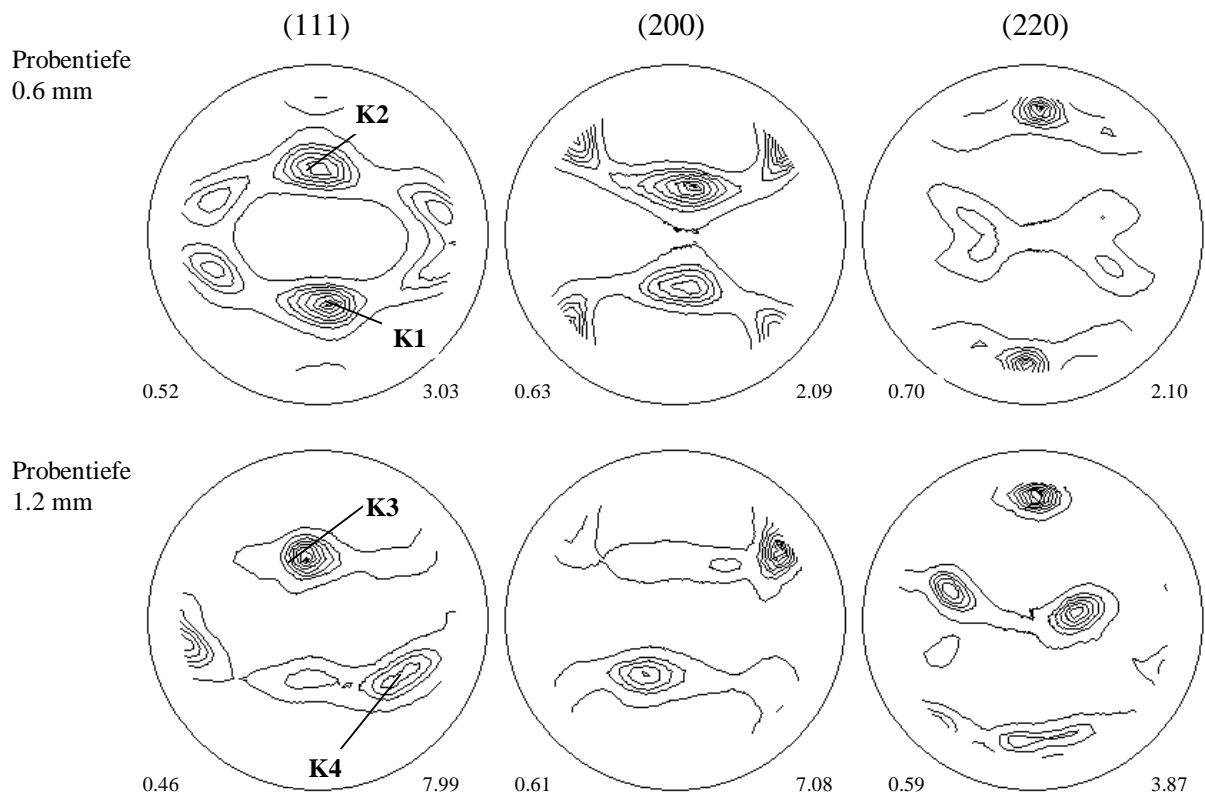
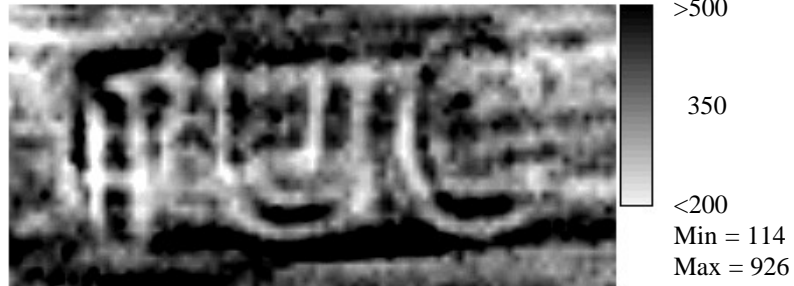


Abbildung 6.2.2

Aufsummierte ortsaufgelöste Polfiguren aufgenommen in einer Probentiefe von 0.6 bzw. 1.2 mm. K1 bis K4 sind Probenrichtungen für die (222)-Texturmaps.

(222) in 0.6 mm Tiefe

K1
 $\alpha = 35^\circ$
 $\beta = 281^\circ$



K2
 $\alpha = 32^\circ$
 $\beta = 88^\circ$



(222) in 1.2 mm Tiefe

K3
 $\alpha = 30^\circ$
 $\beta = 111^\circ$



K4
 $\alpha = 50^\circ$
 $\beta = 328^\circ$



5 mm

Abbildung 6.2.3

Zu den Probenrichtungen K aufgenommene (222)-Texturverteilungsbilder der Schlagbuchstaben „TUC“ im kaltgewalzten Aluminiumblech nach Abschleifen der Oberfläche um 0.6 bzw. 1.2 mm. 3567 Meßpunkte, 10 s/Punkt, 150 μ m Schrittweite, $2\vartheta_{222} = 79.0^\circ$, (222) auf $WL\alpha$.

6.3 Gratgewalzte Aluminiumprobe

Am Beispiel einer massiven Aluminiumprobe sollen Texturinhomogenitäten untersucht werden, die beim Kaltwalzen eines Grades entstehen. Die schematische Darstellung des Verformungsprozesses ist in Abbildung 6.3.1 wiedergegeben. Zwei gegenläufig rotierende Walzen führen beim Eindruck in den ursprünglich quaderförmigen Aluminiumblock zu einer starken Deformation in den äußeren Bereichen der Probe.

Im folgenden soll deutlich gemacht werden, welche Vorteile die Röntgen-Rasterapparatur durch die Kombination der orts aufgelösten Polfigurmessung und der anschließenden Aufnahme von Texturverteilungen zu Vorzugsrichtungen signifikanter Texturkomponenten bietet. Unter Ausnutzung der Probensymmetrie beschränkten sich die Messungen nur auf eine Hälfte der Stirnseite des verformten Werkstückes.

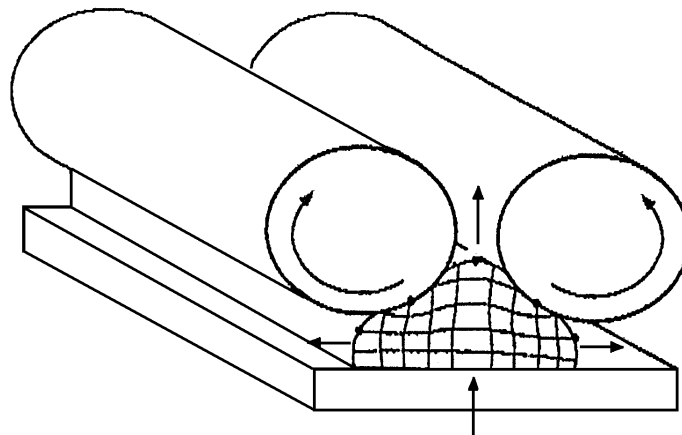


Abbildung 6.3.1
Verformungsprozeß beim Gratwalzen

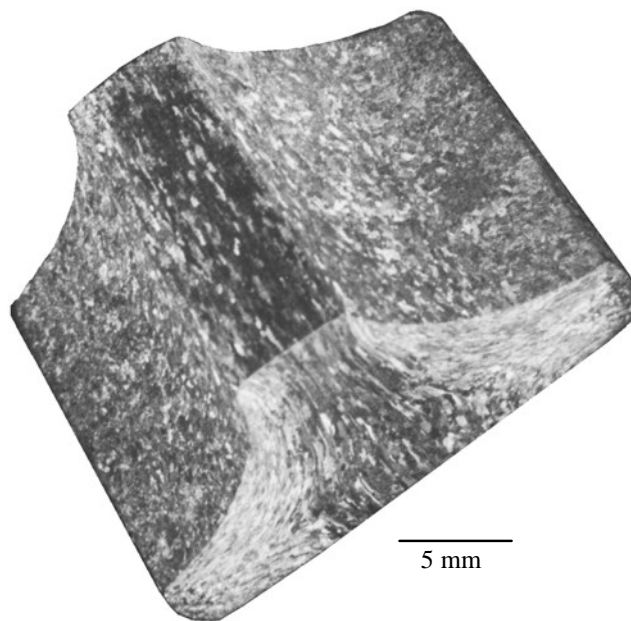


Abbildung 6.3.2
Schliffbild der gratgewalzten Aluminiumprobe.

Vor der Aufnahme der Texturverteilungen wurden in verschiedenen Bereichen der Stirnseite Polfigurmessungen durchgeführt (Abb. 6.3.3). Für jede der neun Positionen wurden die Polfiguren des (111)-, (200)- und (220)-Reflexes aufgenommen. Der Strahldurchmesser auf der Oberfläche ist mit 4 mm im Verhältnis zu den Probenabmessungen relativ groß. Die Polfigurmessungen sollen jedoch nur einen Überblick geben, welche Texturkomponenten in bestimmten Bereichen der Probe existieren. Eine hohe Ortsauflösung ist dafür nicht erforderlich. Von den gemessenen Polfiguren sind exemplarisch in Abb. 6.3.4 nur jene zum (111)-Reflex dargestellt. Deutlich sind Texturunterschiede zwischen den einzelnen Probenbereichen zu erkennen. Im mittleren Bereich ist ein starker Anteil der Würfellage vorhanden, die auch eine signifikante Texturkomponente des unverformten Ausgangsmaterials ist. In den äußeren Bereichen verringert sich dieser Anteil. Andere Vorzugsrichtungen dominieren dort.

Für die Rastermessungen wurde ein Probenraster mit 10244 Punkten definiert, welches die Form des Werkstückes berücksichtigt. Die Schrittweite von 130 μm ist der Fleckgröße des Röntgenstrahls bei Verwendung eines $\varnothing 100 \mu\text{m}$ Lochblendenkollimators angepaßt. Die Meßzeit beträgt 6 s pro Punkt. Primärseitig wird mit Wolframstrahlung gearbeitet. Zur Aufnahme der Texturverteilungsbilder wurden vier Probenrichtungen K1 bis K4 ausgewählt (Abb. 6.3.4). Dabei entsprechen K1 bzw. K2 und K3 Richtungen nahe der Würfellage in den (111)- bzw. (200)-Polfiguren. Bei K2 und K3 handelt es sich aber auch um bevorzugte Richtungen der (111)-Netzebenen, welche verstärkt in den äußeren Bereichen der Probe auftreten. Für K1, K2 und K3 ist der Detektor unter einem Beugungswinkel von $2\vartheta = 37.2^\circ$ und für K4 von 62.7° positioniert.

Zu den Probenrichtungen K1, K2 und K3 können die Verteilungen der (111)-, (200)- und (220)-Poldichten simultan aufgenommen werden (Abb. 6.3.5). In allen Verteilungsbildern sind erhebliche Texturinhomogenitäten zu erkennen, wobei der Mittelteil und der stark verformte äußere Bereich der Probe hinsichtlich der Textur zwei unterschiedliche Gebiete bilden. Im (111)-Verteilungsbild zu K1, im (220)-Verteilungsbild zu K4 sowie in den (200)-Verteilungsbildern zu K2 und K3 existieren besonders hohe Intensitäten im mittleren Bereich der Probe. Hier treten verstärkt Kristallite auf, deren (100)-, (110)- und (111)-Netzebenen bevorzugt entlang der Richtungen der Würfellage ausgerichtet sind. An den äußeren Bereichen der Probe sind hingegen andere Vorzugsrichtungen zu finden. So treten in diesen Gebieten hohe (111)-Poldichten in Richtung K2 und K3 auf. Durch das Gratwalzen werden also die Kristallite infolge der extrem starken Verformung in den Außenbereichen aus der ursprünglichen Würfellage der Ausgangstextur in neue Lagen mit entsprechenden Vorzugsrichtungen gezwungen. Im mittleren Teil, wo der lokale Verformungsgrad nicht so hoch ist, bleiben die bevorzugten Richtungen der Würfellage dagegen erhalten.

An den Rändern der Texturverteilungsbilder kommt es zu einer Verfälschung der Meßwerte durch gestreute Primärstrahlung. Dies ist kein texturbedingter Effekt. Dort befindet sich der Röntgenstrahl bereits in der Einbettmasse der Probe.

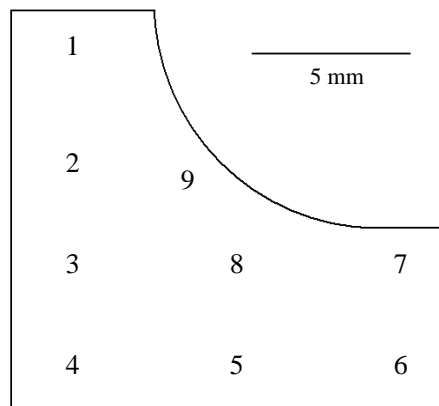


Abbildung 6.3.3

Positionen für ortsaufgelöste Polfigurmessungen; Strahldurchmesser 4 mm.

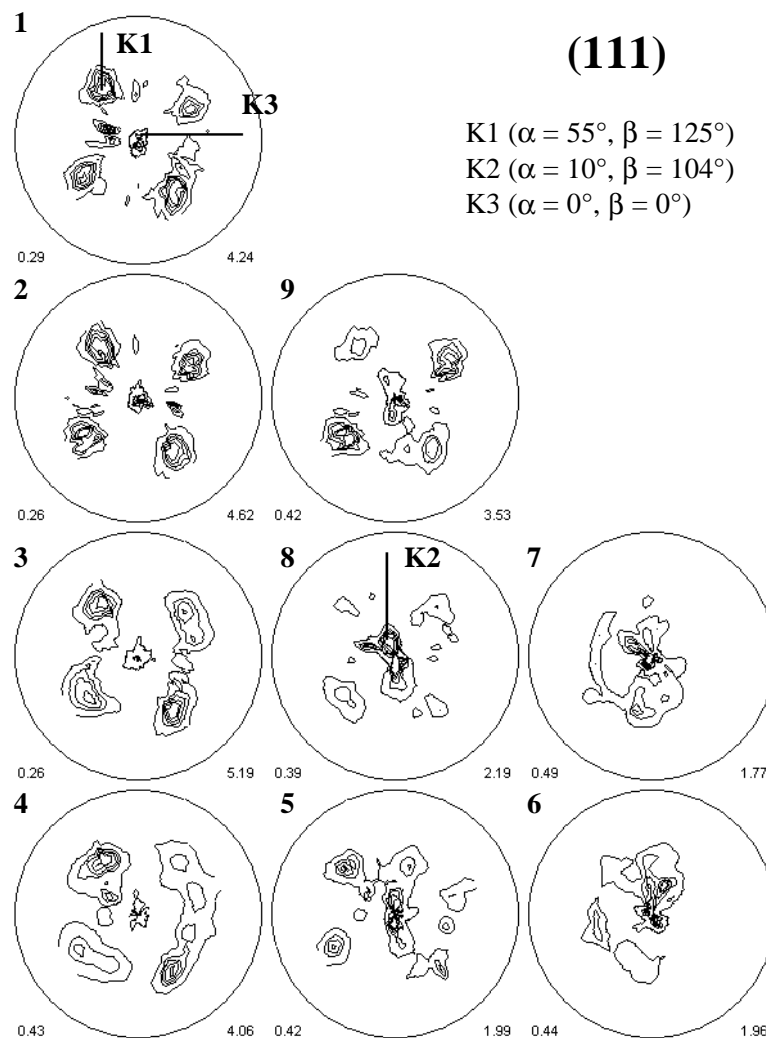


Abbildung 6.3.4

(111)-Polfiguren für verschiedene Probenbereiche der gratgewalzten Aluminiumprobe. Die Nummern entsprechen den Meßpositionen aus Abb. 6.3.3. Die Probenrichtungen zur Aufnahme der Texturverteilungsbilder sind durch K1, K2 und K3 markiert.

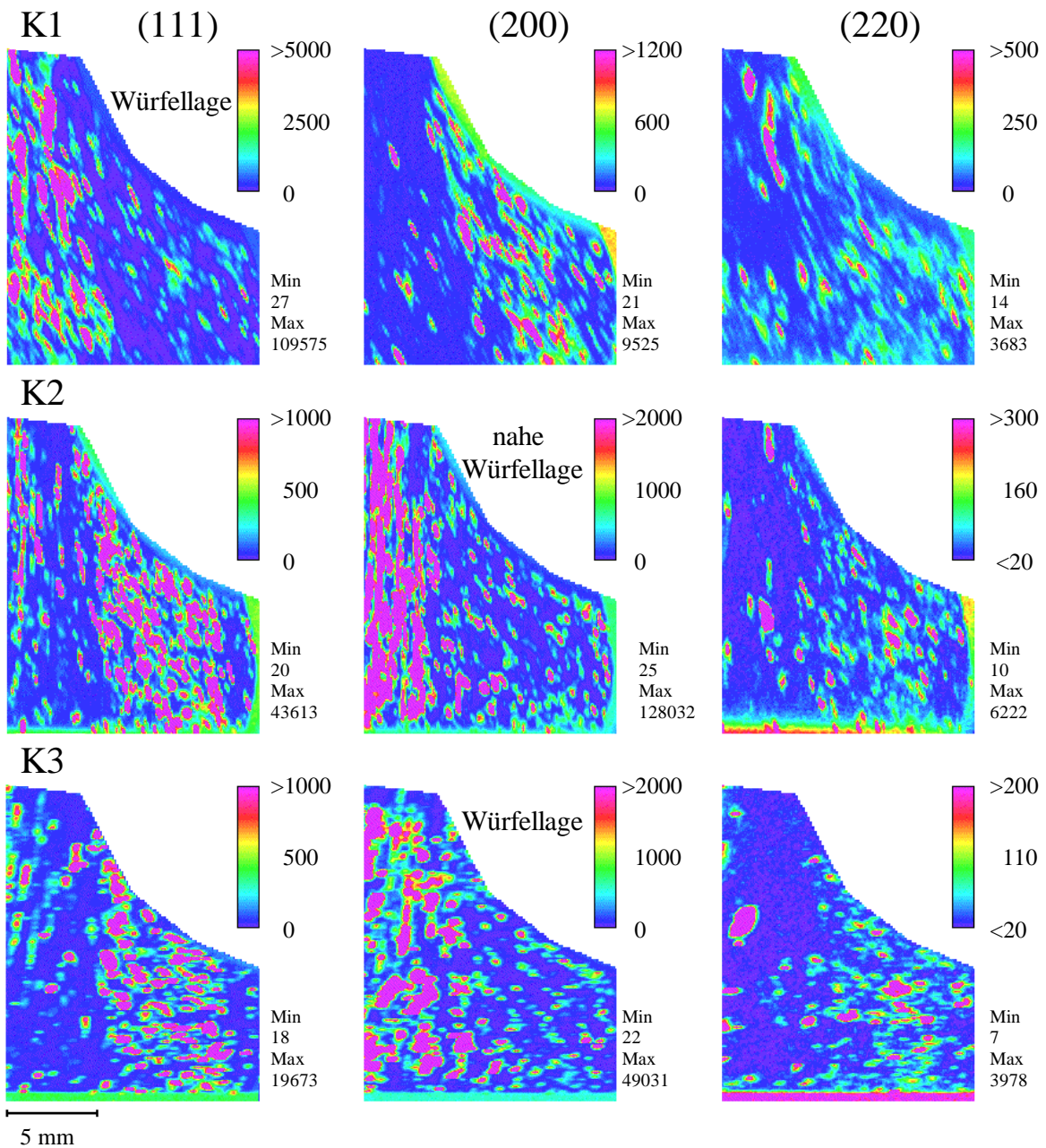


Abbildung 6.3.5

Simultan zu den Probenrichtungen K1 bis K3 aufgenommene Texturverteilungsbilder der gratgewalzten Aluminiumprobe; 10244 Rasterpunkte, 6 s/Punkt, Schrittweite 130 μm , $2\theta = 37.2^\circ$, (111)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$, (200)-Reflex auf Wolfram $L\beta$.

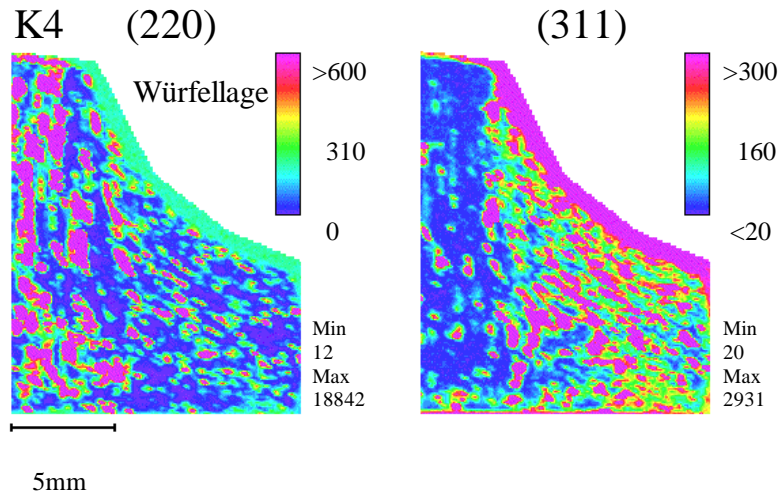


Abbildung 6.3.6

Simultan zur Probenrichtung K4 ($\alpha = 45^\circ$, $\beta = 170^\circ$) aufgenommene Texturverteilungsbilder der gratgewalzten Aluminiumprobe; 10244 Rasterpunkte, 6 s/Punkt, Schrittweite 130 μm , $2\vartheta = 62.5^\circ$, (220)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$.

Am Beispiel der gratgewalzten Aluminiumprobe wird auch ein Vergleich mit Messungen möglich, die mit der ersten Generation der Röntgen-Rasterapparatur an derselben Probe durchgeführt wurden [25]. Es zeigt sich, daß die Kombination von orts aufgelöster Polfigurmessung und anschließender Kartographie bevorzugter Richtungen signifikanter Texturkomponenten in ein und derselben Anlage von großem Vorteil ist. In der Apparatur erster Generation wurden vor der Texturkartographie Polfigurmessungen in einer anderen Anlage durchgeführt. Dabei wurde meist nur die globale Textur bestimmt. Bei dieser integrierenden Methode konnten einzelne Texturkomponenten, die nur in ausgewählten Probenbereichen dominieren, scheinbar an Bedeutung verlieren. Durch das Umsetzen der Probe kam es weiterhin zu Ungenauigkeiten beim erneuten Festlegen der Winkel- und Ortskoordinaten. Ohne Eulerwiege konnten außerdem die Probenrichtungen nur in eingeschränkter Weise durch unsymmetrischen Strahlengang und manuelles Fixieren des Drehwinkels φ eingestellt werden. In vielen Fällen wurden die Texturverteilungen auch einfach nur für das Polfigurzentrum aufgenommen. Daher war es schwierig, die Verteilungen bevorzugter Kristallrichtungen mit hinreichender Genauigkeit abzubilden. Die Texturverteilungsbilder zeigten daher meist nur bestimmte Teilaspekte der Texturinhomogenitäten. Mit der jetzigen Röntgen-Rasterapparatur können diese Nachteile beseitigt werden. Sie stellt mit ihrer Meßmethodik einen entscheidenden Qualitätsgewinn dar.

6.4 Kaltgewalzter Titan-Nickel-Einkristall

Einkristalle eignen sich zur Untersuchung fundamentaler Mechanismen, die für die Ausbildung der Mikrostruktur während des Ablaufs technologischer Prozesse verantwortlich sind. Von Interesse ist zum Beispiel die Klärung des Auftretens von texturbedingten Inhomogenitäten während der Rekristallisation, bei der Umformung und Verformungshärtung sowie bei Phasenübergängen. So kann die Endtextur in gewalzten und rekristallisierten Einkristallen in Abhängigkeit von der Ausgangsorientierung und des Verformungsgrades in einem breiten Bereich variieren.

Am Beispiel eines kaltgewalzten Titan-Nickel-Einkristalls wurden Inhomogenitäten der Textur mit dem Röntgen-Rasterverfahren untersucht. Das Material (kubisch $a = 0.301 \text{ nm}$, Ti, Ni 48at%, Fe 2at%) kommt in Formgedächtniswerkstoffen zum Einsatz. Im unverformten Ausgangszustand besitzt der Einkristall die Orientierung $(001)\langle 011 \rangle$. Die (001) -Netzebene liegt dabei parallel zur Probenoberfläche, die mit der Walzebene identisch ist. Durch mehrmaliges bidirektionales Kaltwalzen entlang der $\langle 011 \rangle$ -Richtung wurde ein Verformungsgrad von $\epsilon = 10\%$ erreicht [26]. In den global über die Probenoberfläche aufgenommenen Polfiguren treten Poldichtemaxima auf, die zum einen zur Ausgangsorientierung und zum anderen zur Walztextur gehören (Abb. 6.4.1). Die Pole der Ausgangsorientierung $(001)\langle 011 \rangle$ sind in der (110) -Polfigur in Abb. 6.4.2 mit A gekennzeichnet. Die Walztextur läßt sich durch zwei um die Lagen nahe $(112)\langle \bar{1}10 \rangle$ bzw. $(112)\langle 1\bar{1}0 \rangle$ verbreiterte Komponenten beschreiben. Die Pole dieser Lagen sind durch B bzw. C gekennzeichnet. In den durch B+C markierten Poldichtemaxima kommt es zur Überlagerung von Polen beider Lagen.

Wie aus den Polfiguren hervorgeht, koexistieren im verformten Einkristall Kristallite, die in ihrer Ausgangslage verblieben sind und solche, die durch den Walzprozeß in eine neue stabile Endlage gebracht wurden. Die Texturverteilungsbilder sollen im folgenden Aufschluß darüber geben, wie diese Kristallite über die Probe verteilt sind.

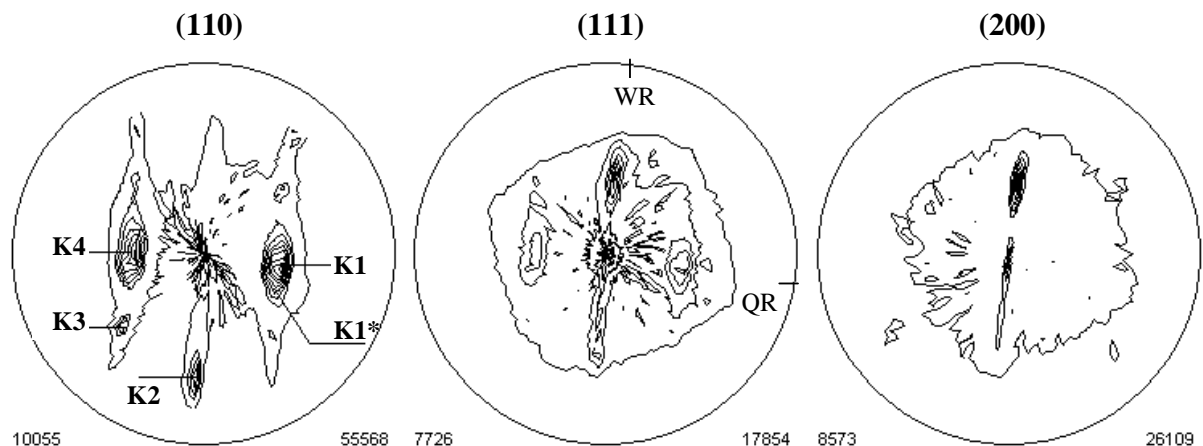


Abbildung 6.4.1

Global aufgenommene Polfiguren. K sind Richtungen, zu denen Texturverteilungen aufgenommen wurden. K3 ist ein Pol der Ausgangslage vor dem Walzen, K2 und K1 sind Pole der Endlagen nach dem Walzen. In der Flanke der Endlage K1 befindet sich K1*.

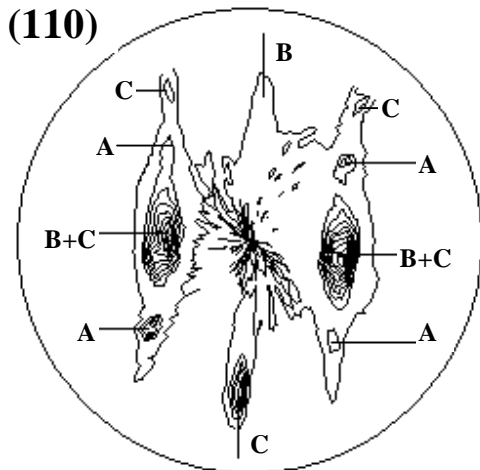


Abbildung 6.4.2

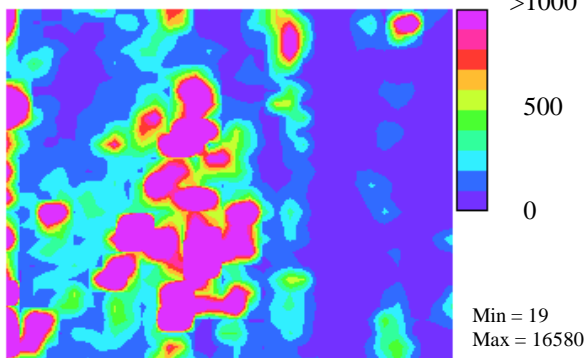
Global gemessene (110)-Polfigur:

A: Pole der Ausgangsorientierung $(001)\langle 011 \rangle$

B bzw. C: Pole der Walztextur nahe $(112)\langle \bar{1}10 \rangle$
bzw. $(112)\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

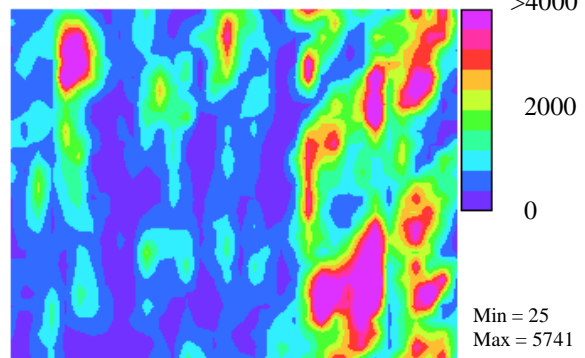
K3 ($\alpha = 45^\circ$, $\beta = 221^\circ$)

Pole der Ausgangslage A



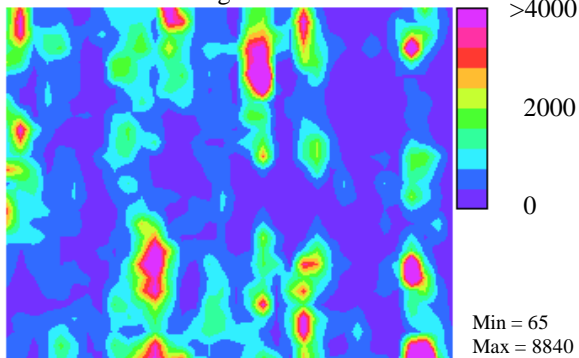
K2 ($\alpha = 55^\circ$, $\beta = 266^\circ$)

Pole der Endlage C



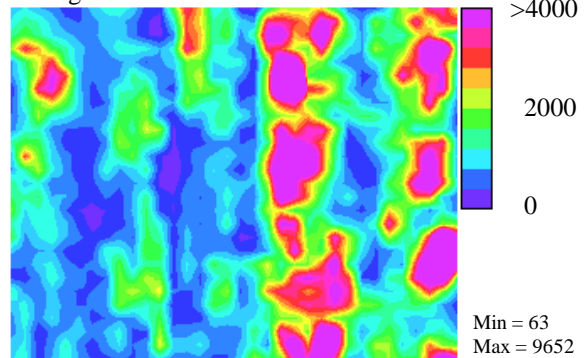
K1* ($\alpha = 35^\circ$, $\beta = 335^\circ$)

Pole nahe der Endlage B+C



K1 ($\alpha = 33^\circ$, $\beta = 349^\circ$)

Endlage B+C



1 mm

Walzrichtung \longrightarrow

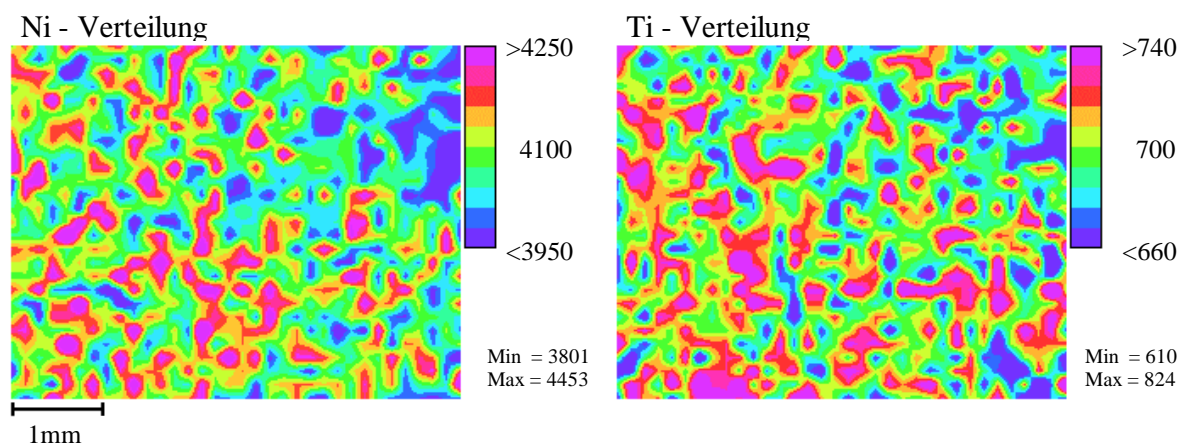
Abbildung 6.4.3

(220)-Texturverteilungsbilder der TiNi-Probe zu den Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. Verteilung der Kristallite, die ihre Ausgangsorientierung A beibehalten (oben links), bzw. nach dem Walzvorgang eine neue stabile Endlage B bzw. C eingenommen haben. 918 Punkte, Schrittweite 150 μm , 120 s/Punkt, $2\vartheta_{220} = 74.6^\circ$, (220) auf Wolfram $L\beta$

Die Texturverteilungen wurden für den (220)-Reflex aufgenommen. Gegenüber der ersten Beugungsordnung ist dabei die Ortsauflösung wegen des größeren Beugungswinkels höher. Um Überlappungen des Beugungspeaks mit den Fluoreszenzlinien der Probeelemente zu vermeiden, wurde der (220)-Reflex bei einem Beugungswinkel von $2\theta = 74.6^\circ$ auf die Wolfram $L\beta$ -Linie gelegt. Das rechteckige Probenraster besteht aus 918 Punkten bei einer konstanten Schrittweite von $150\ \mu\text{m}$. Für ein hohes Richtungsauflösungsvermögen wurde außerdem die Detektorapertur durch einen Abstand von 9 cm zur Probe sehr klein gehalten. Diese Aufnahmebedingungen führten allerdings zu einem erheblichen Intensitätsverlust. Meßzeiten von 2 Minuten pro Punkt waren deshalb notwendig. Für die Texturverteilungsbilder wurden die Probenrichtungen K1, K1*, K2 und K3 entsprechend der Poldichtemaxima der (110)-Polfigur ausgewählt (Abb. 6.4.1). In der Verteilung der (220)-Poldichte zeigen sich starke Inhomogenitäten (Abb. 6.4.3). Zusammenhängende Gebiete zu konstanter Kristallrichtung durchziehen die Probe in Form von Lamellen, die senkrecht zur Walzrichtung verlaufen. Die Intensitäten sind in den Texturverteilungsbildern nahezu komplementär, d.h. hohe Werte zu K3 entsprechen am selben Probenort niedrigen Werten zu K1 und umgekehrt. Das unter K3 aufgenommene Verteilungsbild zeigt ein in der linken Probenhälfte lokalisiertes zusammenhängendes Gebiet. Dort sind offenbar die Kristallite trotz des Umformprozesses in ihrer ursprünglichen Lage verblieben. Die Verteilung von Kristalliten, welche nach dem Walzvorgang in die stabilen Endlage B oder C gebracht wurden, sind in den Verteilungsbildern für die Probenrichtungen K2 und K1 dargestellt. Insbesondere in der rechten Probenhälfte sind Gebiete erhöhter Intensität zu erkennen. Die Probenrichtung K1* befindet sich in der Flanke des Maximums K1 in der (110)-Polfigur. Die Poldichten zu dieser Richtung gehören zu Kristalliten, welche die stabile Endlage K1 „nicht ganz“ erreichen konnten. Das Verteilungsbild zu K1* zeigt, daß diese gegenüber der stabilen Endlage etwas mißorientiert liegenden Kristallite in kleineren zusammenhängenden Gebieten über die gesamte Probe verteilt sind.

Im sekundären Spektrum können neben den Beugungslinien auch Fluoreszenzlinien der Probeelemente Titan und Nickel detektiert werden. Die simultan zu den Texturmaps aufgenommenen Verteilungen der $K\alpha$ -Intensitäten zeigen leichte Schwankungen (Abb. 6.4.4).

Abbildung 6.4.4



Simultan zur Texturverteilung aufgenommene Verteilungen der Probeelemente Titan und Nickel.

Die am Beispiel des kaltverformten TiNi-Einkristalls gemessenen inhomogenen Texturverteilungen eignen sich für weiterführende theoretische Untersuchungen. So könnte der Ablauf der lokalen Texturausbildung bei gegebener Ausgangsorientierung der Probe, der Walzrichtung und des Deformationsgrades unter Berücksichtigung der aktivierten Gleit- und Zwillingsysteme sowie der Verformungshärtung simuliert und mit den experimentellen Ergebnissen verglichen werden. Aus materialwissenschaftlicher Sicht wäre hierbei die Klärung des Auftretens der senkrecht zur Walzrichtung ausgerichteten lamellenförmigen Gebiete zu konstanter Kristallrichtung und des Verharrens eines Teils der Kristallite in der Ausgangsorientierung von einigem Interesse.

6.5 Elektronenstrahl-Schweißnaht in Aluminiumblech

An Schweißverbindungen werden hinsichtlich ihrer Zug- und Druckbeanspruchung hohe technische Anforderungen gestellt. Um diesen gerecht zu werden, ist eine genaue Kenntnis über die beim Schweißen ablaufenden Gefügeveränderungen von großer Bedeutung, weil damit verbundene Eigenschaftsänderungen das Bauteilverhalten der geschweißten Konstruktion und somit deren Funktionssicherheit bestimmen. Das Schliffbild allein ist zur Gefügecharakterisierung nur unzureichend geeignet, weil es die kristallographische Verteilung der Körner nicht wiedergibt. Die Ergänzung durch ein Texturverteilungsbild ist daher sinnvoll.

Das Problem beim Schweißen kaltverformter Werkstoffe besteht darin, daß es zu einem starken Festigkeitsabfall in Bereichen kommt, die über die Rekristallisationstemperatur erwärmt werden. Da das Werkstück aus wirtschaftlichen Gründen in den wenigsten Fällen nach dem Schweißen nochmals kaltverformt wird, ist der Einsatz vom Schweißverfahren notwendig, bei denen die Breite der entfestigten Zone klein bleibt. Neben dem Laserstrahlschweißen bietet das Elektronenstrahlschweißen diesen Vorteil.

Beim Elektronenstrahlschweißen werden hochenergetische Elektronen (30 bis 150 keV) unter Vakuum zu einem Strahl hoher Leistungsdichte auf das Werkstück fokussiert. Beim Auftreffen auf die Oberfläche der zu schweißenden Werkstücke wird ein Teil ihrer kinetischen Energie in Wärme umgewandelt. Die damit verbundene konzentrierte Wärmezufuhr führt zu einem lokalen Aufschmelzen des Materials. Obwohl die Eindringtiefe der Elektronen nur sehr gering ist, sticht der Elektronenstrahl tief in das Material ein. Ursache dafür ist die Entstehung einer Tiefschweißkapillare. Bei ausreichender Leistungsdichte schmilzt und verdampft hierbei das Material an der Auftreffstelle, wobei der Dampfdruck in der Mitte am größten ist. Das führt zu einer Verdrängung des geschmolzenen Werkstoffs zur Seite. Der Auftreffpunkt des Elektronenstrahls wandert nach unten und der Vorgang wiederholt sich. Durch das Erstarren des geschmolzenen Nahtmetalls entstehen schmale tiefe Verbindungen mit meist nur geringem Verzug [27].

Der Schweißprozeß unterscheidet sich in einigen Punkten erheblich von sonst üblichen technischen Wärmebehandlungen. Da das aufgeschmolzene Volumen klein ist, treten extrem hohe Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten sowie kurze Kristallisationszeiten auf. Dies kann zur Ausbildung von gefährlichen lokalen Eigenspannungszuständen führen [28]. Da diese mit der Kristalltextur korreliert sind, ist die Untersuchung von Texturinhomogenitäten an Schweißnähten von technischem Interesse. Die Zone, in der während des Schweißprozesses Gefügeänderungen ablaufen, wird als Wärmeeinflußzone (WEZ) bezeichnet. Sie reicht bei kaltverformten Materialien von der Grenze der Schmelzzone (SZ) bis in Bereiche, in denen die Temperatur oberhalb der Rekristallisationstemperatur liegt.

Am Beispiel einer Elektronenstrahl-Schweißnaht im kaltgewalzten Aluminiumblech, soll die Auswirkung des Schweißprozesses auf die lokale Textur untersucht werden. Zur Vereinfachung der Analyse wurde die Naht erzeugt, in dem der Elektronenstrahl einfach über die Oberfläche des Bleches geführt wurde. Das hat den Vorteil, daß die links und rechts neben der Naht liegende Matrix (M), also der Teil des Blechs, der durch den Schweißvorgang unbeeinflusst bleibt, hinsichtlich der Textur identisch ist.

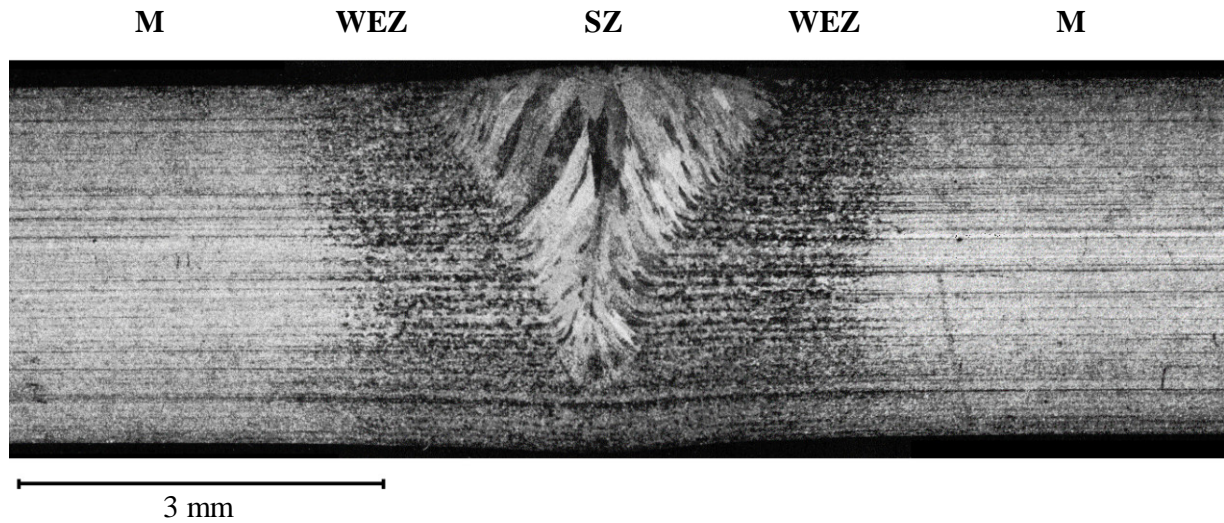


Abbildung 6.5.1

Schliffbild des Querschnitts einer Elektronenstrahl-Schweißnaht in der kaltgewalzten Matrix eines Aluminiumbleches. SZ = Schmelzzone, WEZ = Wärmeinflusszone, M = Blechmatrix

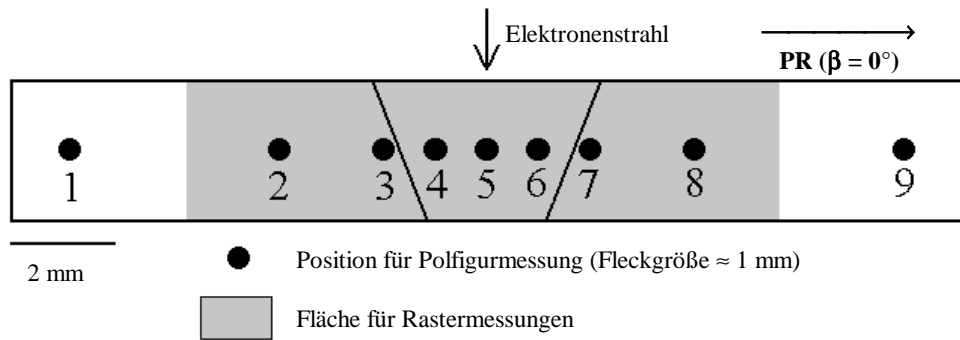
In Abb. 6.5.1 ist das Schliffbild der Elektronenstrahl-Schweißnaht im Querschnitt dargestellt. Im Gefüge lassen sich qualitativ die schon erwähnten drei Bereiche unterscheiden:

1. Die keilförmige Schmelzzone, welche das Blech in seiner gesamten Dicke durchzieht. Sie besteht aus langgestreckten Grobkörnern, die mit ihrer Längsachse senkrecht auf die Schmelzzonegrenze zulaufen.
2. Die Wärmeinflusszone mit Feinkornstruktur in einer Breite von etwa 2 mm links und rechts der Schmelzzonegrenze.
3. Die Matrix des kaltgewalzten Bleches mit einer ausgeprägten Lamellenstruktur.

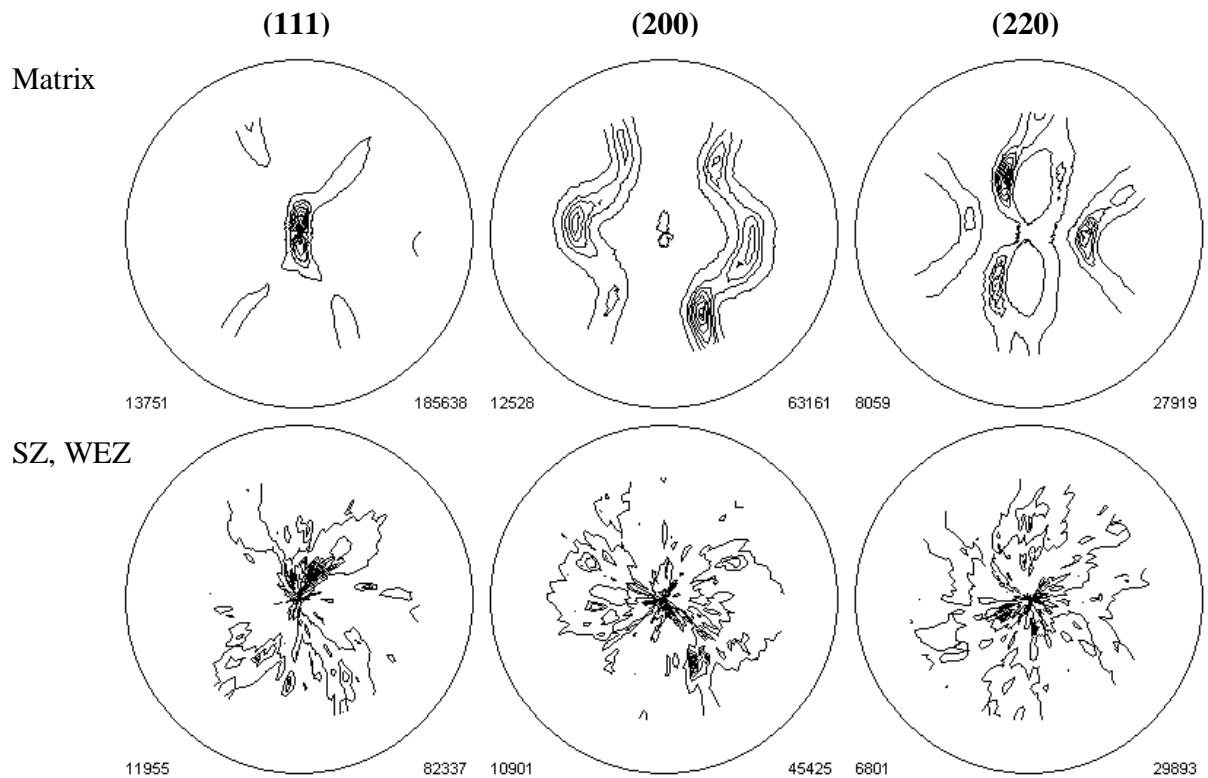
Vor der Aufnahme der Texturverteilungen erfolgten ortsaufgelöste Polfigurmessungen. An insgesamt neun Meßpositionen, die sich über Matrix, Schmelz- und Wärmeinflusszone erstrecken, wurde jeweils ein Satz Polfiguren aufgenommen (Abb. 6.5.2). Der Fleckdurchmesser des Röntgenstrahles beträgt auf der Probenoberfläche etwa 1 mm. Zur besseren Übersicht sind an dieser Stelle nicht alle gemessenen Polfiguren einzeln dargestellt, sondern in aufsummierter Form. Dazu wurden jeweils die Polfiguren der Matrix sowie der SZ und WEZ aufaddiert (Abb. 6.5.3).

Die Textur der Matrix unterscheidet sich erheblich von der in der WEZ und SZ. In der Matrix liegt eine für kaltgewalztes Aluminium typische Textur mit breiten Poldichtemaxima vor. In der SZ bzw. WEZ befinden sich die aus der Schmelze kristallisierten Grobkörner bzw. die durch den Wärmetransfer innerhalb der Matrix rekristallisierten Feinkörner. Die dazugehörigen Polfiguren zeigen eine Textur ohne ausgeprägte Vorzugsorientierungen.

Die an der Elektronenstrahl-Schweißnaht auftretenden Texturinhomogenitäten sollen im folgenden an den Verteilungen der (111)-Poldichten dargestellt werden. Für die ED-Rastermessungen wurde dazu ein Rechteckraster mit 1539 Punkten bei konstanter Schrittweite von 150 μm definiert, welches die drei Zonen der Schweißverbindung abdeckt. Die Meßzeit pro Punkt beträgt 10 sec. Zur Erreichung einer besseren Ortsauflösung wurde der (222)-Reflex in zweiter Ordnung auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie gemessen.

**Abbildung 6.5.2**

Positionen für orts aufgelöste Polfigurmessungen und Rasterbereich zur Aufnahme der Texturverteilungsbilder; PR = Probenreferenzrichtung.

**Abbildung 6.5.3**

Aufsummierte Polfiguren der Matrix (Pos. 1, 2, 3, 7, 8, 9) und der SZ/WEZ (Pos. 4, 5, 6).

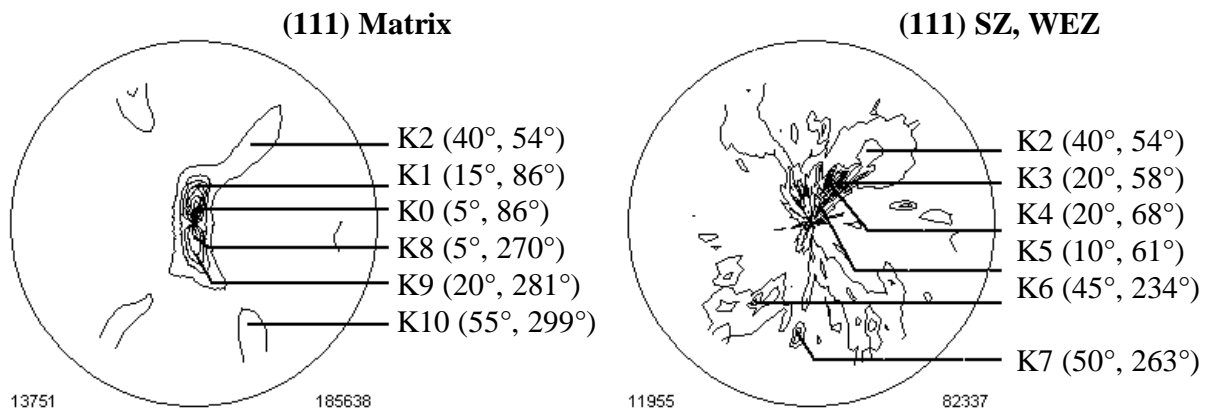


Abbildung 6.5.4

Zur Aufnahme der Texturverteilungsbilder verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$.

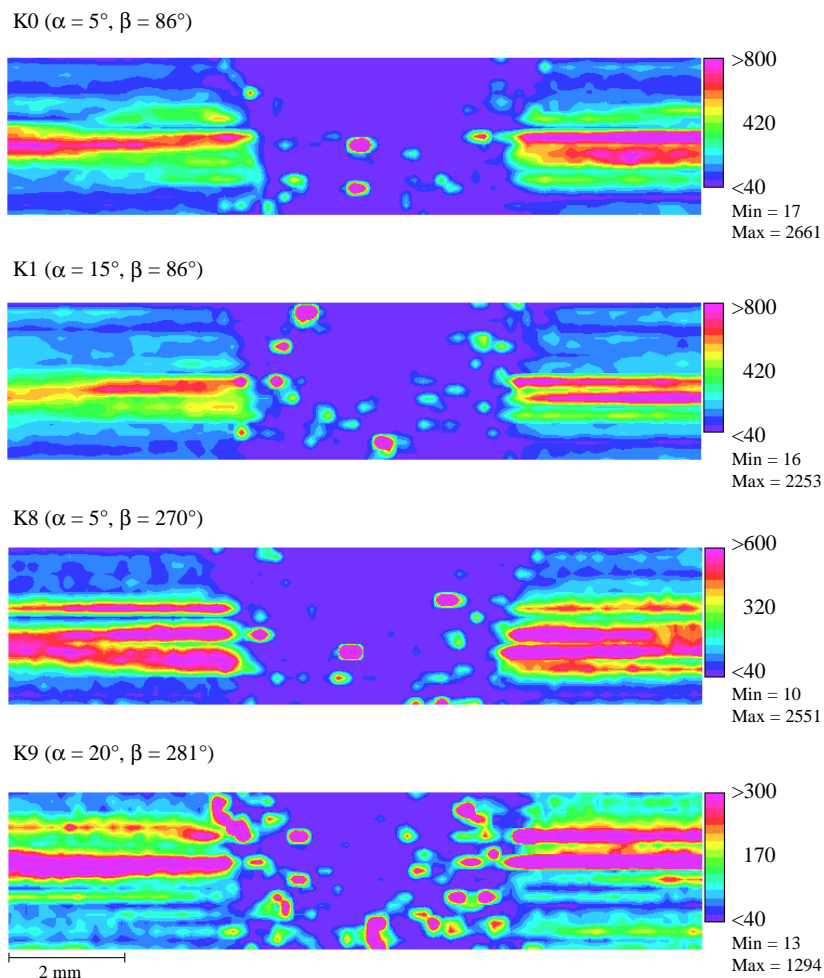


Abbildung 6.5.5

(222)-Texturverteilungsbilder der Elektronenstrahl-Schweißnaht zu Probenrichtungen K0, K1, K8 und K9; 1539 Rasterpunkte, Schrittweite 150 μm , 10 s/Punkt, $2\vartheta_{(222)} = 79.0^\circ$, (222)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$.

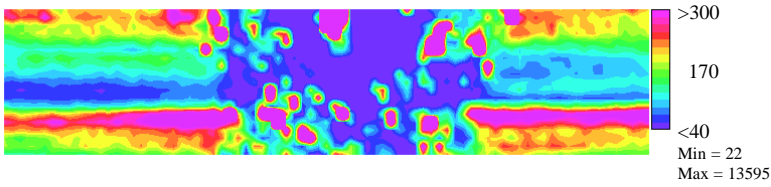
Die ersten vier Texturverteilungsbilder wurden zu Vorzugsrichtungen der Walztextur aufgenommen (Abb. 6.5.5). Dabei entsprechen die Richtungen K0 und K8 den Poldichtemaxima in der (111)-Polfigur der Matrix (Abb. 6.5.4). Mit K1 und K9 sind zwei weitere Richtungen festgelegt, die jeweils in der Flanke dieser Maxima bei etwa halber Intensität liegen. In den Texturverteilungsbildern lassen sich die drei Zonen klar unterscheiden. In der Matrix durchziehen intensitätsstarke Linien den mittleren Bereich. In der oberflächennahen Zone sind dagegen nur geringe Intensitäten zu verzeichnen. Vergleicht man die zu den verschiedenen Richtungen aufgenommenen Verteilungsbilder miteinander, so läßt sich feststellen, daß die Blechmatrix in der Mitte schichtweise von Lamellen unterschiedlicher kristallographischer Orientierung durchzogen wird. Im Schlifffbild war diese Lamellenstruktur bereits zu erkennen.

Der Übergang von der Matrix in die WEZ wird durch die Unterbrechung der waagerechten Linien sichtbar. Innerhalb der WEZ und SZ sind vereinzelte Stellen hoher Intensität vorhanden. Durch die Rekristallisation haben hier die Kristallite jene Vorzugsrichtungen verloren, die sie durch den Walzprozeß eingenommen hatten. Ein deutlicher Übergang von der WEZ in die SZ ist nicht in allen Texturverteilungsbildern erkennbar. Für K9 treten innerhalb der WEZ eine Vielzahl von Bereichen erhöhter Intensitäten auf. Im Zentrum der SZ sind jedoch nur wenige (111)-Netzebenen zu dieser Richtung vorhanden.

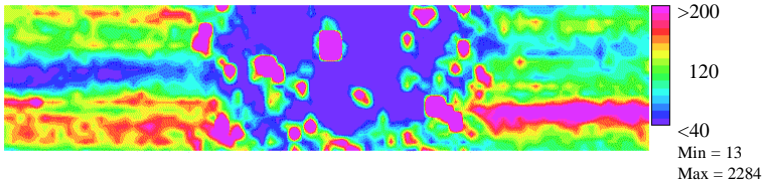
Auch in den Verteilungsbildern zu anderen ausgewählten Probenrichtungen (Abb. 6.5.6) treten starke Inhomogenitäten auf. Eine ausgeprägte lamellare Struktur der Matrix ist nochmals für K10 zu erkennen. Bei K2 und K6 handelt es sich um Vorzugsrichtungen, die in einer etwa 1 mm dicken Schicht unter der Oberfläche auftreten. In diesem oberflächennahen Bereich des Blechs wurde das Material durch den Walzprozeß in anderer Weise verformt als im mittleren Teil.

Mit einer weiteren Reihe von Rastermessungen sollte die Schmelz- und Wärmeeinflußzone genauer analysiert werden. In der aufsummierten Polfigur dieser Probenbereiche (Abb. 6.5.4 rechts) treten nur einzelne intensitätsstarke scharfe Maxima auf. Signifikante Vorzugsorientierungen wie im Falle der Walztextur sind nicht vorhanden. Für die Rastermessungen wurden daher die Richtungen K3, K4, K5 und K7 gewählt, unter denen maximale Poldichten auftreten. Die unter diesen Probenrichtungen aufgenommenen Verteilungsbilder sind in Abb. 6.5.7 dargestellt. Die im Schlifffbild deutlich unterscheidbaren Bereiche „Wärmeeinflußzone“ und „Schmelzzone“ können durch sie nur teilweise wiedergegeben werden. Hier tritt ein Nachteil des Röntgenrasterverfahrens auf. Zu einer festen Probenrichtung tragen innerhalb des Richtungsauflösungsvermögens $\Delta\gamma$ nur solche Körner zur Intensität bei, die in Reflexion liegen. Über alle anderen dabei nicht erfaßten Körner kann hinsichtlich ihrer kristallographischen Orientierung keine Aussage gemacht werden. In Bereichen, in denen die Körner keine ausgeprägte Vorzugsrichtungen aufweisen oder in denen der fein kollimierte Strahl bei grobkörniger Struktur nur wenige Kristallite erfaßt, müßten Texturverteilungsbilder für jede einzelne auftretende Kornorientierung durchgeführt werden. Das ist allerdings nicht praktikabel. Für hochverformte Materialien mit kontinuierlich verlaufenden Orientierungsänderungen ist das Röntgenrasterverfahren zur Aufnahme der Texturverteilungen besser geeignet.

K2 ($\alpha = 40^\circ, \beta = 54^\circ$)



K6 ($\alpha = 45^\circ, \beta = 234^\circ$)



K10 ($\alpha = 55^\circ, \beta = 299^\circ$)

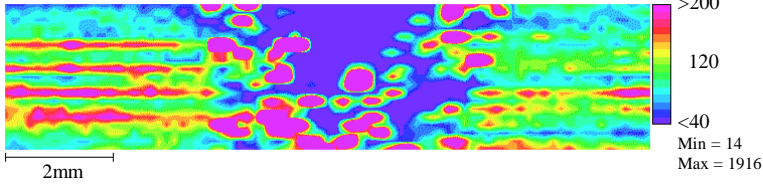
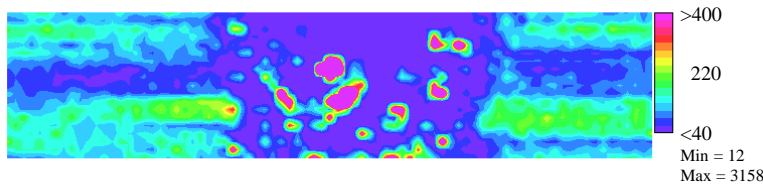
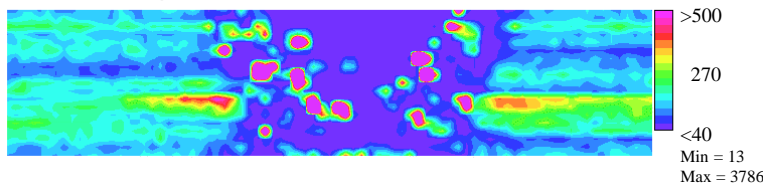


Abbildung 6.5.6
(222)-Texturverteilungsbilder
für Probenrichtungen K2, K6,
K7, K10.

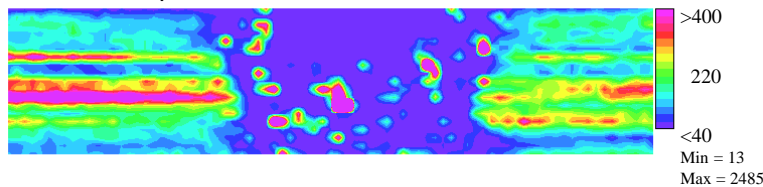
K3 ($\alpha = 20^\circ, \beta = 58^\circ$)



K4 ($\alpha = 20^\circ, \beta = 68^\circ$)



K5 ($\alpha = 10^\circ, \beta = 61^\circ$)



K7 ($\alpha = 50^\circ, \beta = 263^\circ$)

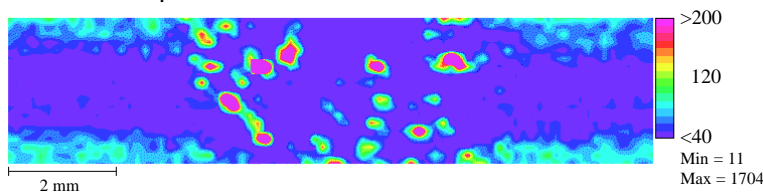


Abbildung 6.5.7
(222)-Texturverteilungsbilder
für Probenrichtungen K3, K4,
K5, K7.

6.6 Reibschweißnaht in Aluminium

Im vorigen Abschnitt wurden Texturinhomogenitäten untersucht, die in der Umgebung einer Elektronenstrahl-Schweißnaht auftreten. Daran anschließen soll sich nun die Analyse der lokalen Textur an einer durch Reibschweißen hergestellten Verbindung. Das Reibschweißen ist eine bewährte, innovative und kosteneffektive Methode, welche insbesondere in der Flugzeug- und Autoindustrie eine gewisse Verbreitung findet. Die Anforderungen an die Zuverlässigkeit solcher Schweißverbindungen sind gerade in diesen Bereichen sehr hoch, so daß der Untersuchung von lokalen Materialeigenschaften besondere Bedeutung zukommen kann. So haben Schadensfälle durch Bruch, Riß oder Korrosion meist lokale Ursachen.

Bei der Probe handelt es sich um einen Garnrollenkörper aus der Textilindustrie. Er besteht aus zwei Hohlzylindern aus heißgeschmiedetem Aluminium 6061 (1.0% Mg, 0.6% Si, 0.3% Cu), die durch einen Reibschweißprozeß miteinander verschweißt wurden [29, 30]. Während des Schweißprozesses werden die beiden mit 1340 Umdrehungen pro Minute gegenläufig rotierenden Zylinder unter einem Druck von 2 kp/mm^2 gegeneinander gepreßt (Abb. 6.6.1). Durch die dabei entstehende Reibungswärme wird das Material lokal aufgeschmolzen und beim Erstarren werden die beiden Teile miteinander verbunden.

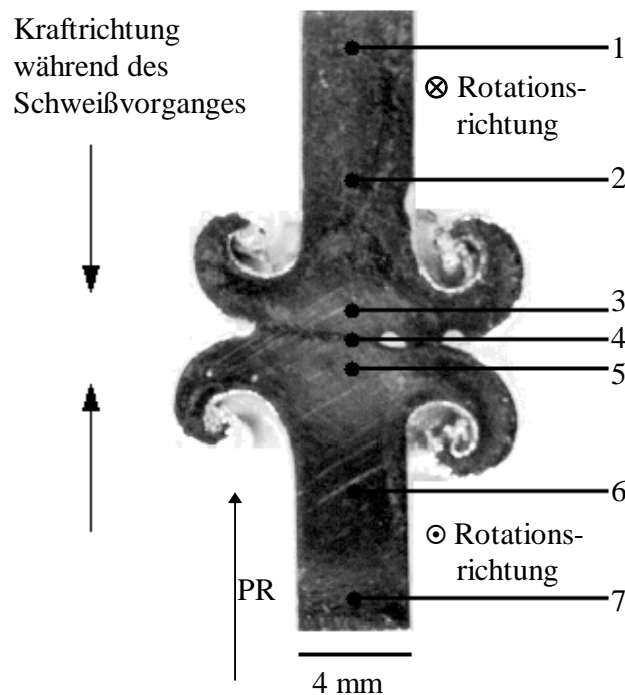


Abbildung 6.6.1

Durch Reibschweißen hergestellte Verbindung zwischen zwei Hohlzylindern aus Aluminium (Querschnitt durch die Mantelfläche). Die Pfeile markieren die Positionen für ortsaufgelöste Polfigurmessungen. Die Reibschweißnaht verläuft am Punkt 4; PR = Probenreferenzrichtung.

Um die Textur in den verschiedenen Probenbereichen zu bestimmen, wurden ortsaufgelöste Polfiguren an insgesamt sieben Positionen entlang der Probenlängsachse aufgenommen. Der Strahldurchmesser auf der nicht geneigten Probenoberfläche beträgt dabei etwa 1 mm. Die Position 4 liegt genau im Zentrum der Schweißnaht, 3 und 5 in jeweils 1 mm Abstand und die Positionen 1, 2, 6 und 7 in der Matrix der beiden Teilzylinder. Ein Vergleich der gemessenen Polfiguren zeigt, daß sich die Textur in der Matrix (1, 2, 6, 7) erheblich von der im Gebiet der Naht unterscheidet.

Die Texturverteilungen wurden zu den Probenrichtungen K1 bis K5 aufgenommen, unter denen in den Polfiguren Maxima auftreten (Abb. 6.6.2). Das rechteckige Meßraster besteht aus 8177 Punkten. Die Schrittweite beträgt 100 μm . Sie ist der Sondengröße des verwendeten Kollimators mit einem Blendendurchmesser von 50 μm angepaßt. Bei den Rastermessungen konnten stets die Verteilungen verschiedener (hkl)-Poldichten simultan aufgenommen werden. In den Texturverteilungsbildern zu K1, K2 und K3 liegt bei einem Beugungswinkel von $2\vartheta = 37.0^\circ$ der (111)-Reflex auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie und der (200)-Reflex auf der $L\beta$ -Linie. Daneben konnte die (220)-Linie im Bremsspektrum detektiert werden. In den Verteilungsbildern zu K4 und K5 liegt bei $2\vartheta = 62.7^\circ$ der (220)-Reflex auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie und (311) auf der $L\beta$ -Linie.

In allen Texturverteilungsbildern treten erhebliche Inhomogenitäten auf, wobei drei Gebiete klar unterschieden werden können (Abb. 6.6.3 und 6.6.4):

G1 Die Reibschweißnaht mit einer starken Vorzugsrichtung der (111)-Ebene parallel zu K3.

G2 Ein durch den Reibschweißprozeß hochverformtes Gebiet von etwa 4 mm Länge um die Naht.

G3 Ein Gebiet mit der Ausgangstextur, welches durch den Schweißprozeß unbeeinflusst bleibt.

Diese drei Gebiete finden bei der Elektronenstrahl-Schweißnaht (Abschnitt 6.5) ihre Entsprechung in der Schmelzzone, Wärmeeinflußzone und Matrix. In den rekristallisierten Bereichen um die Schweißnaht konnten dort aber keine signifikanten Vorzugsorientierungen festgestellt werden, sondern immer nur einzelne Kornorientierungen. Im Gegensatz dazu kommt es im Gebiet der Reibschweißnaht und der verformten Zone zur Ausbildung starker Vorzugsorientierungen.

In den Texturverteilungsbildern fällt insbesondere in dem gepunktet erscheinenden Gebiet G3 eine Verzerrung der Punkte auf. Sie hat ihre Ursache in der anisotropen Ortsauflösung durch die elliptische Form des unter dem Winkel ϑ auf die gekippte Probenoberfläche einfallenden Primärstrahles. Eine Korrektur dieses in Abschnitt 5.4 besprochenen astigmatismusähnlichen Abbildungsfehlers ist exemplarisch an drei Texturverteilungsbildern durchgeführt worden, bei denen durch den relativ kleinen Probenwinkel $\vartheta = 18.5^\circ$ eine besonders starke Verzerrung zu verzeichnen ist. Dazu wurden neun benachbarte Probenrasterpunkte zu einem neuen Bildpunkt zusammengefaßt und zur Darstellung verwendet. Die korrigierten Verteilungsbilder erscheinen nun für den Betrachter „entzerrt“. Obwohl bei dieser Methode die effektive Ortsauflösung erheblich verringert wurde, sind auch hier die drei Gebiete G1, G2 und G3 deutlich zu erkennen.

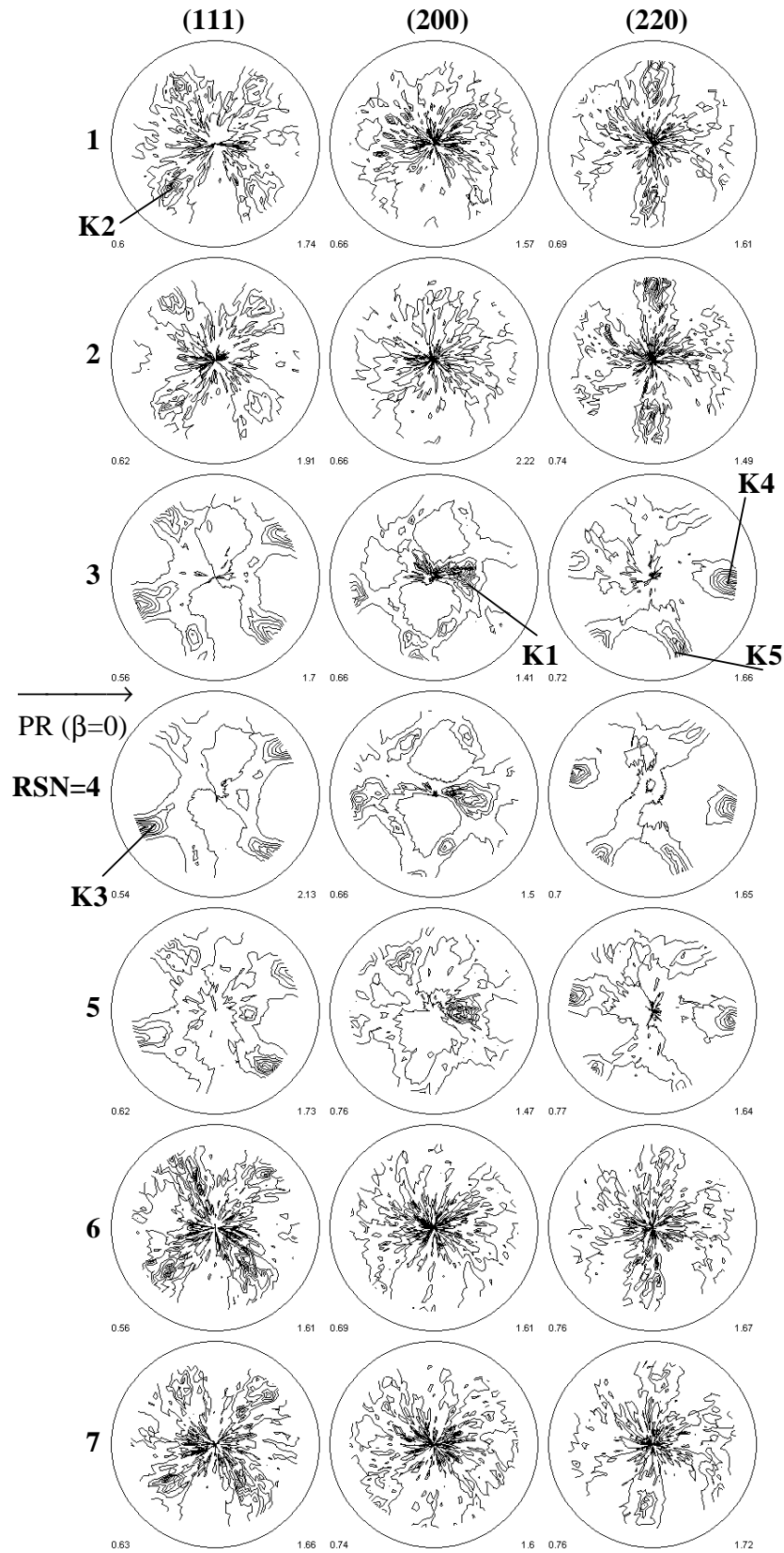
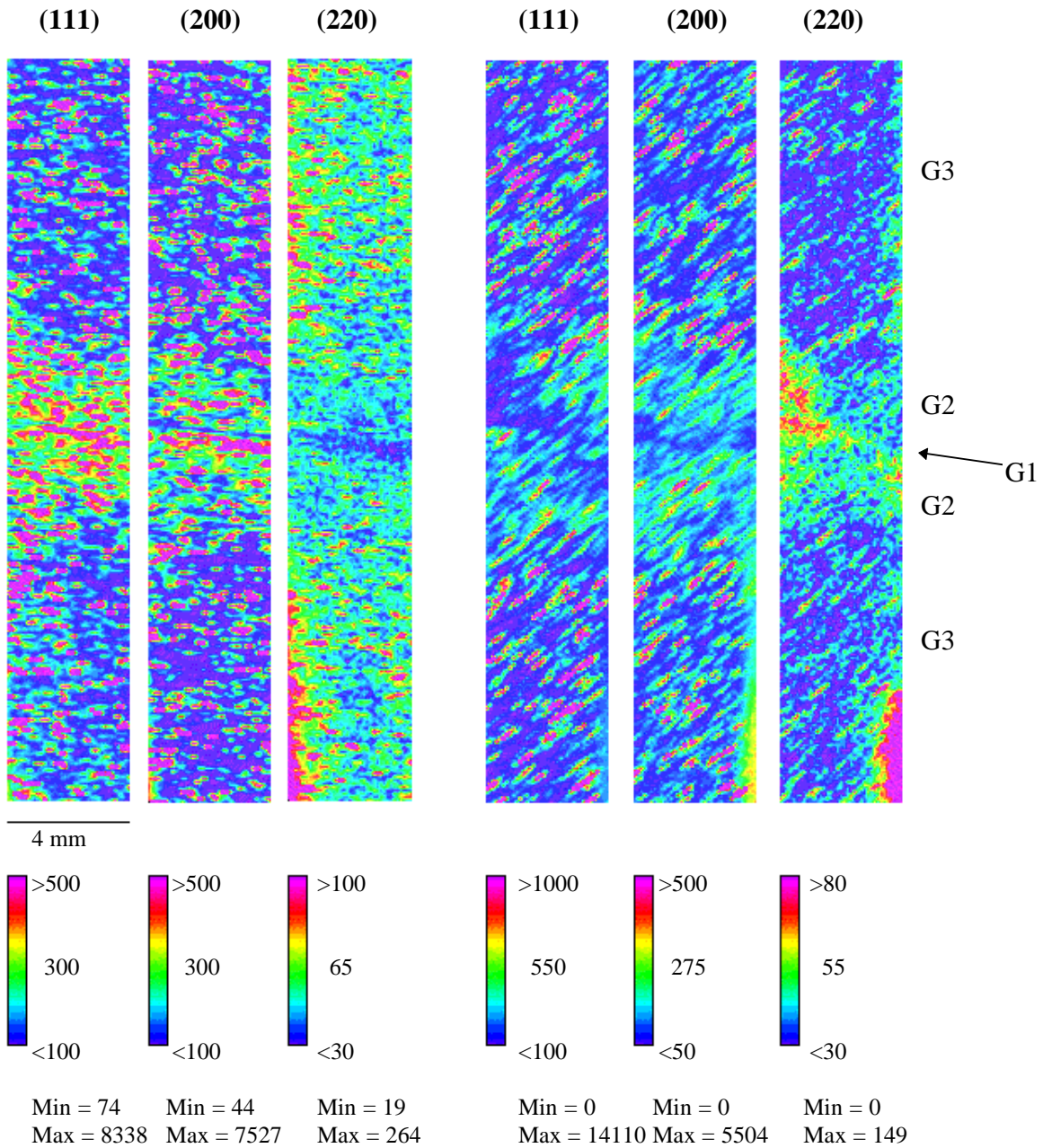


Abbildung 6.6.2
 Ortsaufgelöste Polfiguren.
 Numerierung entsprechend
 Abb. 6.6.1. K1 bis K5 sind
 Richtungen signifikanter
 Poldichtemaxima und
 werden für die Textur-
 verteilungen verwendet.

K1 (25, 355)**K2 (55, 225)****Aluminium RSN****Abbildung 6.6.3**

Simultan aufgenommene Texturverteilungsbilder in der Umgebung der Reibschweißnaht (Pfeil) zu Polfigurpunkten $K(\alpha, \beta)$. 8177 Punkte, 100 μm Schrittweite, 8 sec/Punkt, $2\vartheta = 37.0^\circ$. (111)-Beugungsreflex \approx auf Wolfram $L\alpha$, (200) \approx auf Wolfram $L\beta$, (220) im Bremsspektrum.

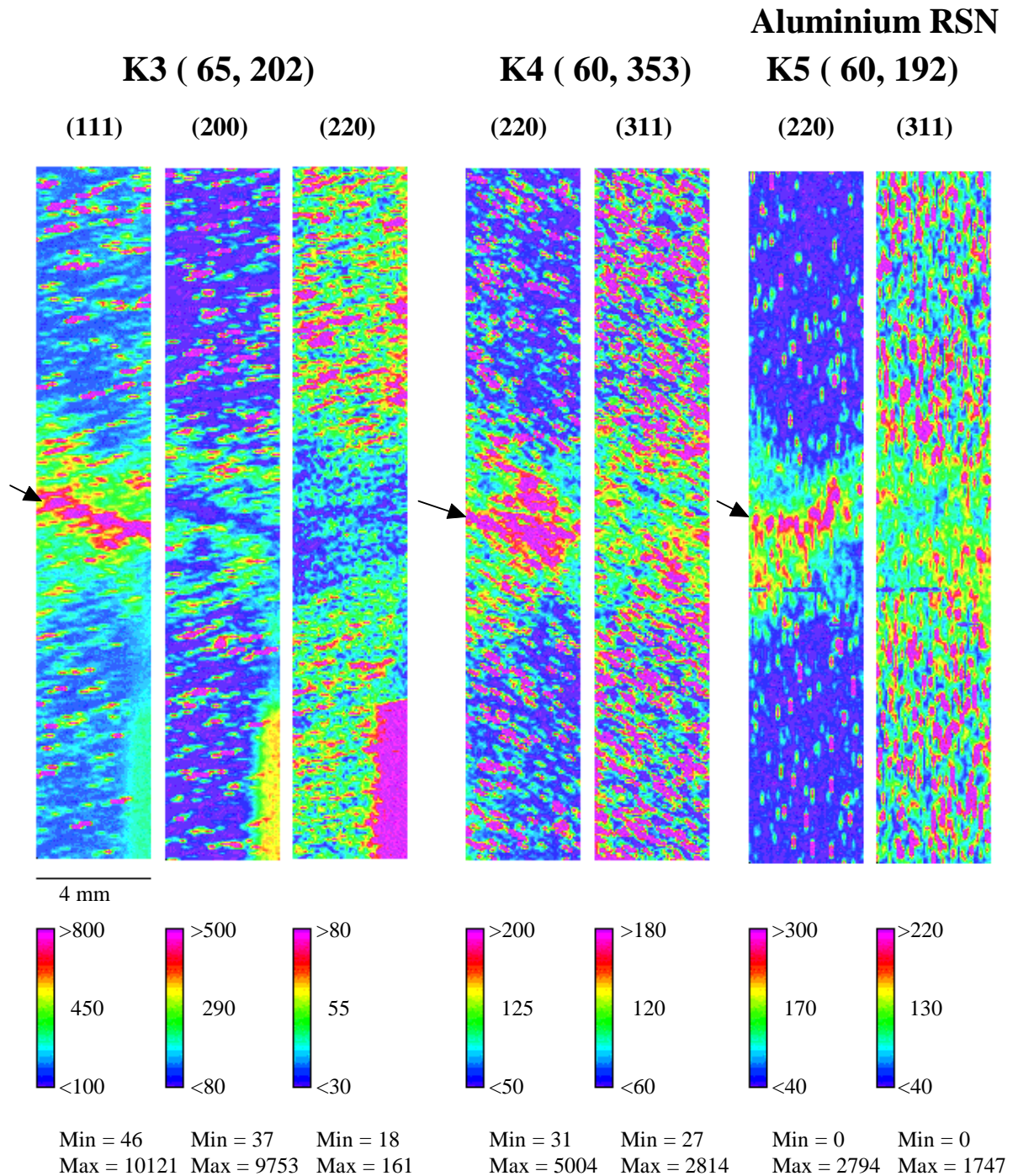


Abbildung 6.6.4

Simultan aufgenommene Texturverteilungsbilder in der Umgebung der Reibschweißnaht (Pfeil) zu Polfigurpunkten $K(\alpha, \beta)$. 8177 Punkte, 100 μm Schrittweite, 8 sec/Punkt.

Map K3: $2\vartheta = 37.0^\circ$, (111) \approx auf Wolfram $L\alpha$, (200) \approx auf Wolfram $L\beta$, (220) im Bremsspektrum
 Maps K4 und K5: $2\vartheta = 62.7^\circ$, (220) \approx auf Wolfram $L\alpha$ und (311) \approx auf Wolfram $L\beta$.

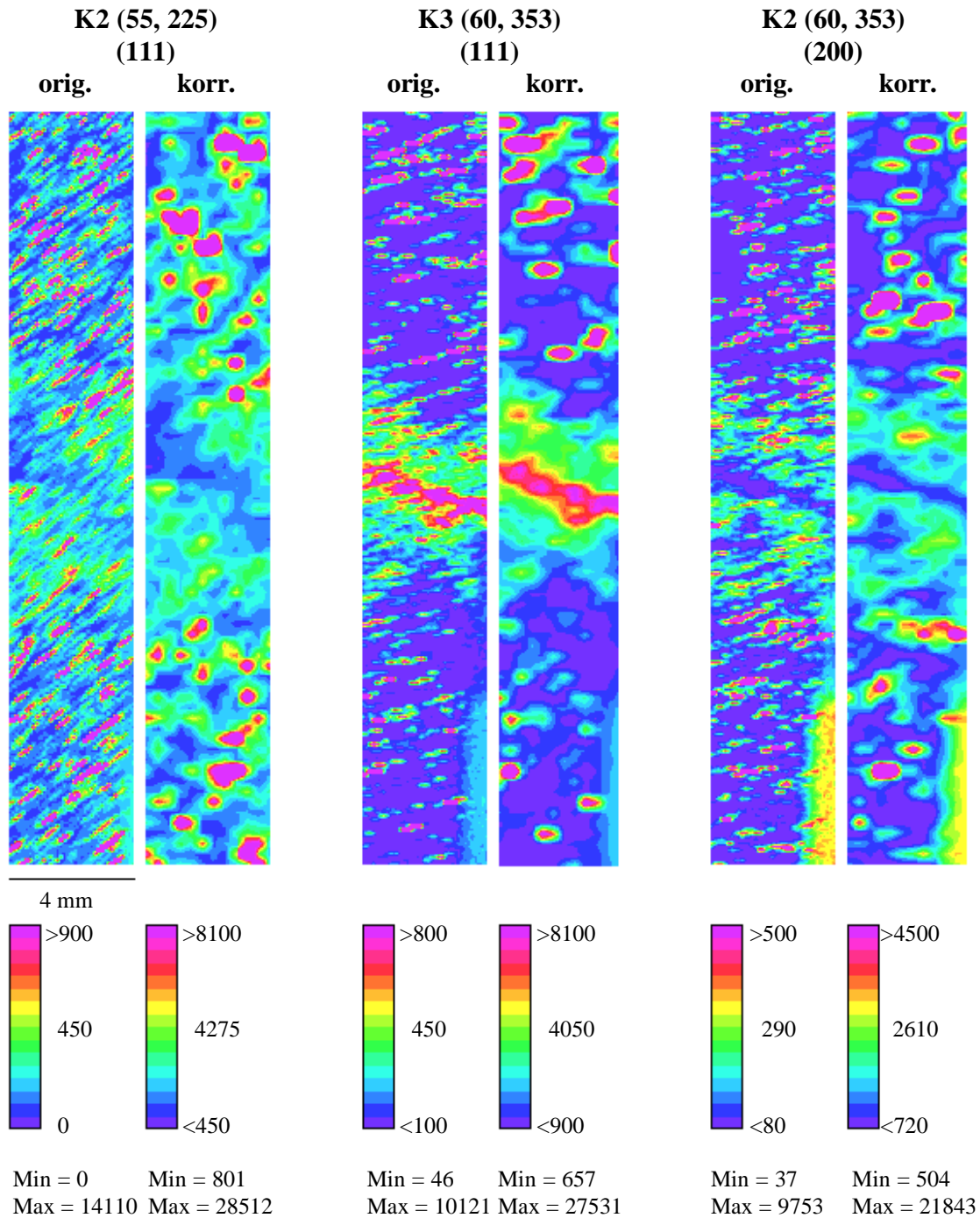


Abbildung 6.6.5

Korrektur des anisotropen Ortsauflösungsvermögens durch das Zusammenfassen von neun benachbarten Rasterpunkten zu einem Bildpunkt.

6.7 Aluminium-Niet

An einem manganlegierten Aluminium-Niet aus der Serienproduktion wurden Untersuchungen der lokalen Textur durchgeführt. Die Probe hat eine Gesamtlänge von 20 mm. Der Durchmesser des Schaftes bzw. Kopfes beträgt 3.7 bzw. 7.0 mm (Abb. 6.7.1). Der Nietkopf wird durch Aufstauchen auf den kaltgezogenen Draht hergestellt. Die infolge der plastischen Verformung hervorgerufenen Änderungen der lokalen Textur sollen im folgenden untersucht werden. Daneben ist es mit dem Röntgen-Rasterverfahren erstmals gelungen, die Verteilung lokaler Gitterdehnungen energiedispersiv zu messen und graphisch darzustellen.

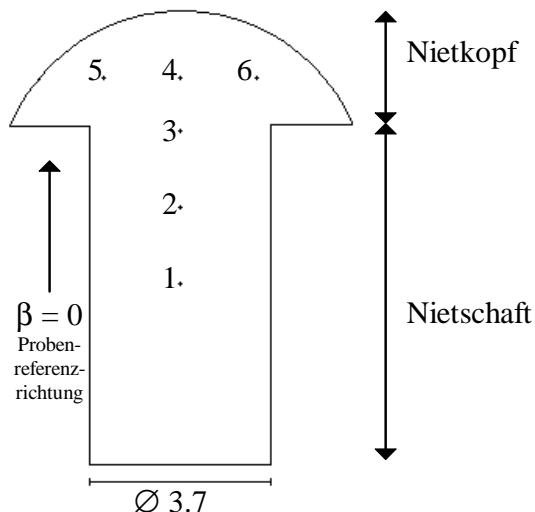
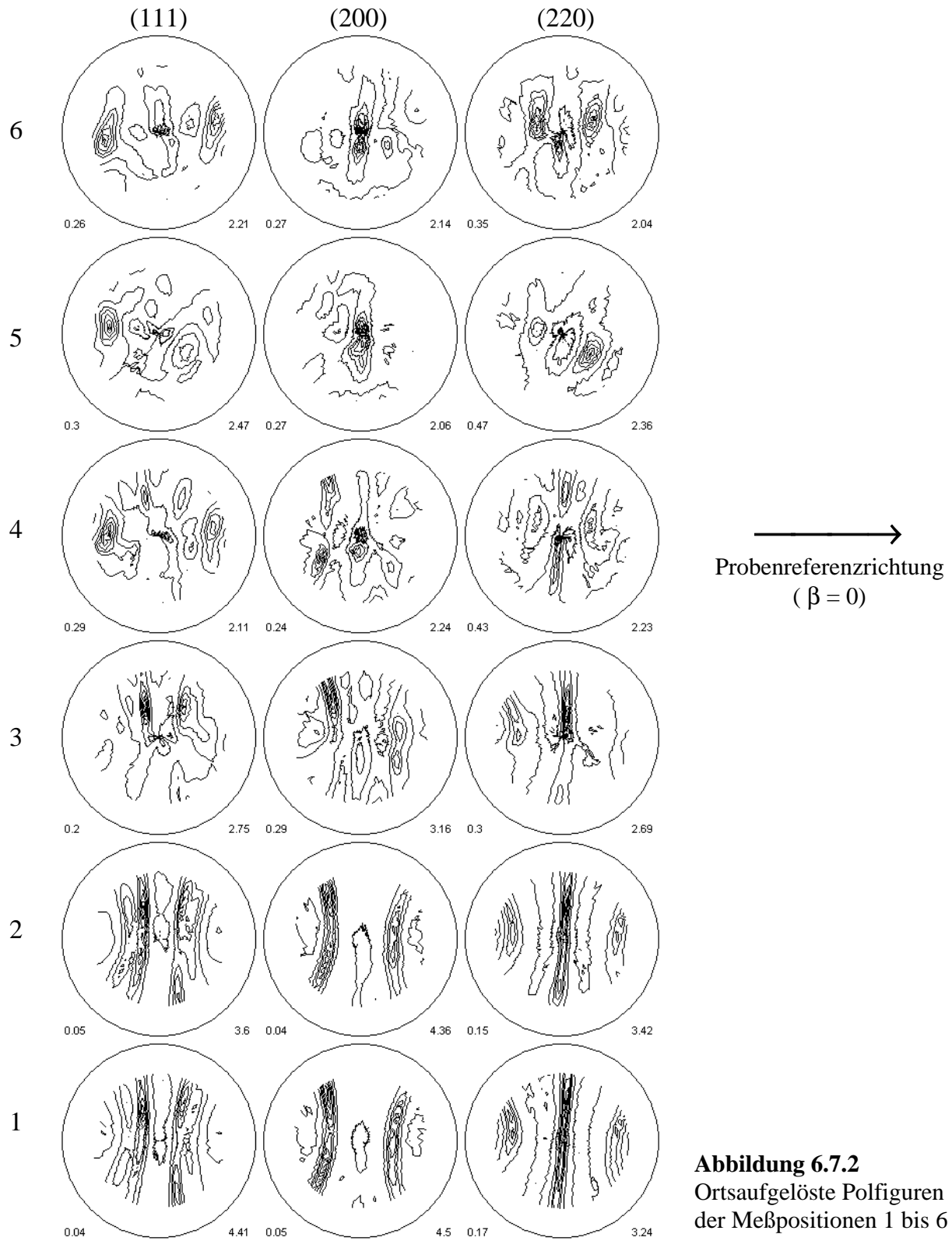
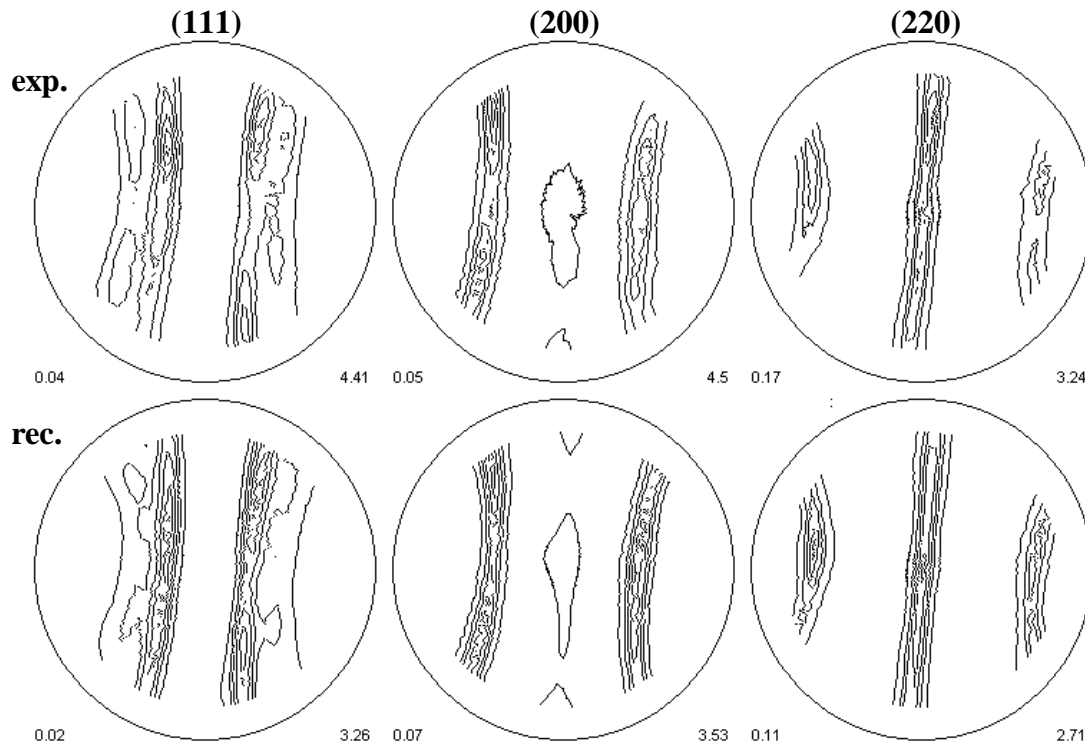


Abbildung 6.7.1
Probengeometrie und Positionen für ortsaufgelöste Polfigurmessungen.

Polfigurmessungen und Texturverteilungen

Vor der Aufnahme der Texturverteilungen wurden in verschiedenen Bereichen der Probe ortsaufgelöste Polfiguren gemessen. Drei Meßpositionen befinden sich dazu im Schaft und drei im Kopf der Probe. Die Probenreferenzrichtung verläuft parallel zur Längsachse (Abb. 6.7.1). Der Durchmesser des Röntgenstrahls auf der nicht gekippten Oberfläche beträgt etwa 1.5 mm. Die gemessenen Polfiguren sind in Abb. 6.7.2 dargestellt. Es können deutliche Unterschiede in der lokalen Textur zwischen den einzelnen Positionen festgestellt werden. Im Nietschaft sind starke Faseranteile vorhanden. Beim Übergang in den Kopfbereich wird diese Textur erheblich modifiziert. An Position 3 ist bereits eine starke „Störung“ der Fasertextur zu erkennen. Im Kopfbereich kommt es zur Ausbildung einer Verformungstextur.



**Abbildung 6.7.3**

Experimentelle (exp.) und durch Komponenten rückgerechnete (rec.) Polfiguren der Position 1 im Nietschaft.

Faser	Faserkomponenten		Peakkomponenten (PK)				Fon
	$\{\Phi, \varphi_2 \alpha, \beta\}$	I HWB	Bez.	$\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	I HWB	I	
$\langle 111 \rangle$	{54.6, 44.9 89.3, 175.0}	40.6 9.4	PK1	{98.1, 37.0, 295.1}	10.5 36.1	7.1	
$\langle 100 \rangle$	{89.7, 0.0 91.3, 356.6}	24.9 18.7	PK2	{33.5, 41.5, 358.4}	7.1 29.9		
			PK3	{236.0, 13.8, 301.6}	4.2 21.5		
			PK4	{299.8, 23.0, 299.9}	3.5 21.7		
			PK5	{327.0, 41.2, 356.5}	2.1 17.2		

Tabelle 6.7.1

Durch Modellkomponenten approximierte Textur der Position 1 im Nietschaft; Intensität I in [Vol%]; Halbwertsbreite HWB in [°]; alle Winkelangaben in [°]

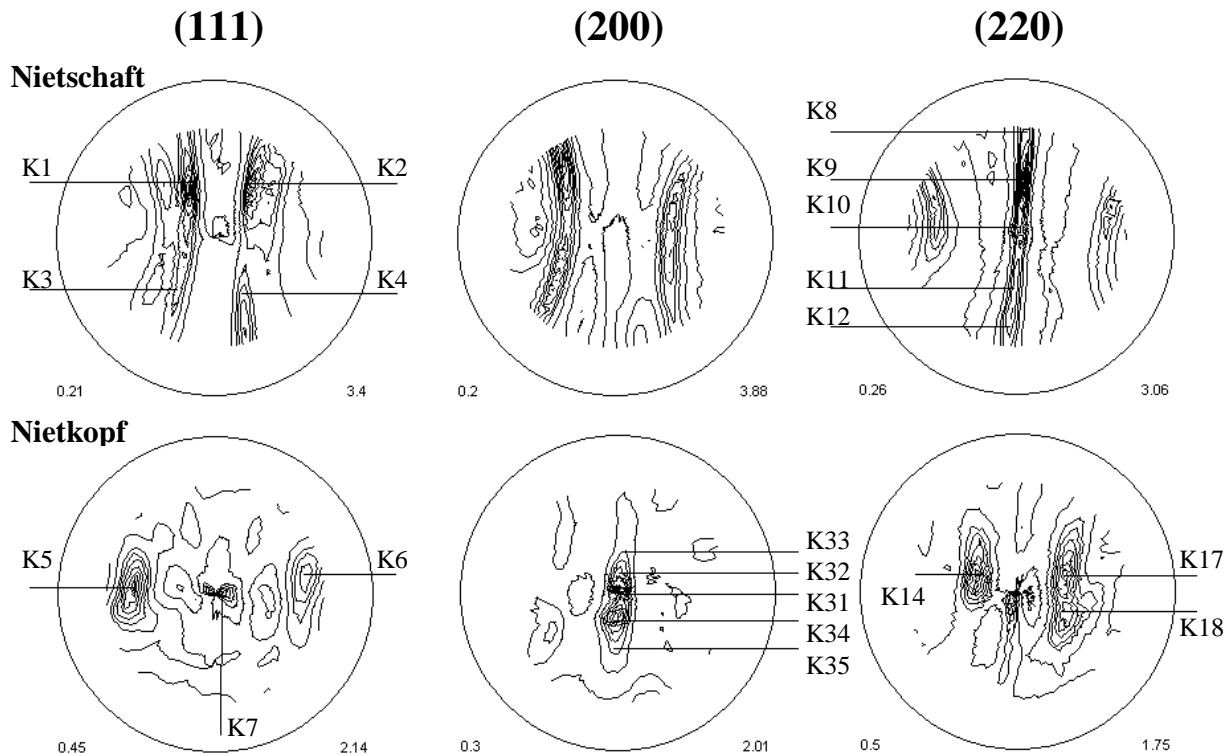


Abbildung 6.7.4

Zur Aufnahme der Texturverteilungen verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$, dargestellt in aufsummierten Polfiguren des Nietschaftes (Pos. 1+2+3) bzw. Nietkopfes (Pos. 4+5+6).

Für die Position 1 im Nietschaft wurde die Textur durch Modellkomponenten approximiert [7]. Die Ergebnisse des Komponentenfits sind in Tabelle 6.7.1 zusammengefasst. Die aus den Komponenten rückgerechneten Polfiguren zeigen eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen (Abb. 6.7.3). Mit Volumenanteilen von 41% bzw. 26% sind die $\langle 111 \rangle$ - bzw. $\langle 100 \rangle$ -Fasern die dominierenden Texturkomponenten. Ihre Faserachsen verlaufen im Probensystem annähernd parallel zur Drahtachse. Das Auftreten einer solchen $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfaser ist eine typische Erscheinung beim Drahtziehen kubisch-flächenzentrierter Materialien unterhalb ihrer Rekristallisationstemperatur [31 bis 35]. Während in reinem Aluminium beide Fasertypen etwa gleich stark auftreten, ist bei Legierungen meist eine Dominanz der $\langle 111 \rangle$ -Faser festzustellen [36]. Neben der Doppelfaser lieferte der Komponentenfit fünf Peakkomponenten mit relativ großen Halbwertsbreiten. Sie haben zusammen einen Volumenanteil von 27%. Das Auftreten von Peakkomponenten im Schaftbereich ist in der Hauptsache auf Scherkräfte zurückzuführen, die während des Drahtziehprozesses an der Oberfläche des Materials wirken. Auf die Problematik lokaler Texturen axialsymmetrisch verformter Materialien wird noch ausführlich am Beispiel einer drahtgezogenen Kupfer-Eisen-Probe im Abschnitt 6.9 eingegangen.

Zur Aufnahme der Texturverteilungen wurde ein Probenraster definiert, welches aus 2399 Punkten besteht und die Form der Probe berücksichtigt. Die Schrittweite von 120 μm ist der Sondengröße des Strahls bei primärseitiger Verwendung eines $\varnothing 100 \mu\text{m}$ Lochblendenkollimators angepaßt. Die

Meßzeit pro Rasterpunkt beträgt 10 Sekunden. Primärseitig wird mit ungefilterter Wolframstrahlung gearbeitet. Aufgrund ausreichend hoher Intensität können simultan zu den Beugungspeaks auf den charakteristischen Linien auch solche im Bremsspektrum analysiert werden. Die für die Texturverteilungen verwendeten Polfigurpunkte sind in Abb. 6.7.4 in den Summenpolfiguren des Nietschaftes und des Nietkopfes dargestellt.

In der ersten Reihe von Rastermessungen wurde die Verteilung der (111)-Poldichten für die Probenrichtungen K1 bis K4 aufgenommen, die in der (111)-Polfigur zu Polen der $\langle 111 \rangle$ -Faser gehören. Bei einer Detektorposition von $2\vartheta = 79.0^\circ$ liegt der (111)-Peak in zweiter Beugungsordnung auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie. In allen (222)-Maps zeigen sich inhomogene Intensitätsverteilungen (Abb. 6.7.5). Ein relativ scharfer Übergang vom Schaft- in den Kopfbereich ist festzustellen. Im Nietkopf erkennt man eine schmetterlingsförmige Zone niedriger Intensität. Dort haben infolge der Verformung beim Stauchen des Drahtes die Kristallite die Vorzugsorientierungen der $\langle 111 \rangle$ -Faser verloren. Im zentralen oberen Kopfbereich existiert weiterhin ein linsenförmiges Gebiet mit erhöhten Poldichten. In diesem Probenbereich konnten die Vorzugsrichtungen der (111)-Pole erhalten bleiben, da hier bei der Verformung vorwiegend Kraftkomponenten parallel zur Längsachse auftreten. Innerhalb des Nietschaftes zeigt sich eine inhomogene und asymmetrische Verteilung. Für K1 und K4 ergeben sich geringe Poldichten auf der linken Seite und hohe im Zentrum. Bei K2 ist ein nach rechts abfallender Intensitätsgradient festzustellen und für K3 ein Bereich hoher Intensität in der Mitte des Nietschaftes. Bildet man die Summe der einzelnen Texturverteilungsbilder, so ergibt sich eine annähernd symmetrische Verteilung mit besonders hohen Intensitäten in der Mitte. Daraus läßt sich schließen, daß die $\langle 111 \rangle$ -Faser besonders stark im zentralen Bereich des Nietschaftes lokalisiert ist.

Die nächste Reihe von Texturverteilungsbildern wurde zu den Polfigurpunkten K31 bis K35 aufgenommen (Abb. 6.7.6), unter denen die Pole der $\langle 100 \rangle$ -Faser bzw. der Verformungstextur in der (100)-Polfigur auftreten. Der Detektor wurde auf eine Position von $2\vartheta = 43.0^\circ$ eingestellt. Bei diesem Winkel liegt der (200)-Peak auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie. Daneben konnten im Bremsspektrum auch die (220)- und (311)-Beugungslinien detektiert werden. Die in Abb. 6.7.6 dargestellten Maps zeigen wiederum starke Inhomogenitäten der Poldichteverteilung mit einem ausgeprägten Unterschied zwischen Schaft- und Kopfbereich der Probe. Im Nietschaft erkennt man eine parallel zur Probenlängsachse verlaufende lamellenartige Struktur, welche im zentralen Bereich niedrige Intensitäten aufweist. Anders als die $\langle 111 \rangle$ -Faser ist die $\langle 100 \rangle$ -Faser weniger stark im Zentrum konzentriert. Im Unterschied zu den Texturverteilungen von Polen der $\langle 111 \rangle$ -Faser zu K1 bis K4 zeigen sich in den (200)-Verteilungen nun auch hohe Intensitäten im Kopfbereich. Da die simultan aufgenommenen (220)-Verteilungen an diesen Stellen nur sehr niedrige Poldichten aufweisen, kann es sich hier aber nicht um Orientierungen der Faserkomponenten handeln. In den Verteilungsbildern der (311)-Poldichten tritt gegenüber den (220)-Poldichten eine annähernd komplementäre Intensitätsverteilung auf.

Weitere Texturverteilungsbilder wurden zu den Probenrichtungen K8 bis K12 aufgenommen (Abb. 6.7.7), in denen sich die Pole der $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Fasern in der (220)-Polfigur überlagern. Bei einer Detektorposition von $2\vartheta = 62.4^\circ$ liegt der (220)-Peak auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie und (311) im Bremsspektrum. Da sich die Probenrichtungen K9 bis K11 nur wenig von K31 bis K35 unterscheiden, ergeben sich ähnliche Verteilungen wie in Abb. 6.7.6. Bemerkenswert ist in den Verteilungsbildern des (220)-Reflexes zu K11 und K12 das Auftreten von nunmehr drei verschiedenen Zonen innerhalb des Nietkopfes (Pfeile in Abb.6.7.7).

Zur Vervollständigung der Rastermessungen wurden im letzten Schritt die Texturverteilungen zu den Polfigurpunkten K5 bis K7 bzw. K14/17/18 aufgenommen, unter denen in der (111)- bzw.

(220)-Polfigur signifikante Poldichtemaxima der Verformungstextur auftreten. Bei Beugungswinkeln von $2\vartheta = 79.0^\circ$ bzw. $2\vartheta = 62.4^\circ$ liegen die (222)- bzw. (220)-Peaks auf der Wolfram $L\alpha$ -Linie. In den Verteilungsbildern ergeben sich hohe Poldichten ausschließlich in der schmetterlingsförmigen Zone des Nietkopfes. Dabei handelt es sich also um Vorzugsrichtungen der (111)- bzw. (110)-Pole, welche infolge der Verformung des Nietkopfes ausgebildet werden. Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß im Aluminium-Niet mehrere Arten von Texturinhomogenitäten nachgewiesen werden konnten. Im Schaft liegt eine durch den Drahtziehprozeß bedingte $\langle 111 \rangle$ - $\langle 100 \rangle$ -Doppelfaser vor. Die $\langle 111 \rangle$ -Faser tritt dabei verstärkt im zentralen Bereich auf. In allen Texturverteilungen läßt sich ein scharfer Übergang vom Schaft- in den Kopfbereich des Niets beobachten. Durch das Aufstauchen des Nietkopfes auf den Aluminiumdraht bildet sich in den verformten Probenbereichen eine Verformungstextur aus. Im Kopfbereich lassen sich bis zu drei verschiedene Gebiete unterscheiden. Hierbei fällt besonders eine schmetterlingsförmige Zone auf, in der die Vorzugsorientierungen der Verformungstextur zu finden sind.

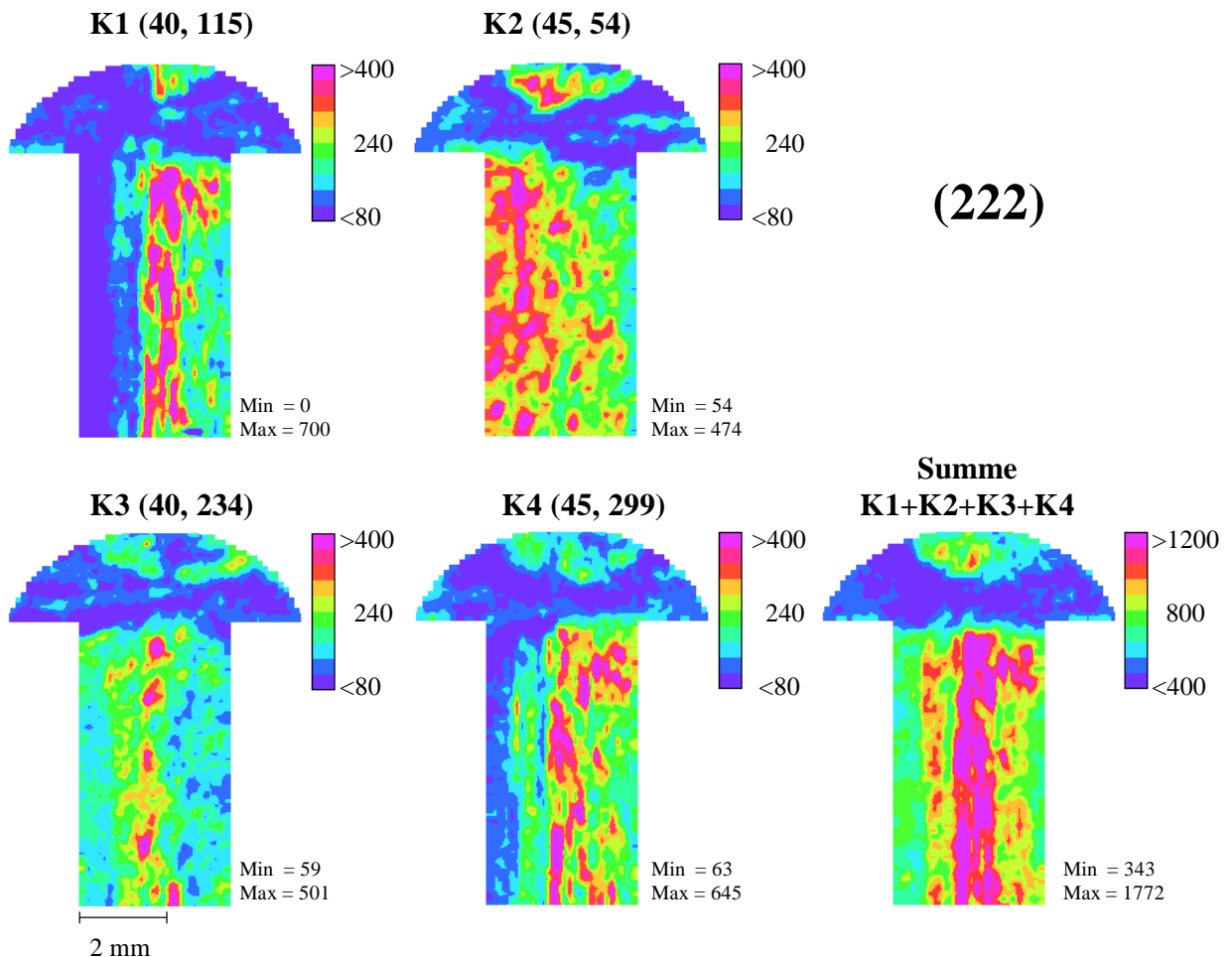
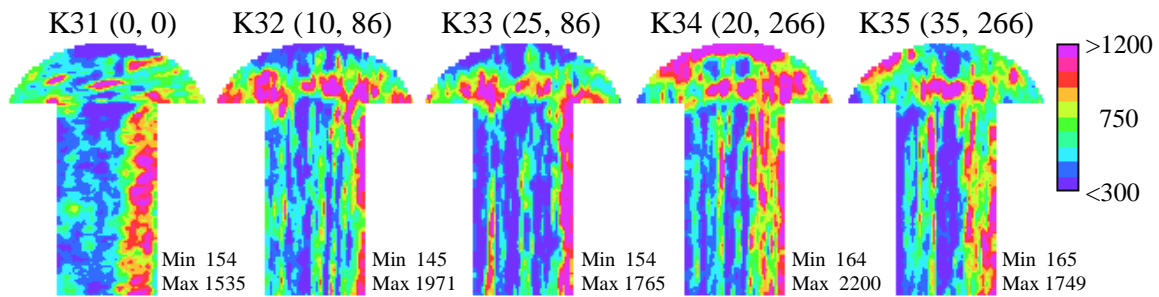
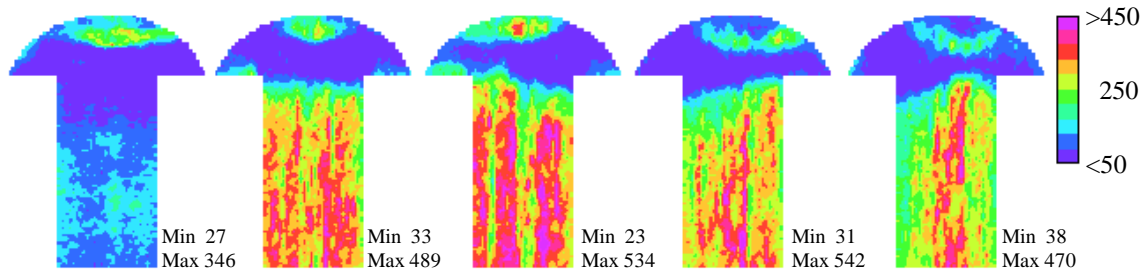
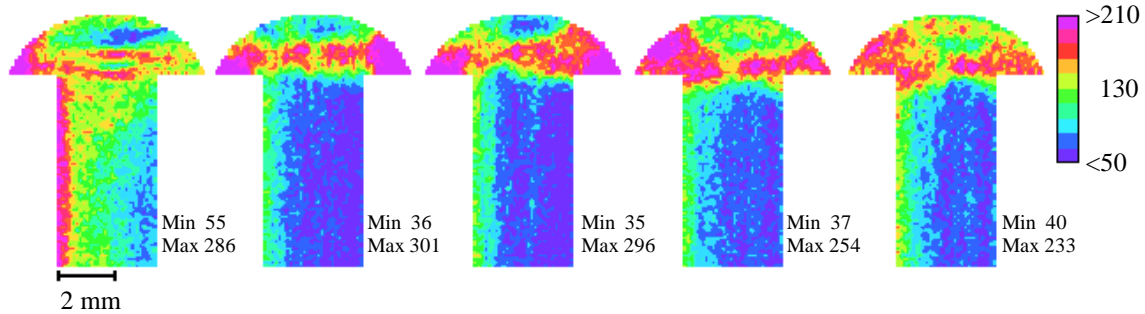


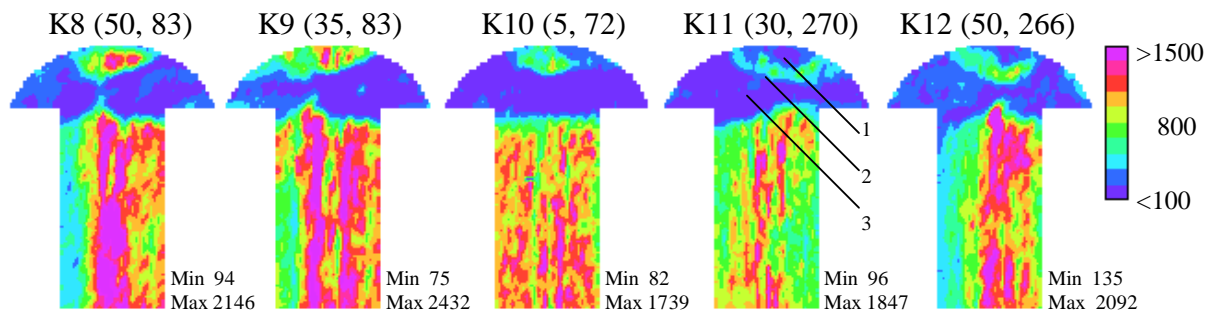
Abbildung 6.7.5

(222)-Texturverteilungsbilder zu Polen der $\langle 111 \rangle$ -Faser. 2399 Punkte, Schrittweite $120 \mu\text{m}$, 10 s/Punkt , $2\vartheta = 79.0^\circ$, (222)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$.

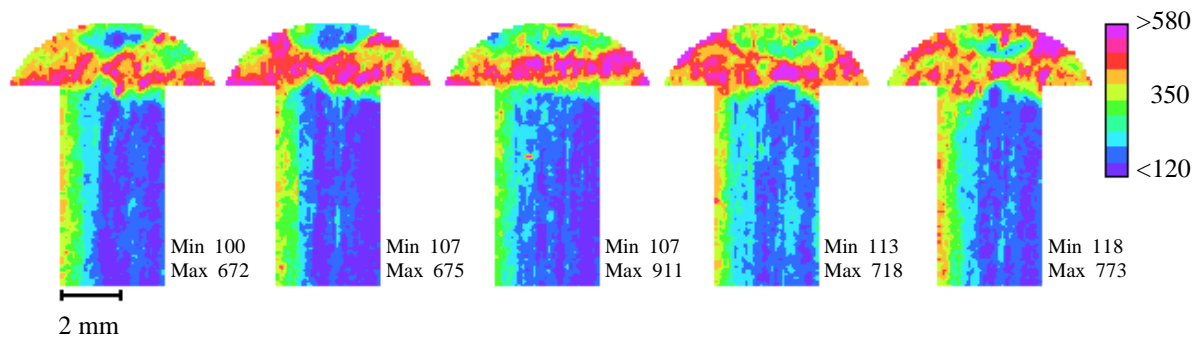
(200)**(220)****(311)****Abbildung 6.7.6**

Simultan gemessene Texturverteilungsbilder zu den Probenrichtungen K31 bis K35; 2399 Punkte, Schrittweite 120 μm , 10 s/Punkt, $2\vartheta = 43.0^\circ$, (200)-Reflex auf Wolfram $\text{L}\alpha$, (220) und (311) im Bremsspektrum.

(220)



(311)

**Abbildung 6.7.7**

Simultan gemessene Texturverteilungsbilder zu den Probenrichtungen K8 bis K12. 2399 Punkte, Schrittweite 120 μm , 10 s/Punkt, $2\vartheta = 62.4^\circ$, (220)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$, (311) im Bremsspektrum.

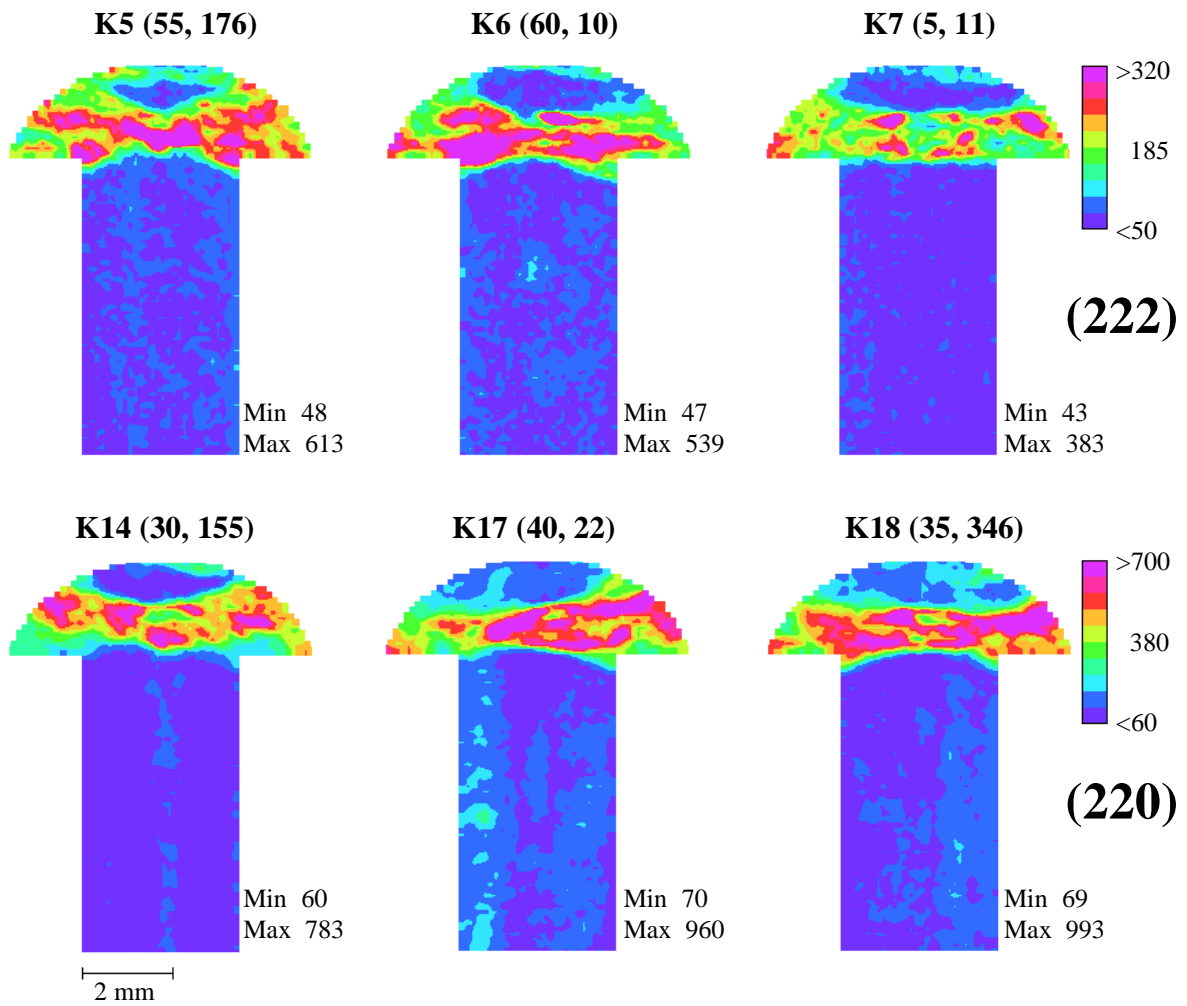


Abbildung 6.7.8

(222)- bzw. (220)-Texturverteilungen zu Poldichtemaxima $K(\alpha, \beta)$ der Verformungstextur. 2399 Punkte, Schrittweite 120 μm , 10 s/Punkt. Oben: $2\vartheta = 79.0^\circ$, (222)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$. Unten: $2\vartheta = 62.4^\circ$, (220) auf Wolfram $L\alpha$

Kartographie lokaler Gitterdehnungen

Durch die folgenden Messungen soll gezeigt werden, daß es mit der Röntgen-Rasterapparatur neben der Abbildung bestimmter Kristallrichtungen und Elementkonzentrationen prinzipiell auch möglich ist, die Verteilung lokaler Gitterdehnungen zu bestimmen. Auf die theoretischen Grundlagen zur Kartographie lokaler Gitterdehnungen wurde bereits im Abschnitt 4.3 eingegangen. Danach kommt es durch äußere Kräfte oder Eigenspannungen 1. Art zu einer Verschiebung des Beugungspeaks im Energiespektrum um einen konstanten Betrag bei Messung über das gesamte Probenvolumen. Sind die Eigenspannungen über den Bereich von wenigen Körnern konstant, so spricht man von Eigenspannungen 2. Art. Liegt der Durchmesser der Röntgensonde im Bereich konstanter Eigenspannungen, so führt dies auch in diesem Fall nur zu einer Peakverschiebung. Erfolgt die Beugung jedoch gleichzeitig an Bereichen unterschiedlicher Eigenspannungen, so überlagern sich die gegeneinander verschobenen Beugungspeaks zu einem insgesamt verbreiterten Reflex. Eigenspannungen 3. Art sind über die einzelnen Körner inhomogen und führen zu verbreiterten Reflexen. Nach Gleichung (70) ist für eine feste Aufnahmegeometrie die relative Änderung der Gitterparameter bis auf das Vorzeichen gleich der relativen Verschiebung des (hkl)-Beugungspeaks im Energiespektrum:

$$\frac{\Delta E_{(hkl)}}{E_{(hkl)}^0} = - \frac{\Delta d_{(hkl)}}{d_{(hkl)}^0}$$

mit $\Delta E_{(hkl)} = E_{(hkl)}^0 - E'_{(hkl)}$ und $\Delta d_{(hkl)} = d_{(hkl)}^0 - d'_{(hkl)}$.

Dabei sind $d_{(hkl)}^0$ bzw. $d'_{(hkl)}$ die Netzebenenabstände im unverspannten bzw. verspannten Zustand und $E_{(hkl)}^0$ bzw. $E'_{(hkl)}$ die dazugehörenden Energien. Damit eine Energieverschiebung gemessen werden kann, muß die Beugungslinie im Bremsspektrum liegen. Die Breite des Beugungspeaks ist in diesem Fall (bei nicht zu scharfen Texturen und Fehlen von Eigenspannungen 2. und 3. Art) nach (78) durch die Detektorapertur A_D und die Detektorposition $2\vartheta_0$ vorgegeben:

$$\frac{\Delta E_0^{BS}}{E_0} = 2 \frac{\sin \vartheta_0 \cdot \cos \vartheta_0 \cdot \sin(A_D / 4)}{\sin(\vartheta_0 - A_D / 4) \cdot \sin(\vartheta_0 + A_D / 4)}$$

Um die apparative Verbreiterung so gering wie möglich zu halten, ist bei den Messungen eine kleine Detektorapertur zu wählen. Die Detektorapertur berechnet sich aus der Detektorfensterbreite B_D und dem Abstand zur Probenoberfläche D nach (73b):

$$\tan \frac{A_D}{2} = \frac{B_D}{2D}$$

Da die Intensität mit dem Quadrat des Abstandes abfällt, ist in der Praxis stets ein Kompromiß zwischen ausreichend hoher Intensität auf der einen und niedriger Apertur auf der anderen Seite anzustreben.

Vor der Analyse lokaler Gitterdehnungen wurde die Probenoberfläche des Aluminium-Niets sorgfältig mechanisch geschliffen und anschließend elektrolytisch poliert. Dies ist notwendig, um die Oberflächenschicht zu entfernen, in der während der Probenpräparation möglicherweise Spannungen induziert worden sind.

Die Verteilung der lokalen Gitterdehnung wurde am (110)-Peak in zweiter Beugungsordnung zum Polfigurpunkt K9 aufgenommen. Der Abstand des Detektors zur Probenoberfläche beträgt 11 cm. Bei einer Detektorfensterbreite von 3mm entspricht dies einer Apertur von $A_D = 1.6^\circ$. Der (220)-Peak liegt bei einer Detektorposition von $2\vartheta = 40.2^\circ$ im Mittel bei einer Energie von 12600 eV im Bremsspektrum. Um den (220)-Peak wurde eine ausreichend große ROI definiert. Sie enthält Energien von 11.7 bis 13.6 keV und ist über 95 Kanäle verteilt. Für jede Meßposition des Probenrasters wurde für 2 Minuten ein Energiespektrum aufgenommen und das Teilspektrum der ROI abgespeichert. In der anschließenden Peakprofilanalyse wurden die (220)-Peaks im Least-Square-Verfahren an eine Gaußfunktion angepaßt. Ein konstanter Untergrund, die Amplitude, Peakposition und Peakbreite der Gaußfunktion werden dabei zur Variation freigegeben. Die Poldichte ermittelt sich aus der Fläche unter der Gaußfunktion abzüglich des Untergrundes. Position und Breite des Beugungspeaks ergeben sich direkt aus den Fitparametern. Zwei typische Teilspektren sind in Abb. 6.7.9 dargestellt.

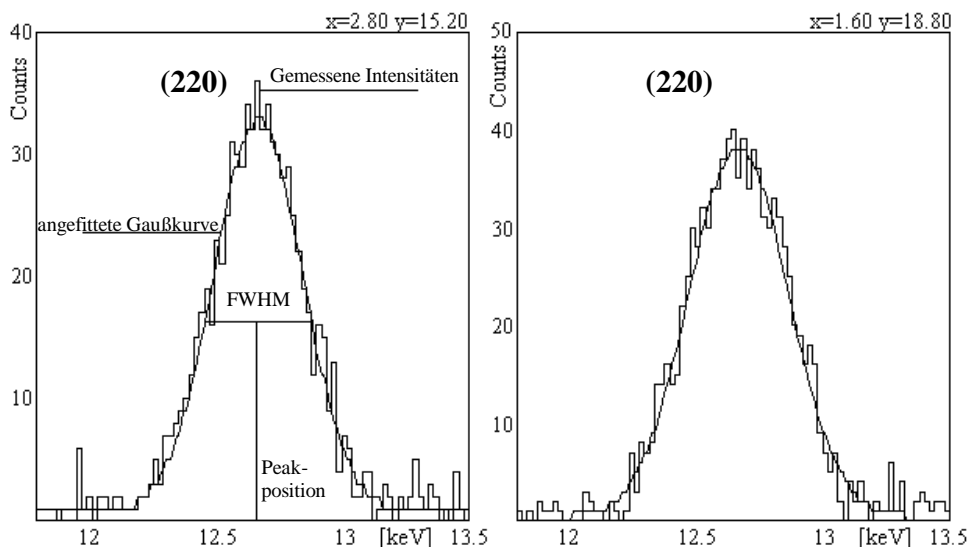


Abbildung 6.7.9

Peakprofilanalyse zur Bestimmung der Lage und Breite des Beugungspeaks. ROI-Teilspektren mit dem (220)-Peak im Bremsspektrum für zwei verschiedene Meßpositionen (x_i, y_i) .

Die im Ergebnis der Peakprofilanalyse erhaltenen Verteilungsbilder der Textur, Energielage und Breite des (220)-Beugungspeaks sind in Abbildung 6.7.10 dargestellt. Im Texturverteilungsbild sind zwei annähernd parallele Linien hoher Poldichte zu erkennen, die im Nietschaft entlang der Drahtachse verlaufen. Innerhalb des Nietskopfes bildet sich eine schmetterlingsförmige Zone geringer und im oberen Bereich eine linsenförmige Zone hoher Intensität aus.

Auch die Verteilung der Peakposition ist durch eine erhebliche Inhomogenität gekennzeichnet. Es zeigt sich aber gegenüber der Texturverteilung ein anderes Bild. Im Nietskopf findet man im

oberen Bereich niedrige Energiewerte. In der schmetterlingsförmigen Zone treten gleichzeitig niedrige und auch sehr hohe Werte auf. Im Nietschaft ergibt sich ein Gradient sowohl entlang der Drahtlängsachse als auch senkrecht dazu. Hohe Energien sind insbesondere im mittleren Gebiet zu finden, welches zwischen den beiden parallelen Linien im Texturverteilungsbild lokalisiert ist. An den Außenbereichen des Nietschaftes treten dagegen geringere Energien auf. Interessant ist in diesem Zusammenhang die Frage, wie sich die lokale Gitterdehnung über den Querschnitt des Nietschaftes ändert. Dazu wurden nach Gleichung (70) die relativen Änderungen der Gitterabstände für einen ausgewählten Probenausschnitt bestimmt. Sie wurden entlang einer Linie konstanter x-Koordinate gewichtet mit ihren Beugungsintensitäten aufsummiert und gemittelt (Abb. 6.7.10). Die Größe $E_0 = 12600$ eV entspricht dabei der Energielage des Beugungspeaks im unverspannten Zustand. Da dieser Wert in der Beziehung (70) nur als relative Größe eingeht, braucht er nicht näher (z.B. an einer spannungsfreien Probe) bestimmt zu werden. Das Diagramm in Abb. 6.7.10 zeigt den Verlauf der relativen Gitterdehnung über den Querschnitt des Nietschaftes. Der maximale Wert liegt bei $8 \cdot 10^{-4}$ und der minimale bei $-6 \cdot 10^{-4}$. Trotz erheblicher Schwankungen ist zu erkennen, daß in den äußeren Bereichen positive Werte dominieren und im zentralen Bereich negative. Daraus läßt sich schließen, daß am Rand des Niets durch die beim Drahtziehen wirkenden Scherkräfte eine Dehnung des Gitters verursacht wird während es in den inneren Bereichen zu einer Kompression kommt. Diese Aussage wird auch von Ergebnissen in [37] unterstützt.

Die gemessenen Breiten der Beugungspeaks variierten in einem Bereich von 400 bis 500 eV. Im Mittel entsprechen sie etwa dem Wert von 480 eV, der sich nach (78) mit $A_D = 1.6^\circ$, $2\vartheta = 40.3^\circ$ und $E_0 = 12600$ eV ergibt. Bis auf das Auftreten sehr hoher und sehr niedriger Werte im Bereich des Nietkopfes sind im Verteilungsbild jedoch keine signifikanten Strukturen zu erkennen. (Abb. 6.7.10). Generell ist hierbei anzumerken, daß sich in Bereichen mit geringer Zählrate die statistischen Schwankungen besonders bemerkbar machen und die Ergebnisse daher mit einem größeren Fehler behaftet sind.

Mit den Messungen am Aluminium-Niet konnte nachgewiesen werden, daß es mit der Methode der energiedispersiven Beugung prinzipiell möglich ist, die Verteilung lokaler Gitterdehnungen in der Röntgen-Rasterapparatur zu bestimmen. Wegen der niedrigen Beugungsintensität ist die örtliche Auflösung auf etwa $100\mu\text{m}$ beschränkt. Mit der Breite eines Energiekanals von 20 eV und der Anpassung des Beugungspeaks an eine Gaußkurve kann die Peaklage mit einer Genauigkeit von etwa 5 eV bestimmt werden. Dadurch können mit den Parametern der obigen Messung Änderungen der relativen Gitterabstände bis $4 \cdot 10^{-4}$ analysiert werden. Eine erhebliche Verbesserung wird möglich durch die Verringerung der Kanalbreite auf 10 eV und den Einsatz neuer Detektoren mit Energieauflösungen von weniger als 120 eV (Mn $K\alpha$).

An dieser Stelle sei noch einmal darauf hingewiesen, daß bei den Rastermessungen immer nur solche Kristallite einen Beitrag zur Poldichte liefern, die bei einer festen Probenrichtung $K(\alpha, \beta)$ die Reflexionsbedingung (41) erfüllen. Alle anderen nicht in Reflexionsstellung liegenden Körner werden nicht erfaßt. Dies stellt eine wesentliche Einschränkung besonders für Goniometersysteme wie in [20] dar, welche das Kippen und Drehen der Probe nicht erlauben. In [20] können bei symmetrischem Strahlengang grundsätzlich nur Gitterdehnungen parallel zur Probennormalen (Polfigurzentrum) gemessen werden, während die in dieser Arbeit entwickelte Apparatur mit Eulerwiege auch die Messung in anderen Probenrichtungen zuläßt.

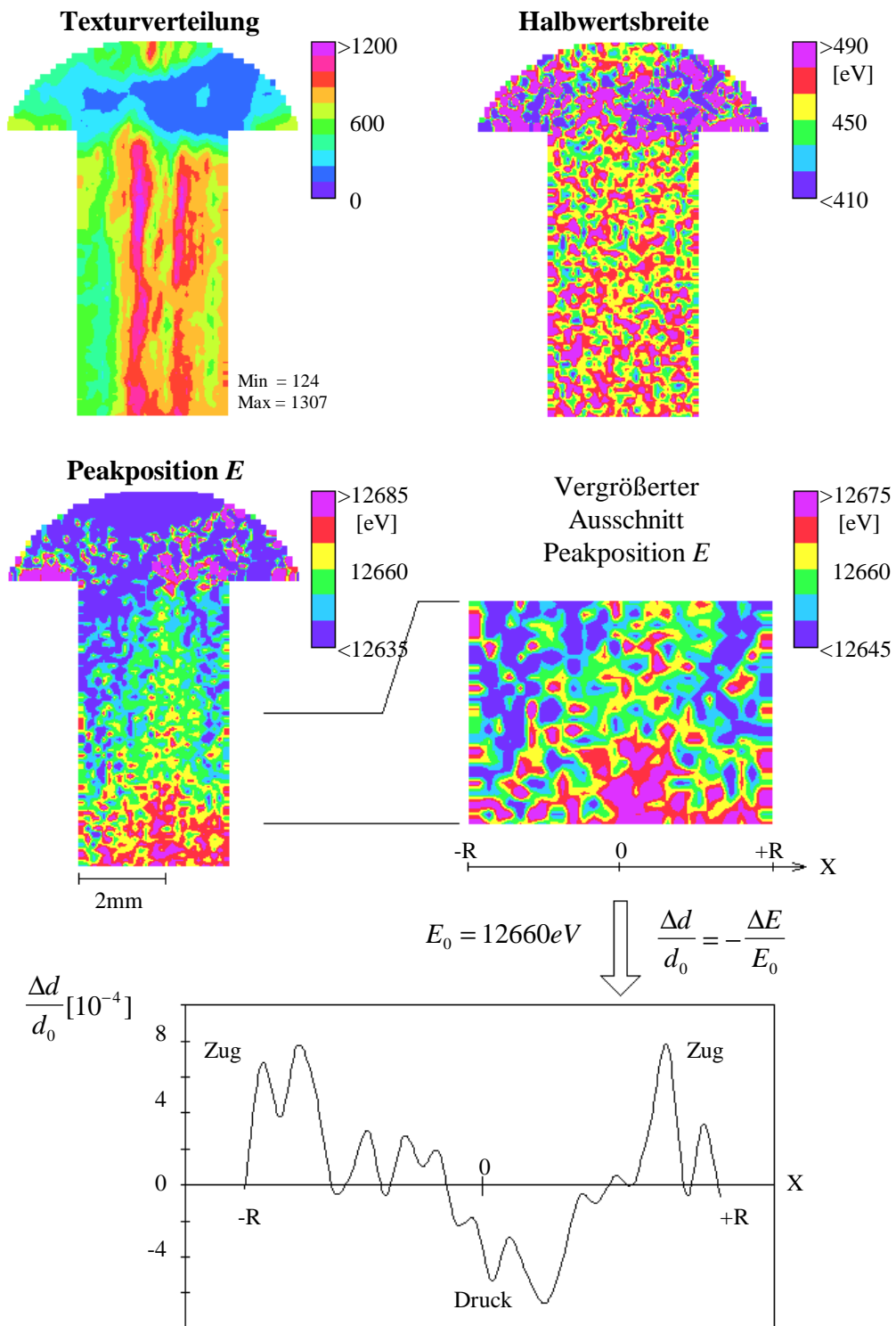


Abbildung 6.7.10

Im Ergebnis der Peakprofilanalyse erhaltene Verteilungsbilder der Textur, Position und Halbwertsbreite des (220)-Peaks zur Probenrichtung K9. Das Diagramm zeigt den Verlauf der im vergrößerten Ausschnitt für konstante radiale Abstände x gemittelten Gitterdehnung $\Delta d / d_0$. 2232 Rasterpunkte, 120 μm , Schrittweite, 240 s/Punkt, $2\vartheta_{220} = 40.20^\circ$, Wolframstrahlung, (220)-Beugungsreflex im Bremsspektrum.

6.8 Geologische Hämatit-Probe „ALEGRIA“

Neben der Metallkunde ist die Geologie ein klassisches Anwendungsgebiet der Texturanalyse. Meist stehen dabei Untersuchungen zur Klärung der tektonischen und metamorphen Prozesse im Vordergrund, die zur Ausbildung bestimmter Gesteinstexturen geführt haben. Neben diesen grundlagenwissenschaftlichen Aspekten gewinnt die umfassende strukturelle und chemische Analyse geologischer Rohstoffe zur Qualitäts-Charakterisierung immer mehr an Bedeutung. So ist zum Beispiel bekannt, daß hochangereicherte Eisenerze (>60% Fe) mit beinahe identischer mineralogischer und chemischer Zusammensetzung erhebliche Unterschiede im Reduktionsverhalten aufweisen. Dies führt teilweise dazu, daß ganze Erz-Chargen nicht verhüttet werden können und beim Erzeuger reklamiert werden. Die Ursache dieses Phänomens ist eine Reduktions-Anisotropie des Hämatits (Fe_2O_3). Sie wird durch den sogenannten Ottow-Effekt beschrieben und hängt unmittelbar vom Grad der Vorzugsorientierung der Hämatitkristalle im polykristallinen Material ab [38]. Aber auch andere Parameter haben einen Einfluß auf das Reduktionsverhalten. Es wird vermutet, das neben der Textur auch dem Gestein innewohnende planare Diskontinuitäten, die Kornform und die Porenverteilung entscheidenden Einfluß haben [39]. Auf welche Weise die einzelnen Parameter das Verhüttungsverhalten realer Eisenerze beeinflussen, ist noch weitgehend unklar. Da das Röntgen-Rasterverfahren zur lokalen Untersuchung der Textur besonders geeignet ist, wurden an einer Hämatit-Probe ortsaufgelöste Polfiguren, Textur- und Elementverteilungen aufgenommen. Die Probe stammt aus der brasilianischen Lagerstätte „Alegria“ am Ostrand des Eisernen Vierecks „Quadrilátero Ferrífero & Environs“ 40 km nordöstlich von Ouro Preto (Abb. 6.8.1). Dort stehen itabritische Protores und daraus hervorgegangene supergene Reicherze in Abbau. Stratigraphisch gehören die Eisenerze zur Cauê-Formation der Itabira-Gruppe, die mit der Ganderela-Formation durch fazielle Übergänge verbunden ist. Das strukturelle Bild des Alegria-Distrikts wird durch eine ausgeprägte Faltungstektonik und von mehreren nach Süden einfallenden, gestaffelten Überschiebungsbahnen bestimmt. Im Bereich dieser Störungen kam es zu duktilen Verformungen mit beträchtlicher Stoffmobilisation [40]. Das Schlibfbild in Abb. 6.8.2 zeigt die untersuchte Hämatit-Probe „Alegria“ mit einer ausgeprägten Gesteinsfaltung. Die Probengebiete G1 und G3 werden durch ein Scherband getrennt. Das Gefüge ist durch eine lamellare Struktur gekennzeichnet, deren Linienführung sich an die Faltung anschmiegt. Im Scherband sind die Lamellen dicht gepackt. An den Rändern und in den übrigen Gebieten wird das Gefüge durch Poren und kleinere Unterbrechungen aufgelockert.

Für die lokalen Polfigurmessungen wurden fünf Positionen innerhalb des Scherbandes gewählt und fünf weitere im Gebiet G3. Im ersten Schritt wurden ortsaufgelöste Polfiguren zu verschiedenen (hkl)-Reflexen auf konventionelle Weise mit gefilterter Kobalt-Strahlung und dem Proportionalzählrohr aufgenommen. Der Strahldurchmesser auf der Probe beträgt etwa 3.6 mm. In den gemessenen Polfiguren zeigten sich aber nur diffuse Intensitätsschwankungen, welche kristallographisch nicht kompatibel zueinander waren. Offensichtlich wurde die Poldichte durch die Eisen-Fluoreszenz des Hämatits in erheblicher Weise verfälscht. Daran konnte auch die Korrektur durch die Aufnahme von Untergrundpolfiguren nichts ändern. Ursache hierfür ist vermutlich das unterschiedliche Meßvolumen, welches wegen der verschiedenen 2ϑ -Winkel bei der Aufnahme der Polfigur bzw. der Untergrundpolfigur mit der Zählrohrtechnik erfaßt wird. Da mit den konventionellen Messungen keine verwertbaren Informationen zur Textur der Hämatit-Probe gewonnen werden konnten, wurden die Polfiguren nun mit dem energiedispersiven Detektor

gemessen. Für die ED-Polfigurmessungen wurde ein verdünntes „Equal-Area-Meßraster“ verwendet (siehe Abschnitt 3.2). Es enthält bei einer Schrittweite von 4° in α -Richtung und einem maximalen Kippwinkel von 72° insgesamt 939 Meßpunkte. Im diskontinuierlichen Step-Modus wurde zu jeder eingestellten Probenrichtung $y_i = \{\alpha_i, \beta_i\}$ für die Dauer von 10 Sekunden ein Energiespektrum aufgenommen. Der Abstand des Detektors zur Probe beträgt 6.5 cm und der Sondendurchmesser des Primärstrahls auf der Probenoberfläche unverändert etwa 3.6 mm. Um ausreichend hohe Beugungsintensitäten zu erhalten, wird die 2ϑ -Detektorposition jeweils so eingestellt, daß der entsprechende (hkl)-Reflex des Hämatits (trigonal, $a = 0.504\text{nm}$, $c = 1.377\text{nm}$) auf der $K\alpha$ -Linie des Kobalt-Anodenmaterials liegt. Im Bremsspektrum können keine weiteren Beugungspeaks analysiert werden. Das Energiespektrum der Hämatit-Probe ist in Abb. 6.8.3 dargestellt. Der Vorteil gegenüber der Zählrohrtechnik besteht darin, daß sich die $K\alpha$ -Fluoreszenzlinie des Eisens klar vom Beugungsreflex trennen läßt. Da die Lage der Beugungslinie auf die Kobalt $K\alpha$ -Linie beschränkt ist, überlappt der Beugungspeak vollständig mit der $K\beta$ -Linie des Eisens. Die integrale Intensität in ROI2 enthält somit neben der (hkl)-Poldichte auch die $K\beta$ -Fluoreszenz. Dies kann aber in einfacher Weise korrigiert werden. Durch das bekannte Intensitätsverhältnis der charakteristischen Linien nach Gleichung (59) kann aus der gemessenen Intensität der $K\alpha$ -Linie die Intensität der $K\beta$ -Linie bestimmt und von der integralen Intensität in ROI2 subtrahiert werden. Die Berücksichtigung der energieabhängigen Absorption beider Linien führt zu einer weiteren Verfeinerung der Korrektur.

Die im Scherband und im Gebiet G3 energiedispersiv gemessenen Polfiguren sind in den Abbildungen 6.8.4 und 6.8.5 dargestellt. In den $\text{FeK}\alpha$ -Fluoreszenz-Polfiguren ist eine bemerkenswerte Anisotropie festzustellen. Für das Scherband ergeben sich Verteilungen in Form einer „8“, deren Längsachsen etwa senkrecht zu den Lamellen ausgerichtet sind. Im Gebiet G3 sind bis auf die Position 3 annähernd isotrope Intensitätsverteilungen zu erkennen. In diesem Bereich der Probe liegt ein poröses aufgelockertes Gefüge vor. An Position 3 verlaufen jedoch kleinere Lamellen etwa parallel zur Probenreferenzrichtung. Die Anisotropie in den Fluoreszenz-Polfiguren ist offensichtlich eine direkte Folge der Lamellenstruktur des Materials [41]. Hohe Intensitäten werden längs zur Lamellenrichtung aufgenommen und minimale Intensitäten senkrecht dazu. Im porösen Gefüge ist der Effekt nicht so stark ausgeprägt. Weil die Röntgenfluoreszenz nicht von der Richtung des einfallenden bzw. analysierten Strahls abhängt, wird in den Fluoreszenz-Polfiguren direkt die Richtungsverteilung des Absorptionskoeffizienten, d.h. dessen Anisotropie abgebildet. Da die Wege von gebeugtem und fluoresziertem Strahl im (auch porösen) Probenvolumen identisch ist, ergibt sich die Möglichkeit, die gemessene Poldichte mit der Intensität der $\text{FeK}\alpha$ -Linie auf das tatsächlich erfaßte Meßvolumen zu normieren. Auf diese Weise kann der Einfluß der richtungsabhängigen Absorption elegant korrigiert werden. Die Normierung kann verfeinert werden, wenn die unterschiedliche Schwächung der Beugungslinie und $\text{FeK}\alpha$ -Linie berücksichtigt wird. Die normierten Polfiguren sind ebenfalls in den Abbildungen 6.8.4 und 6.8.5 dargestellt. Im Vergleich zu den $K\beta$ -korrigierten (110)-Polfiguren sind in den normierten (110)-Polfiguren schwache Faseranteile deutlicher zu erkennen. Es könnte sich dabei um eine $\langle 104 \rangle$ oder $\langle 110 \rangle$ -Faser handeln, die im Hämatit häufig zu finden sind [39, 42]. Da diese äußerst schwache Texturkomponente bereits an der Nachweisgrenze liegt, können keine exakteren Angaben zur Art der Faser gemacht oder quantitative Analysen durchgeführt werden.

Die Texturverteilungen wurden für das Polfigurzentrum und zu weiteren Probenrichtungen aufgenommen, unter denen die Pole der Faser auftreten (Abb. 6.8.6). Es wurde ein Probenraster mit 7875 Meßpunkten in Form eines Rechteckes definiert, welches einen großen Bereich der

Probe mit dem Scherband und den Nachbargebieten abdeckt (Abb. 6.8.2). Die Schrittweite beträgt 0.5 mm. Sie ist der Sondengröße bei Verwendung eines \varnothing 0.5 mm Lochblendenkollimators angepaßt.

Im Verteilungsbild der FeK α -Fluoreszenzintensität, welches bei ungekippter Probe simultan zum (110)-Map aufgenommen wurde, wird die lamellare Struktur des Probenmaterials sichtbar (Abb. 6.8.8). Hohe Intensitäten sind insbesondere im Scherband zu finden, in welchem auch schon im Schliffbild eine Verdichtung des Gefüges zu erkennen war. In den Nachbargebieten, die durch ein aufgelockertes poröses Gefüge gekennzeichnet sind, findet man dagegen niedrigere Intensitäten. Für einen Ausschnitt am Rand des Scherbandes wurde eine Rastermessung mit kleinerer Primärstrahlsonde (\varnothing 100 μ m) bei einer Schrittweite von 120 μ m durchgeführt. Das Verteilungsbild in Abb. 6.8.7 zeigt deutlich die feine Lamellierung des Gefüges und die ausgeprägte Porenstruktur außerhalb des Scherbandes.

Die Texturverteilungsbilder, welche bei ungekippter Probe (Polfigurzentrum) aufgenommen wurden, sind in Abb. 6.8.8 dargestellt. Dabei kann man an einigen Stellen der (110)- und (104)-Texturmaps eine Korrelation mit der Fluoreszenzverteilung erkennen. So findet man entlang der Faltungslinien auch erhöhte Intensitäten der Poldichten. Im (300)-Texturverteilungsbild zeigt sich hingegen eine eher diffuse Verteilung.

Eine relativ starke Korrelation besteht zwischen der Fluoreszenzverteilung und den (110)-Verteilungsbildern zu Probenrichtungen, unter denen die Pole der Faser auftreten (Abb. 6.8.9). Insbesondere in den normierten Texturverteilungen zu K9 und K2 erkennt man hohe Poldichten in den Bereichen des Scherbandes und entlang der Faltungslinien im Gebiet G3. Hier könnte es sich also um (110)-Vorzugsrichtungen handeln, die infolge der duktilen Verformungen und Stoffmobilisation während der tektonischen Faltungsprozesse ausgebildet wurden.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß die Hämatit-Probe durch eine ausgeprägte Lamellenstruktur in den Faltungslinien und ein poröses Gefüge in den Nachbargebieten gekennzeichnet ist. Die Lamellierung führt zu einer erheblichen Richtungsabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten. Mit der konventionellen Meßtechnik konnten daher keine verwertbaren Informationen zur Textur gewonnen werden. Erst durch den Einsatz des energiedispersiven Detektors konnte mit der Trennung des Beugungssignals vom anisotropen Fluoreszenzuntergrund eine äußerst schwache Fasertextur nachgewiesen werden. In den Texturverteilungsbildern wurden entlang der Faltungslinien (110)-Vorzugsrichtungen parallel zu K2 und K9 festgestellt.

Für weitere Untersuchungen müßte das Reduktionsverhalten von Reicheisenerzen in Abhängigkeit von bestimmten Gefügemerkmalen bestimmt werden. Es ist dabei denkbar, daß die Textur neben der mineralogischen und geochemischen Zusammensetzung ein weiteres Qualitätsmerkmal bei der Charakterisierung von Eisenerzen darstellt.

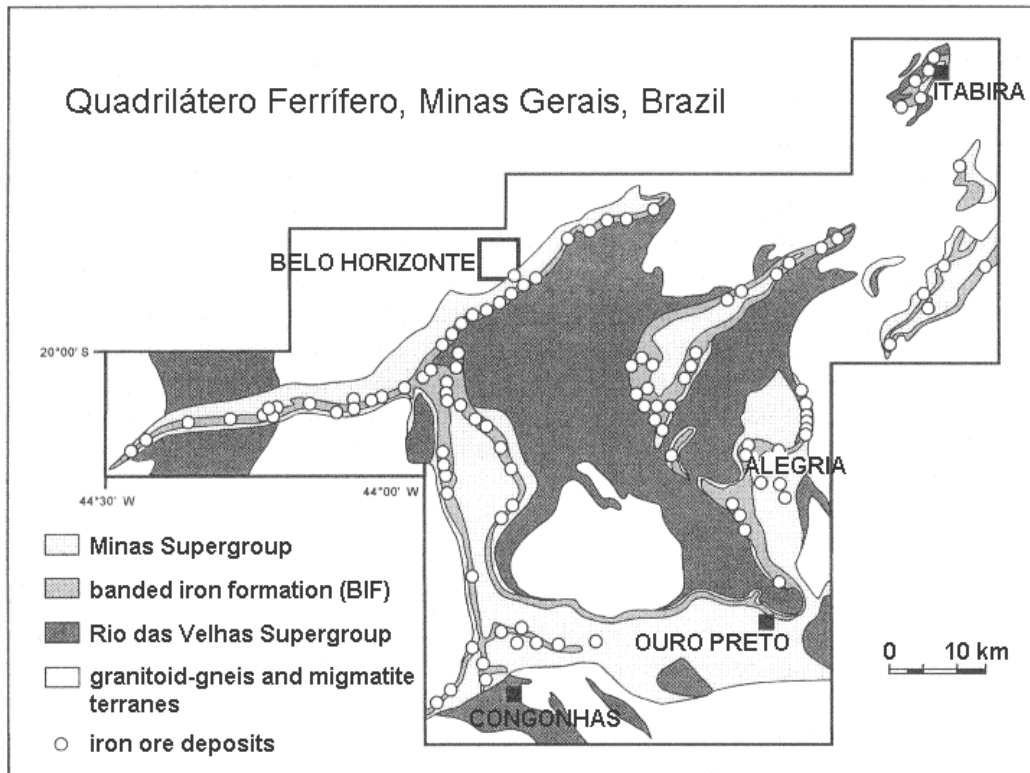


Abbildung 6.8.1

Lagerstätte „Alegria“ am Ostrand des Eisernen Vierecks „Quadrilátero Ferrífero & Environs“ 40 km nördlich von Ouro Preto.

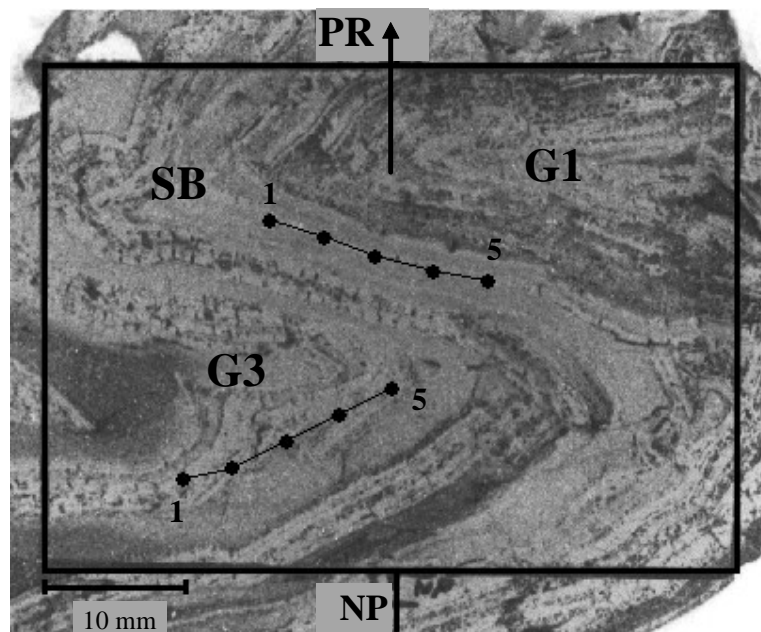


Abbildung 6.8.2

Gesteinsfalte in der

Hämatit-Probe „Alegria“. Die Probengebiete G1 und G3 sind durch ein Scherband (SB) getrennt. Die Punkte kennzeichnen Meßpositionen für orts aufgelöste Polfigurmessungen.

Das Rechteck begrenzt den Bereich für die Rastermessungen. Koordinaten-Nullpunkt (NP), Probenreferenzrichtung (PR).

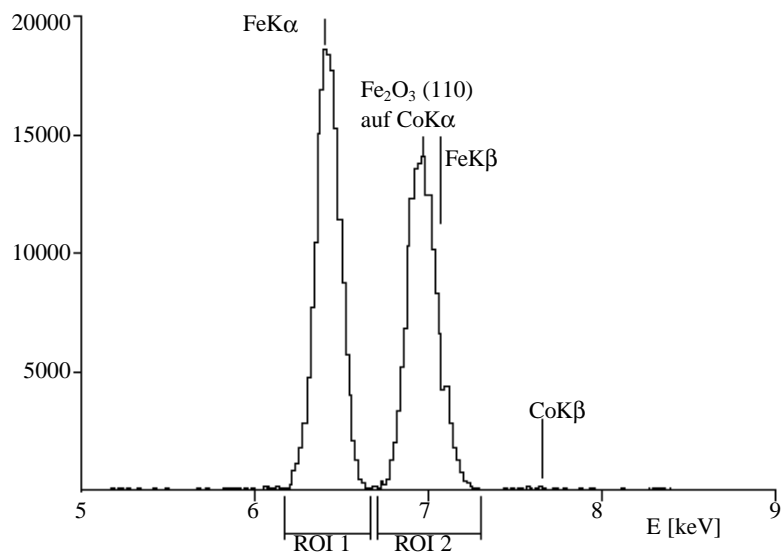


Abbildung 6.8.3

Energiespektrum der Hämatit-Probe. FeK α -Fluoreszenzlinie überlappt vollständig mit der (110)-Beugungslinie, die aus Intensitätsgründen auf der charakteristischen K α -Linie des Kobalt-Anodenmaterials liegt.

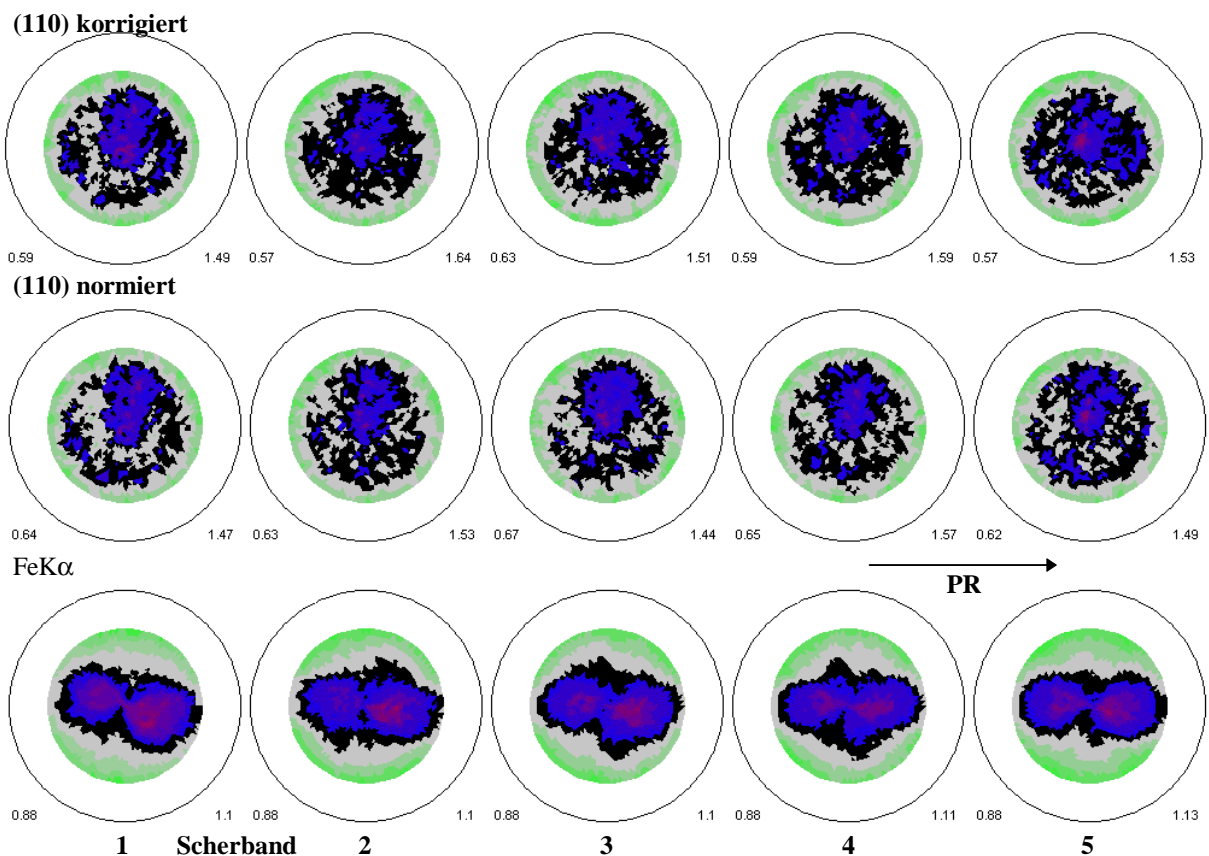
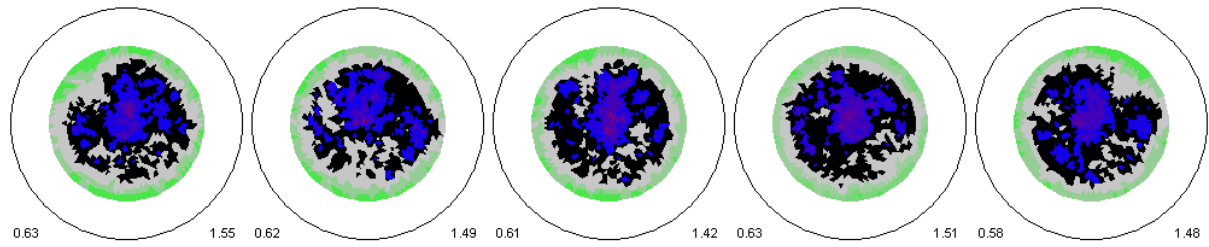
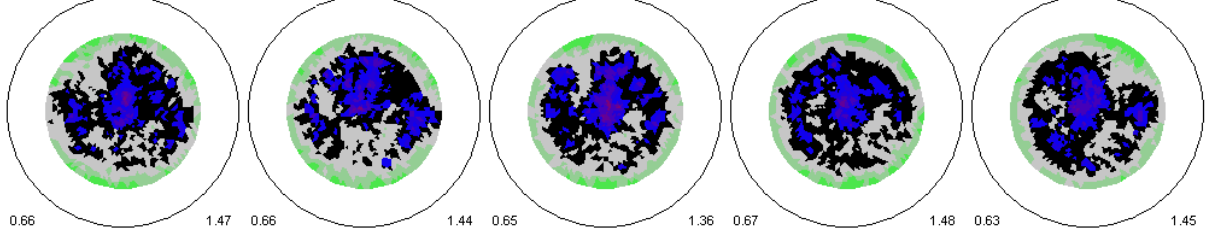
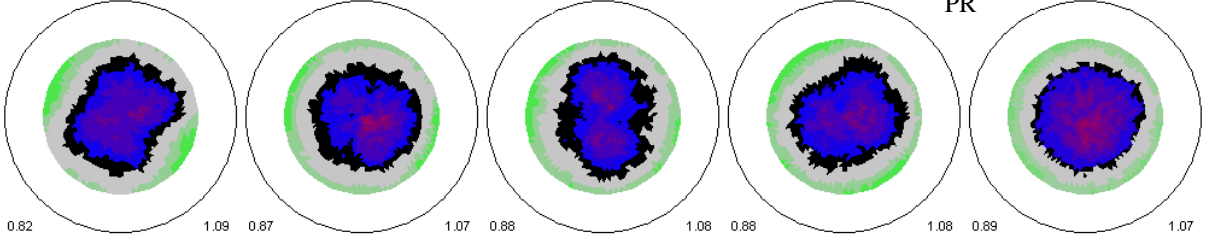
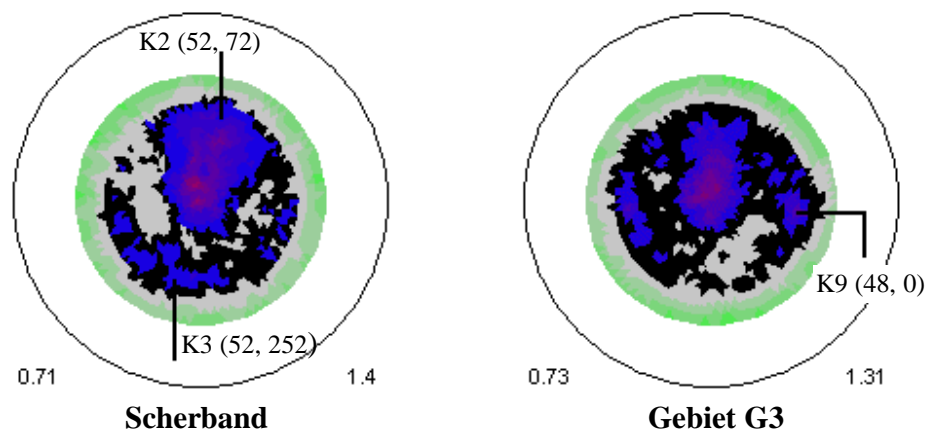


Abbildung 6.8.4

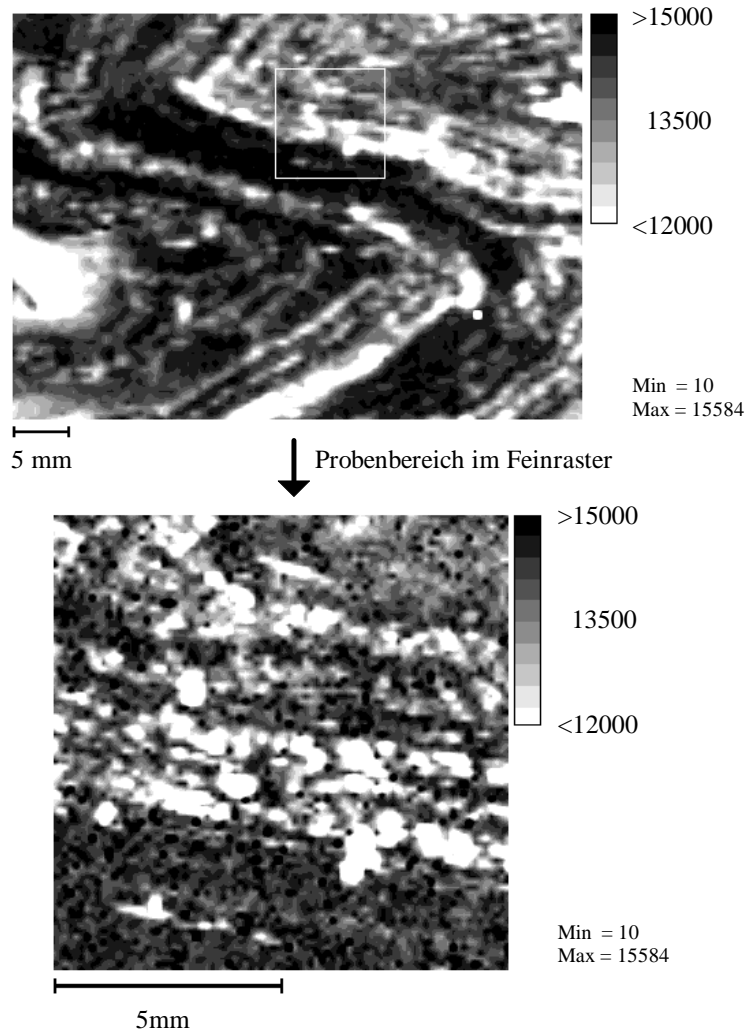
Energiedispersiv gemessene Polfiguren für Pos. 1 bis 5 im Scherband. Oben: FeK β korrigierte (110)-Polfigur; Mitte: Mit FeK α -Intensität normierte (110)-Polfigur; Unten: Fluoreszenz-Polfigur der FeK α -Linie; Primärstrahlung: Kobalt, $2\vartheta = 41.6^\circ$, (110)-Reflex auf Kobalt K α .

(110) korrigiert**(110) normiert****FeKα****1 Gebiet G3****2****3****4****5****Abbildung 6.8.5**

Energiedispersiv gemessene Polfiguren für Pos. 1 bis 5 im Gebiet G3. Oben: FeK β korrigierte (110)-Polfigur; Mitte: Mit FeK α -Intensität normierte (110)-Polfigur; Unten: Fluoreszenz-Polfigur der FeK α -Linie; Primärstrahlung: Kobalt, $2\vartheta = 41.6^\circ$, (110)-Reflex auf Kobalt K α .

**Abbildung 6.8.6**

Zur Aufnahme der Texturverteilungen verwendete Probenrichtungen K(α , β), dargestellt in den normierten (110)-Summenpolfiguren der Positionen 1+2+3+4+5 im Scherband bzw. im Gebiet G3.

Eisenverteilung (FeK α)**Abbildung 6.8.7**

Intensitätsverteilung der FeK α -Fluoreszenzlinie; Oben: Gesamter Probenbereich, 7875 Punkte, Schrittweite 500 μm , 5 s/Punkt; Unten: Probenausschnitt, 7056 Punkte, Schrittweite 120 μm , 15 s/Punkt; Primärstrahlung: Kobalt, $2\vartheta = 75.95^\circ$, $\alpha = 0^\circ$, $\beta = 0^\circ$;

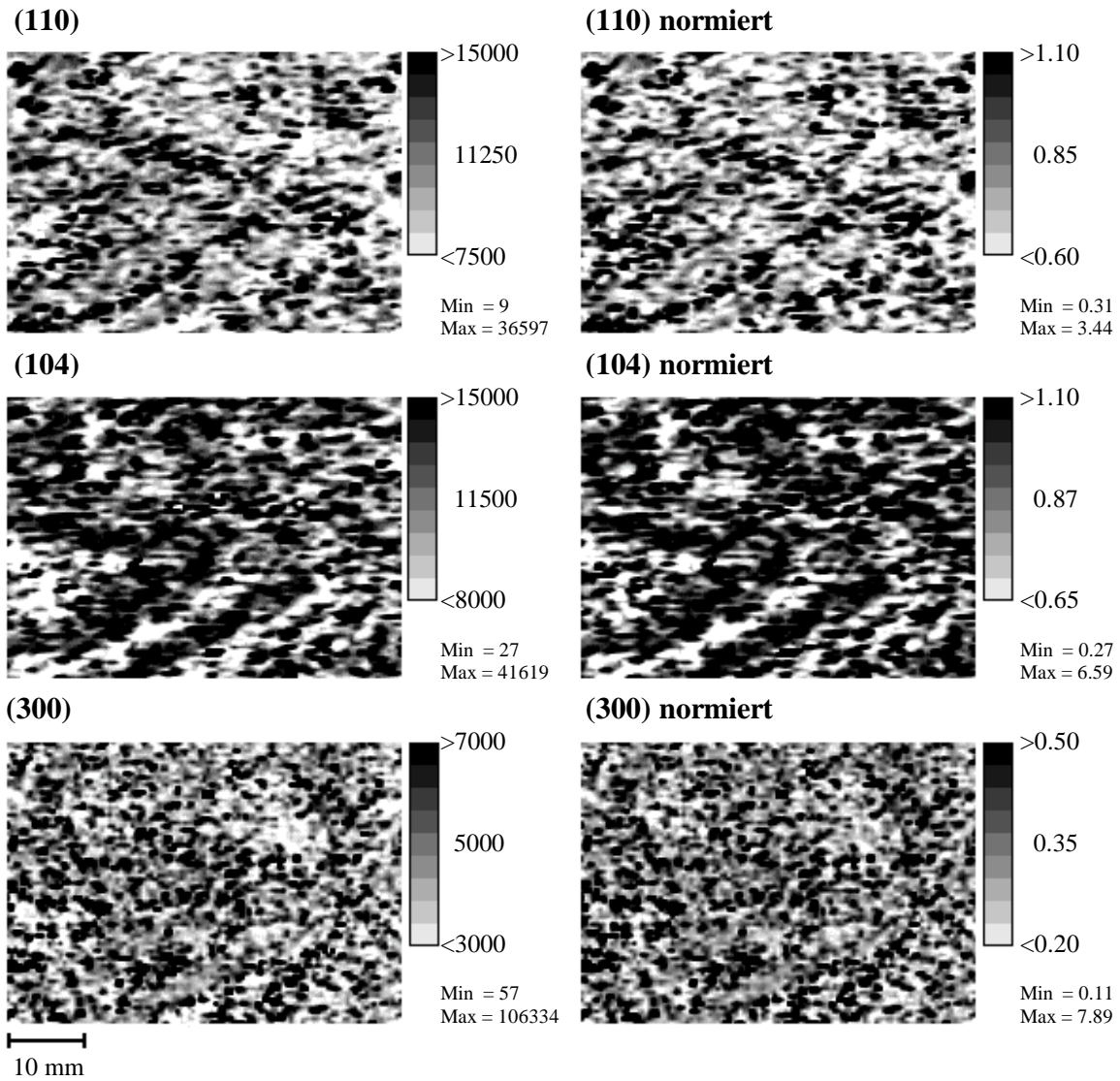


Abbildung 6.8.8

Texturverteilungsbilder zur Probenrichtung $K(\alpha = 0^\circ, \beta = 0^\circ)$; Links: FeK β -korrigierte Intensitäten des (hkl)-Reflexes; Rechts: Mit FeK α -Intensität normierte (hkl)-Intensitäten; 7575 Punkte, Schrittweite 500 μm , 5 s/Punkt, $2\vartheta_{(110)} = 41.6^\circ$, $2\vartheta_{(104)} = 38.7^\circ$, $2\vartheta_{(110)} = 75.9^\circ$, Primärstrahlung: Kobalt, (hkl)-Reflex jeweils auf CoK α .

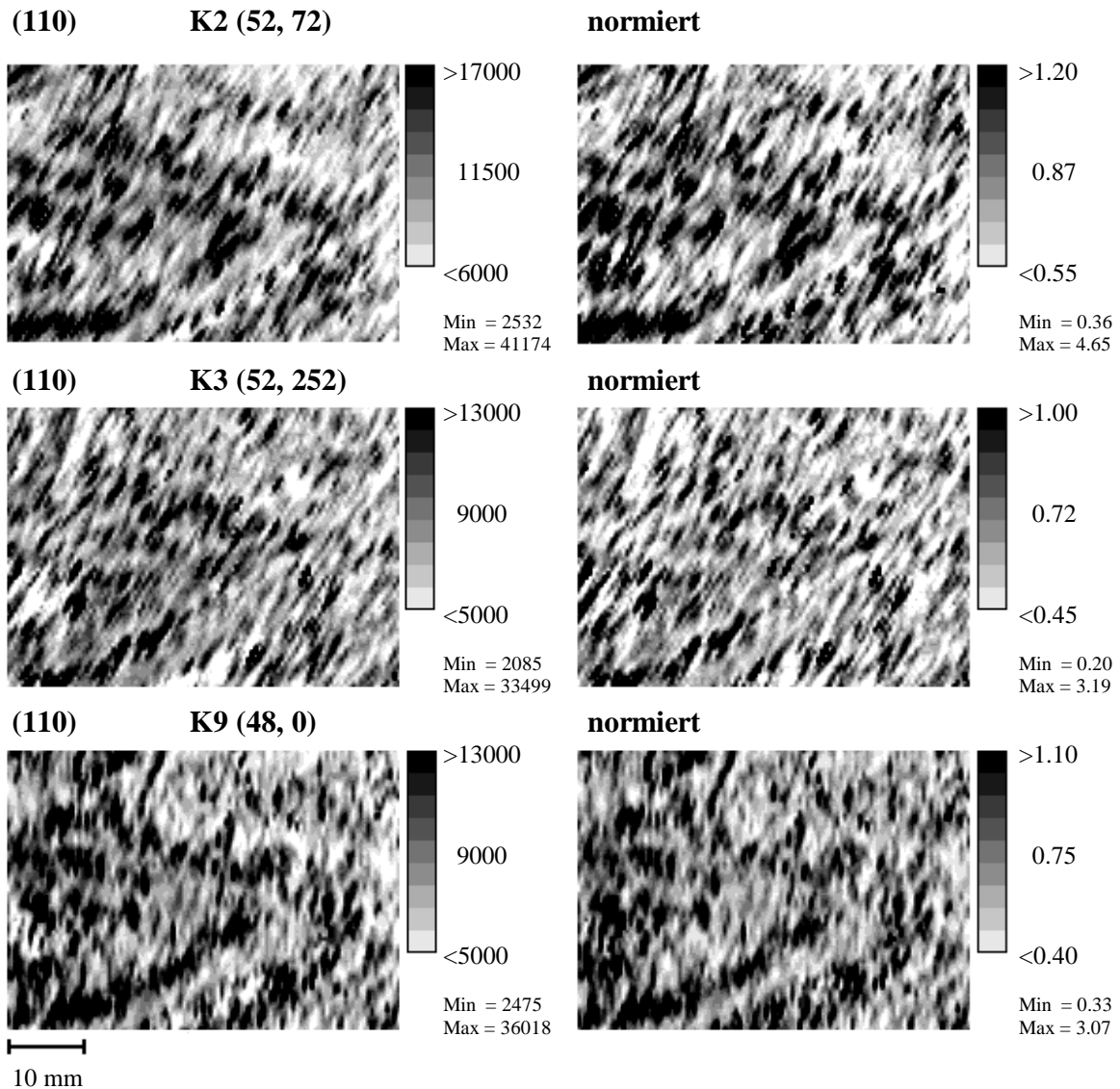


Abbildung 6.8.9

(110)-Texturverteilungsbilder zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$; Links: $\text{FeK}\beta$ -korrigierte Intensitäten des (110)-Reflexes, Rechts: Mit $\text{FeK}\alpha$ -Intensität normierte (110)-Intensitäten; 7575 Punkte, Schrittweite $500\mu\text{m}$, 5 s/Punkt, $2\vartheta_{(110)} = 41.6^\circ$, Primärstrahlung: Kobalt, (110)-Reflex auf $\text{CoK}\alpha$.

6.9 Warmstranggepreßte und kaltgezogene Kupfer-Eisen-Probe

An einem breiten Spektrum von Beispielen wurde in den vorangegangenen Abschnitten gezeigt, daß lokale Texturinhomogenitäten in praktisch allen Materialien auftreten, die einen Verformungs- oder Wärmebehandlungsprozeß durchlaufen haben. Auf die Arbeitsweise der Röntgen-Rasterapparatur mit ihren verschiedenen Meßstrategien wurde dabei ausführlich eingegangen. Nachdem lokale Inhomogenitäten bei Fasertexturen bereits am Beispiel des Aluminium-Niets festgestellt wurden, sollte diese Problematik an einer warmstranggepreßten und anschließend kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe genauer untersucht werden. Das universelle Meßprinzip der Röntgen-Rasterapparatur kann hier in seiner gesamten Bandbreite bei der orts aufgelösten Polfigurmessung, der anschließenden Kartographie bevorzugter kristallographischer Richtungen und der Elementkonzentrationen genutzt werden. Bei der quantitativen Texturanalyse kommt neben der Reihen- auch die Komponentenmethode zur Anwendung. Hierbei wird gezeigt, daß sich beide Methoden ergänzen können.

Probenbeschreibung

Bei der Probe handelt es sich um einen pulvermetallurgischen Kupfer-Eisen-Verbundwerkstoff aus je 50 Vol-% Eisen und Kupfer. In diesem Konzentrationsverhältnis sind beide Stoffe nicht mischbar [43], so daß kubisch raumzentriertes α -Eisen und kubisch flächenzentriertes Kupfer als getrennte Phasen vorliegen. Anwendung findet dieser Werkstoff meist als Modellsubstanz für Zweiphasenstähle bei röntgenographischen Untersuchungen. Zur Herstellung der Probe wurde kugeliges Carbonyleisenpulver (Firma BASF) mit dendritischem Kupfer (Firma NA) in einem Taumelmischer vermischt. Dieses Pulver wurde zu einem Grünling verdichtet (Durchmesser 70.2 mm) anschließend gesintert (1h, 850°C) und warmstranggepreßt, um eine kompakte Probe ohne Hohlräume zu erhalten. Nach der Warmumformung hatte der Strang einen Durchmesser von 20.1 mm, was einem Warmumformgrad von 92% entspricht. Nach der Abkühlung wurde die Probe auf einer Kettenziehbank bis zu einem Durchmesser von 7.5 mm kaltverformt. Der Kaltverformungsgrad beträgt damit 86%. Zur Kaltverformung kamen standardisierte Ziehplatten und Ziehsteine zum Einsatz, deren Ziehholneigungswinkel zwischen 12 und 18° variieren. Der Kaltverformungsgrad lag in Abhängigkeit vom Probendurchmesser für einen Verformungsschritt zwischen 1 und 2%. Die Probenpräparation erfolgte in einer für Röntgenmessungen üblichen Weise. Nach dem Schleifen und Polieren mit Diamantpaste wurde die Probe kurzzeitig in alkoholischer Salpetersäure angeätzt.

Texturen in Drähten und stranggepreßten Materialien

Über Texturen in drahtgezogenen und stranggepreßten Materialien liegt eine umfangreiche Literatur vor [44, 45]. Bei diesen einachsigen Formgebungsprozessen bewirken die kristallographischen Verformungsarten Gleiten und Zwillingsbildung in Abhängigkeit von bestimmten Herstellungsparametern Orientierungsänderungen, die zur Ausbildung axialsymmetrischer Texturen führen. Diese Texturen sind im allgemeinen nicht homogen über den Probenquerschnitt verteilt. Im Gegensatz zur axialsymmetrischen Verformung im Inneren des Drahtes unterliegt ein Elementarvolumen nahe der Oberfläche beim Durchgang durch das Ziehhol einer anderen Verformung. Daher unterscheiden sich die lokalen Texturen in ihrer „lokalen Probensymmetrie“.

Bei axialsymmetrischen Texturen ist eine Drehachse unendlicher Ordnung durch die Stab- oder Drahtachse gegeben. Des weiteren gibt es eine Spiegelebene in der Drahtmitte, und eine weitere Spiegelebene kann in der Querschnittsfläche hinzukommen. Eine sogenannte gewöhnliche oder echte Fasertextur liegt vor, wenn darüber hinaus in jedem Punkt des Drahtquerschnittes eine Drehachse unendlicher Ordnung vorhanden ist. In anderen Richtungen, z.B. den Radialrichtungen des Drahtes, sind bei einer gewöhnlichen Fasertextur keine Vorzugsorientierungen der Kristallite vorhanden. Eine $\langle 111 \rangle$ -Faser ist schematisch in Abb. 6.9.1 dargestellt. Die Kristallite sind hierbei mit jeweils einer ihrer vier $\langle 111 \rangle$ -Richtungen bevorzugt parallel zur Drahtachse ausgerichtet. Diese ausgezeichnete Richtung wird als Faserachse bezeichnet.

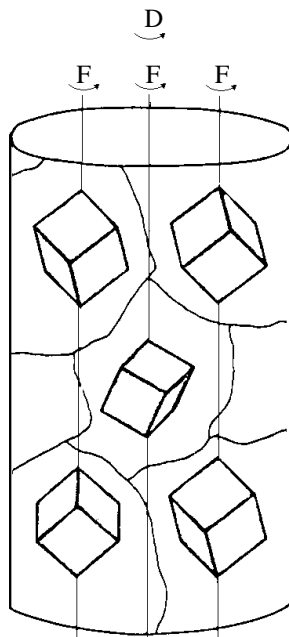


Abbildung 6.9.1

Schematische Darstellung einer $\langle 111 \rangle$ -Fasertextur;
D = Drahtachse, F = Faserachse; aus [46].

Ein höherer Ordnungsgrad liegt bei sogenannten zyklischen Fasern vor. Die Rotationssymmetrie um die Drahtachse bleibt erhalten, während eine weitere Vorzugsrichtung parallel zum Drahtradius ausgebildet wird. Zur Bezeichnung zyklischer Fasern hat sich die sogenannte Grewen-Notation [46] durchgesetzt. Diese enthält für eine zyklische $\langle uvw \rangle (hkl)$ -Faser die Indizes der zur Drahtachse parallel liegenden Kristallrichtungen $\langle uvw \rangle$ und die Indizes der tangential liegenden Kristallebenen (hkl) . Zur besseren Veranschaulichung sind die Verteilungen der Kristallite einer gewöhnlichen $\langle 110 \rangle$ -Faser und einer zyklischen $\langle 110 \rangle (110)$ -Faser in Abb. 6.9.2 dargestellt. Zyklische Fasern werden insbesondere in den oberflächennahen Bereichen massiver Strangpreßgüter oder in Drähten beobachtet.

Bei gewöhnlichen Fasertexturen unterscheiden sich globale und lokale Textur nicht, d.h. an jedem „Punkt“ des Probenquerschnittes liegt dieselbe Fasertextur vor. Dabei ist ein „Probenpunkt“ in praxi immer das ausgeleuchtete Meßvolumen mit einer statistisch relevanten Anzahl von Kristalliten. Bei den üblicherweise für orts aufgelöste Polfigurmessungen verwendeten Strahldurchmessern und nicht zu grobkörnigen Materialien trifft dies in den meisten Fällen zu. Zyklische Fasern gehen bereits bei einer geringen Zunahme der Streuung der radialen Vorzugsrichtung in eine gewöhnliche Fasertextur über. Insbesondere ist ihre globale Textur wieder eine gewöhnliche Fasertextur. Sind Draht- und Faserachse nicht parallel zueinander, so unterscheidet man noch weitere Fasertypen, wie Kegel-, Ring- oder Spiralfaser.

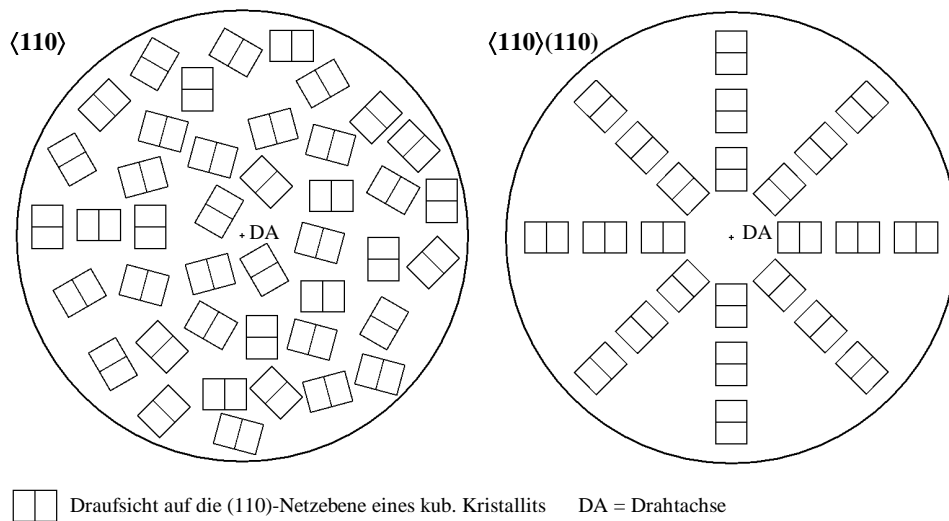


Abbildung 6.9.2

Orientierungsverteilung von Fasertexturen über den Probenquerschnitt. Links: gewöhnliche $\langle 110 \rangle$ -Faser; Rechts: zyklische $\langle 110 \rangle \langle 110 \rangle$ -Faser (Grewen-Notation $\langle uvw \rangle (hkl)$: Kristallrichtung $\langle uvw \rangle$ parallel zur Drahtachse, im Radius des Drahtes liegende (hkl) -Kristallebene).

In kubisch raumzentrierten Materialien werden beim Ziehvorgang im allgemeinen $\langle 110 \rangle$ -Fasern ausgebildet. Dabei kann man in dünnen Drähten häufig einen erheblichen Texturgradienten über den Probenquerschnitt beobachten. Nach [47] wurden z.B. an Drähten für die Reifenindustrie aus perlitischem Stahl mit Durchmessern zwischen 0.175 bis 1.6 mm drei unterschiedliche Bereiche festgestellt: der Drahtkern mit gewöhnlicher $\langle 110 \rangle$ -, ein Übergangsbereich mit zyklischer $\langle 110 \rangle \langle 110 \rangle$ -Faser und eine oberflächennahe Zone mit zyklischer $\langle 110 \rangle \langle 112 \rangle$ -Faser. Je nach Herstellungsparameter sind die zyklischen Faserkomponenten mehr oder weniger präsent. Durch Rechnungen, die auf dem Taylor-Modell basieren, kann das Auftreten zyklischer Fasertexturen in Abhängigkeit vom Ziehholneigungswinkel und Verformungsgrad simuliert werden [49]. Wie mechanische Versuche an dünnen Drähten ergaben, sind zyklische Fasertexturen oft mit einer Verschlechterung der Torsionsfestigkeit verbunden [48].

Für kubisch flächenzentrierte Materialien ist die Ausbildung einer $\langle 111 \rangle$ - $\langle 100 \rangle$ -Doppelfaser typisch. Auf den Anteil und die Schärfe beider Texturkomponenten haben der Verformungsgrad, Drahtdurchmesser und die Ausgangsorientierung einen Einfluß. Auch hier können zyklische Texturen auftreten, wie z.B. $\langle 111 \rangle \langle 112 \rangle + \langle 100 \rangle \langle 011 \rangle$ bei Kupfer [46].

In mehrphasigen Materialien wird die Ausbildung der Textur vom Umformverhalten jeder einzelnen Phase bestimmt. Unterschiede bei der Texturentwicklung in der Matrix und in einer der eingelagerten Phasen können beobachtet werden [50]. In der Regel kann man hierbei drei Gruppen unterscheiden [51]. Zur ersten Gruppe gehören Werkstoffe mit nicht oder nur schwer verformbarer zweiter Phase. Bei pulvermetallurgisch hergestellten Verbundwerkstoffen kann beispielsweise bei Zunahme der Konzentration der Beimengungen eine Abflachung der Textur des duktilen Matrixmetalls festgestellt werden. So zeigen aus Aluminiumpulvern hergestellte und stranggepreßte Werkstoffe eine starke $\langle 111 \rangle$ - $\langle 100 \rangle$ -Doppelfaser, die unter Zugabe von 10 Vol% Al_2O_3 in eine nahezu regellose Textur übergeht [52]. Die zweite Gruppe umfaßt Werkstoffe mit leicht verformbarer Zusatzphase. Hierbei kann es zur Verschärfung der Textur des Grundmaterials kommen, was bei Eisendrähten unter Zusatz von Kupfer [53] oder an Aluminium durch Beimischung von Silberchlorid [54] beobachtet wurde. In die dritte Gruppe lassen sich Werkstoffe

einordnen, bei denen Matrix- und Zusatzphase nicht stark voneinander abweichende oder gleiche Fließwiderstände haben. Hier werden im Vergleich zur Textur des einphasigen Materials meist nur geringe Unterschiede festgestellt [50]. Arbeiten zur Texturentwicklung in zweiphasigen Verbundwerkstoffen findet man z.B. für das System Al-Pb in [55] oder für Al-Cu in [32].

Bei Verwendung von Diffraktometersystemen, die lokale Messungen nicht ermöglichen, müssen die Texturen im Drahtkern, an der Oberfläche und ggf. in einem Übergangsbereich getrennt analysiert werden. Dazu werden Umfangsproben mit einem bestimmten Radius durch Abdrehen, Aufbohren und Aufbiegen (Walzen) in aufwendiger Weise präpariert [46], was insbesondere bei dünnen Drähten problematisch sein kann. Außerdem ist nicht auszuschließen, daß die Textur durch den Präparationsprozeß modifiziert wird. Des weiteren ist vor der Messung im allgemeinen auch nicht bekannt, in welchen Probenbereichen bestimmte Texturkomponenten vorhanden sind. Mit der Röntgen-Rasterapparatur wird eine andere Meßstrategie verfolgt, bei der die Probe nicht speziell präpariert werden muß. Durch die Polfigurmessungen an ausgewählten Positionen werden die signifikanten Texturkomponenten in verschiedenen Probenbereichen bestimmt. Anschließend werden ausgewählte Kristallrichtungen mit hoher Ortsauflösung kartographiert, so daß man eine Aussage über die Verteilung bestimmter Texturkomponenten in der Probe machen kann. Systematische Fehler sind auch bei dieser Methode nicht zu vermeiden. Insbesondere ist bei den ortsaufgelösten Polfigurmessungen das analysierte Probenvolumen durch das Kippen und Drehen der Probe im Goniometer sowie die unterschiedlichen Braggwinkel nicht konstant. Dies stellt aber ein generelles Problem bei Röntgentexturmessungen dar.

6.9.1 Warmstranggepreßte Kupfer-Eisen-Probe

Im ersten Abschnitt zur Untersuchung der lokalen Textur der Kupfer-Eisen-Probe steht das Ausgangsmaterial nach dem Warmstrangpressen. Aus dem Schliffbild in Abb. 6.9.3 geht hervor, daß die Eisenphase in der Kupfermatrix Inseln bildet. Dabei tritt eine deutliche Formänderung der Phasenbereiche über den Probenquerschnitt auf. In der Probenmitte ist eine granulare Struktur zu erkennen. Am Rand haben die Phasenbereiche dagegen eine langgestreckte Form, wobei die Längsachse senkrecht zur Radialrichtung steht.

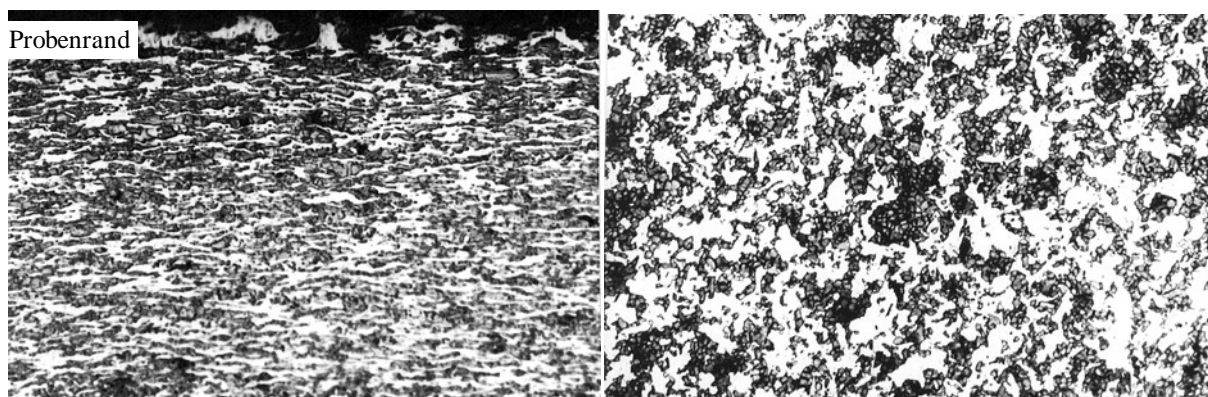


Abbildung 6.9.3

Schliffbilder der warmstranggepreßten Kupfer-Eisen-Probe; Links: Randbereich; Rechts: Probenmitte; Ausschnittgröße: 260×180 µm; Eisenanteile erscheinen dunkel.

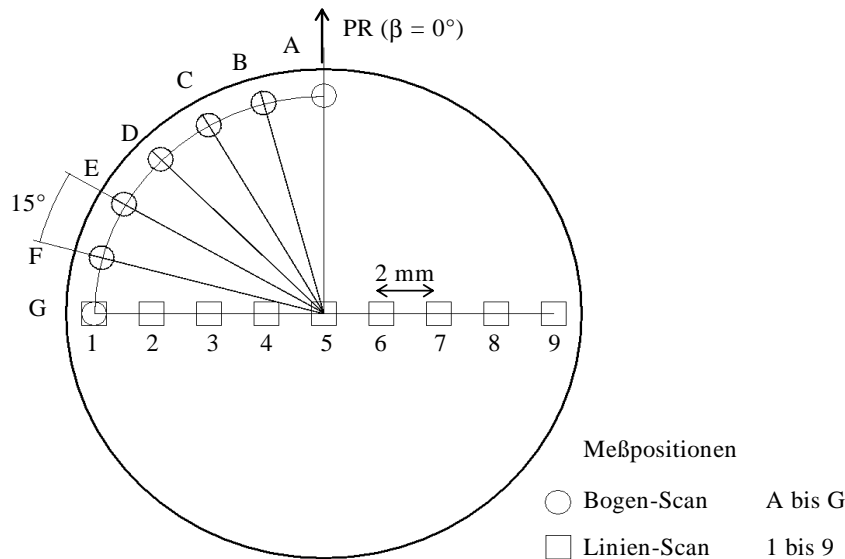


Abbildung 6.9.4

Positionen für orts aufgelöste Polfigurmessungen auf dem Querschnitt der warmstranggepreßten Kupfer-Eisen-Probe. Festlegung des Probenkoordinatensystems mit einer für alle Messungen feststehenden Probenreferenzrichtung PR; Probendurchmesser 20.1 mm.

Ablauf der Messungen

Im ersten Schritt wurden auf der Querschnittsfläche der warmstranggepreßten CuFe-Probe insgesamt 15 orts aufgelöste Polfiguren entlang einer Linie bzw. eines Kreisbogens gemessen (Abb. 6.9.4). Beim Linien-Scan sind die Meßpositionen 1 bis 9 entlang des Durchmessers im Abstand von 2 mm angeordnet. Für den Bogen-Scan liegen die Positionen A bis G auf einem Radius von 8 mm am Probenrand mit einem Winkelabstand von 15°. Die Position 1 ist dabei mit Position G identisch. Ein für alle Messungen feststehendes Probenkoordinatensystem wurde definiert, bei dem die Probenreferenzrichtung senkrecht auf der Gerade des Linien-Scans liegt. Für Eisen wurden jeweils die (110)-, (200)- sowie (211)-Polfiguren und für Kupfer die (111)-, (200)- sowie (220)-Polfiguren aufgenommen. Die Messungen erfolgten mit dem Proportionalzählrohr bei Verwendung gefilterter Kobalt-Strahlung, die zur Analyse eisenhaltiger Proben geeignet ist. Der Sondendurchmesser des Röntgenstrahls auf der nicht gekippten Oberfläche beträgt etwa 2 mm.

Nach den Polfigurmessungen wurde für jede Phase zu jeder Meßposition eine quantitative Texturanalyse durchgeführt. Neben der Bestimmung der Orientierungsdichtefunktion (ODF) durch die Reihenmethode wurde auch eine Texturapproximation durch die Komponentenmethode durchgeführt. Im Anschluß daran wurden die Texturverteilungen mit dem ED-Detektor aufgenommen. Dazu wurde ein kreisförmiges Probenraster bestehend aus 8491 Punkten und 200 µm Schrittweite definiert. Die Meßzeit für einen Probenrasterpunkt beträgt 5 Sekunden. Primärseitig wurde ein Ø100 µm Lochblendenkollimator verwendet. Die Sondengröße des Primärstrahls auf der Probenoberfläche ist dann mit der Größe der dargestellten Ausschnitte in den Schliffbildern vergleichbar. Das Meßvolumen enthält somit eine große Anzahl beider Phasenbereiche und das Meßsignal stellt einen entsprechenden Mittelwert darüber dar. In den

Fluoreszenz- oder Texturverteilungsbildern werden also keinesfalls die Phasen- oder Kornverteilungen wiedergegeben, sondern nur Fluktuationen in den erfaßten Phasenbereichen.

Die zur Aufnahme der Texturverteilungen verwendeten Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$ werden durch die in der quantitativen Analyse bestimmten signifikanten Texturkomponenten vorgegeben. Die 2ϑ -Detektorposition wird stets so eingestellt, daß die Energie des (hkl)-Beugungspeaks mit der Energie der charakteristischen Kobalt $K\alpha$ -Linie des Anodenmaterials übereinstimmt. Aufgrund der schwachen Intensität der Bremsstrahlung konnten keine weiteren Beugungslinien detektiert werden. Bei der Bestimmung der Beugungs- und Fluoreszenzintensitäten müssen bei der CuFe-Probe in einigen Fällen Peaküberlappungen beachtet werden. Im ersten Fall betrifft das die Überlappung der Cu(111)- und Fe(110)-Peaks, die bei Beugung auf der $CoK\alpha$ -Linie einen Abstand von nur 1.7° auf dem 2ϑ -Kreis haben ($E_{CoK\alpha} = 6839$ eV, $2\vartheta_{Fe(110)} = 52.42^\circ$, $2\vartheta_{Cu(111)} = 50.76^\circ$). Durch eine ausreichend kleine Detektorapertur kann diese Überlappung jedoch vermieden werden. Deshalb wurden die Texturverteilungen des Cu(111)- und Fe(110)-Peaks bei einem relativ großen Detektorabstand von 70 mm aufgenommen, der nach (73b) einer Detektorapertur von 2.5° entspricht. Ist die Detektorfenstermitte auf einen der Beugungsreflexe eingestellt, so wird der andere Reflex nicht mehr im Detektorfenster erfaßt. Für alle weiteren aufgenommenen Texturverteilungen tritt eine Überlappung von Beugungslinien nicht auf. Der Detektorabstand beträgt hier 35 mm.

Im zweiten Fall kommt es zu Überlappungen von Fluoreszenz- und Beugungslinien. Zum einen ergibt sich für alle Messungen eine Überlappung der $FeK\beta$ -Linie ($E_{FeK\beta} = 7059$ eV) mit den aus Intensitätsgründen auf der charakteristischen $CoK\alpha$ -Linie ($E_{CoK\alpha} = 6839$ eV) liegenden (hkl)-Beugungspeaks. Die integrale Intensität der ROI um die Beugungslinie enthält dann auch die Intensität der $FeK\beta$ -Linie (Abb. 6.9.5). Eine Korrektur kann jedoch in einfacher Weise vorgenommen werden, indem aus der gemessenen Intensität der $FeK\alpha$ -Linie nach (59) die $FeK\beta$ -Intensität bestimmt und von der integralen Intensität der ROI abgezogen wird. Ein weiteres Problem besteht bei der Bestimmung der $CuK\alpha$ - bzw. $FeK\alpha$ -Fluoreszenzintensitäten. Je nach Beugungswinkel liegen innerhalb der ROI um die Fluoreszenzlinien auch Beugungspeaks der Kupfer- oder Eisenphase. Obwohl ihre Intensitäten im Bremsspektrum äußerst niedrig sind, können sie Schwankungen in den Fluoreszenzverteilungen vortäuschen, die mit der Textur korreliert sind. Daher werden für die Kupfer- bzw. Eisenverteilungen die simultan zum Cu(200)- bzw. Fe(200)-Reflex aufgenommenen Intensitäten der $CuK\alpha$ - bzw. $FeK\alpha$ -Linie verwendet, welche nicht durch die Überlappung mit Beugungslinien verfälscht werden.

Elementverteilungen

Noch vor der Diskussion der Texturverteilungen sollen an dieser Stelle die Verteilungen der Fluoreszenzintensitäten dargestellt werden. Für eine bessere Statistik wurden hierfür Elementverteilungen addiert, die zu verschiedenen Probenrichtungen aufgenommen wurden. Die Kupferverteilung ergibt sich aus der Summe der $CuK\alpha$ -Verteilungen zu K1 bis K3 (Abb. 6.9.30) und die Eisenverteilung durch Addition der $FeK\alpha$ -Verteilungen zu K9 bis K12 (Abb. 6.9.17). In den Darstellungen in Abb. 6.9.6 ergeben sich dabei Inhomogenitäten. Während am rechten Rand eine erhöhte Eisenkonzentration auftritt, ist die Kupferkonzentration in diesem Probenbereich niedriger. Die Ursache hierfür ist im Herstellungsprozeß zu suchen, bei dem es offensichtlich nicht zu einer homogenen Durchmischung beider Phasen gekommen ist. Die im weiteren Verlauf der Untersuchungen gemachten Angaben zu Volumenanteilen bestimmter lokaler Texturkomponenten müssen stets auf die dort vorhandene Elementkonzentration bezogen werden.

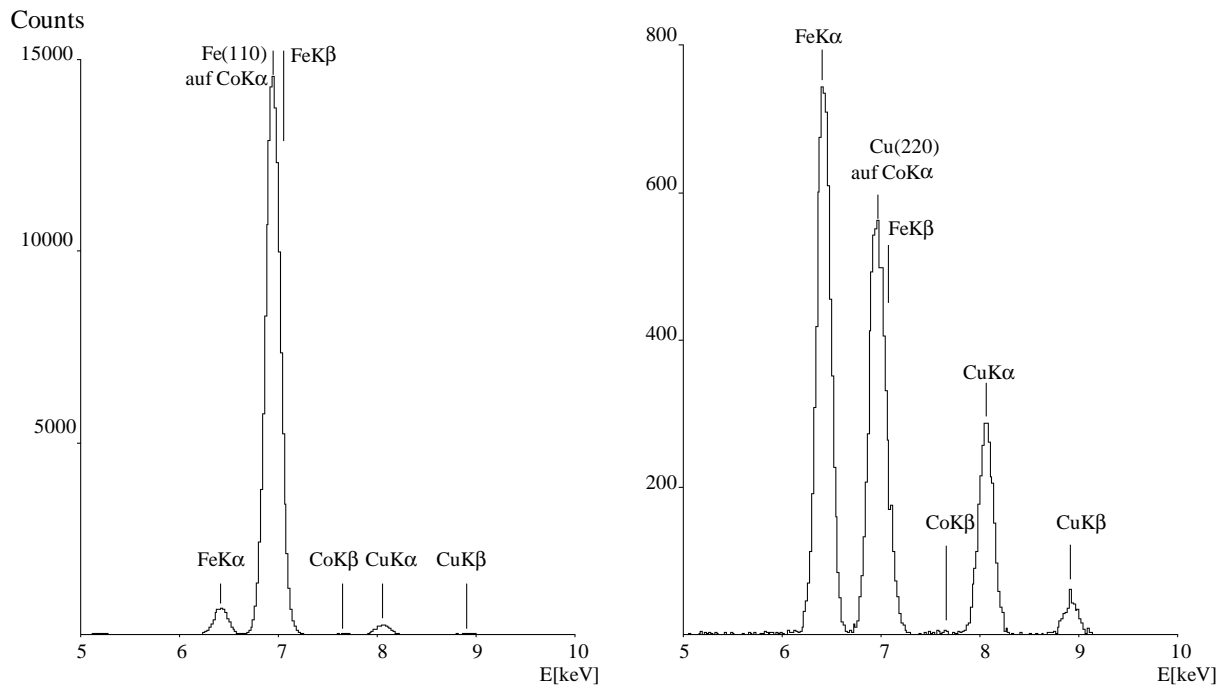


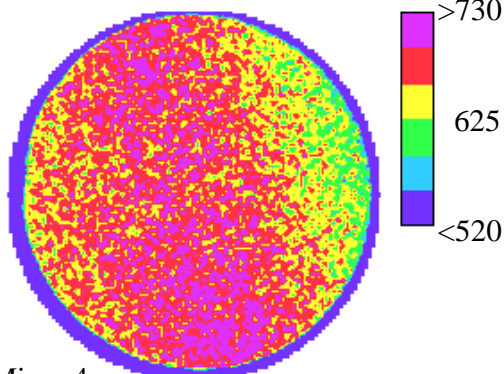
Abbildung 6.9.5

Energiespektren der Kupfer-Eisen-Probe. Meßzeit $t = 60s$; Primärstrahlung: Kobalt.

Links: $2\vartheta = 52.42^\circ$, Fe(110) auf CoK α , Detektorabstand $D = 70mm$;

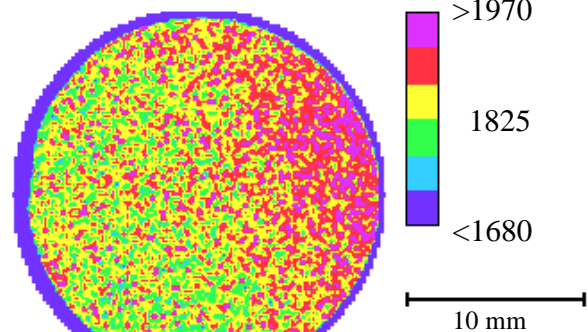
Rechts: $2\vartheta = 88.94^\circ$, Cu(220) auf CoK α ; Detektorabstand $D = 35mm$;

Cu K α



Min = 4
Max = 802

Fe K α



Min = 13
Max = 2270

Abbildung 6.9.6

Verteilungen der K α -Fluoreszenzintensitäten der Elemente Kupfer und Eisen über den Querschnitt der warmstranggepreßten Kupfer-Eisen-Probe.

6.9.1.1 Die Eisenphase der warmstranggepreßten CuFe-Probe

Polfigurmessungen

Die entlang des Probendurchmessers aufgenommenen Polfiguren sind in Abb. 6.9.7 dargestellt. Aus ihnen geht hervor, daß an allen Meßpositionen eine intensitätsstarke $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponente vorliegt. Im mittleren Probenbereich ist der Intensitätsverlauf auf den Faserringen homogen, während an den äußeren Positionen für bestimmte Richtungen ausgeprägte Maxima auftreten. In allen $\langle 110 \rangle$ -Polfiguren befindet sich das Intensitätsmaximum nicht exakt im Zentrum, d.h. die Faserachse ist gegenüber der Drahtachse leicht verkippt. Weiterhin findet man im Zentrum der $\langle 110 \rangle$ -Polfiguren für die Randpositionen ellipsenförmige Maxima, deren Längsachsen parallel zur Probenreferenzrichtung liegen. In diesen Probenbereichen existieren also auch Kristallite, deren $\langle 110 \rangle$ -Normalen bezüglich der Drahtachse stärker gekippt sind.

Die Polfiguren des Bogen-Scans wurden für ein und dasselbe ortsfeste Probenkoordinatensystem aufgenommen. Wie man den Darstellungen in Abb. 6.9.8 entnimmt, drehen sich die Intensitätsmaxima auf den Faserringen von einer Position zur anderen um jeweils 15° mit. Da der Winkelabstand der Meßpositionen auf dem Probenrand ebenfalls 15° beträgt, ist hier eine der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen bevorzugt radial ausgerichtet. Dies ist ein erster Hinweis auf eine zyklische $\langle 110 \rangle \langle 100 \rangle$ -Faser.

ODF-Analyse durch die Reihenmethode

Für jede Position des Linien- und Bogen-Scans wurde die ODF $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ für trikliner Probensymmetrie bestimmt. Sie unterscheidet sich für die Positionen des Probeninneren 3 bis 7 nur wenig. Deshalb wird in Abb. 6.9.9 lediglich die ODF für die Probenmitte dargestellt. Beim Übergang in den Randbereich ergeben sich jedoch signifikante Änderungen in der Textur der Eisenphase der warmstranggepreßten CuFe-Probe (Abb. 6.9.10 und 6.9.11).

Aus den Verläufen der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ in Abb. 6.9.12 geht hervor, daß über den gesamten Probenquerschnitt eine starke $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponente vorhanden ist. Da für die Positionen 2 bis 8 keiner der φ_1 -Winkel bevorzugt auftritt, handelt es sich hier jeweils um echte $\langle 110 \rangle$ -Fasern. An den beiden Randpositionen 1 und 9 ergeben sich jedoch starke Oszillationen entlang der Skelettlinie, wobei die Maxima bei $\varphi_1 \approx 0^\circ$ und $\varphi_1 \approx 180^\circ$ liegen. Bei diesen kristallographisch gleichwertigen Orientierungen liegt eine der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen der Kristallite senkrecht zur Probenreferenzrichtung (Skizze in Abb. 6.9.12). Wie aus den Skelettlinien für die Positionen des Bogen-Scans A bis G in Abb. 6.9.13 hervorgeht, verschiebt sich die Lage der Maxima um jeweils $\Delta\varphi_1 \approx 15^\circ$. An Pos. A ist sie gegenüber G um 90° gedreht. Da für alle Positionen ein und dasselbe Probenkoordinatensystem verwendet wurde, sind innerhalb des erfaßten Meßvolumens $\langle 100 \rangle$ -Richtungen der Kristallite stets bevorzugt radial ausgerichtet. Am Rand der warmstranggepreßten CuFe-Probe liegt also eine zyklische $\langle 110 \rangle \langle 100 \rangle$ -Faser der Eisenphase vor.

Für die Positionen 2 bis 8 befinden sich in den φ_1 -Schnitten der ODF für $\Phi = 90^\circ$ stets Nebenmaxima bei $\varphi_2 \approx 25^\circ$ und 65° (Abb. 6.9.14). Neben der $\langle 110 \rangle$ -Faser existiert offensichtlich noch eine weitere Faserkomponente, deren Faserachse im Kristallsystem nahe der $\langle 120 \rangle$ -Richtung verläuft und im folgenden als „Nebenfaser“ bezeichnet werden soll.

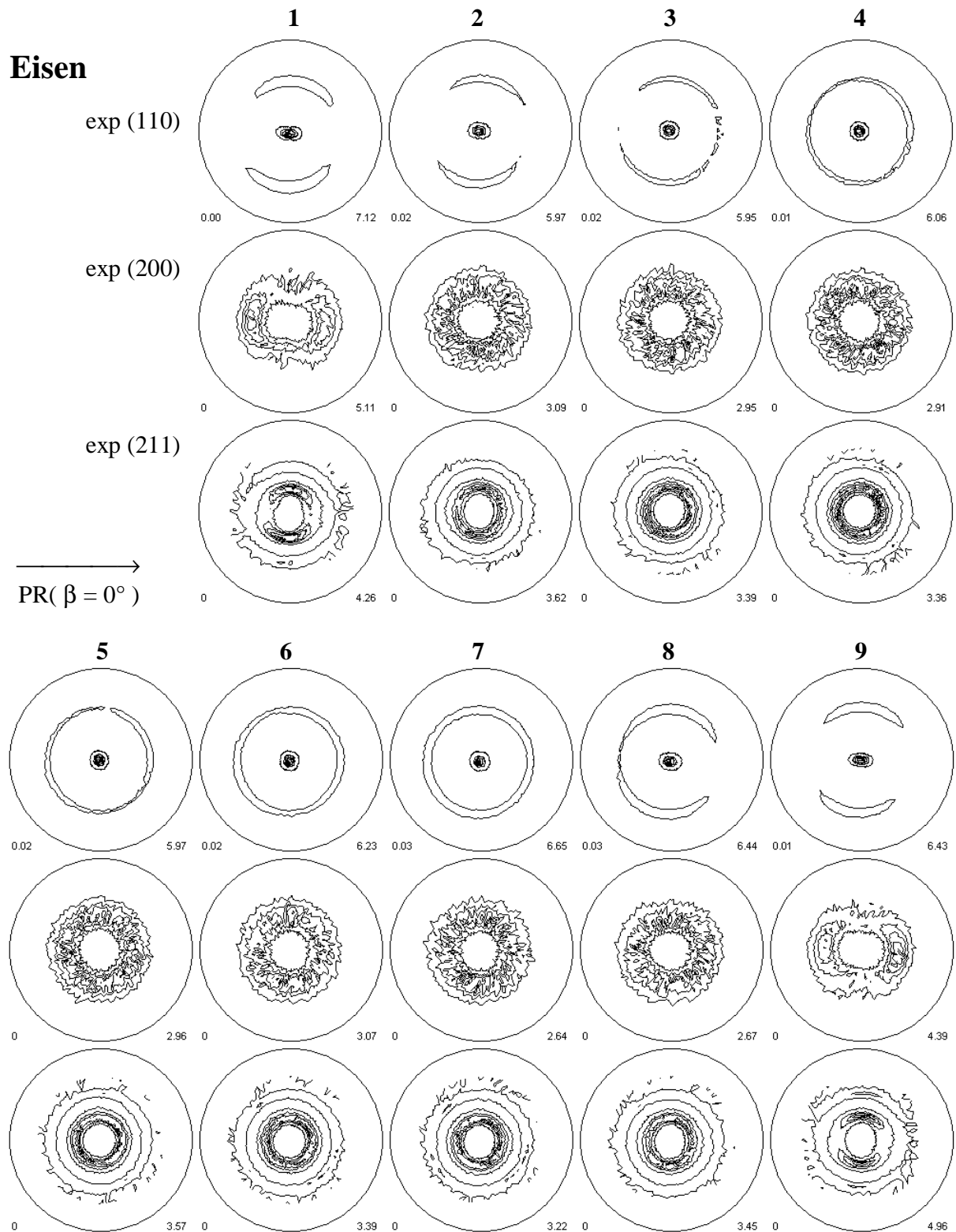


Abbildung 6.9.7

Experimentelle Polfiguren der Eisenphase für die Meßpositionen des Linien-Scans 1 bis 9.

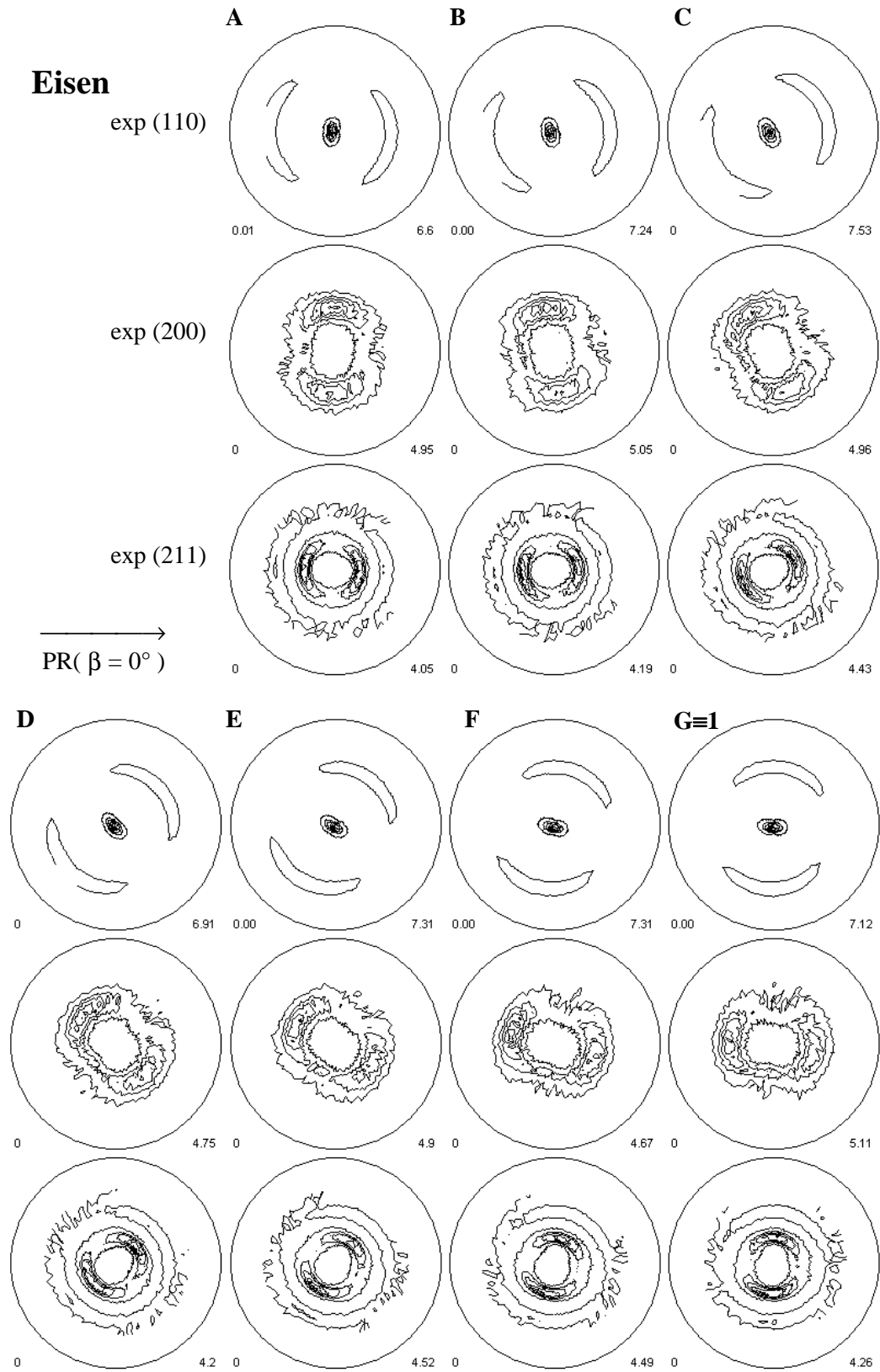
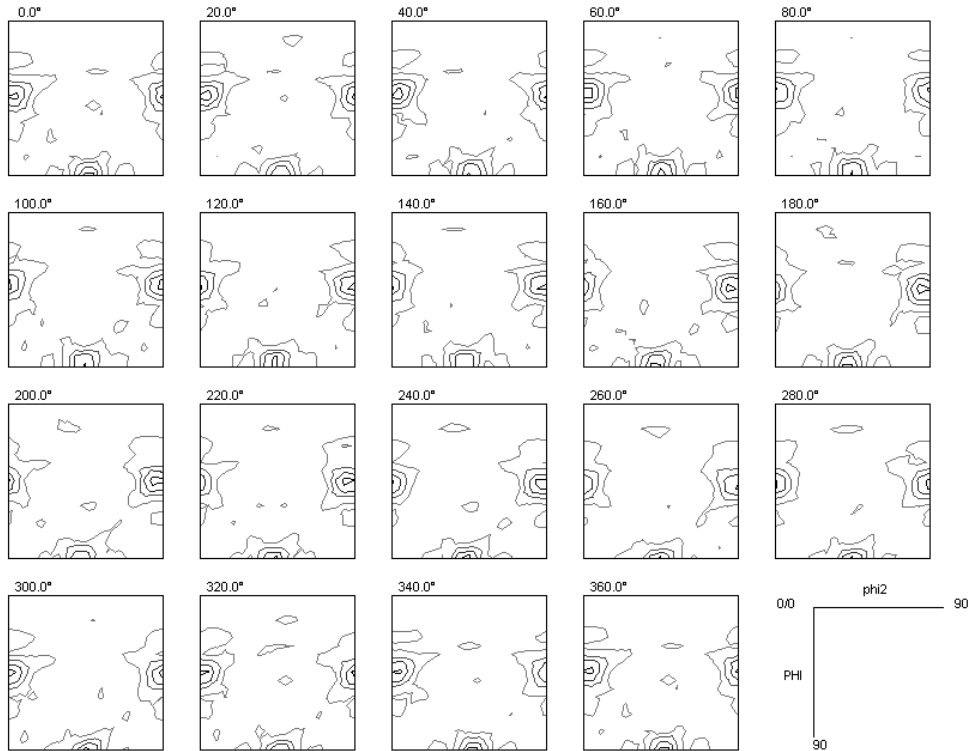


Abbildung 6.9.8

Experimentelle Polfiguren der Eisenphase für die Meßpositionen des Bogen-Scans A bis G.

Fe Pos 5

Phi1 cuts, Max = 12.39



Fe Pos 5

Phi2 cuts, Max = 12.39

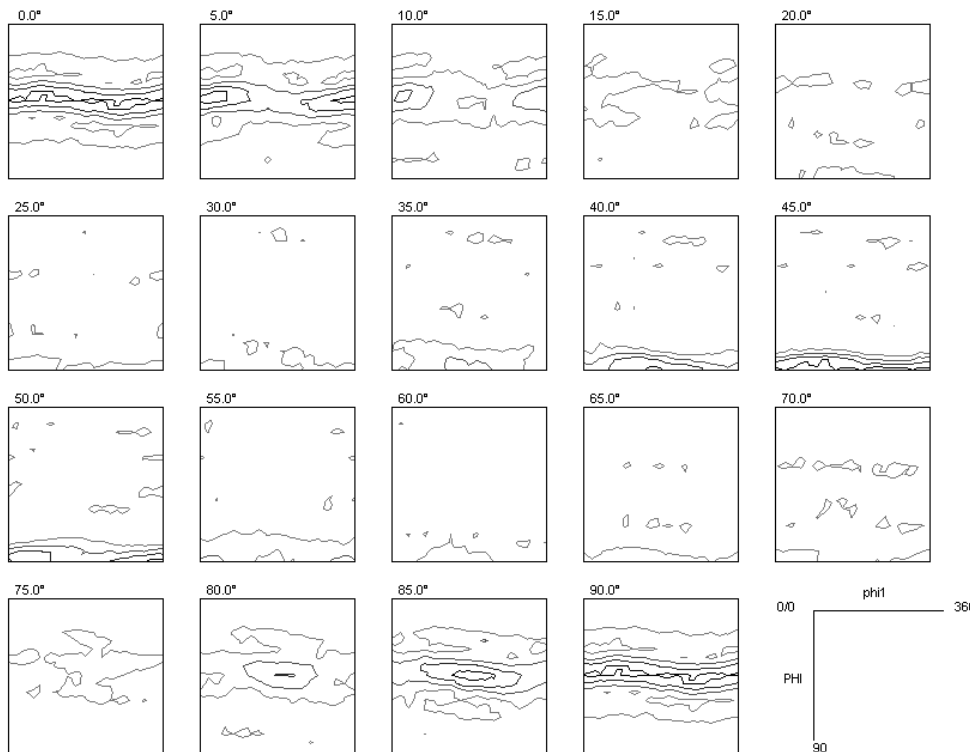
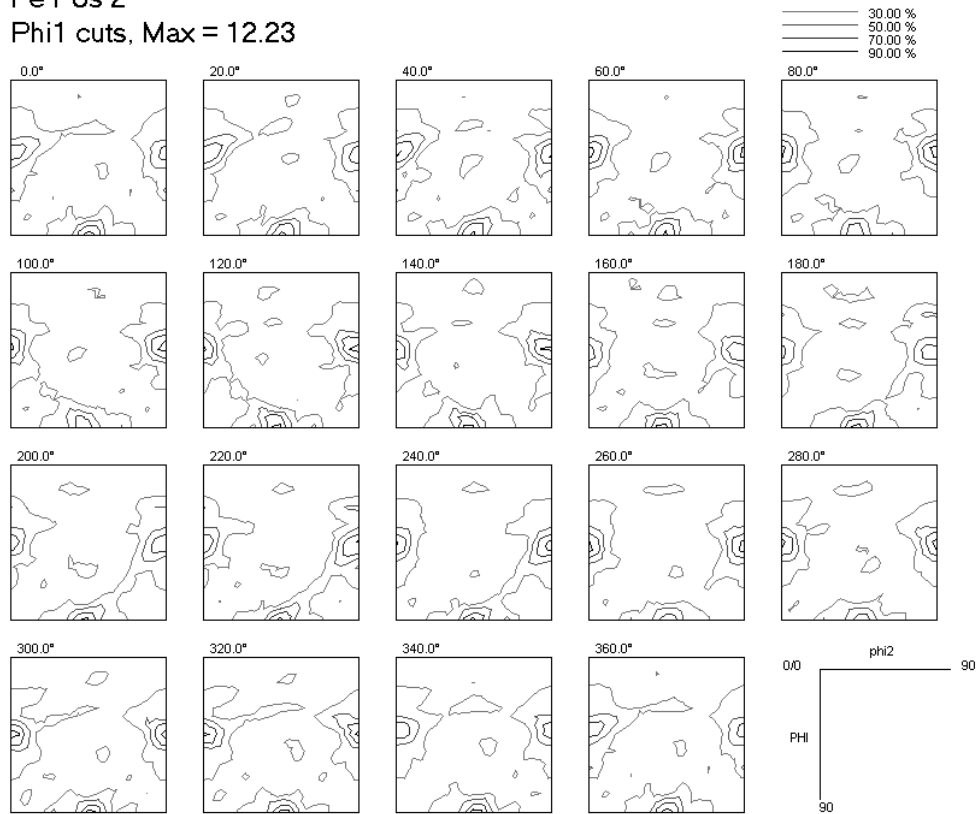


Abb. 6.9.9
ODF Eisen für
Pos. 5
(Probenmitte).

Fe Pos 2
Phi1 cuts, Max = 12.23



Fe Pos 2
Phi2 cuts, Max = 12.23

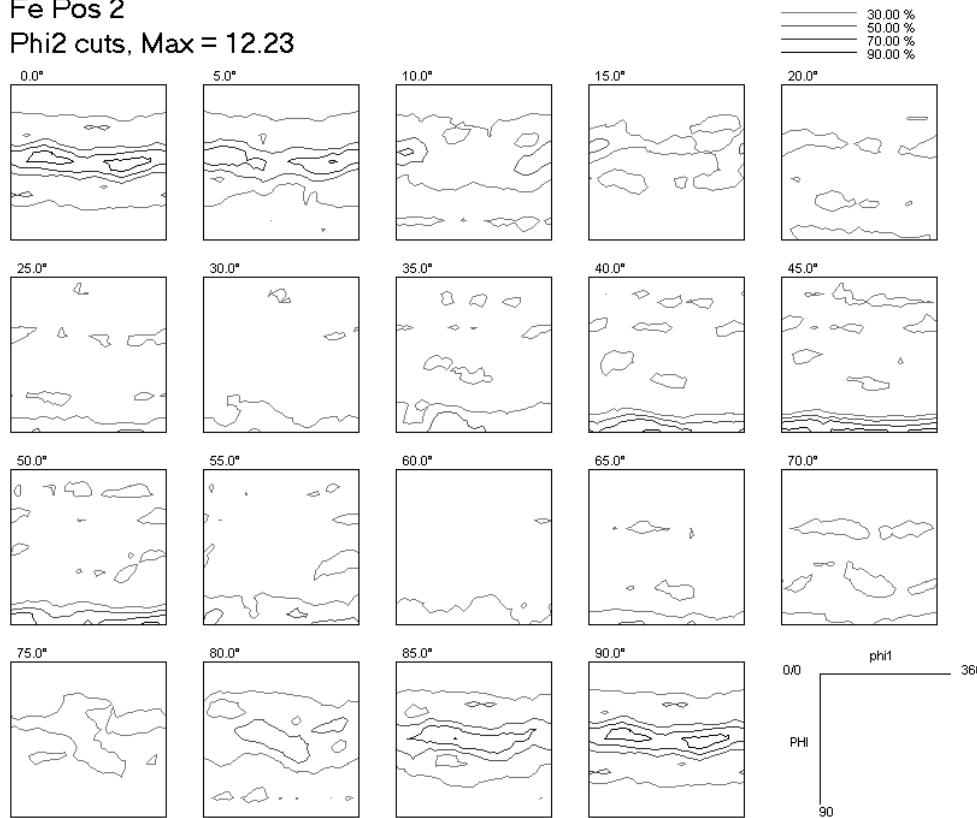
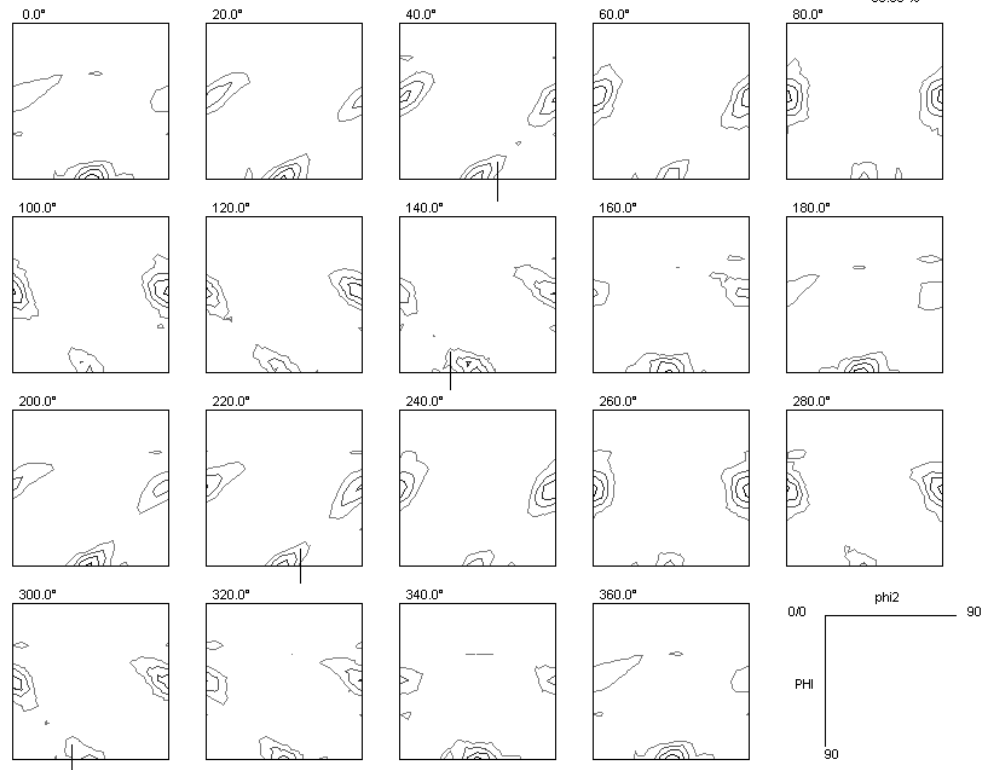


Abb. 6.9.10
ODF Eisen für
Pos. 2

Fe Pos 9

Phi1 cuts, Max = 16.87



Fe Pos 9

Phi2 cuts, Max = 16.87

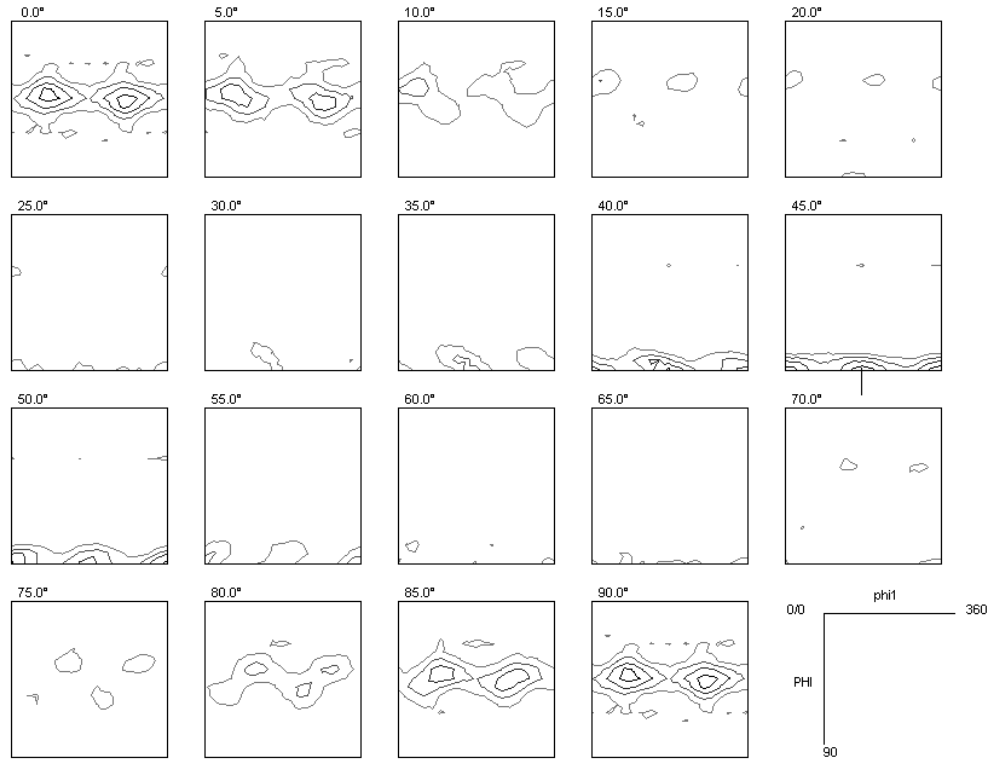
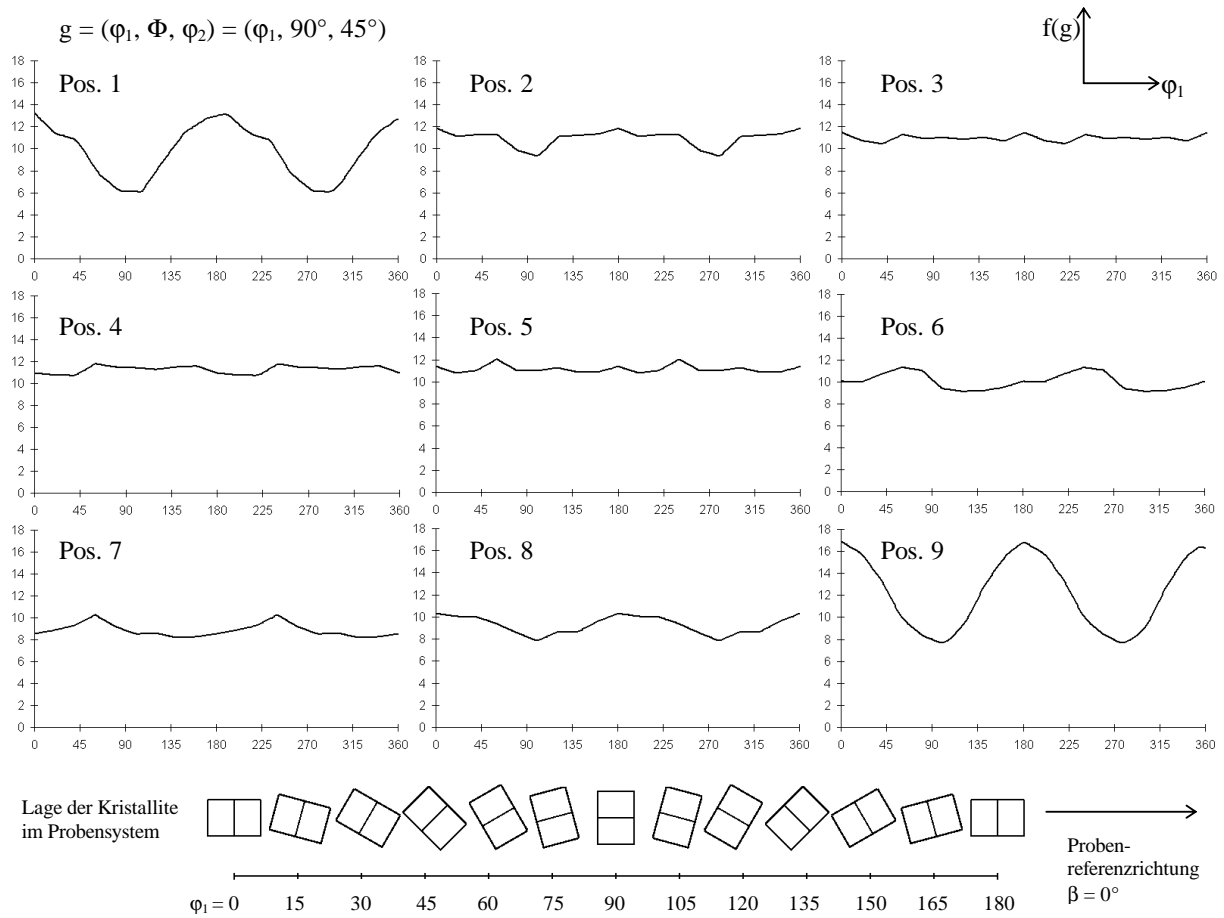


Abb. 6.9.11
ODF Eisen für
Pos. 9
(Probenrand).
Pfeile markieren
Peakkomponen-
ten aus Kompo-
nentenfit.

**Abbildung 6.9.12**

$\langle 110 \rangle$ -Faser in der ODF. Orientierungsdichteverteilung entlang der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ für die Positionen des Linien-Scans 1 bis 9. Im Probeninneren liegt eine echte $\langle 110 \rangle$ -Faser vor. Am Probenrand existiert eine zyklische $\langle 110 \rangle(100)$ -Faser mit bevorzugten radialen Orientierungen. In der Skizze sind schematisch die Lagen der Kristallite in der Probe dargestellt.

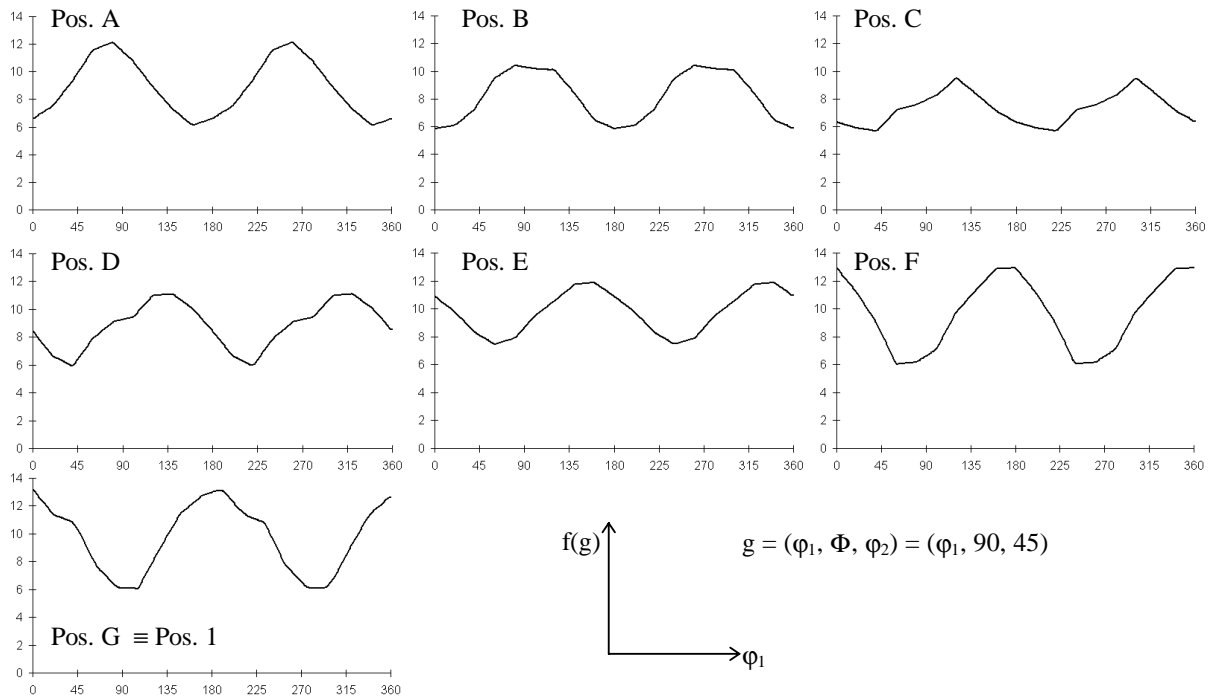


Abbildung 6.9.13

Zyklische $\langle 110 \rangle (100)$ -Faser in der ODF. Orientierungsdichteverteilung entlang der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ für die Positionen des Bogen-Scans A bis G.

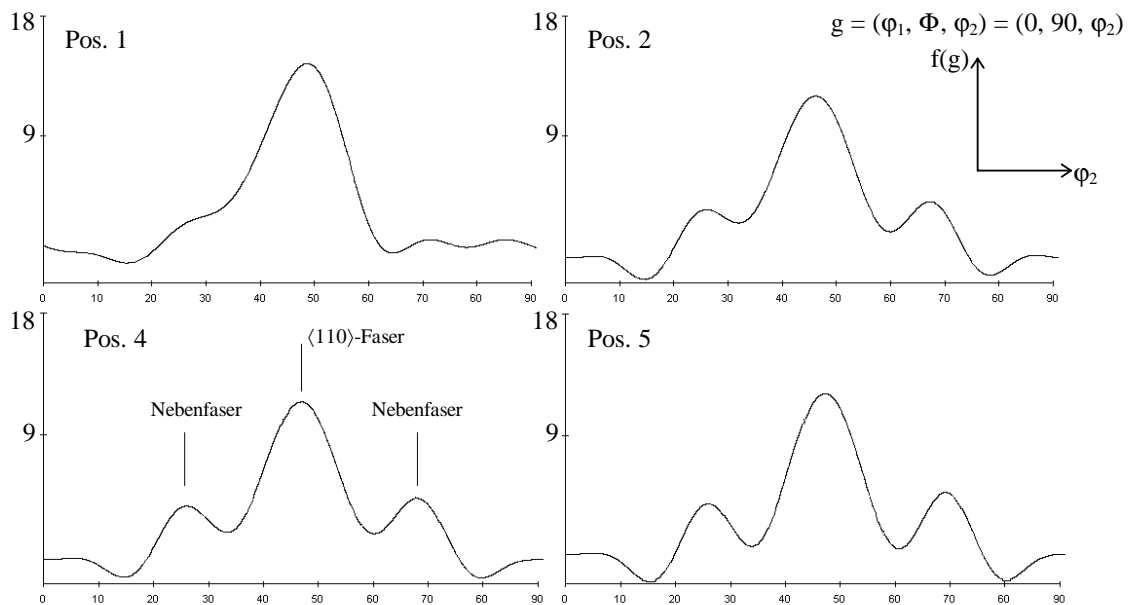


Abbildung 6.9.14

Nebenfaser nahe $\langle 120 \rangle$ an den Positionen 2 bis 8.

Texturapproximation durch Modellkomponenten

Nach der Bestimmung der ODF durch die Reihenmethode erfolgte eine quantitative Texturanalyse auch mit der Komponentenmethode. Insbesondere bei wenigen scharfen Komponenten ist diese zur Approximation der Textur geeignet. Die Ergebnisse des Komponentenfits sind in Tab. 6.9.1 zusammengefaßt. Für drei ausgewählte Meßpositionen sind weiterhin die aus den Komponenten rückgerechneten Polfiguren in Abb. 6.9.15 dargestellt. Sie zeigen eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen. Die zyklische Faser kann in einfacher Weise durch Modellkomponenten beschrieben werden. Die Idee dabei ist, den konstanten Anteil der Funktion $f(g)$ durch eine echte $\langle 110 \rangle$ -Faser zu beschreiben und den oszillierenden Anteil durch eine oder mehrere um die radiale Vorzugsorientierung verbreiterte Peakkomponenten.

Für alle Positionen lieferte der Komponentenfit eine intensitätsstarke $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponente FK1. Für die Richtung der Faserachse im Kristallsystem weicht der φ_2 -Wert um 2 bis 3° vom idealen Wert der $\langle 110 \rangle$ -Richtung $\varphi_2 = 45^\circ$ ab. Im Probenystem ist die Richtung der Faserachse gegenüber der Probenormalen stets leicht gekippt. Der Kippwinkel variiert für die Positionen des Probeninneren zwischen 2 und 3° . Berücksichtigt man jedoch die Größe der Halbwertsbreiten, so kann man die Komponente FK1 als $\langle 110 \rangle$ -Faser identifizieren, deren Faserachse nahezu parallel zur Drahtachse verläuft. An den Positionen 1, 2, 8, und 9 läßt sich die Textur durch Hinzunahme von zwei weiteren $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponenten FK2 und FK3 beschreiben, deren Faserachsen gegenüber der Probenormalen um bis zu 9° gekippt sind. An den Positionen 2 und 8 ist ihr Volumenanteil mit etwa 10 bis 13% noch relativ gering, während er am Rand erheblich ansteigt.

An den äußeren Positionen kann die zyklische $\langle 110 \rangle \langle 100 \rangle$ Faser durch die Superposition einer echten $\langle 110 \rangle$ -Faser und einer Peakkomponenten PK0 approximiert werden. Die Orientierungen von PK0 stimmen dabei gut mit den Positionen der Maxima in den Skelettlinien (Abb. 6.9.12) überein und liegen nahe der idealen radialen Vorzugsorientierung $g = (180^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ der zyklischen $\langle 110 \rangle \langle 100 \rangle$ -Faser. Die Halbwertsbreite der Peakkomponente ist mit 26 bzw. 30° relativ groß. Demnach ist die radiale Vorzugsrichtung innerhalb des analysierten Probenolumens mit einer erheblichen Schwankungsbreite versehen. Hierbei ist jedoch zu beachten, daß bei einem Strahldurchmesser von etwa 2 mm bei den Polfigurmessungen am Probenrand bereits ein Bogensegment von etwa 14° erfaßt wird.

Neben der $\langle 110 \rangle$ -Faser lieferte der Komponentenfit für die Positionen 2 bis 8 eine weitere intensitätsstarke Faserkomponente FK4. Im Kristallsystem verläuft die Richtung der Faserachse etwa zwischen $\langle 230 \rangle$ und $\langle 120 \rangle$. Bei dieser Komponente handelt sich also um die in der ODF-Analyse identifizierte Nebenfaser. Im Probenkoordinatensystem ist die Richtung der Faserachse stets parallel zur Achse der $\langle 110 \rangle$ -Faser. Die Halbwertsbreiten sind mit 10 bis 12° etwa doppelt so groß wie die der $\langle 110 \rangle$ -Faser.

Der Volumenanteil der $\langle 110 \rangle$ - und Nebenfaser ist entlang des Probendurchmessers erheblichen Schwankungen unterworfen (Abb. 6.9.16). In der Probenmitte haben beide Faserkomponenten nahezu gleiche Volumenanteile. Dagegen dominiert in der linken Probenhälfte die $\langle 110 \rangle$ -Faser und in der rechten Hälfte die Nebenfaser.

An den Positionen 1 bzw. 9 lieferte der Komponentenfit vier weitere Peakkomponenten PK1 bis PK4. Ihr Volumenanteil beträgt zusammen etwa 30% bzw. 20%. Die Halbwertsbreiten liegen zwischen 15 und 24° . Durch die Peakkomponenten werden Orientierungen beschrieben, bei denen die $\langle 110 \rangle$ -Normalen der Kristallite bereits erheblich gegenüber der Drahtachse verkippt

sind. Da sie nur an den Probenrändern auftreten, handelt es sich hierbei offensichtlich um bevorzugte Orientierungen der Kristallite, die infolge der wirkenden Scherkräfte bei der Verformung in den oberflächennahen Probenbereichen entstehen. Die Orientierungen der Peakkomponenten lassen sich auch in den ODF-Schnitten als langgezogene Maxima um (110) herum wiederfinden (Abb. 6.9.11).

Pos.	Faserkomponenten (FK)				Peakkomponenten (PK)				Fon I
	Bez.	$\{\Phi, \varphi_2 \mid \alpha, \beta\}$	I	HWB	Bez.	$\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	I	HWB	
1	FK1	{90.0, 47.7 3.8, 250.0}	16.2	5.0	PK0	{181.3, 88.6, 44.3}	20.0	25.7	0
	FK2	{90.0, 48.2 8.3, 192.7}	17.0	6.9	PK1	{229.2, 79.2, 60.9}	7.9	18.8	
	FK3	{90.0, 48.0 6.2, 335.9}	16.1	7.4	PK2	{155.1, 85.7, 41.5}	16.8	24.1	
					PK3	{301.9, 82.8, 27.6}	2.5	13.2	
					PK4	{ 46.9, 81.0, 65.1}	3.5	15.7	
2	FK1	{90.0, 48.1 1.9, 166.4}	31.1	6.8	keine				8.2
	FK2	{90.0, 48.1 4.9, 357.3}	7.0	6.0					
	FK3	{90.0, 47.2 9.0, 173.8}	6.5	7.2					
	FK4	{90.1, 32.7 1.7, 176.0}	47.2	11.6					
3	FK1	{90.0, 48.8 2.1, 152.7}	61.2	10.1	keine				6.5
	FK4	{93.1, 30.2 2.1, 149.1}	32.3	9.8					
4	FK1	{90.0, 48.6 2.1, 172.8}	62.6	10.3	keine				6.0
	FK4	{93.4, 29.8 2.1, 175.9}	31.4	9.5					
5	FK1	{90.0, 48.3 2.4, 196.7}	46.0	7.8	keine				10.4
	FK4	{90.0, 33.0 2.2, 202.5}	43.6	10.6					
6	FK1	{90.0, 48.5 3.1, 213.7}	45.4	8.3	keine				9.4
	FK4	{90.0, 32.3 3.1, 216.3}	45.2	11.5					
7	FK1	{90.0, 48.2 3.8, 223.7}	39.0	8.5	keine				11.4
	FK4	{90.0, 32.8 3.3, 220.9}	49.6	12.1					
8	FK1	{90.0, 48.1 3.8, 224.0}	33.7	7.6	keine				10.6
	FK2	{90.0, 47.9 6.0, 342.5}	6.5	7.0					
	FK3	{90.0, 47.7 9.9, 179.4}	3.3	6.0					
	FK4	{90.1, 32.4 3.0, 221.5}	45.9	12.5					
9	FK1	{90.2, 47.5 1.5, 185.5}	10.6	5.4	PK0	{174.6, 89.7, 44.5}	23.9	29.3	0
	FK2	{90.0, 48.4 3.9, 348.1}	26.8	7.8	PK1	{307.7, 81.9, 28.8}	4.8	18.3	
	FK3	{90.0, 48.7 8.0, 179.3}	18.7	7.8	PK2	{217.1, 82.3, 59.4}	5.3	17.6	
					PK3	{134.5, 82.8, 30.5}	5.3	19.1	
					PK4	{ 34.6, 83.7, 59.4}	4.4	16.5	

Tabelle 6.9.1

Durch Komponentenfit ermittelte Texturkomponenten der Eisenphase für die Positionen des Linien-Scans. FK1 bis FK3 = $\langle 110 \rangle$ -Faser; FK4 = Nebenfaser; Intensität I in [Vol%]; Halbwertsbreite HWB in [°]; alle Winkelangaben in [°]

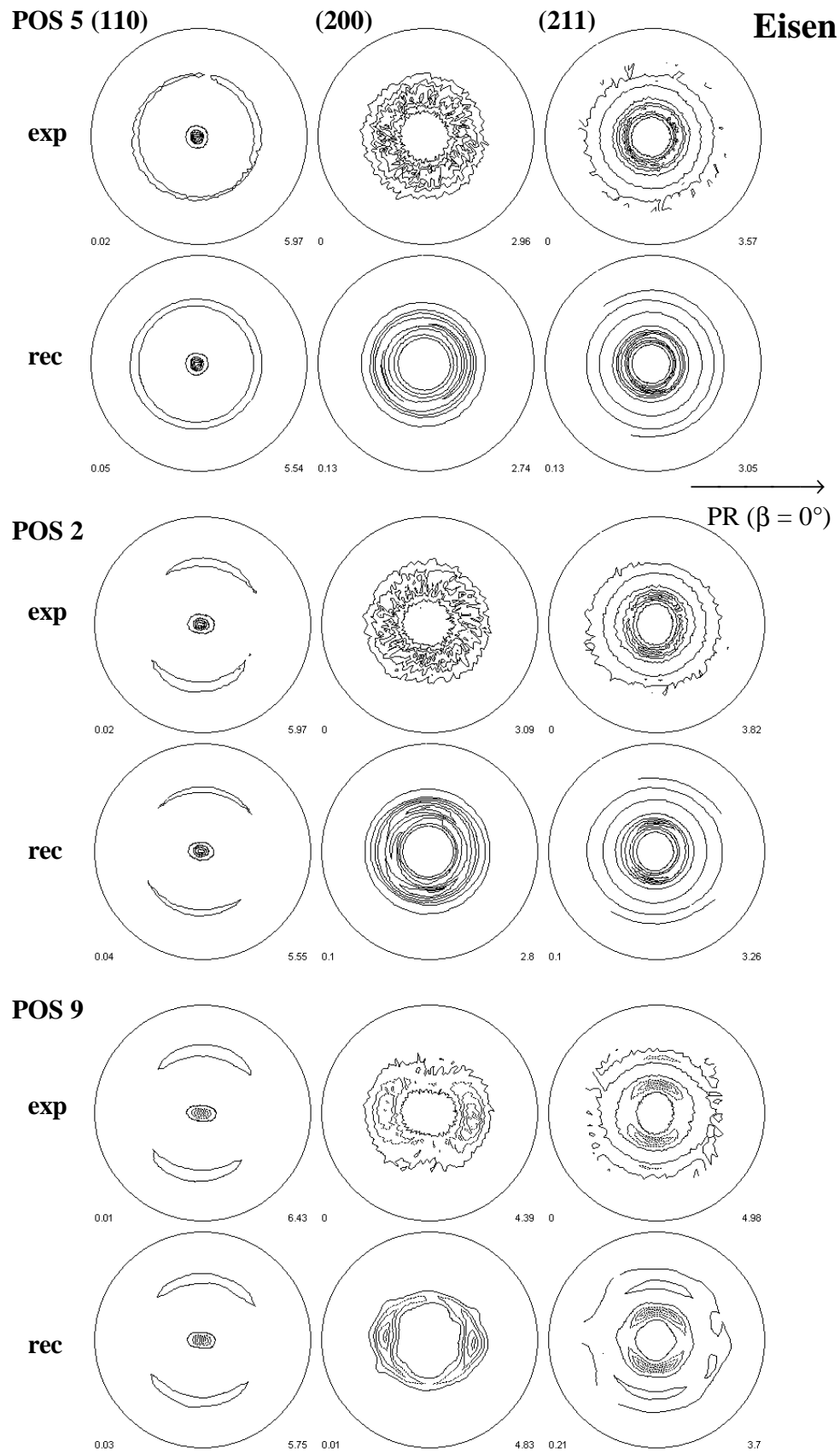


Abb. 6.9.15
 Experimentelle
 und durch
 Komponenten
 rückgerechnete
 Polfiguren
 Positionen 2, 5
 und 9.

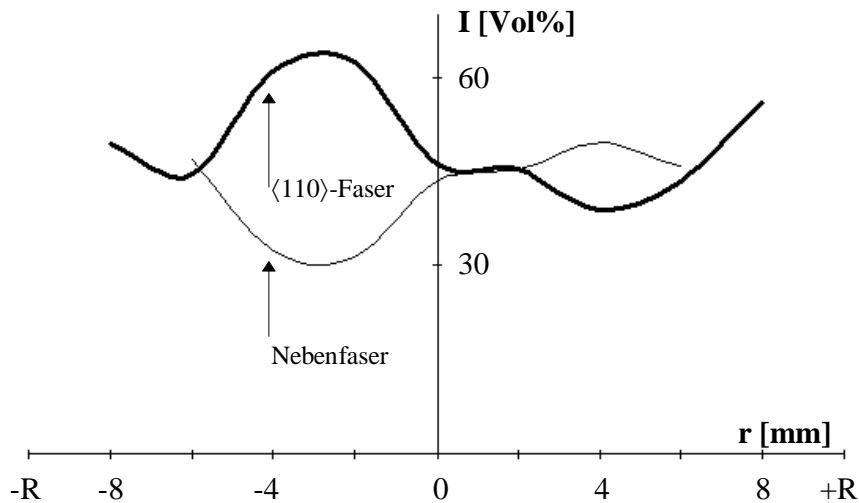


Abbildung 6.9.16
Volumenanteile der $\langle 110 \rangle$ - und der Nebenfaser an der Eisenphase entlang des Probendurchmessers

Die Texturverteilungsbilder der Eisenphase

Die Textur der Eisenphase der warmstranggepreßten CuFe-Probe wurde für insgesamt 13 Polfigurpunkte $K(\alpha, \beta)$ kartographiert (Abb. 6.9.17). In allen aufgenommenen Texturverteilungen ergeben sich durch den Verformungsprozeß erhebliche Inhomogenitäten.

Die $\langle 110 \rangle$ -Texturverteilungen zu K4 bis K8 sind in Abb. 6.9.18 dargestellt. Der Polfigurpunkt K4 entspricht dabei der mittleren Richtung der $\langle 110 \rangle$ -Faserachse von FK1. Bei der Rastermessung werden also nur $\langle 110 \rangle$ -Netzebenen erfaßt, deren Normalen parallel zur Faserachse liegen. Im Texturverteilungsbild zu K4 ergibt sich eine asymmetrische Verteilung mit geringen Poldichten am linken und hohen Poldichten am rechten Probenrand. Im Probeninneren existiert links vom Mittelpunkt ein Gebiet mit erhöhter Intensität. Betrachtet man die Änderung der Poldichte entlang der Polfigurmeßpositionen des Linien-Scans, so ergibt sich qualitativ ein ähnlicher Verlauf wie für den Volumenanteil der $\langle 110 \rangle$ -Faser in Abb. 6.9.16.

Weitere $\langle 110 \rangle$ -Texturverteilungsbilder wurden zu den Richtungen K5 bis K8 aufgenommen, die gegenüber K4 um 7° gekippt und in 90° -Schritten gedreht sind. Bei den Rastermessungen tragen nun $\langle 110 \rangle$ -Netzebenen zur Poldichte bei, deren Normalen gegenüber der $\langle 110 \rangle$ -Faserachse um 7° gekippt und den jeweils eingestellten Winkel β gedreht sind. In den Verteilungsbildern in Abb. 6.9.18 sind starke Inhomogenitäten zu erkennen. In einem scharf lokalisierten Randbereich mit einer Breite von 1 bis 2 mm findet man hohe Poldichten auf jeweils einer Seite der Probe. Beachtet man die eingestellten Probenrichtungen, so stellt man fest, daß die $\langle 110 \rangle$ -Normalen in diesen schmalen Randbereichen in radialer Richtung gekippt sind. Im Probenkoordinatensystem würden sie einen Kegel bilden, dessen Spitze in die Probe hineinzeigt. Am Probenrand liegt also eine in [44] beschriebene einsinnige Kegelfasertextur vor. In den $\langle 110 \rangle$ -Verteilungsbildern sind Gebiete erhöhter Poldichte auch im Probeninneren zu erkennen, d.h. auch hier existieren Kristallite mit „verkippten“ $\langle 110 \rangle$ -Netzebenen.

In den Texturverteilungsbildern der $\langle 200 \rangle$ -Poldichten zu K9 bis K12 sollte das Auftreten der radialen Vorzugsrichtung der zyklischen Faser sowie die lokale Verteilung von Polen der Nebenfaser untersucht werden. Die in der $\langle 200 \rangle$ -Polfigur außen liegenden Pole K9 und K10 gehören dabei zur $\langle 110 \rangle$ -Faser, die weiter innen liegenden Pole K11 und K12 zur Nebenfaser (Abb. 6.9.17).

Die (200)-Texturverteilungen zu K9 und K10 zeigen eine nahezu konstante Verteilung im Probeninneren und ein stark lokalisiertes Gebiet hoher Poldichte von etwa 1 mm Breite auf beiden Seiten der Probenrandes (Abb. 6.9.19). Hierbei handelt es sich offenbar um die radialen Vorzugsrichtungen der zyklischen $\langle 110 \rangle$ (100) Faser, bei denen die (110)-Netzebenen parallel zur Probenoberfläche liegen und eine der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen bevorzugt radial ausgerichtet ist. Hohe Poldichten treten jeweils auf den gegenüberliegenden Seiten der Probe auf, da die Orientierungen der Kristallite bei einer 180° -Drehung um die Faserachse gleichwertig sind. Eine 90° -Drehung entspräche einer radial bevorzugten $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Zu diesen Kristallrichtungen werden an den Rändern der Probe jedoch Poldichten nahe Null gemessen.

In den (200)-Texturverteilungen zu Polen der Nebenfaser K11 und K12 treten hohe Intensitäten ausschließlich im Probeninneren auf (Abb. 6.9.19). Dies bestätigt die Ergebnisse der quantitativen Texturanalyse, bei denen die Nebenfaser im Randbereich nicht mehr auftritt. Im Texturbild zu K12 ist eine Konzentration in der linken Probenhälfte zu erkennen. Im Verlauf des Volumenanteils der Nebenfaser trat in diesem Bereich der Probe in Abb. 6.9.16 ein hoher Wert auf.

In den Texturverteilungen der (211)-Poldichte zu Probenrichtungen K13 bis K16 sind in der Probenmitte relativ geringe Intensitätsschwankungen zu finden (Abb. 6.9.20). An den Probenrändern treten dagegen erhöhte Poldichten auf. Die Interpretation dieser Verteilungsbilder wird jedoch erschwert durch die Überlagerung von Polen zu unterschiedlichen Orientierungen. Liegt z.B. die (110)-Netzebene parallel zur Oberfläche, dann überlagern sich in den (211)-Polfigurpunkten K13 und K15 die Pole zweier kristallographisch unterschiedlicher Orientierungen $g_1 = (145^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ und $g_2 = (215^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ (Abb. 6.9.21). Dieses Problem muß natürlich auch in den Texturverteilungsbildern zu anderen (hkl)-Poldichten beachtet werden, da grundsätzlich nur die Verteilungen kristallographischer Richtungen gemessen werden können. Im Falle einer echten $\langle 110 \rangle$ -Faser werden bei der Aufnahme der (110)-Texturverteilung zum Polfigurzentrum alle Kristallorientierungen erfaßt, deren Netzebenen parallel zur Probenoberfläche liegen, unabhängig von ihrem Drehwinkel. Dies ist insbesondere für die Untersuchung der lokalen Verteilung von Faserkomponenten von Vorteil. In der (200)-Polfigur kommt es bei der betrachteten $\langle 110 \rangle$ -Faser zu einer Überlagerung von Orientierungen $g_1 = (\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ und $g_2 = (\varphi_1 + 180^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$, die jedoch kristallographisch äquivalent sind und die Interpretation der Texturverteilungsbilder nicht erschweren.

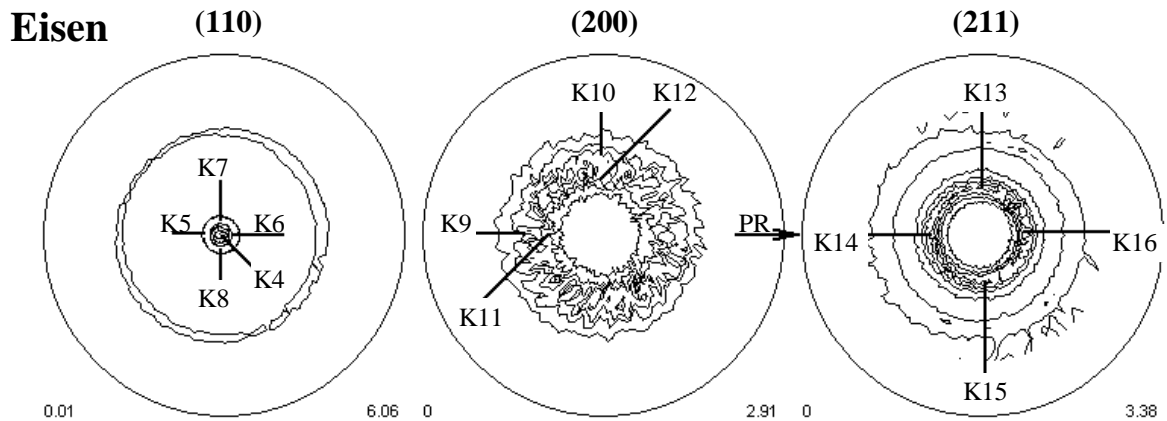


Abbildung 6.9.17

Für die Texturverteilungsbilder der Eisenphase verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$, dargestellt in den experimentellen Polfiguren für Position 4.

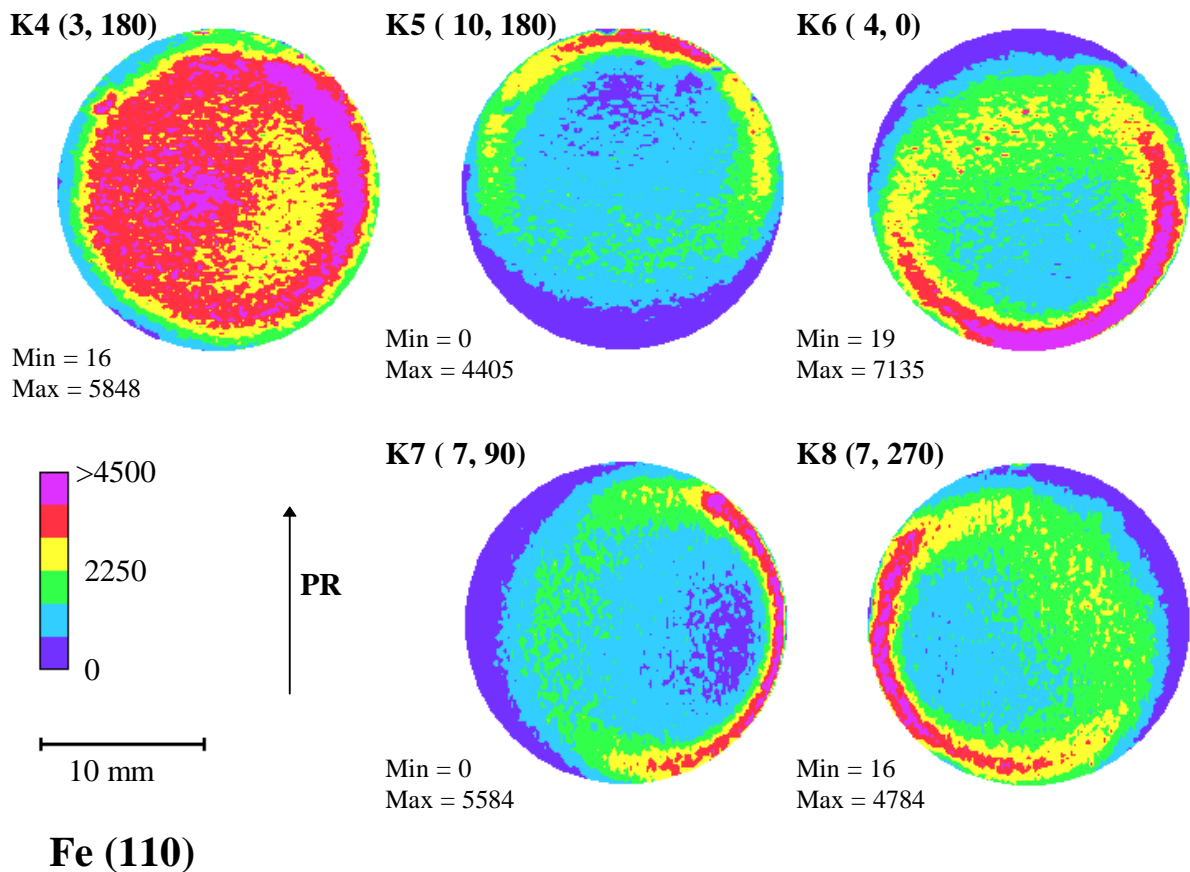


Abbildung 6.9.18

(110)-Texturverteilungen des Eisens zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, 5s/Punkt, $2\theta_{\text{Fe}110} = 52.42^\circ$, Fe(110) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 70 \text{ mm}$.

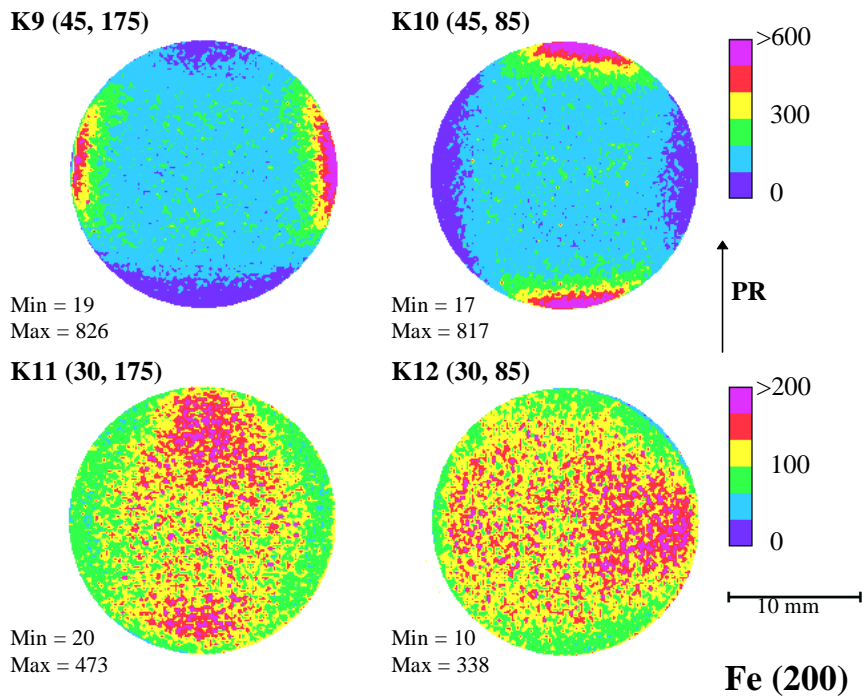


Abbildung 6.9.19

(200)-Texturverteilungen des Eisens zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, 5s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Fe}200} = 77.36^\circ$, Fe(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 70$ mm.

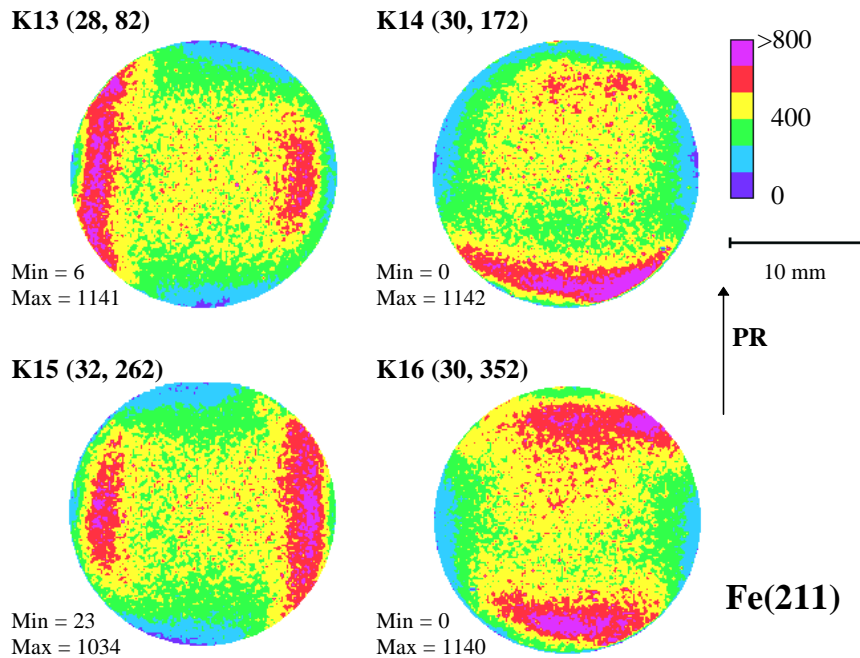


Abbildung 6.9.20

(211)-Texturverteilungen des Eisens zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, 5s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Fe}211} = 99.90^\circ$, Fe(211) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 35$ mm.

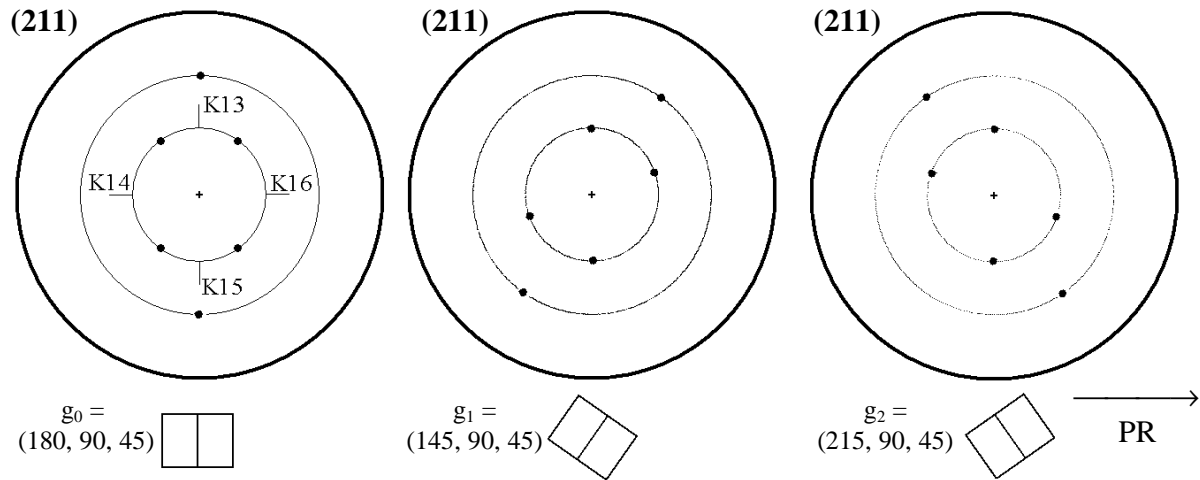


Abbildung 6.9.21

Überlagerung von Poldichten für Kristallite der $\langle 110 \rangle$ -Faser mit unterschiedlichen Orientierungen in den für die (211)-Texturmaps verwendeten Polfigurpunkten. In der Darstellung überlagern sich Pole von $g_1 = (\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ und $g_2 = (\varphi_1 + 180^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ in K13 und K15.

6.9.1.2 Die Kupferphase der warmstranggepreßten CuFe-Probe

Polfigurmessungen

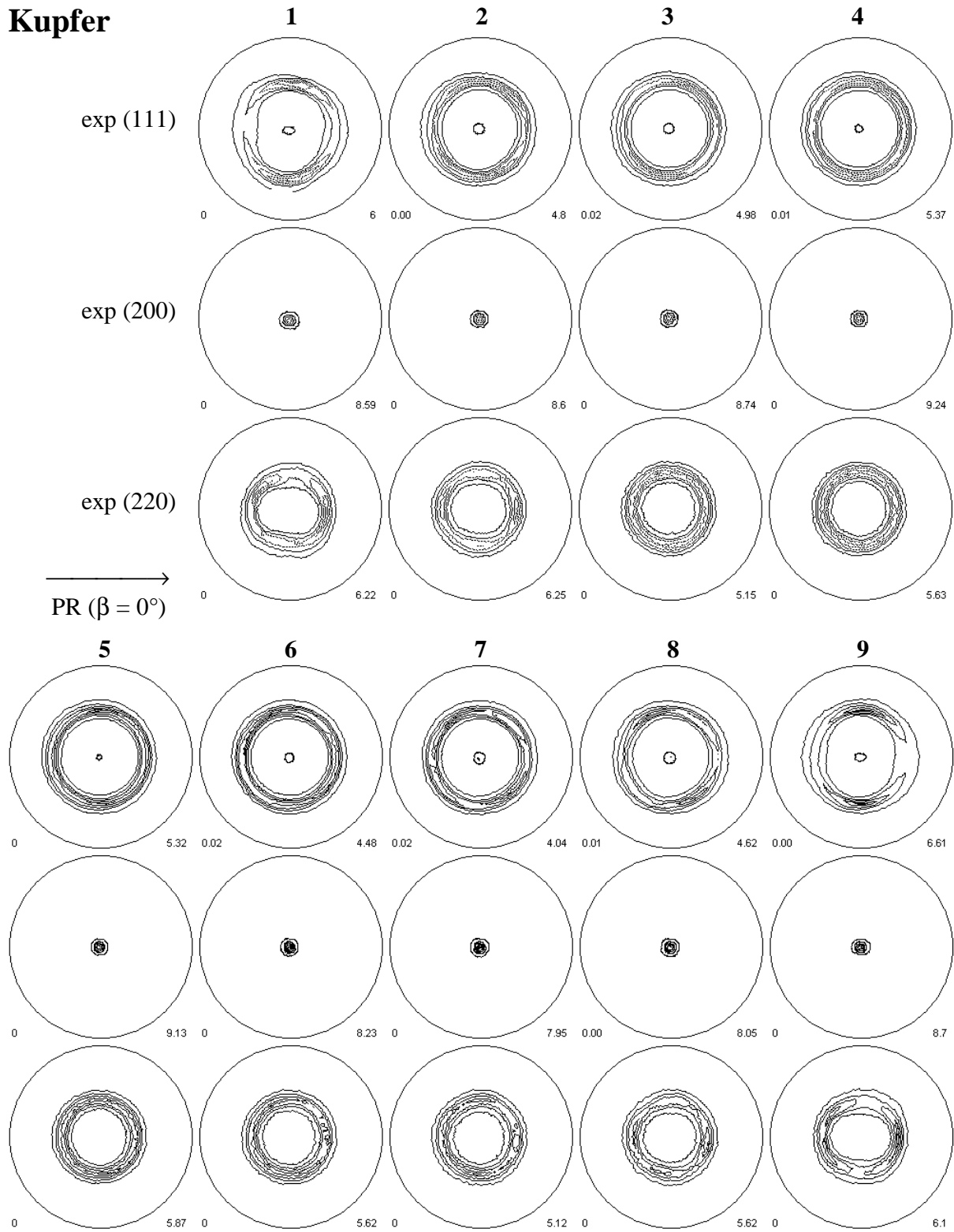
Die entlang des Probendurchmessers aufgenommenen Polfiguren weisen auf das Vorhandensein einer intensitätsstarken $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfaser an allen Meßpositionen hin (Abb. 6.9.22). Leichtere Intensitätsschwankungen kann man auf den Ringen der $\langle 100 \rangle$ -Faser in der (111)- und (220)-Polfigur für die Positionen 2 und 8 erkennen. Am Probenrand (Pos. 1 und 9) treten in der (111)-Polfigur bereits ausgeprägte Intensitätsmaxima bei $\beta \approx 90^\circ$ und $\beta \approx 270^\circ$ auf. In den Polfiguren des Bogen-Scans erkennt man weiterhin, daß sich diese von einer Meßposition zur anderen um jeweils $\Delta\beta \approx 15^\circ$ mitdrehen (Abb. 6.9.23). Für Position A liegen sie bei $\beta \approx 0^\circ$ und $\beta \approx 180^\circ$.

ODF-Analyse durch die Reihenmethode

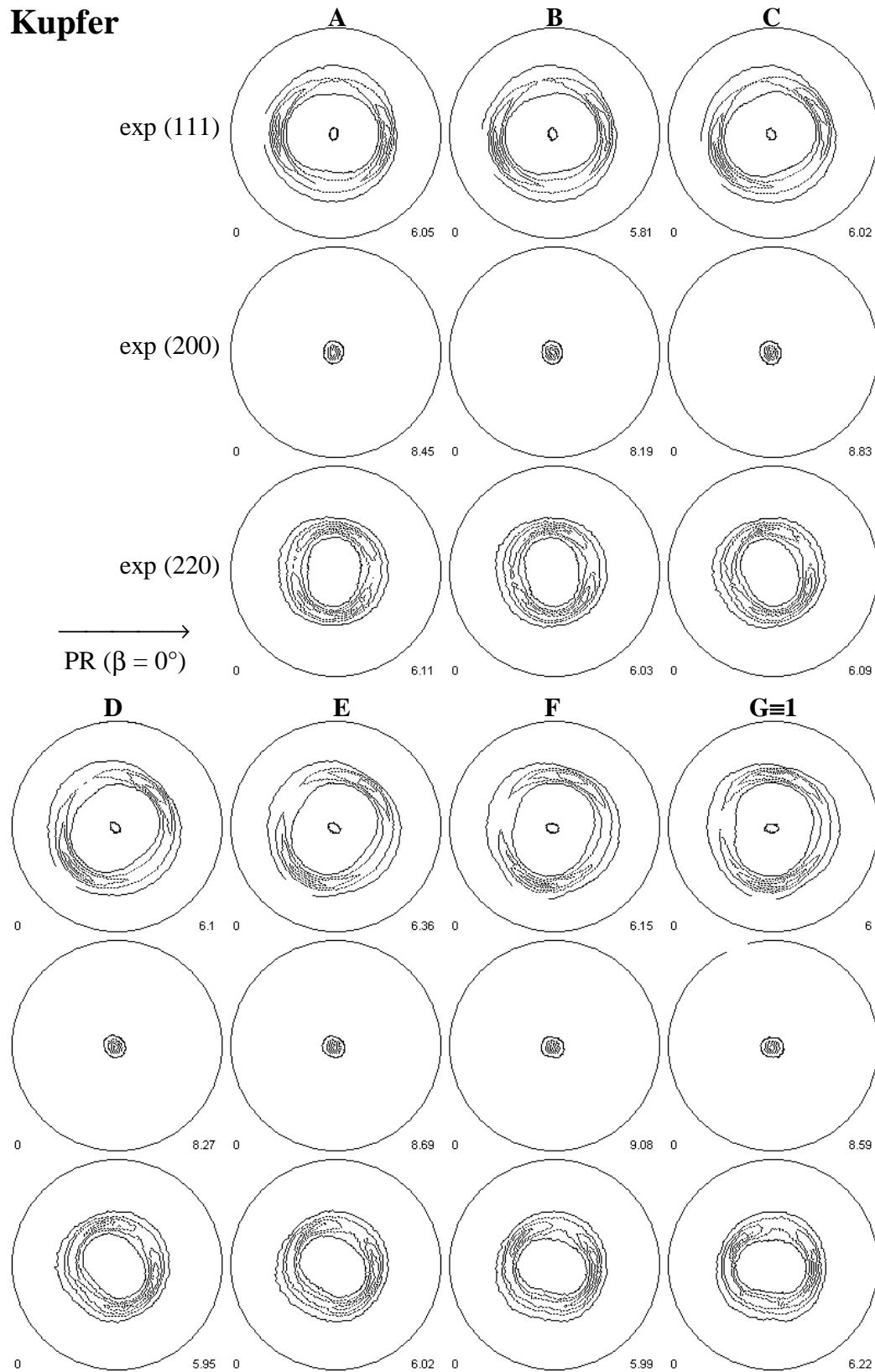
Die ODF wurde mit der Reihenmethode zu jeder Meßposition des Linien- und Bogen-Scans für triklinische Probensymmetrie bestimmt. Im Probeninneren (Pos. 3 bis 7) ergeben sich nur geringe Unterschiede, weshalb in Abb. 6.9.24 nur die ODF für die Probenmitte dargestellt werden soll. Beim Übergang in den Randbereich treten jedoch signifikante Änderungen in der Textur der Kupferphase auf (Abb. 6.9.25 und 6.9.26).

Aus dem Verlauf der Skelettlinien $f(\varphi_1, 90^\circ, 0^\circ)$ in Abb. 6.9.27 geht hervor, daß eine intensitätsstarke $\langle 100 \rangle$ -Faser an allen Positionen vorliegt. Relativ konstante Verläufe ergeben sich für die Positionen 4 bis 6. Innerhalb des analysierten Probenvolumens liegen also echte $\langle 100 \rangle$ -Fasern vor. In Richtung der Probenränder sind Intensitätsschwankungen auf den Skelettlinien festzustellen, die jeweils eine Periode von etwa $\Delta\varphi_1 \approx 90^\circ$ haben. An den Positionen 2 und 8 sind die Maxima bei $\varphi_1 \approx 0^\circ, 90^\circ, 180^\circ$ und 270° relativ stark ausgeprägt. Sie entsprechen Vorzugsorientierungen der Kristallite, bei denen die (100)-Netzebenen tangential zum Probenumfang liegen. Am Probenrand existiert demnach eine zyklische $\langle 100 \rangle$ (100)-Faser. Ihre radiale Vorzugsorientierung ist jedoch im Vergleich zur zyklischen $\langle 110 \rangle$ (100)-Faser der Eisenphase sehr schwach ausgeprägt.

Neben der $\langle 100 \rangle$ -Faser tritt an jeder Meßposition eine echte $\langle 111 \rangle$ -Faser auf. Weiterhin existiert an den Positionen 2 bis 8 eine dritte Faserkomponente, deren Faserachse im Kristallsystem nahe $\langle 611 \rangle$ verläuft. Sie soll im folgenden wieder als Nebenfaser bezeichnet werden. Für die Positionen am Probenrand 1 und 9 sind nur noch einzelne Orientierungen dieser Nebenfaser in „Resten“ vorhanden.

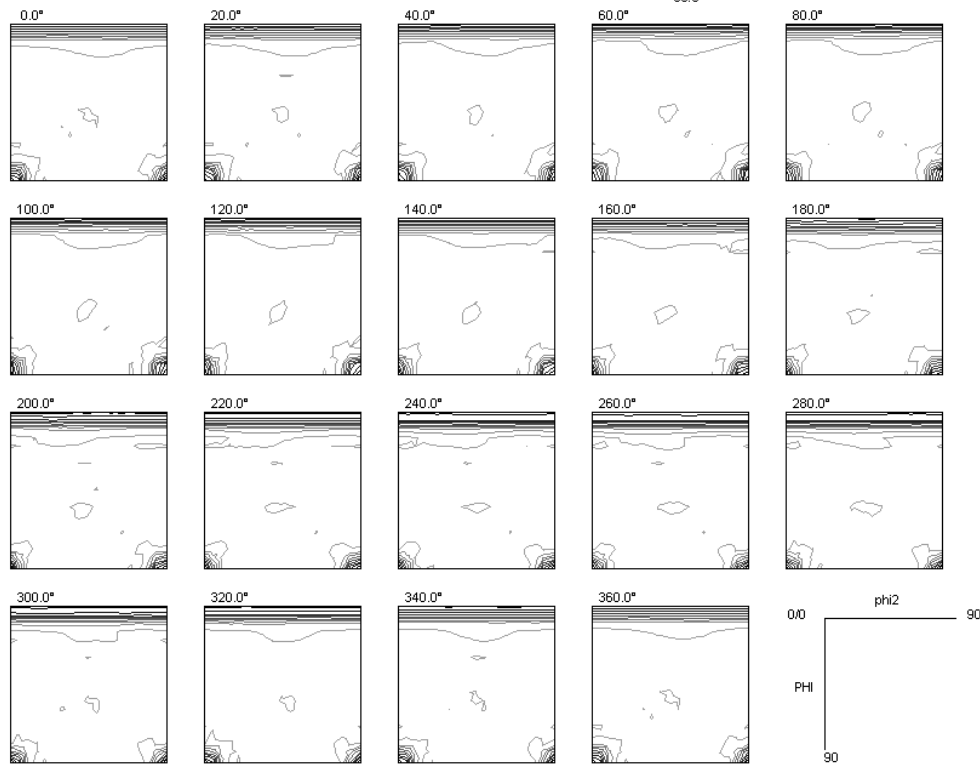
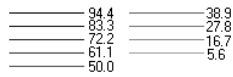
Kupfer**Abbildung 6.9.22**

Experimentelle Polfiguren der Kupferphase für Meßpositionen des Linien-Scans 1 bis 9.

Kupfer**Abbildung 6.9.23**

Experimentelle Polfiguren der Kupferphase für Meßpositionen des Bogen-Scans A bis G.

Cu Pos 5
Phi1 cuts, Max = 37.44



Cu Pos 5
Phi2 cuts, Max = 37.44

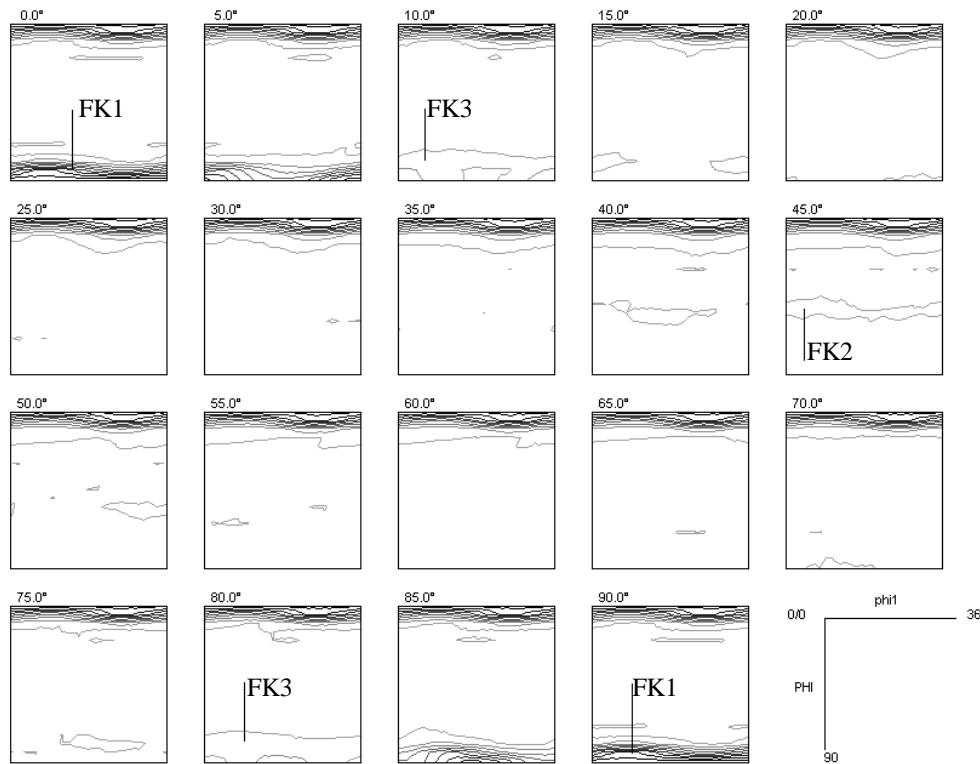
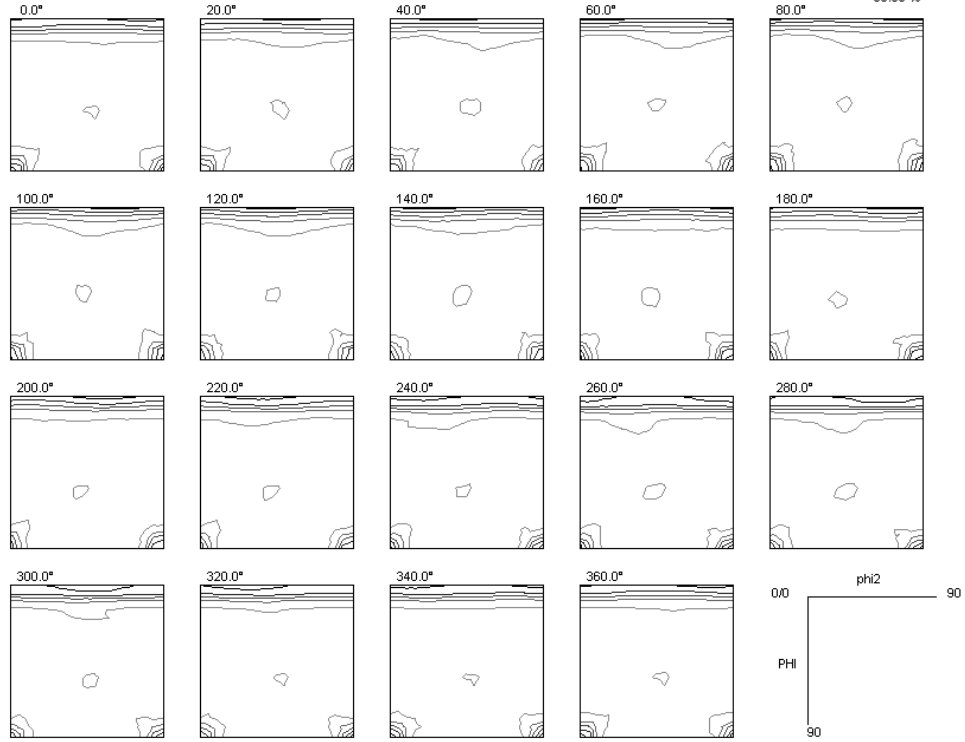


Abb. 6.9.24
ODF Kupfer für
Pos. 5.
FK1: $\langle 100 \rangle$ Faser
FK2: $\langle 111 \rangle$ Faser
FK3: Nebenfaser

Cu Pos 8

Phi1 cuts, Max = 30.19



Cu Pos 8

Phi2 cuts, Max = 30.19

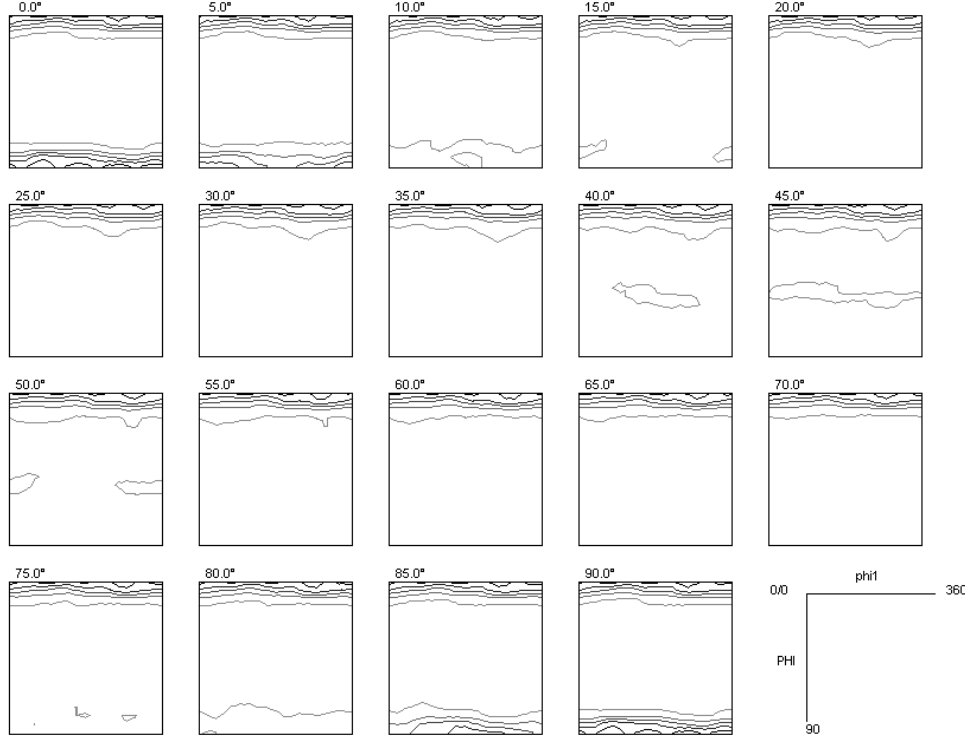
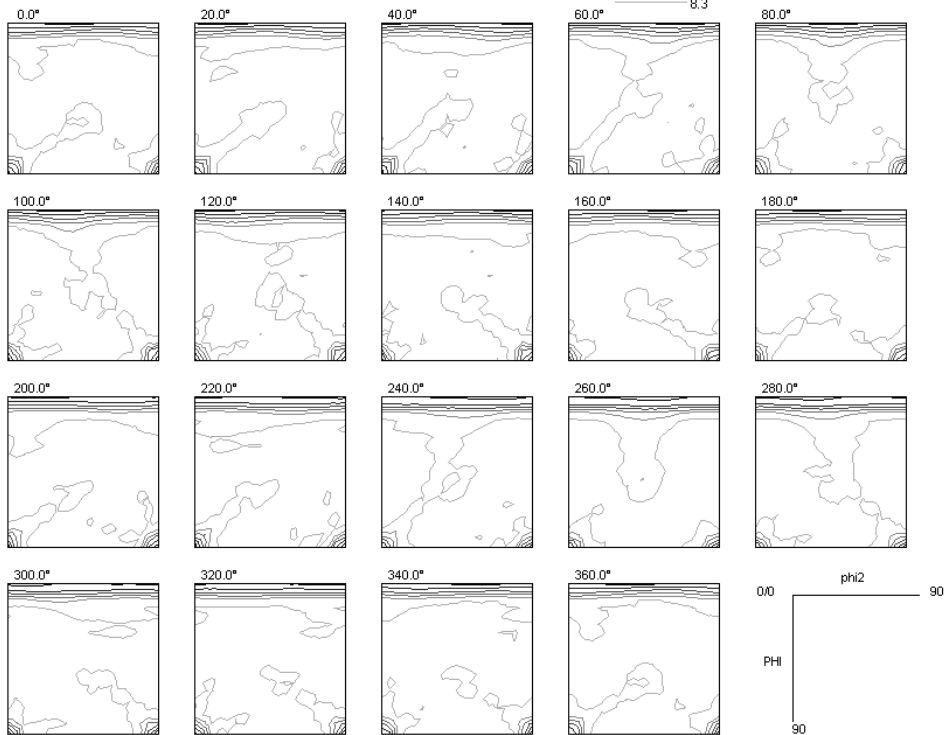
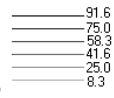


Abb. 6.9.25
ODF Kupfer für
Pos. 8

Cu Pos 9
Phi1 cuts, Max = 33.01



Cu Pos 9
Phi2 cuts, Max = 33.01

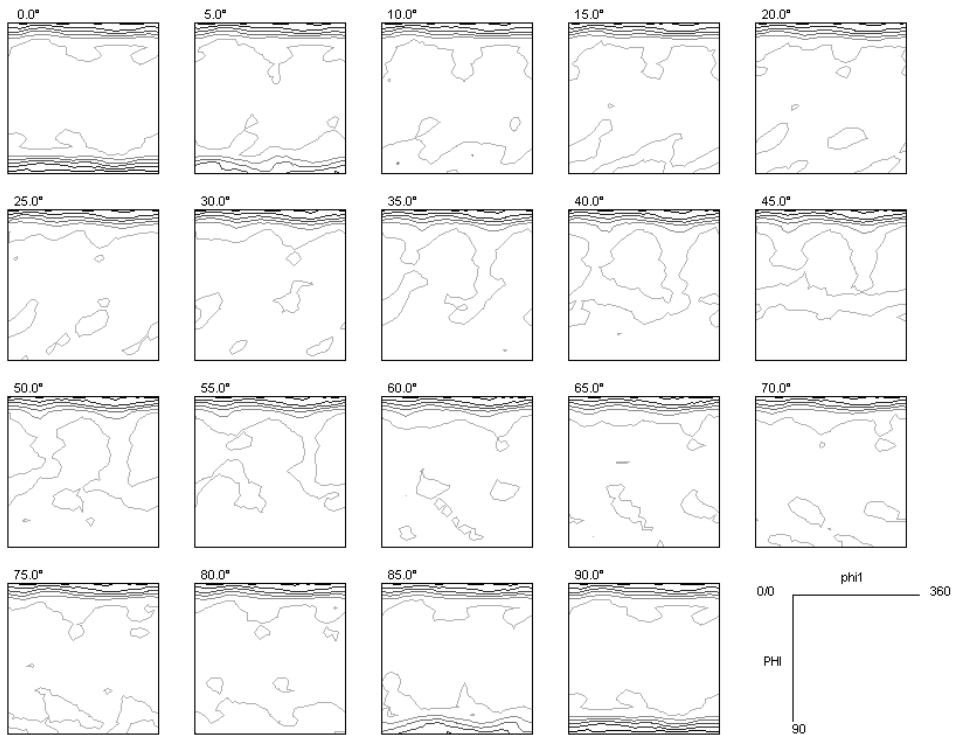


Abb. 6.9.26
ODF Kupfer
für Pos. 9

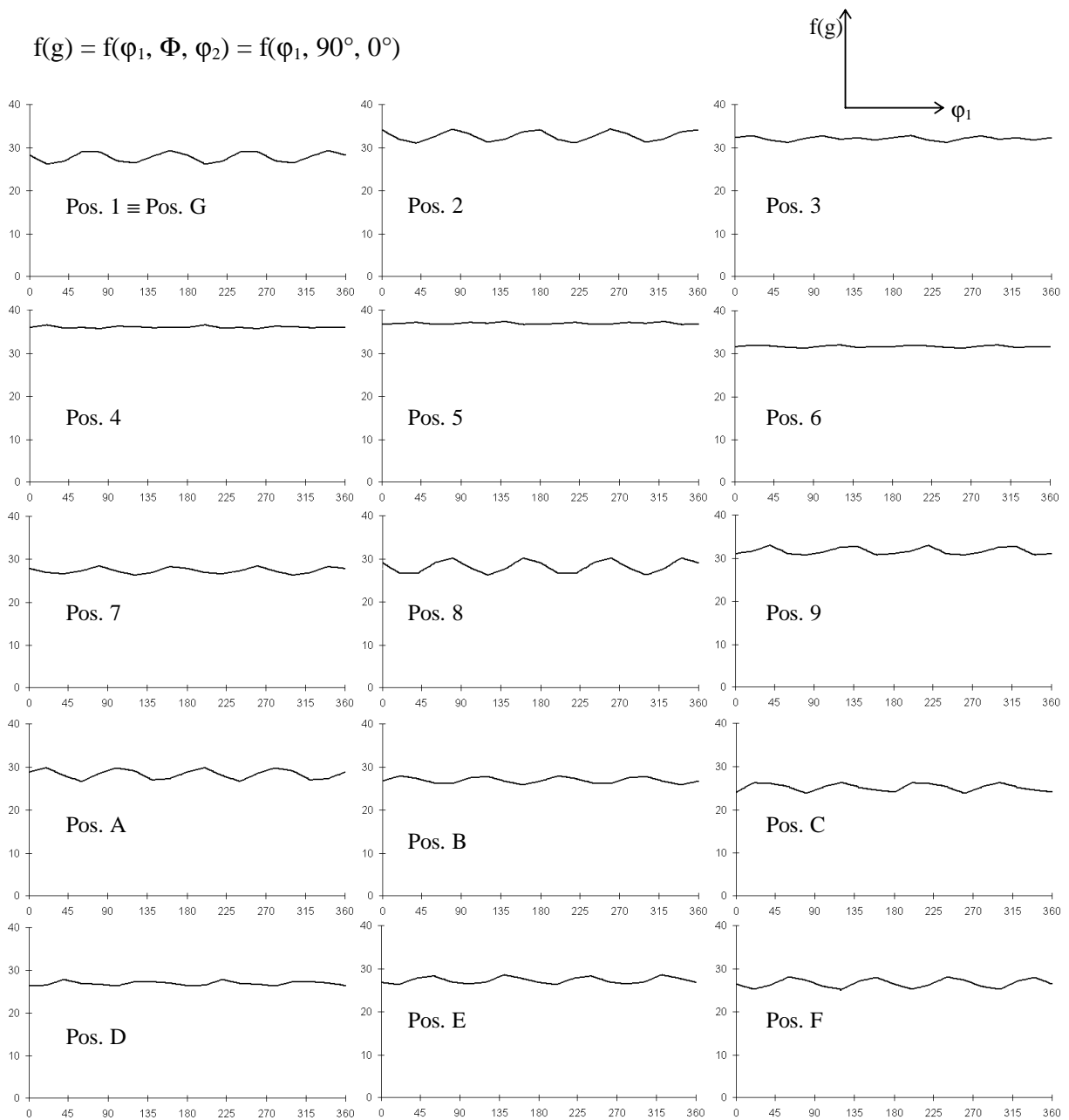


Abbildung 6.9.27

$\langle 100 \rangle$ -Faser in der ODF. Orientierungsdichteverteilung entlang der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 0^\circ)$ für die Positionen des Linien-Scans 1 bis 9 und des Bogen-Scans A bis F.

Texturapproximation durch Modellkomponenten

Die Textur der Kupferphase der warmstranggepreßten Probe wurde für die Positionen des Linien-Scans mit der Komponentenmethode approximiert. Die Ergebnisse des Komponentenfits und die im folgenden verwendeten Bezeichnungen der Texturkomponenten sind in Tabelle 6.9.2 zusammengefaßt. Für drei ausgewählte Positionen sind weiterhin die aus den Komponenten rückgerechneten Polfiguren dargestellt, wobei sich in Abb. 6.9.29 eine gute Übereinstimmung mit den experimentell ermittelten ergibt. Insgesamt können für die Kupferphase drei unterschiedliche Faserkomponenten (FK) identifiziert werden. An den Probenrändern lieferte der Komponentenfit außerdem verschiedene Peakkomponenten (PK).

Die $\langle 100 \rangle$ -Faser (FK1) ist mit einem Volumenanteil von 50 bis 70% für alle Meßpositionen die dominierende Texturkomponente. Die Halbwertsbreite liegt zwischen 9 und 11° . Im Kristallsystem verläuft die Richtung der Faserachse exakt parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Im Probensystem ist jedoch eine leichte Variation der Faserachsenrichtung über den Probenquerschnitt festzustellen, wobei der Kippwinkel zur Drahtachse zwischen 1 und 3° liegt. Für den Schnittwinkel zwischen der $\langle 100 \rangle$ -Faserachse des Kupfers und der $\langle 110 \rangle$ -Faserachse des Eisens ergeben sich Werte zwischen 0.3 und 1.9° . In guter Näherung kann man also davon ausgehen, daß die Faserachsen beider Phasenanteile im Probensystem parallel sind.

Die $\langle 111 \rangle$ -Faser (FK2) ist ebenfalls an allen Meßpositionen vorhanden. Ihr Volumenanteil liegt zwischen 7 und 15% . Die Halbwertsbreiten sind mit rund 15° etwas größer als die der $\langle 100 \rangle$ -Faser. Die Richtung der Faserachse verläuft im Kristallsystem exakt entlang $\langle 111 \rangle$. Im Probensystem beträgt der Schnittwinkel mit der $\langle 100 \rangle$ -Faserachse bis zu 1.1° , d.h. beide Faserachsen verlaufen nahezu parallel.

Neben der $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfaser, deren Ausbildung bei einachsiger Verformung von kfz-Materialien typisch ist, konnte für die Positionen 2 bis 8 auch mit der Komponentenmethode die Existenz der Nebenfaser (FK3) bestätigt werden. Mit einer Halbwertsbreite von 7 bis 8° ist diese Faserkomponente noch „schärfer“ als die $\langle 100 \rangle$ -Faser. Ihr Volumenanteil ist für die meisten Meßpositionen etwas größer als der der $\langle 111 \rangle$ -Faser. Im Kristallsystem ergeben sich kleinere Schwankungen für die Richtungen der Faserachse. Für Pos. 3 und 4 verläuft sie nahe $\langle 711 \rangle$, für Pos. 5 nahe $\langle 811 \rangle$ und für Pos. 6 bis 8 nahe $\langle 611 \rangle$. Im Probensystem ist die Faserachse nahezu parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Faserachse.

Der Volumenanteil der Faserkomponenten variiert entlang des Probendurchmessers erheblich. Wie aus Abbildung 6.9.28 hervorgeht, ist er für die $\langle 100 \rangle$ - und Nebenfaser im Probeninneren maximal und fällt zum Rand hin stark ab, wobei der Verlauf leicht unsymmetrisch ist. Im Gegensatz dazu ergibt sich für die $\langle 111 \rangle$ -Faser ein symmetrischer Verlauf mit einem Minimum in der Mitte und an den Rändern der Probe.

An den Randpositionen 1, 2, 8 und 9 enthält die Textur neben den Faserkomponenten auch Peakkomponenten. Unter ihnen ist PK0 die intensivste. Innerhalb der Schwankungsbreite, die durch die relativ große Halbwertsbreite von 14 bis 30° vorgegeben ist, beschreibt sie eine Orientierung nahe der Würfellage. Dabei liegen die (100) -Ebenen der Kristallite parallel zur Probenoberfläche und eine der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen radial. Verfolgt man die Änderung der Orientierung dieser Komponente entlang der Meßpositionen des Bogen-Scans, so stellt man fest, daß sich diese um jeweils $\Delta\varphi_1 \approx 15^\circ$ mitdreht. Die (100) -Ebenen liegen also stets tangential zum Probenumfang. Damit bildet die Peakkomponente PK0 zusammen mit der $\langle 100 \rangle$ -Faser eine zyklische $\langle 100 \rangle(100)$ -Faser.

An den äußeren Randpositionen ergeben sich acht weitere Peakkomponenten. Die Ursache für ihr Auftreten ist wiederum in den Scherkräften zu suchen, die während der Verformung in den oberflächennahen Bereichen der Probe wirken. Die Komponenten PK1 bis PK6 können dabei als „Reste“ der Nebenfaser interpretiert werden. Die Werte für Φ und φ_2 entsprechen annähernd denen der Nebenfaser. Allerdings sind jetzt nur noch bestimmte Werte von Winkeln φ_1 vorhanden. Bei PK1 bis PK3 liegen sie etwa zwischen 20 und 60° , bei PK4 bis PK6 zwischen 200 und 250° . Auch in den ODF-Schnitten sind die „Faserreste“ zu erkennen (Abb. 6.9.26). Im Komponentenfit werden diese „Faserreste“ durch jeweils drei diskrete Peakkomponenten beschrieben. Die Approximation kann jedoch schrittweise verbessert werden, indem man weitere Peakkomponenten hinzunimmt, deren Orientierungen z.B. zwischen PK1, PK2 und PK3 liegen. Insbesondere würde sich dann auch in den rückgerechneten Polfiguren zu Pos. 9 eine bessere Übereinstimmung ergeben (Abb. 6.9.29).

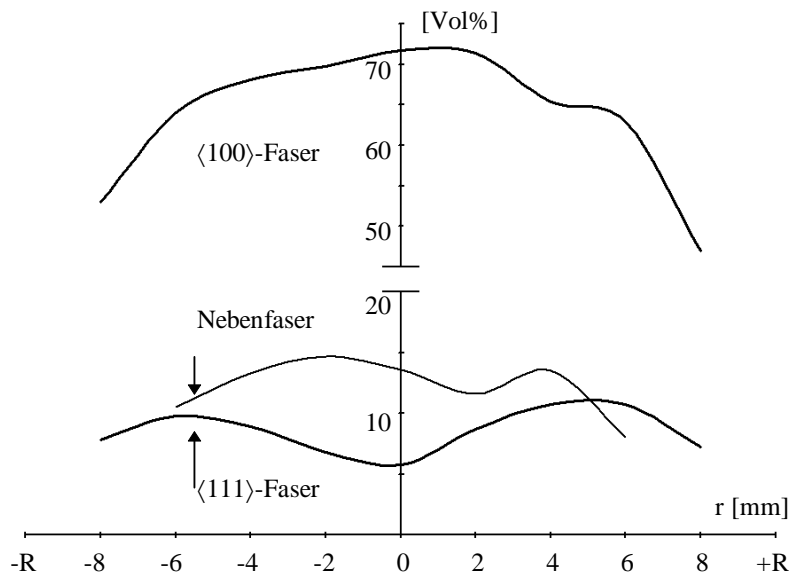


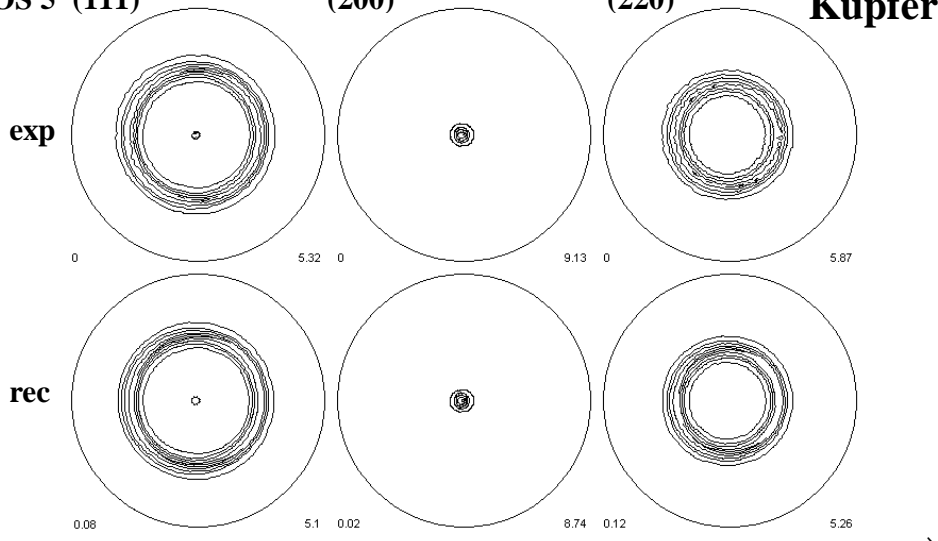
Abbildung 6.9.28
Volumenanteil der Faserkomponenten an der Kupferphase entlang des Probendurchmessers

Pos.	Faserkomponenten (FK)				Peakkomponenten (PK)				Fon I
	Bez.	$\{\Phi, \varphi_2 \mid \alpha, \beta\}$	I	HWB	Bez.	$\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	I	HWB	
1	FK1	{90.0, 0.0 2.9, 240.3}	53.0	10.1	PK0	{86.3, 87.8, 84.2}	6.7	14.0	3.0
	FK2	{54.8, 45.0 2.9, 217.8}	7.8	15.3	PK1	{21.0, 83.0, 9.3}	5.1	12.2	
					PK2	{57.1, 83.3, 15.1}	2.6	11.5	
					PK3	{42.2, 85.0, 11.0}	2.7	9.2	
					PK4	{246.2, 86.9, 5.2}	4.0	8.9	
					PK5	{205.4, 78.9, 3.0}	4.9	11.7	
					PK6	{227.8, 82.9, 4.8}	6.2	11.8	
					PK7	{316.8, 71.3, 65.8}	2.1	17.5	
					PK8	{142.3, 59.7, 59.1}	1.9	15.0	
2	FK1	{90.1, 0.2 1.3, 183.0}	64.0	10.4	PK0	{86.6, 87.5, 2.2}	10.5	27.4	8.7
	FK2	{54.7, 45.0 1.5, 177.6}	9.8	14.4					
	FK3	{82.2, 7.9 1.2, 176.2}	10.5	6.9					
3	FK1	{90.0, 0.1 1.7, 162.7}	68.1	10.6		keine			9.8
	FK2	{54.8, 45.0 2.0, 162.2}	8.9	14.1					
	FK3	{81.5, 8.6 1.8, 154.0}	13.3	7.8					
4	FK1	{90.0, 0.0 1.8, 174.7}	69.7	9.9		keine			8.7
	FK2	{54.7, 45.0 2.0, 179.3}	6.8	14.8					
	FK3	{82.4, 8.2 1.7, 179.6}	14.7	7.6					
5	FK1	{90.0, 0.0 1.9, 187.4}	71.7	9.8		keine			8.8
	FK2	{54.7, 45.0 2.0, 180.9}	5.8	15.0					
	FK3	{83.1, 9.1 1.7, 181.9}	14.7	7.2					
6	FK1	{89.9, 0.0 2.3, 203.0}	71.4	10.8		keine			8.3
	FK2	{54.7, 45.0 2.4, 211.7}	8.7	15.8					
	FK3	{80.1, 9.1 3.6, 213.6}	11.6	7.3					
7	FK1	{89.9, 0.0 2.3, 211.8}	65.4	11.2		keine			10.4
	FK2	{54.7, 45.0 2.8, 215.8}	10.7	14.8					
	FK3	{80.9, 9.3 3.0, 212.4}	13.5	8.5					
8	FK1	{89.6, 0.0 2.0, 213.7}	63.0	11.2	PK0	{263.3, 89.5, 5.9}	8.5	22.5	8.7
	FK2	{54.7, 45.0 2.4, 210.9}	10.7	14.6	PK1	{242.7, 87.2, 5.8}	1.1	6.0	
	FK3	{80.7, 9.4 4.1, 215.2}	13.5	8.0					
9	FK1	{89.7, 0.0 1.3, 191.9}	47.0	9.2	PK0	{356.0, 86.6, 1.5}	12.7	22.6	3.8
	FK2	{54.7, 45.0 1.6, 182.8}	7.2	14.6	PK1	{22.8, 80.9, 6.1}	3.6	11.3	
					PK2	{42.0, 84.7, 6.3}	2.8	7.9	
					PK3	{58.9, 83.1, 8.7}	3.5	11.0	
					PK4	{201.7, 82.1, 3.3}	5.4	11.3	
					PK5	{240.3, 87.5, 8.1}	4.2	10.6	
					PK6	{221.7, 84.9, 5.8}	5.3	11.3	
					PK7	{222.6, 66.3, 26.7}	2.2	19.5	
					PK8	{28.7, 63.0, 30.4}	2.2	17.3	

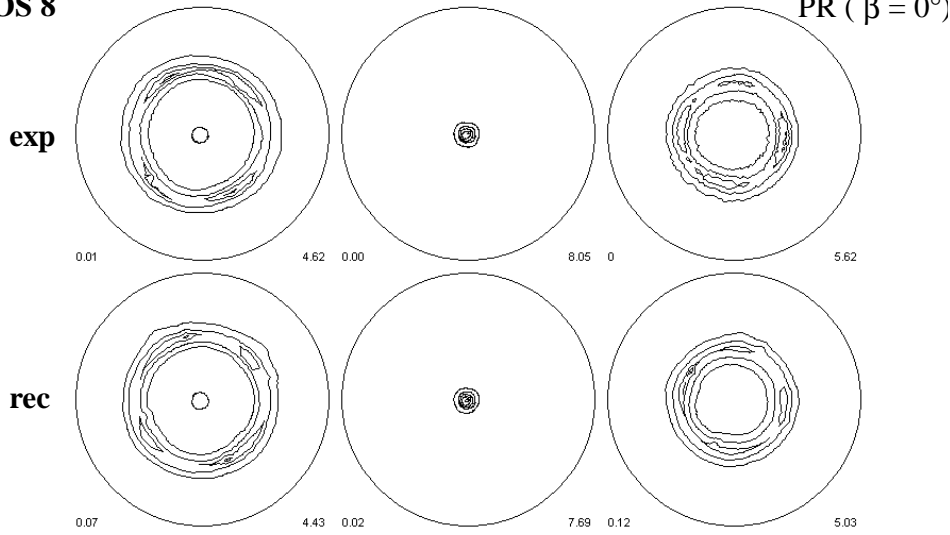
Tabelle 6.9.2

Durch Komponentenfit ermittelte Texturkomponenten der Kupferphase für die Positionen des Linien-Scans. FK1 = $\langle 100 \rangle$ -, FK2 = $\langle 111 \rangle$ -, FK3 = Nebenfaser; Intensität I in [Vol%]; Halbwertsbreite HWB in [°]; alle Winkelangaben in [°]

POS 5 (111) (200) (220) **Kupfer**



POS 8



POS 9

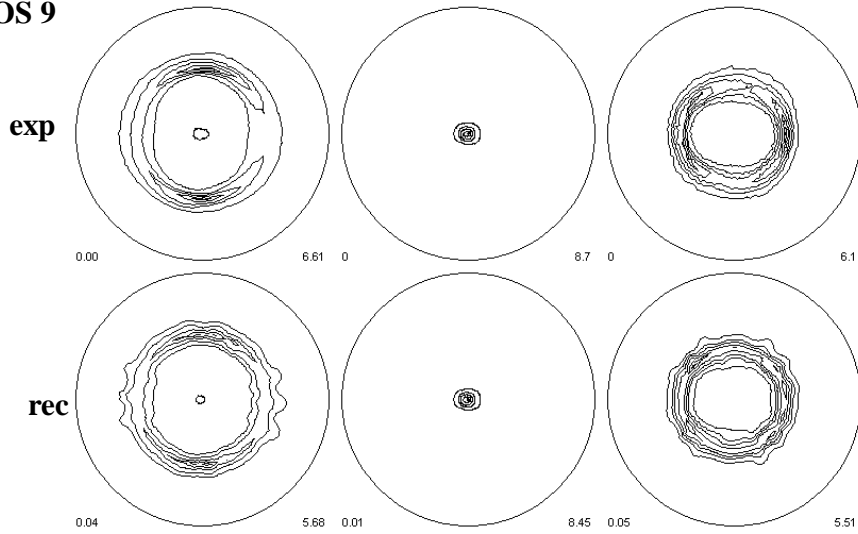


Abb. 6.9.29
 Experimentelle
 und durch
 Komponenten
 rückgerechnete
 Polfiguren für
 Positionen 5, 8
 und 9

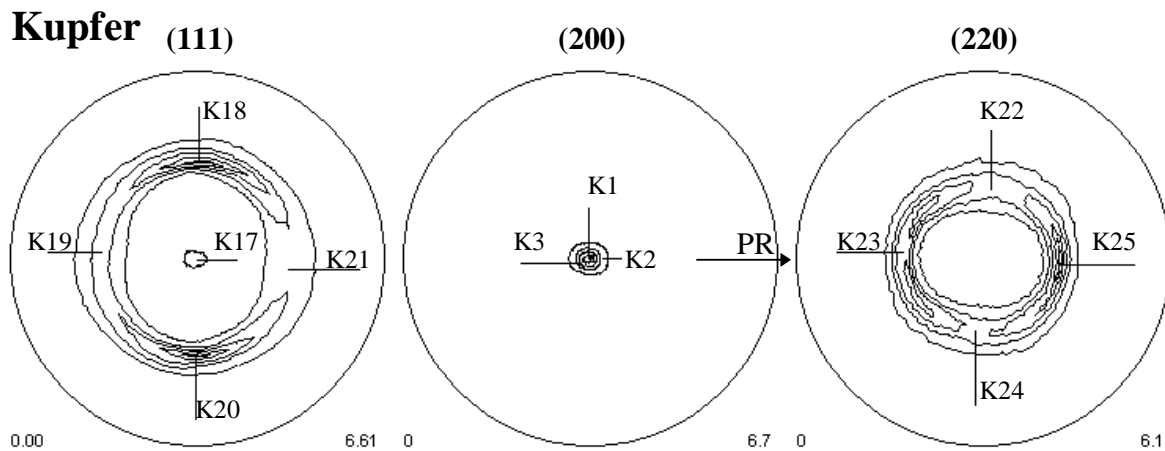
Texturverteilungsbilder der Kupferphase

Die Textur der Kupferphase der warmstranggepreßten Probe wurde für insgesamt 12 Polfigurpunkte $K(\alpha, \beta)$ kartographiert (Abb. 6.9.30). Die Texturverteilungen der (200)-Poldichten zu K1, K2 und K3 sind in Abbildung 6.9.31 dargestellt. Die Probenrichtung K1 entspricht dabei der mittleren Richtung der $\langle 100 \rangle$ -Faserachse im Probenystem, die sich im Komponentenfit für die Faserkomponente FK1 ergibt. Das Texturverteilungsbild zu K1 zeigt, daß Kristallite, deren (100)-Normalen parallel zur Faserachse liegen, bevorzugt in zwei Gebieten der Probe auftreten. Das erste ist ein ringförmiges Gebiet am Probenrand, welches konzentrisch zum Probenmittelpunkt liegt und dessen Breite etwa 1 mm beträgt. Das zweite ist ein kreisförmiges Gebiet, welches links über dem Probenmittelpunkt lokalisiert ist. In den anderen Texturverteilungsbildern werden Kristallite erfaßt, deren (100)-Normalen parallel zu K2 bzw. K3 liegen. Gegenüber der Faserachse sind sie um 5° gekippt, wobei der Unterschied im Drehwinkel 180° beträgt. In der Verteilung zu K2 ergibt sich ein ähnliches Bild wie zu K1. Hohe Poldichten treten hierbei am Probenrand auf. Im Gegensatz dazu kann man zu K3 eine annähernd komplementäre Verteilung feststellen. Gebiete mit hohen Intensitäten findet man nun an einer Seite des Probenrandes und unterhalb des Probenmittelpunktes. Hier liegen verstärkt Kristallite vor, deren (100)-Normalen gegenüber K2 in die entgegengesetzte Richtung gekippt sind. Ein interessantes Detail tritt in den (200)-Texturverteilungen zu K2 und K3 auf. Am Probenort, der in Abb. 6.9.31 mit einem Pfeil gekennzeichnet ist, tritt ein sprunghafter Abfall der Poldichte in K3 auf, während in K2 an dieser Position ein Anstieg zu verzeichnen ist. Hier handelt es sich um eine scharf lokalisierte Texturinhomogenität, die offenbar herstellungsbedingt ist.

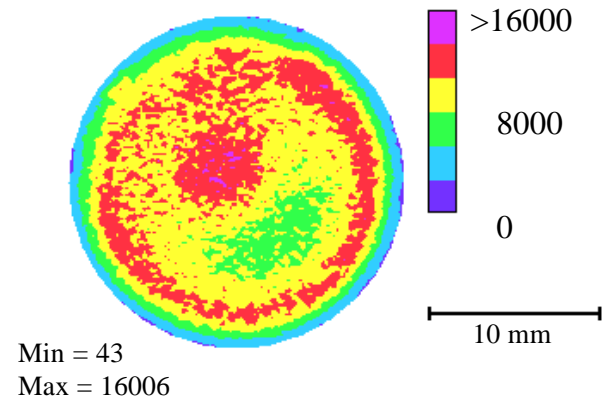
Die Verteilungsbilder der (111)-Poldichten sind in Abb. 6.9.32 dargestellt. Dabei wurden die Probenrichtungen K18 bis K21 verwendet, unter denen in der (111)-Polfigur die Pole der $\langle 100 \rangle$ -Faser auftreten. In den dazugehörigen Verteilungsbildern ergeben sich Gebiete hoher Intensität jeweils an zwei gegenüberliegenden Seiten am Probenrand. In diesen Bereichen treten offenbar die im Komponentenfit ermittelten Peakkomponenten auf, die durch die Scherkräfte bei der Verformung des Materials entstehen. Erhöhte Poldichten ergeben sich aber auch im inneren Bereich der Probe. Insbesondere sind im Texturverteilungsbild zu K18 zwei Linien entlang des Probendurchmessers zu erkennen, die mit der Probenreferenzrichtung einen Winkel von etwa 45° bilden (Pfeile in Abb. 6.9.32). Hierbei muß es sich um die Poldichten der Peakkomponente PK0 handeln, bei der eine der (100)-Ebenen parallel zur Probenoberfläche liegt (folgt aus den (200)-Verteilungen) und weiterhin eine der $\langle 100 \rangle$ -Richtungen radial ausgerichtet ist. Gemeinsam mit der $\langle 100 \rangle$ -Faser bilden sie die zyklische $\langle 100 \rangle \langle 100 \rangle$ -Faser.

Im (111)-Texturverteilungsbild zur Probenrichtung K17 werden Kristallite erfaßt, deren (111)-Normalen parallel zur $\langle 111 \rangle$ -Faserachse liegen (Abb. 6.9.32). Da es im Polfigurpunkt K17 zu keiner Überlagerung mit Polen anderer signifikanter Texturkomponenten kommt, läßt sich das Texturverteilungsbild direkt als lokale Verteilung der $\langle 111 \rangle$ -Faser interpretieren. Es ergibt sich ein ringförmiges Gebiet, das im Gegensatz zur (200)-Verteilung zu K1 konzentrisch zum Mittelpunkt ist. Interessant ist die Tatsache, daß niedrige Poldichten nicht nur an den Probenrändern auftreten, sondern auch in der Probenmitte. Dies ist auch in Übereinstimmung mit dem Verlauf des Volumenanteils der $\langle 111 \rangle$ -Faser, der im Ergebnis des Komponentenfits bestimmt wurde (Abb. 6.9.28). Allerdings ist die Ortsauflösung bei der Aufnahme der Texturverteilungsbilder gegenüber den ortsaufgelösten Polfigurmessungen um einen Faktor 20 höher.

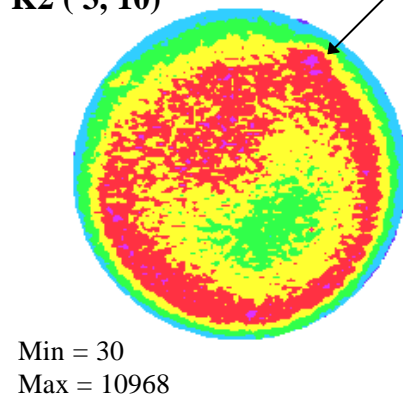
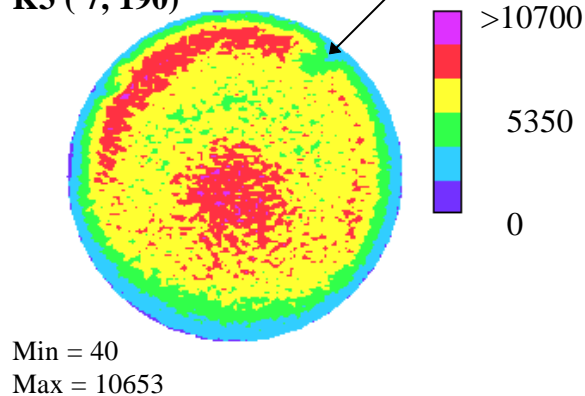
In Abbildung 6.9.33 sind die zu K22 bis K25 aufgenommenen (220)-Verteilungsbilder dargestellt. Auch hier findet man erhöhte Intensitäten bevorzugt am Probenrand, wobei die Statistik durch die relativ geringe Zählrate beeinträchtigt ist.

**Abbildung 6.9.30**

Für die Texturverteilungsbilder der Kupferphase verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$, dargestellt in den experimentellen Polfiguren zu Position 9.

K1 (2, 190)**Cu (200)**

↑
PR

K2 (3, 10)**K3 (7, 190)****Abbildung 6.9.31**

(200)-Texturverteilungen des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, 5s/Punkt, $2\theta_{\text{Cu}200} = 59.34^\circ$, Cu(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 35$ mm. Die Pfeile markieren eine scharf lokalisierte, offenbar herstellungsbedingte Texturinhomogenität.

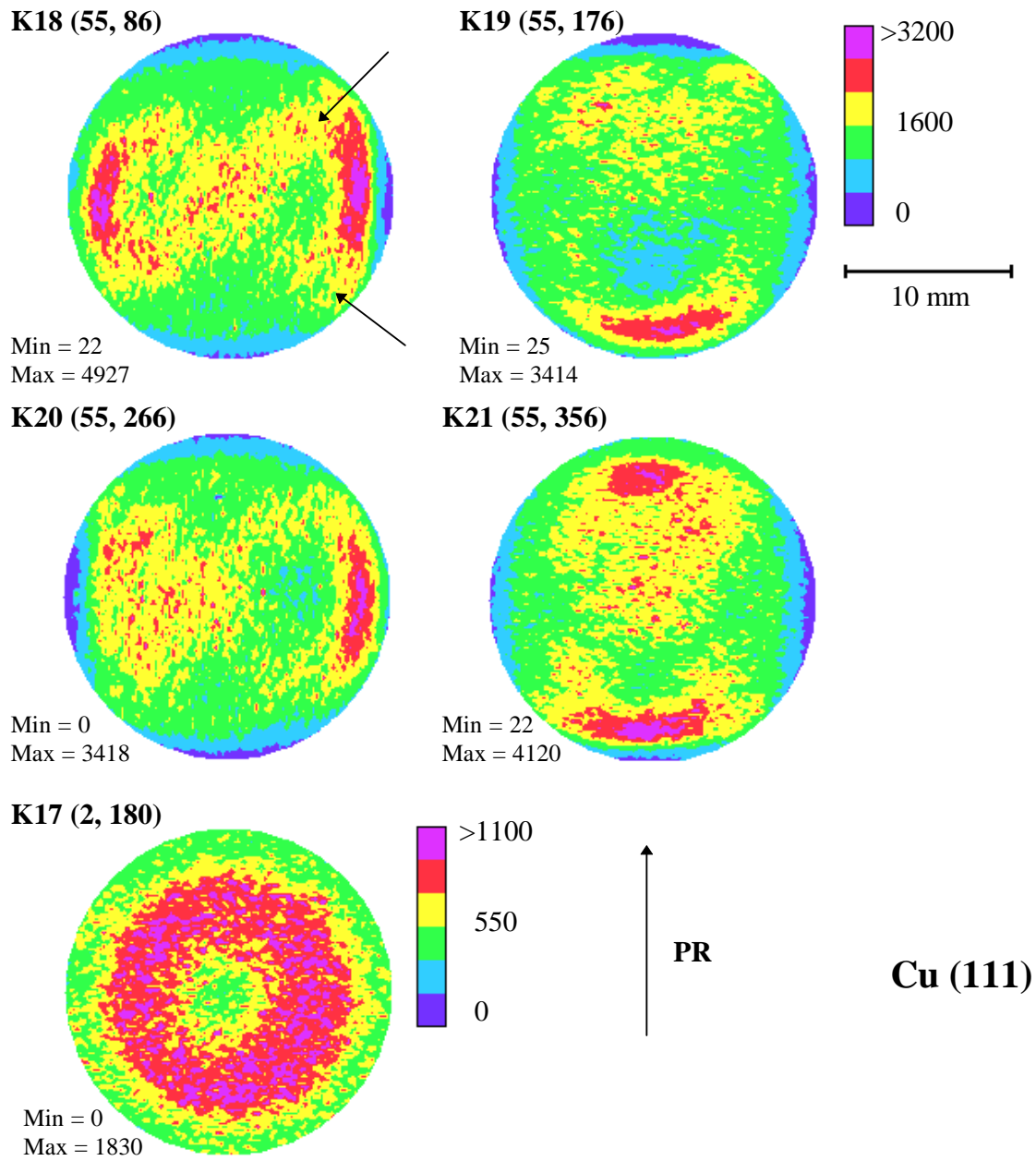
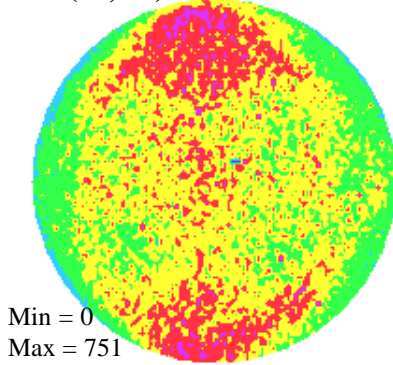
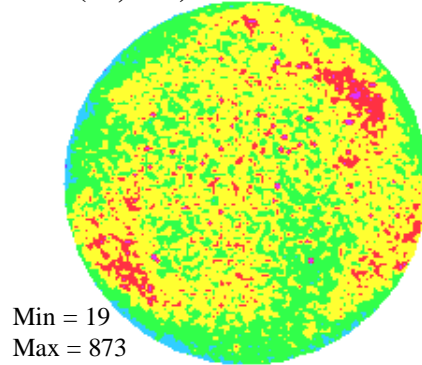
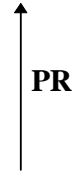
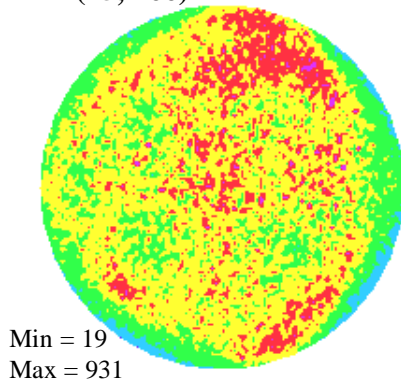
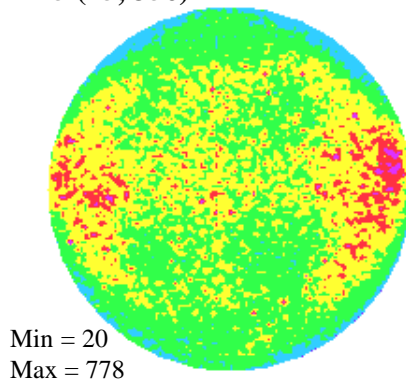


Abbildung 6.9.32

(111)-Texturverteilungen des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, 5s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Cu111}} = 50.76^\circ$, Cu(111) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 70$ mm. Die Pfeile in K18 markieren die radial bevorzugte $\langle 100 \rangle$ -Richtung der zyklischen $\langle 100 \rangle \langle 100 \rangle$ -Faser.

K22 (45, 86)**K23 (45, 176)****Cu (220)****K24 (45, 266)****K25 (45, 356)**

10 mm

Abbildung 6.9.33

(220)-Texturverteilungen des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 8491 Punkte, 200 μm Schrittweite, $5\text{s}/\text{Punkt}$, $2\vartheta_{\text{Cu}220} = 88.94^\circ$, Cu(220) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand $D = 35\text{ mm}$.

6.9.2 Kaltgezogene Kupfer-Eisen-Probe

Nach der Untersuchung des warmstranggepreßten Ausgangsmaterials erfolgt nun die Analyse der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe. Aus den Ergebnissen der quantitativen Texturanalyse und den Texturverteilungsbildern wird im folgenden deutlich, wie durch den Prozeß der Kaltverformung die durch das Warmstrangpressen gegebene Ausgangstexturverteilung modifiziert wird.

Der Ablauf der Messungen ist analog zu dem der Ausgangsprobe (siehe Abschnitt 6.9.1). Lediglich die Zahl der im Linien-Scan aufgenommenen ortsaufgelösten Polfiguren wurde wegen des geringeren Probendurchmessers auf fünf reduziert (Abb. 6.9.35). Außerdem ist die Sondengröße auf der Probenoberfläche mit einem Durchmesser von 1.5 mm etwas kleiner als bei den Messungen an der warmstranggepreßten Probe.

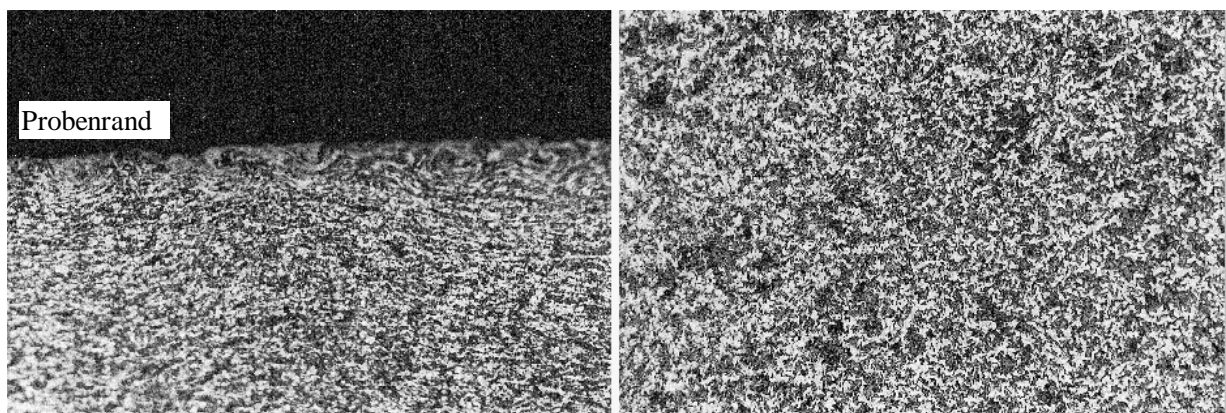


Abbildung 6.9.34

Schliffbilder der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe; Links: Randbereich; Rechts: Probenmitte. Ausschnittgröße: $260 \times 180 \mu\text{m}$; Eisenanteile erscheinen dunkel.

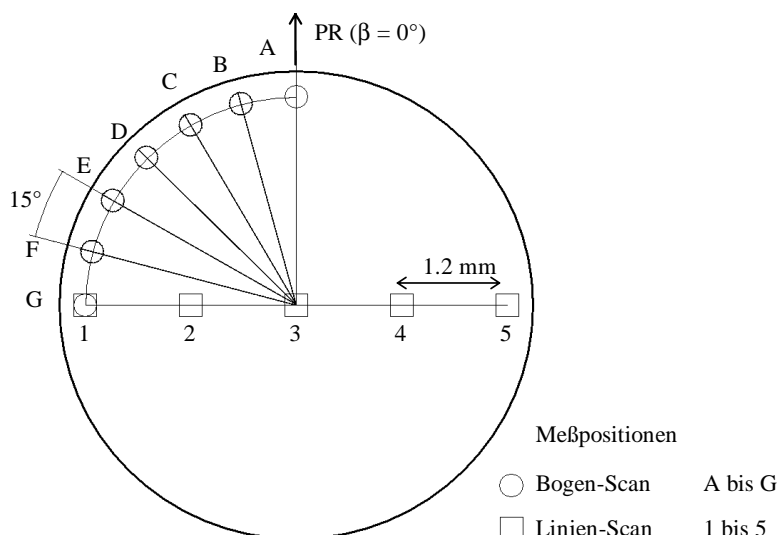


Abbildung 6.9.35

Positionen für ortsaufgelöste Polfigurmessungen auf dem Querschnitt der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe. Festlegung des Probenkoordinatensystems mit einer für alle Messungen feststehenden Probenreferenzrichtung PR. Probendurchmesser 7.5 mm.

Die Schlibfbilder der kaltgezogenen Probe sind in Abb. 6.9.34 dargestellt. Die Form der Phasenbereiche unterscheidet sich (im Unterschied zur Ausgangsprobe) am Rand nur wenig von der im zentralen Gebiet. Gegenüber der Ausgangsprobe ist eine deutliche Verkleinerung der Größe der Phasenbereiche festzustellen (Vgl. Abb. 6.9.3).

Die Verteilungen der Fluoreszenzintensitäten sollen an dieser Stelle wieder vor den Texturverteilungsbildern dargestellt werden (Abb. 6.9.36). In den Verteilungsbildern des Kupfers bzw. Eisens sind die Intensitäten der $K\alpha$ -Linien dargestellt, welche simultan zu den Cu(200)- bzw. Fe(200)-Texturverteilungen aufgenommen wurden. Wie bei der warmstranggepreßten Ausgangsprobe kommt es auch hier zu leichten Inhomogenitäten bei der Durchmischung beider Phasen. Eine erhöhte Konzentration des Eisens ist in der unteren rechten Probehälfte zu erkennen.

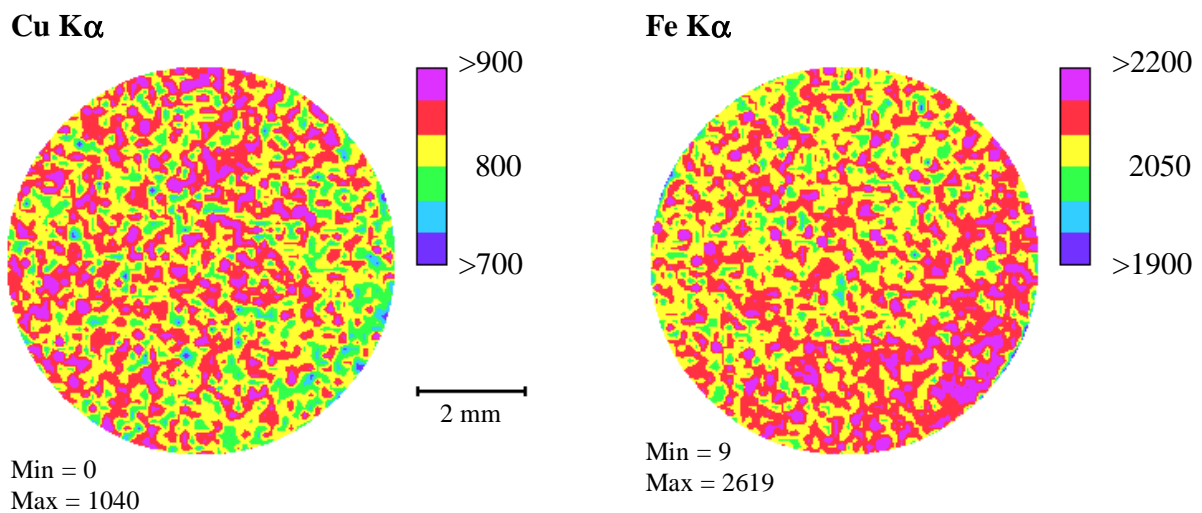


Abbildung 6.9.36

Verteilungsbilder der $K\alpha$ -Fluoreszenzintensitäten der Elemente Kupfer und Eisen über den Querschnitt der kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Probe.

6.9.2.1 Die Eisenphase der kaltgezogenen CuFe-Probe

Polfigurmessungen

Wie aus den Polfiguren in Abb. 6.9.37 hervorgeht, existiert über den gesamten Probenquerschnitt eine intensitätsstarke $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponente. Da die Intensitätsmaxima nicht exakt im Zentrum der (110) -Polfiguren liegen, ist die Faserachse im Probensystem gegenüber der Probenormalen um etwa 5° gekippt. An den beiden Randpositionen kommt es zu Änderungen der Textur. Zum einen hat das Innere des Ringes in der (200) -Polfigur die Form einer Ellipse. Zum anderen ergeben sich auf den Faserringen Inhomogenitäten in der Intensität, bei denen die Maxima im Vergleich zur (200) -Eisenpolfigur (Abb. 6.9.7) der warmstranggepreßten Probe um 90° gedreht jedoch nicht so stark ausgeprägt sind. Diese in der Ausgangsprobe als radiale Vorzugsrichtung identifizierten Poldichtemaxima weisen auf die Existenz einer zyklischen $\langle 110 \rangle (110)$ -Faser in der Eisenphase der kaltgezogenen Probe hin.

ODF-Analyse durch die Reihenmethode

Für alle Meßpositionen wurde die ODF für trikliner Probensymmetrie bestimmt (Abb. 6.9.38 bis 6.9.40). Dabei sind signifikante Texturunterschiede zwischen der Probenmitte und dem Rand festzustellen. In allen ODF ist eine intensitätsstarke $\langle 110 \rangle$ -Faserkomponente vorhanden. Während der Verlauf der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ für die Positionen 2 bis 4 relativ konstant ist, treten am Rand der Probe stärkere Intensitätsschwankungen auf. So ergeben sich für die Position 1 breite Maxima bei φ_1 -Werten von etwa 100° und 280° (Abb. 6.9.41). Gegenüber der warmstranggepreßten Probe sind sie um etwa $\Delta\varphi_1 \approx 90^\circ$ verschoben (Vgl. Abb. 6.9.12). Es treten nun also radiale Vorzugsorientierungen auf, bei denen die (110) -Netzebenen tangential zum Probenumfang liegen. Damit liegt am Probenrand eine zyklische $\langle 110 \rangle(110)$ -Faser vor. Die große Halbwertsbreite des oszillierenden Anteils in Abb. 6.9.41 läßt sich dadurch erklären, daß für einen Strahldurchmesser von etwa 1.5 mm und einem Probendurchmesser von 7.5 mm bei der Polfigurmessung am Probenrand bereits ein Bogensegment von über 30° erfaßt wird.

Texturapproximation durch Modellkomponenten

Die Ergebnisse des Komponentenfits sind in Tabelle 6.9.3 zusammengefaßt. Für drei ausgewählte Meßpositionen sind weiterhin in Abb. 6.9.43 die aus den Komponenten rückgerechneten Polfiguren dargestellt, wobei sich eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen ergibt.

Die $\langle 110 \rangle$ -Faser (FK1) ist mit Volumenanteilen von 45% am Rand und 70% in der Mitte die dominierende Texturkomponente. Gegenüber der Ausgangsprobe ist ihre Intensität deutlich angestiegen und mit Halbwertsbreiten zwischen 7° und 9° ist sie außerdem noch schärfer im Orientierungsraum lokalisiert. Für den Kippwinkel der Faserachse gegenüber der Probennormalen ergibt sich ein mittlerer Wert von etwa 4° . Im Kristallsystem weicht die Faserachsenrichtung, wie bei der Ausgangsprobe, etwas von der idealen $\langle 110 \rangle$ -Richtung ab.

Für die Meßpositionen außerhalb der Probenmitte lieferte der Komponentenfit eine Reihe von Peakkomponenten, deren Orientierung auch in der ODF wiedergefunden werden kann. Bei PK1 bis PK3 (an Pos.5 nur PK1 und PK2) handelt es sich jeweils um Peakkomponenten, die innerhalb der angegebenen Halbwertsbreite die radiale Vorzugsorientierung der zyklischen $\langle 110 \rangle(110)$ -Faser beschreiben. Ihr Volumenanteil ist jedoch erheblich kleiner als in der Ausgangsprobe. Die Zyklizität der $\langle 110 \rangle(110)$ -Faser ist also in der kaltgezogenen Probe nicht so stark ausgeprägt wie bei der $\langle 110 \rangle(100)$ -Faser der warmstranggepreßten Probe. An den äußeren Probenrändern ergeben sich weitere 6 bzw. 7 Peakkomponenten, deren Pole in der (200) -Polfigur zu dem ellipsenförmigen Innenring führen. Ihr Volumenanteil beträgt zusammen jeweils 33%. Die Halbwertsbreiten liegen im Durchschnitt bei 20° , d.h. sie haben im Orientierungsraum im Vergleich zu den anderen Texturkomponenten eine relativ breite Verteilung.

Neben der $\langle 110 \rangle$ -Faser liegt an den Positionen 2, 3 und 4 eine weitere Faserkomponente (FK2) vor, die im folgenden wieder als Nebenfaser bezeichnet werden soll. Im Kristallsystem verläuft ihre Faserachse nahe $\langle 230 \rangle$. Sie ist also identisch mit der Nebenfaser der warmstranggepreßten Probe, wobei der Volumenanteil mit rund 16% erheblich kleiner geworden ist. In der ODF war die Nebenfaser nur schwer nachweisbar. Im Komponentenfit war sie hingegen deutlich auszumachen.

Der Verlauf der Intensitäten beider Faseranteile über den Probenquerschnitt ist in Abb. 6.9.42 dargestellt. Der Volumenanteil der Nebenfaser bleibt nahezu konstant, während der Anteil der $\langle 110 \rangle$ -Faser zum Rand hin abfällt. Dabei ist zu berücksichtigen, daß sich die Angabe des Volumenanteils stets auf das analysierte Probenvolumen bezieht. Bei einem Probendurchmesser von 7.5 mm und einer Sondengröße von 1.5 mm hat das detektierte Volumen bereits einen großen Anteil am Gesamtvolumen.

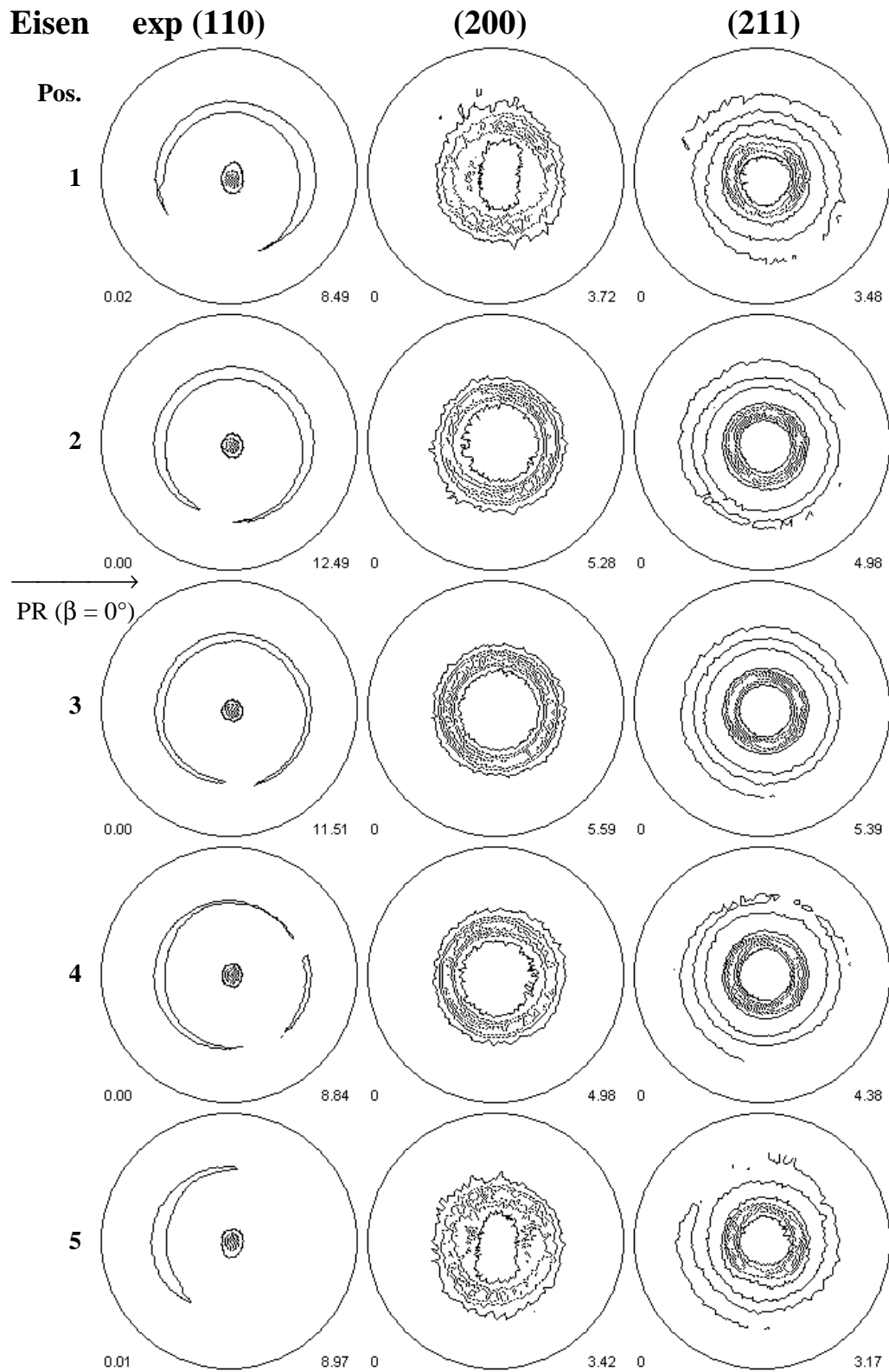
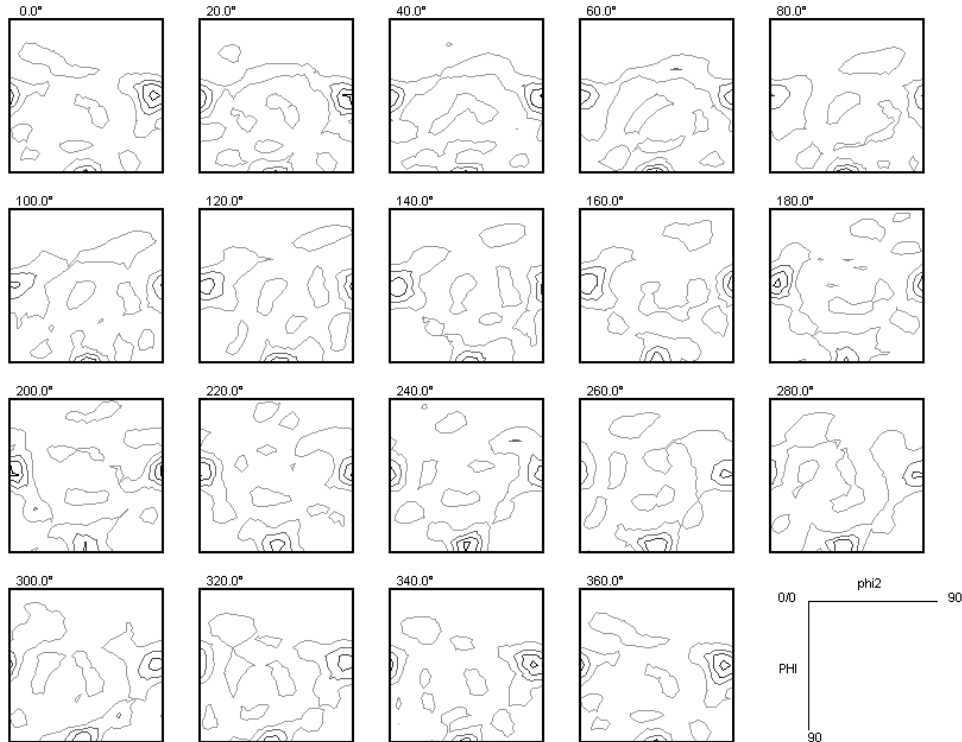


Abbildung 6.9.37

Experimentelle Polfiguren der Eisenphase für Meßpositionen des Linien-Scans 1 bis 5.

Fe Pos 1
Phi1 cuts, Max 15.38



Fe Pos 1
Phi2 cuts, Max 15.38

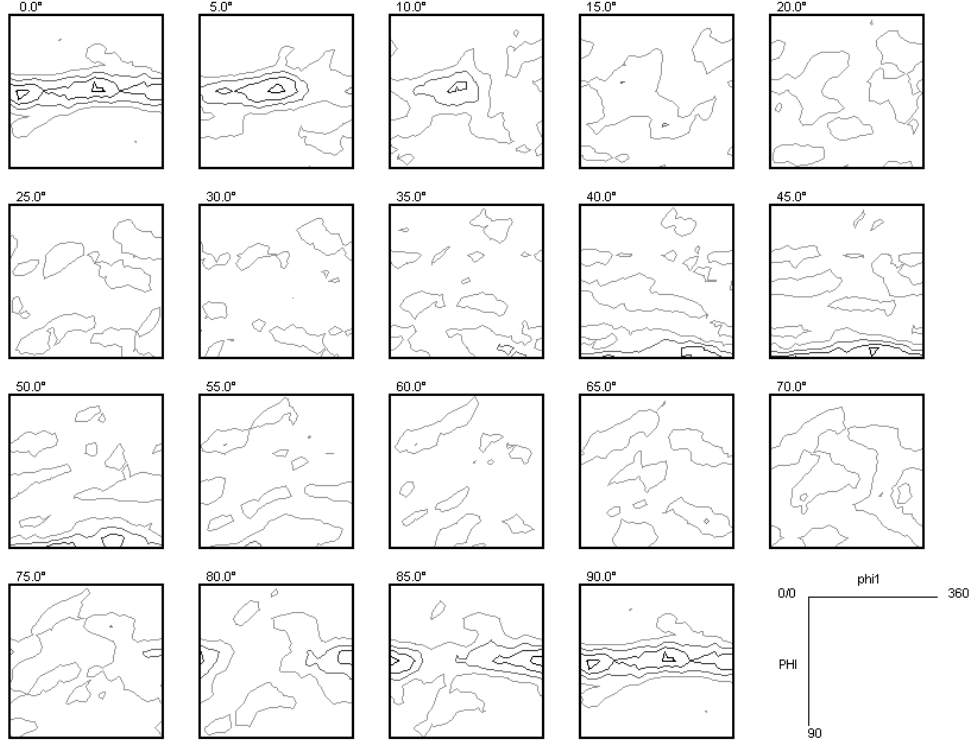
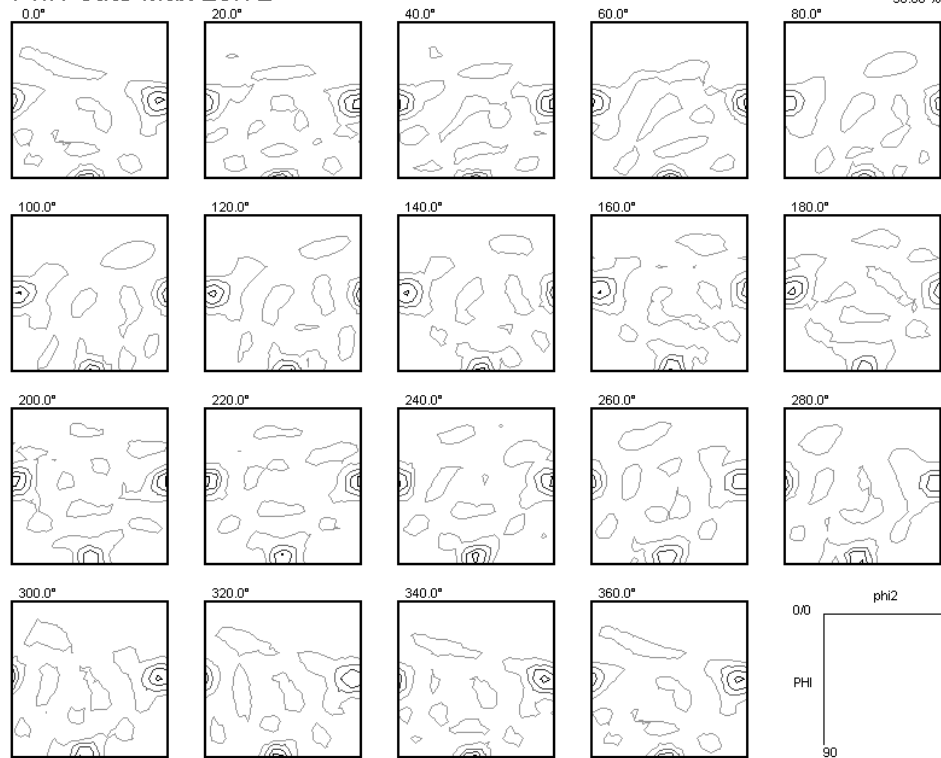


Abb. 8.6.38
ODF Eisen für
Pos. 1
(Probenrand)

Fe Pos 2
Phi1 cuts Max 20.72



Fe Pos 2
Phi2 cuts Max 20.72

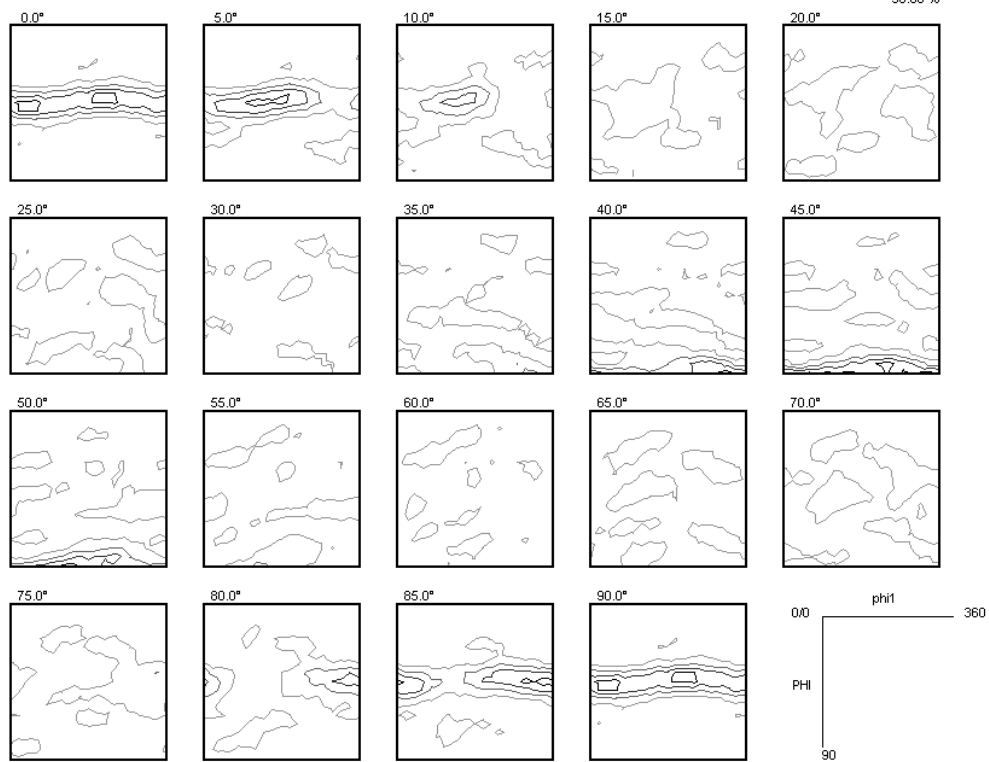
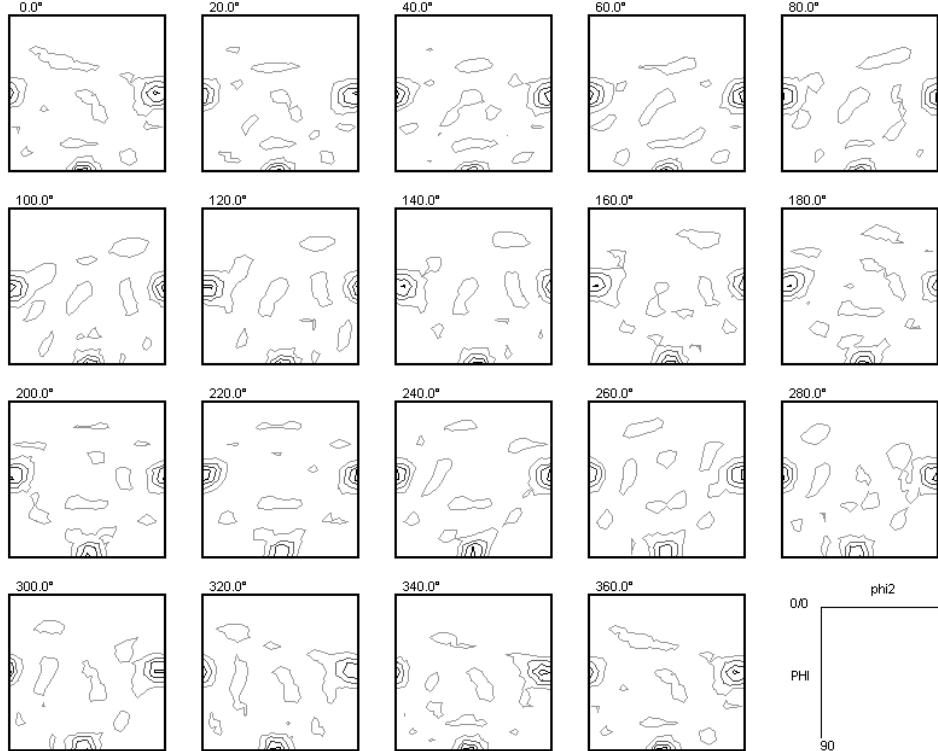


Abb. 6.9.39
ODF Eisen für
Pos. 2

Fe Pos 3

Phi1 cuts Max 25.41



Fe Pos 3

Phi2 cuts Max 25.41

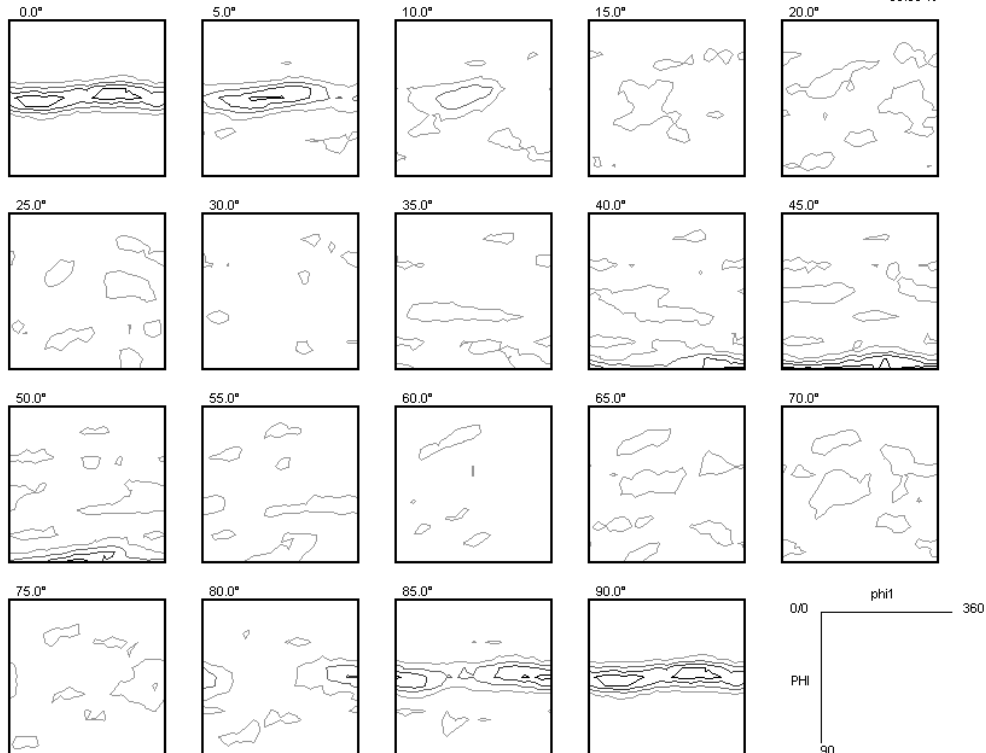


Abb. 6.9.40
ODF Eisen für
Pos. 3
(Probenmitte)

Pos.	Faserkomponenten (FK)				Peakkomponenten (PK)				Fon I
	Bez.	$\{\Phi, \varphi_2 \mid \alpha, \beta\}$	I	HWB	Bez.	$\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	I	HWB	
1	FK1	$\{90.0, 46.6 \mid 4.5, 309.7\}$	45.1	9.4	PK1	$\{263.4, 87.2, 51.9\}$	5.3	13.0	6.4
					PK2	$\{290.5, 83.9, 51.6\}$	4.4	13.5	
					PK3	$\{237.5, 92.0, 54.5\}$	5.6	15.7	
					PK4	$\{261.2, 24.3, 66.2\}$	6.4	19.9	
					PK5	$\{214.4, 23.9, 81.1\}$	5.1	18.4	
					PK6	$\{295.0, 26.5, 6.7\}$	5.5	20.3	
					PK7	$\{86.2, 29.4, 24.5\}$	6.4	25.3	
					PK8	$\{127.3, 28.7, 20.8\}$	4.8	21.4	
					PK9	$\{57.4, 33.6, 81.2\}$	5.0	18.9	
2	FK1	$\{90.0, 47.3 \mid 4.6, 311.0\}$	60.1	6.8	PK1	$\{278.4, 88.1, 48.8\}$	3.7	13.1	15.2
	FK2	$\{87.3, 35.7 \mid 6.2, 305.6\}$	16.7	7.2	PK2	$\{301.6, 85.3, 46.9\}$	1.1	5.7	
					PK3	$\{250.1, 89.9, 50.5\}$	3.2	13.3	
3	FK1	$\{90.0, 46.9 \mid 3.6, 327.8\}$	70.0	7.0		keine			13.4
	FK2	$\{86.6, 36.9 \mid 4.0, 320.3\}$	16.6	5.8					
4	FK1	$\{90.0, 47.6 \mid 3.1, 355.9\}$	65.6	7.6	PK1	$\{262.8, 87.5, 38.1\}$	2.0	9.3	14.2
	FK2	$\{85.5, 33.1 \mid 4.4, 2.5\}$	14.2	8.9	PK2	$\{242.8, 84.8, 38.8\}$	1.8	9.3	
					PK3	$\{282.5, 90.5, 37.3\}$	2.2	10.1	
5	FK1	$\{90.0, 47.9 \mid 3.1, 358.6\}$	45.4	8.3	PK1	$\{253.1, 86.7, 35.2\}$	5.0	13.8	10.9
					PK2	$\{279.0, 91.5, 32.6\}$	5.2	15.1	
					PK3	$\{126.1, 35.1, 11.6\}$	7.2	18.4	
					PK4	$\{70.6, 30.3, 67.3\}$	5.9	20.3	
					PK5	$\{96.3, 31.9, 75.4\}$	3.9	20.6	
					PK6	$\{40.9, 33.0, 72.6\}$	2.9	15.4	
					PK7	$\{252.6, 21.9, 76.3\}$	5.0	19.5	
					PK8	$\{224.3, 28.3, 78.5\}$	4.2	16.8	
					PK9	$\{293.3, 24.6, 12.0\}$	4.4	19.3	

Tabelle 6.9.3

Durch Komponentenfit ermittelte Texturkomponenten der Eisenphase für die Positionen des Linien-Scans. FK1 = $\langle 110 \rangle$ -Faser; FK2 = Nebenfaser; Intensität I in [Vol%]; Halbwertsbreite HWB in [°]; alle Winkelangaben in [°]

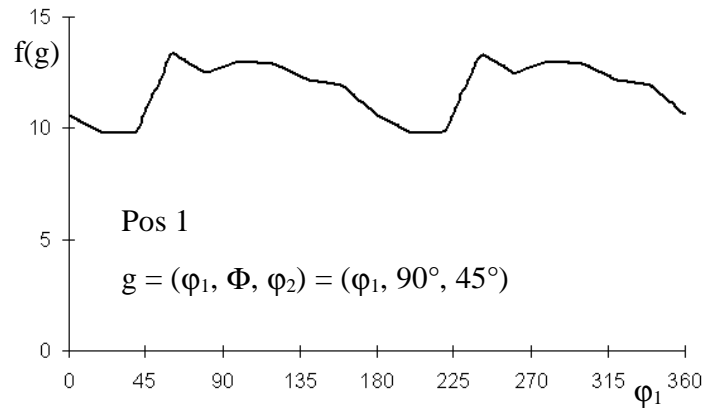


Abbildung 6.9.41

$\langle 110 \rangle$ -Faser in der ODF. Orientierungsdichteverteilung entlang der Skelettlinie $f(\varphi_1, 90^\circ, 45^\circ)$ für die Meßposition 1 am Probenrand.

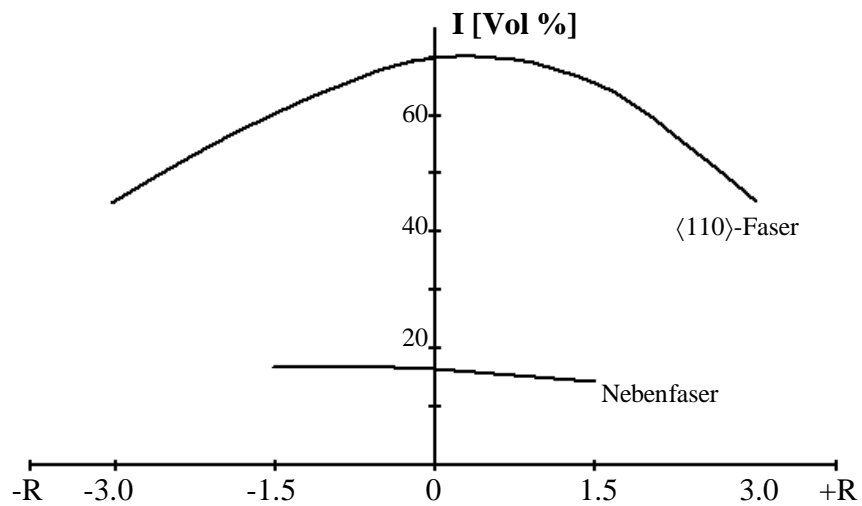


Abbildung 6.9.42

Volumenanteile der $\langle 110 \rangle$ - und Nebenfaser an der Eisenphase entlang des Probendurchmessers.

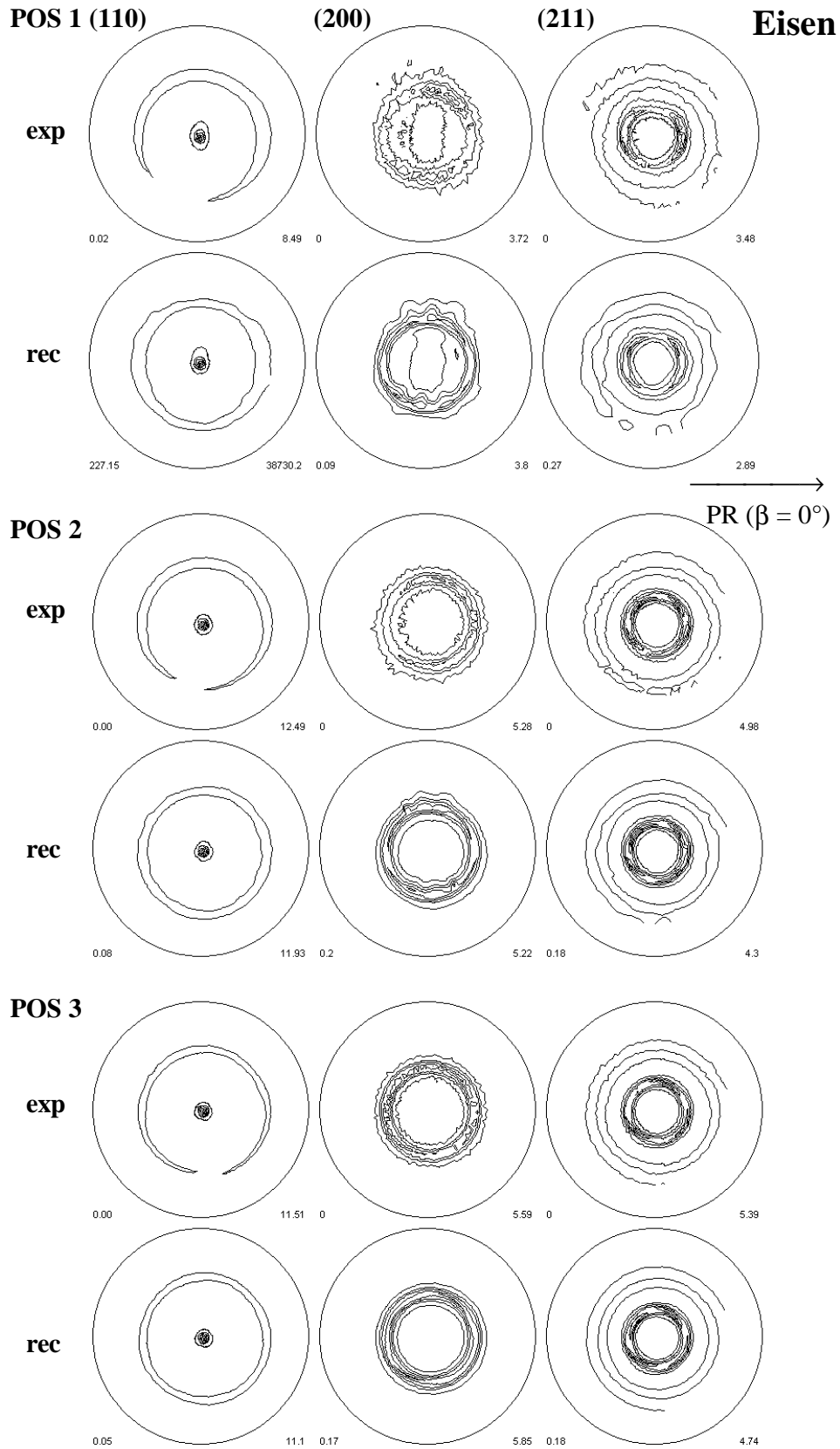


Abb. 6.9.43
 Experimentelle
 und durch
 Komponenten
 rückgerechnete
 Polfiguren für
 Positionen 1, 2
 und 3.

Texturverteilungsbilder der Eisenphase

Für die Eisenphase der kaltgezogenen CuFe-Probe wurden Texturverteilungen zu insgesamt 11 verschiedenen Polfigurpunkten $K(\alpha, \beta)$ aufgenommen (Abb. 6.9.44). Dabei handelt es sich bis auf K20 bis K22 um Pole der $\langle 110 \rangle$ -Faser. Im Texturverteilungsbild der (110) -Poldichten zu K7 tragen Kristallite zur Intensität bei, deren (110) -Normalen parallel zur Faserachse ausgerichtet sind. Es ergeben sich in Abb. 6.9.45 sehr hohe Intensitäten in einem kreisförmigen Gebiet im Probenzentrum. In radialer Richtung ist ein starker Intensitätsabfall zu verzeichnen. Dabei läßt sich feststellen, daß die Poldichten bei einem Radius von etwa 1.5 mm auf die Hälfte des Maximalwertes absinken. Daraus läßt sich schließen, daß die $\langle 110 \rangle$ -Faser besonders stark in der Mitte der kaltgezogenen Probe konzentriert ist. Diese Tendenz wurde auch schon im Verlauf des Volumenanteils der $\langle 110 \rangle$ -Faser in Abb. 6.9.42 festgestellt. Bei den Rastermessungen ist jedoch die Ortsauflösung gegenüber den Polfigurmessungen um einen Faktor 15 höher.

Die Polfigurpunkte K16 bis K18 sind Pole auf dem Ring der $\langle 110 \rangle$ -Faser in der (200) -Polfigur. Bei den dazugehörigen Texturverteilungsmessungen werden nur solche Kristallite der $\langle 110 \rangle$ -Faser erfaßt, deren (100) -Netzebenen um den durch die Probenrichtung $K(\alpha, \beta)$ vorgegebenen Betrag des Winkels β um die Faserachse gedreht sind. In den Texturverteilungsbildern in Abb. 6.9.46 ergeben sich wiederum hohe Poldichten im zentralen Bereich der Probe. Das Gebiet hat im Gegensatz zur Texturverteilung zu K1 eine elliptische Form, die sich jeweils mit dem eingestellten Probendrehwinkel β um 45° mitdreht. Dies kann mit den bevorzugt tangential liegenden (110) -Netzebenen der zyklischen $\langle 110 \rangle$ -Faser begründet werden. Hohe Poldichten ergeben sich weiterhin in jeweils zwei Bogensegmenten direkt am Probenrand mit einer Breite von etwa 0.4 mm.

Die Polfigurpunkte K20 bis K22 sind keine Pole der $\langle 110 \rangle$ -Faser, sondern liegen in der (200) -Polfigur bei etwas kleineren Kippwinkeln innerhalb des Faserringes (Abb. 6.9.44). Die (200) -Texturverteilungen zu diesen Probenrichtungen zeigen eine zu K16 bis K18 komplementäre Verteilung. Hohe Intensitäten treten nun in Randgebieten der Probe auf, die durch eine ellipsenförmige Region mit niedriger Poldichte getrennt werden. Auch hier drehen sich die Verteilungen mit dem eingestellten Probendrehwinkel β um jeweils 45° mit (Abb. 6.9.46).

Interessante Verteilungen ergeben sich oft durch die Summenbildung verschiedener Texturverteilungsbilder (Abb. 6.9.47). Addiert man z.B. die (200) -Texturverteilungen zu den Polen K16 bis K18 der $\langle 110 \rangle$ -Faser so erhält man eine Verteilung, die nahezu identisch zur (110) -Texturverteilung zu K7 ist. Offenbar ist es möglich, die Verteilung einer Faserkomponente zu approximieren, in dem man geeignete Verteilungen superpositioniert, bei denen jeweils nur ein kleiner Anteil der Kristallite dieser Faserkomponente z.B. mit einem bestimmten Drehwinkel β erfaßt werden.

In der (200) -Summenverteilung zu K20 bis K22 ergeben sich hohe Poldichten ausschließlich am Randbereich der Probe in Form eines Ringes mit einer Breite von etwa 2 mm. Kristallite, deren (100) -Netzebenen um 30° gegenüber der Probennormale gekippt sind, findet man also bevorzugt in diesen Regionen der Probe. Im Komponentenfit entsprechen sie den Peakkomponenten PK4 bis PK9.

Drei weitere Texturverteilungen wurden für die (211) -Poldichten zu K8 bis K11 aufgenommen. Hierbei ergeben sich ähnliche Verteilungen wie in Abb. 6.9.46.

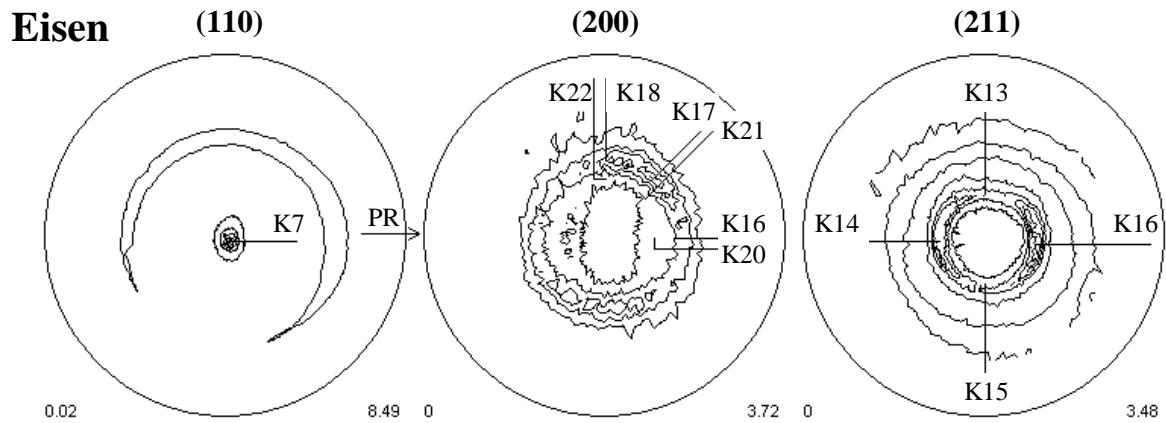


Abbildung 6.9.44

Für die Texturverteilungsbilder der Eisenphase verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$, dargestellt in den experimentellen Polfiguren zur Position 1.

K7 (5, 330)

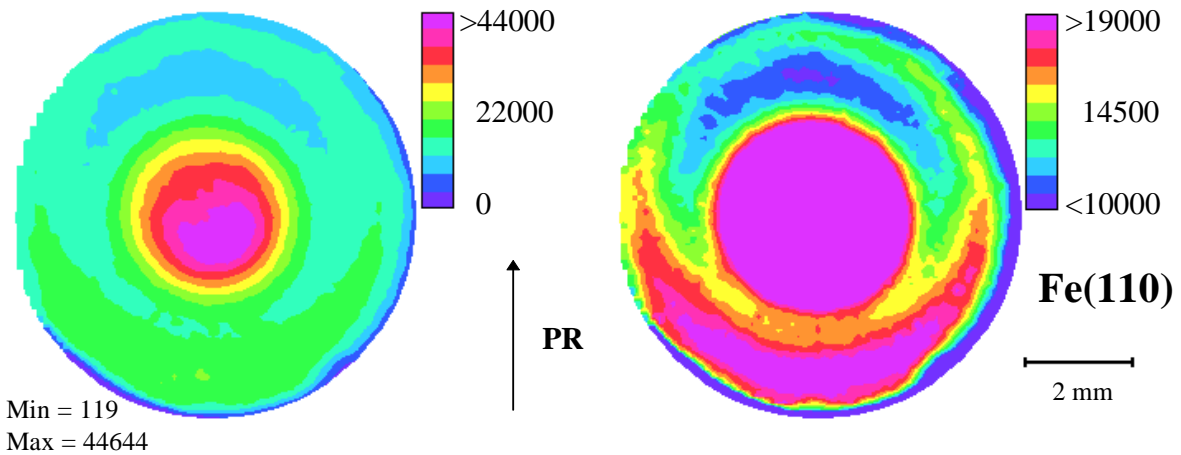
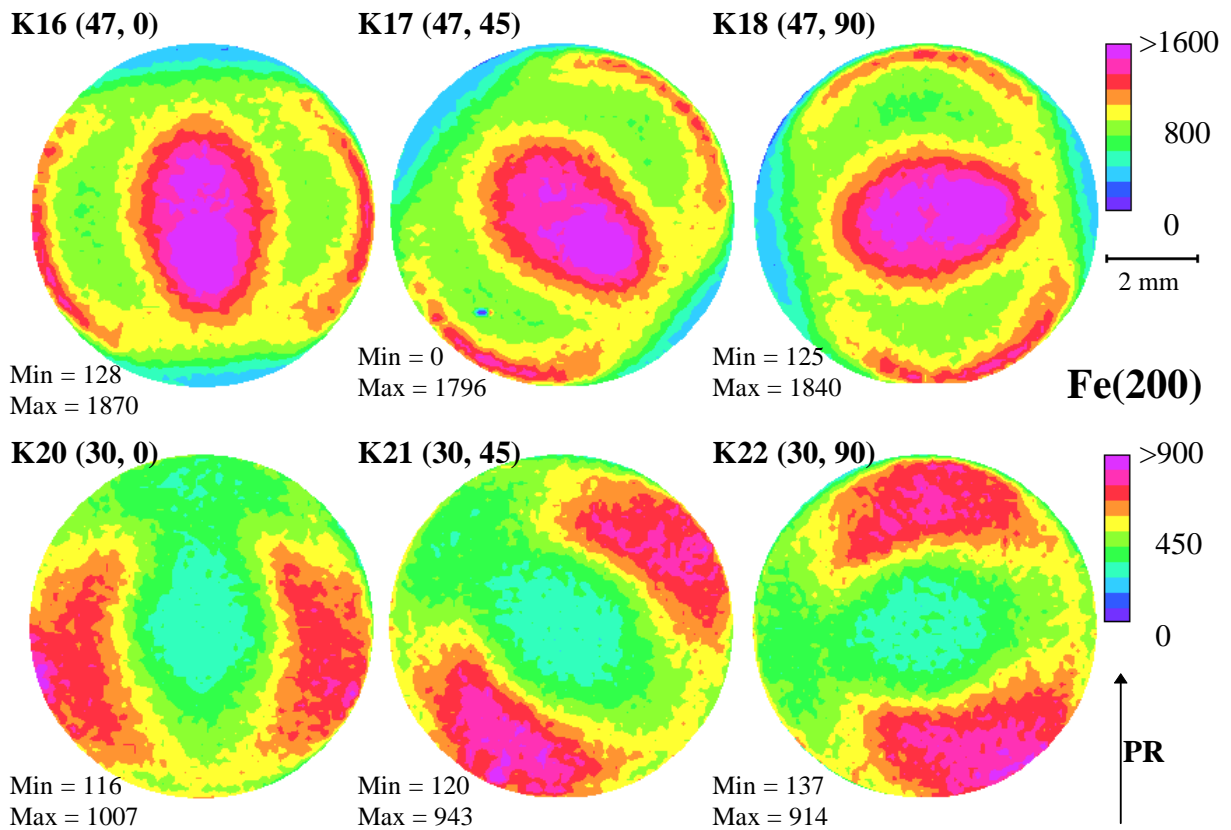
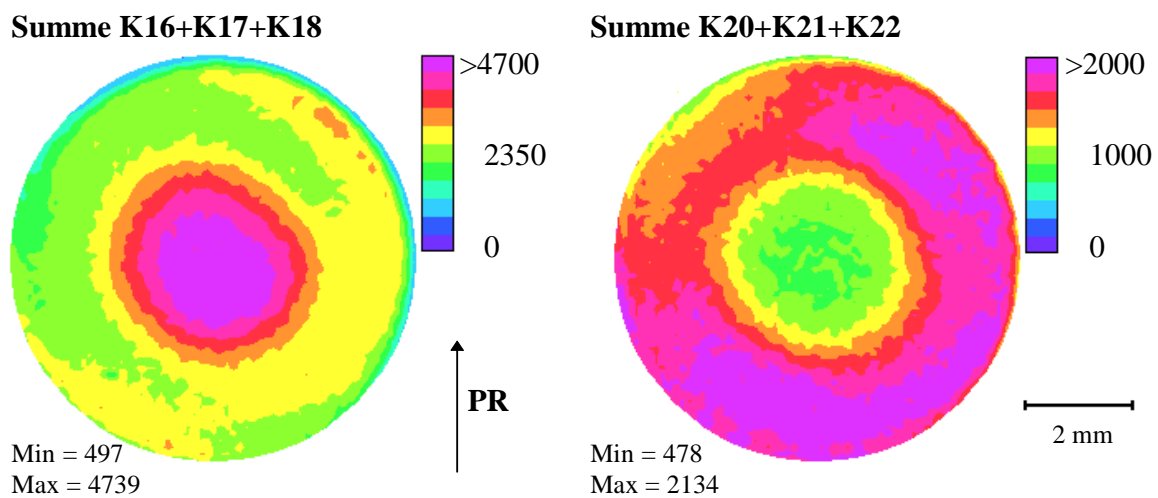


Abbildung 6.9.45

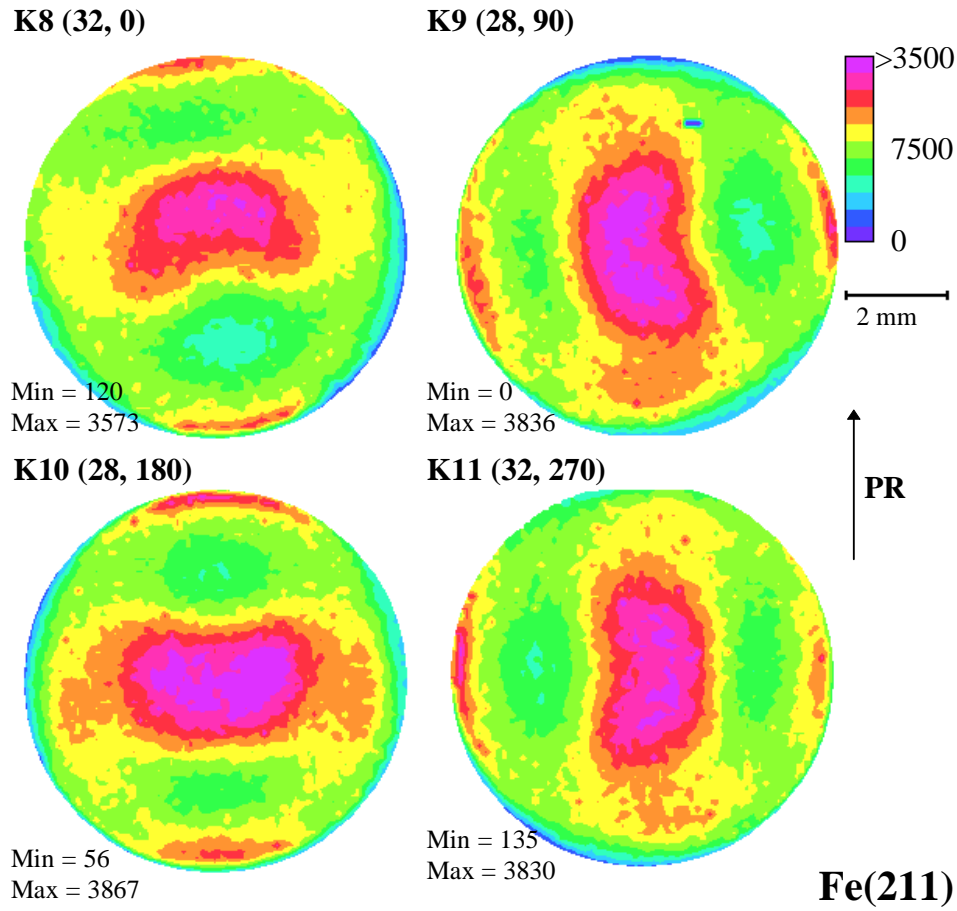
(110)-Texturverteilungsbild des Eisens zur Probenrichtung K7. Die rechte Abbildung zeigt dieselben Meßwerte wie links jedoch mit anderer Skalierung. 3207 Punkte, 120 μm Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Fe}200} = 77.40^\circ$, Fe(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 35 mm.

**Abbildung 6.9.46**

(200)-Texturverteilungsbilder des Eisens zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 3207 Punkte, 120 μm Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Fe}200} = 77.40^\circ$, Fe(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 35 mm.

**Abbildung 6.9.47**

Summen obiger (200)-Texturverteilungsbilder.

**Abbildung 6.9.48**

(211)-Texturverteilungsbilder des Eisens zu Polfigurpunkten $K(\alpha, \beta)$. 3207 Punkte, $120 \mu\text{m}$ Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Fe}211} = 99.90^\circ$, Fe(211) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 35 mm.

6.9.2.2 Die Kupferphase der kaltgezogenen CuFe-Probe

Polfigurmessungen

Die im Linien-Scan entlang des Probendurchmessers aufgenommenen Polfiguren sind in Abb. 6.9.49 dargestellt. In der Probenmitte ergibt sich eine axialsymmetrische Textur mit einer $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfaser. Eine erhebliche „Störung“ der axialen Symmetrie ist an den anderen Meßpositionen festzustellen. So ergeben sich z.B. in der (200)-Polfigur an den Positionen 1 und 5 bei einem Kippwinkel von etwa 35° ausgeprägte langgestreckte Maxima mit Halbwertsbreiten von $\Delta\alpha \approx 20^\circ$ in Kipprichtung und bis zu $\Delta\beta \approx 80^\circ$ in Drehrichtung. Wie man weiterhin in den Polfiguren des Bogen-Scans erkennt, drehen sich die Poldichtemaxima mit der jeweiligen Meßposition mit (Abb. 6.9.50). Bemerkenswert ist die Tatsache, daß die „Störungen“ der axialen Symmetrie im Unterschied zur Eisenphase (Abb. 6.9.37) nicht erst am äußeren Probenrand auftreten, sondern bereits unmittelbar neben der Probenmitte. Offenbar führen die beim Kaltziehen an der Probenoberfläche angreifenden Scherkräfte zu einer stärkeren Verformung der weichen Kupferphase.

ODF-Analyse durch die Reihenmethode

In allen ODF (Abb. 6.9.51 bis 6.9.53) lassen sich eine echte $\langle 100 \rangle$ - und eine $\langle 111 \rangle$ -Faser feststellen. Für die Probenmitte ergeben sich zwei weitere Faserkomponenten, die wieder als Nebenfasern bezeichnet werden sollen (Abb. 6.9.53). Die erste Nebenfaser (FK3) verläuft nahe $\langle 811 \rangle$ und entspricht der Nebenfaser der Kupferphase in der warmstranggepreßten Probe. Eine zweite Nebenfaser (FK4) verläuft bei $\langle 112 \rangle$ in der Nähe der $\langle 111 \rangle$ -Faser. Diese Faserkomponente war in der warmstranggepreßten Probe noch nicht vorhanden. Für die Meßpositionen außerhalb der Probenmitte ergeben sich dann erhebliche Änderungen in der ODF, wobei die Orientierungen der Nebenfasern nur noch in „Resten“ vorhanden sind.

Texturapproximation durch Modellkomponenten

Die Ergebnisse der Texturapproximation durch Modellkomponenten sind in Tabelle 6.9.4 zusammengefaßt. Für drei ausgewählte Meßpositionen sind in Abb. 6.9.54 die aus den Komponenten rückgerechneten Polfiguren dargestellt. Sie zeigen eine gute Übereinstimmung mit den experimentell ermittelten.

Für alle Meßpositionen liefert der Komponentenfit eine intensitätsstarke $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfaser (FK1, FK2). Im Kristallsystem verlaufen ihre Faserachsen exakt entlang der $\langle 100 \rangle$ - bzw. $\langle 111 \rangle$ -Richtung. Im Probensystem sind sie gegenüber der Probennormalen um etwa 3 bis 4° gekippt. Nach außen hin nimmt der Kippwinkel der $\langle 111 \rangle$ -Faser auf 6° zu, während er für die $\langle 100 \rangle$ -Faser fast unverändert bleibt. Die Halbwertsbreite der $\langle 111 \rangle$ -Faser ist mit etwa 12° über den gesamten Probenquerschnitt nahezu konstant. Gegenüber der Cu $\langle 111 \rangle$ -Faser der warmstranggepreßten Probe hat sich der Wert um 2 bis 3° verringert, d.h. diese Faserkomponente wird durch das Kaltziehen „schärfer“ im Orientierungsraum lokalisiert. Bei der $\langle 100 \rangle$ -Faser nimmt die Halbwertsbreite beim Übergang in den Randbereich der Probe zu. Der Wert variiert zwischen 9° in der Mitte und 19° am Probenrand. In der warmstranggepreßten Probe lag er zwischen 10 und 11° . Durch das Kaltziehen wird demnach die Schwankungsbreite der Cu $\langle 100 \rangle$ -Faser im Randbereich der Probe erheblich vergrößert.

Die Änderung der Volumenanteile der $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Faserkomponente über den Probenquerschnitt ist in Abb. 6.9.55 dargestellt. Es ergeben sich jeweils symmetrische Verläufe,

wobei die Intensitäten in Richtung der Probenränder nahezu linear abfallen. Am Rand besitzen beide Faserkomponenten annähernd gleiche Volumenanteile an der Kupferphase. Im Zentrum der Probe wird allerdings der Volumenanteil der $\langle 100 \rangle$ -Faser mit rund 40% maximal, während er für die $\langle 111 \rangle$ -Faser abnimmt. Im Vergleich zur Kupferphase der warmstranggepreßten Probe (Abb. 6.9.28) läßt sich feststellen, daß durch das Kaltziehen der Volumenanteil der $\langle 100 \rangle$ -Faser etwa halbiert wird, die Intensität der $\langle 111 \rangle$ -Faser dagegen deutlich ansteigt. Vergleicht man die Intensitätsverläufe der Cu $\langle 100 \rangle$ - und Fe $\langle 110 \rangle$ -Faser (Abb. 6.9.42) der kaltgezogenen Probe, wird deutlich, daß der Volumenanteil des Kupfers in Richtung der Probenränder stärker abfällt als der Volumenanteil des Eisens. Dies bestätigt die Vermutung, daß die weichere Kupferphase die beim Kaltziehen auftretenden Scherkräfte stärker als die Eisenphase aufnimmt und entsprechend stärker verformt wird.

Für die Probenmitte (Pos.3) liefert der Komponentenfit zwei weitere Faserkomponenten FK3 bzw. FK4, die auch schon in der ODF als Nebenfasern identifiziert wurden. Im Kristallsystem verläuft die Faserachse von FK3 nahe $\langle 811 \rangle$ und von FK4 fast exakt entlang $\langle 112 \rangle$. Im Probensystem sind die Faserachsen etwa parallel zu denen von FK1 und FK2. Die Intensitäten beider Faseranteile betragen zusammen 42%.

Für die Positionen außerhalb der Probenmitte ergeben sich eine Reihe von Peakkomponenten, deren Orientierungen sich auch in den Orientierungsdichtemaxima in den ODF-Schnitten wiederfinden lassen. Durch Hinzunahme weiterer Peakkomponenten ließe sich die Approximation weiter verbessern.

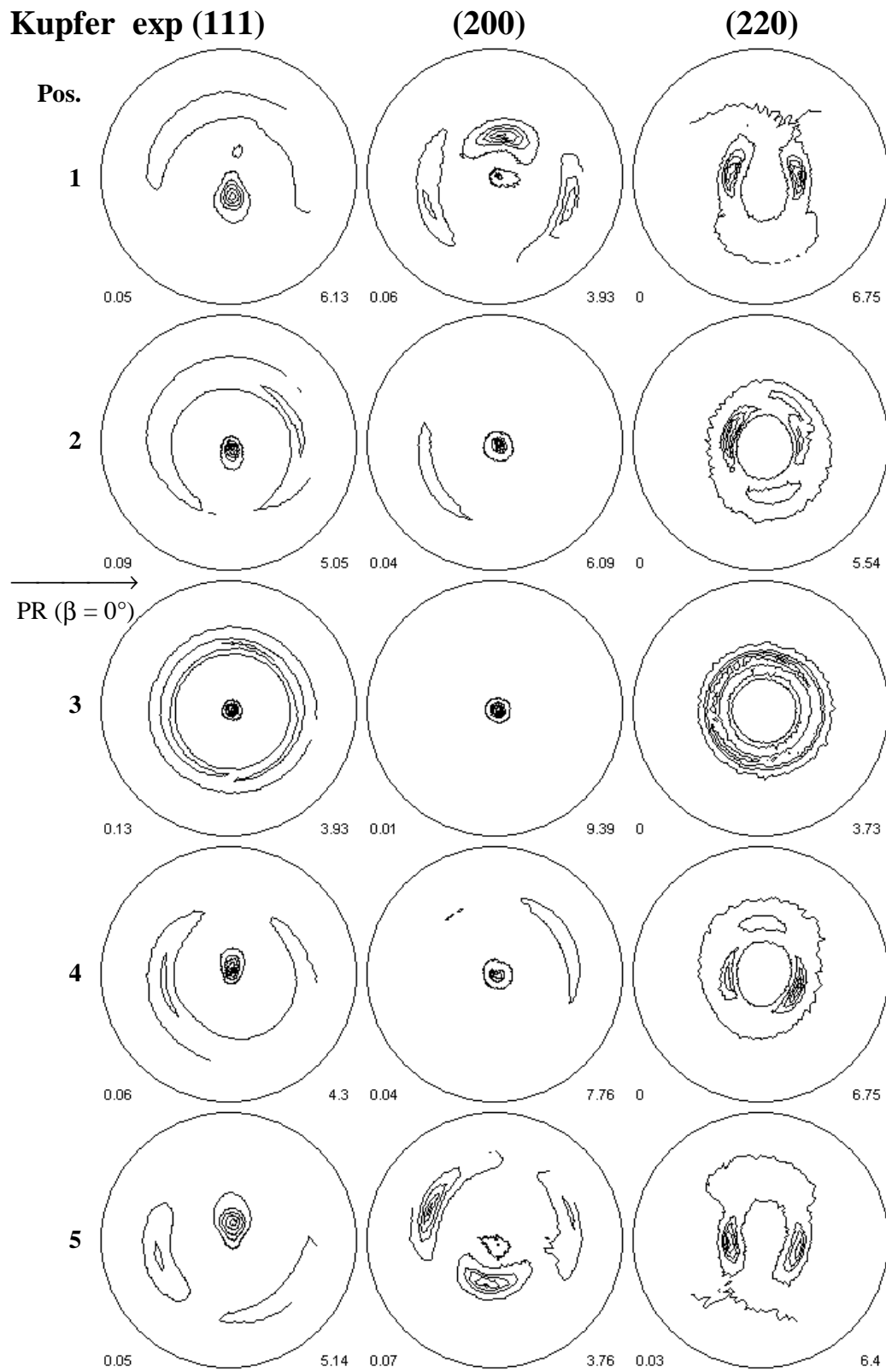


Abbildung 6.9.49

Experimentelle Polfiguren der Kupferphase für Meßpositionen des Linien-Scans 1 bis 5.

Kupfer

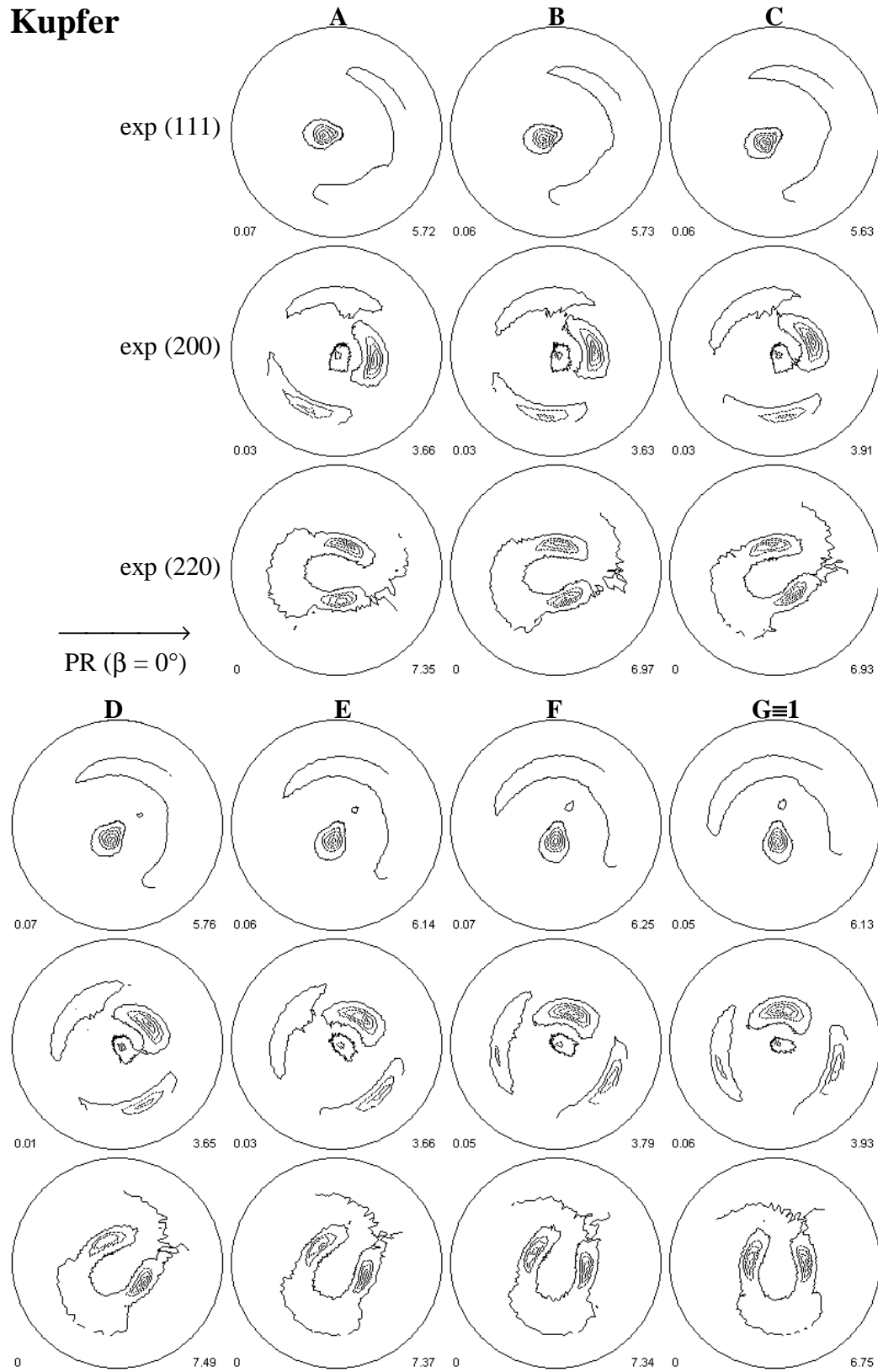
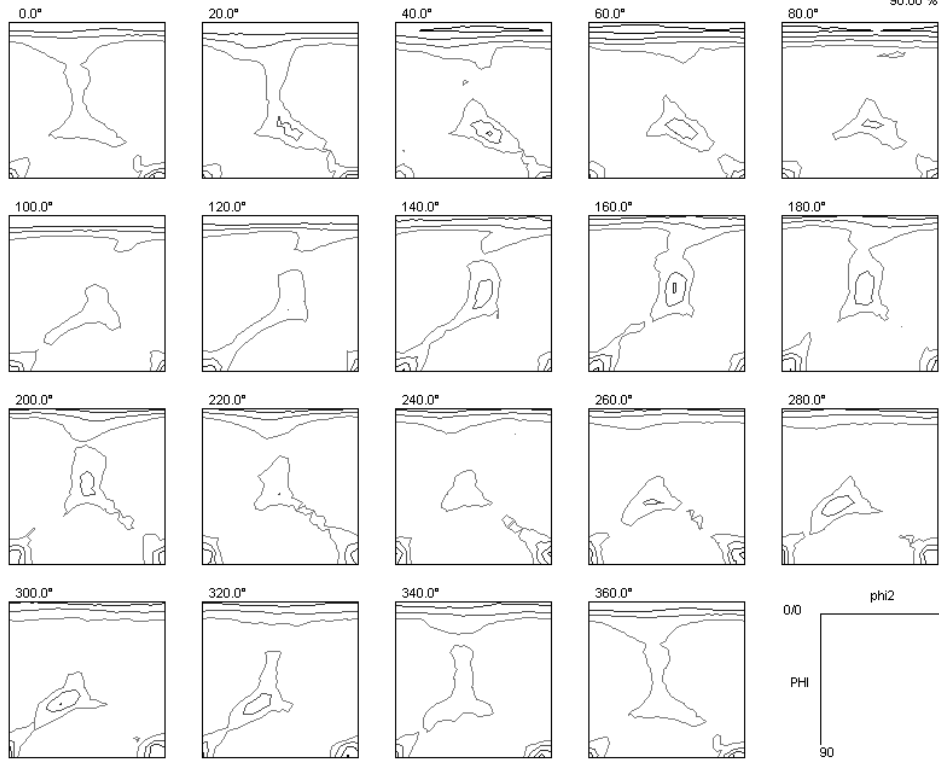


Abbildung 6.9.50

Experimentelle Polfiguren der Kupferphase für Meßpositionen des Bogen-Scans A bis G.

Cu Pos 1
Phi1 cuts, Max 11.55



Cu Pos 1
Phi2 cuts, Max 11.55

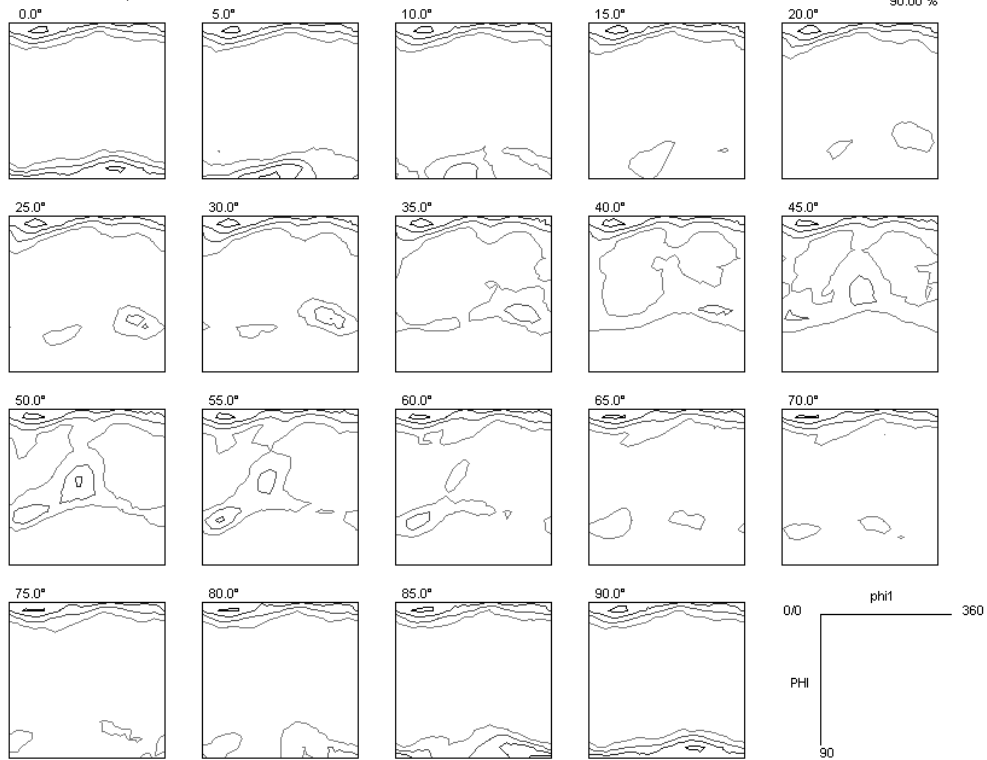
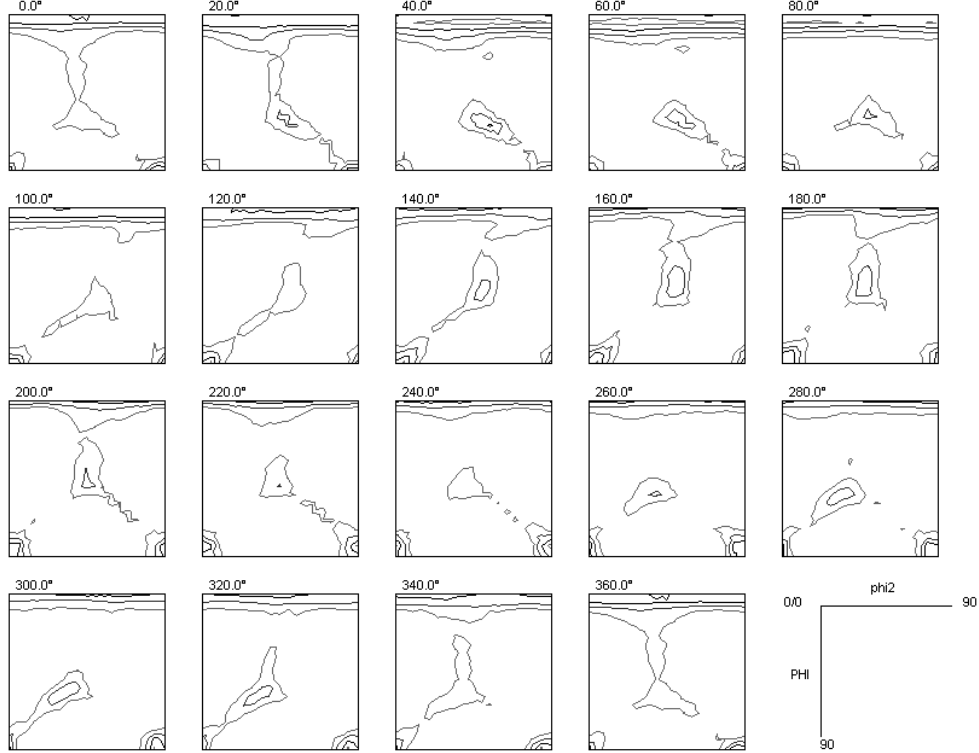


Abb. 6.9.51
ODF Kupfer für
Pos. 1
(Probenrand)

Cu Pos 2

Phi1 cuts, Max 12.66



Cu Pos 2

Phi2 cuts, Max 12.66

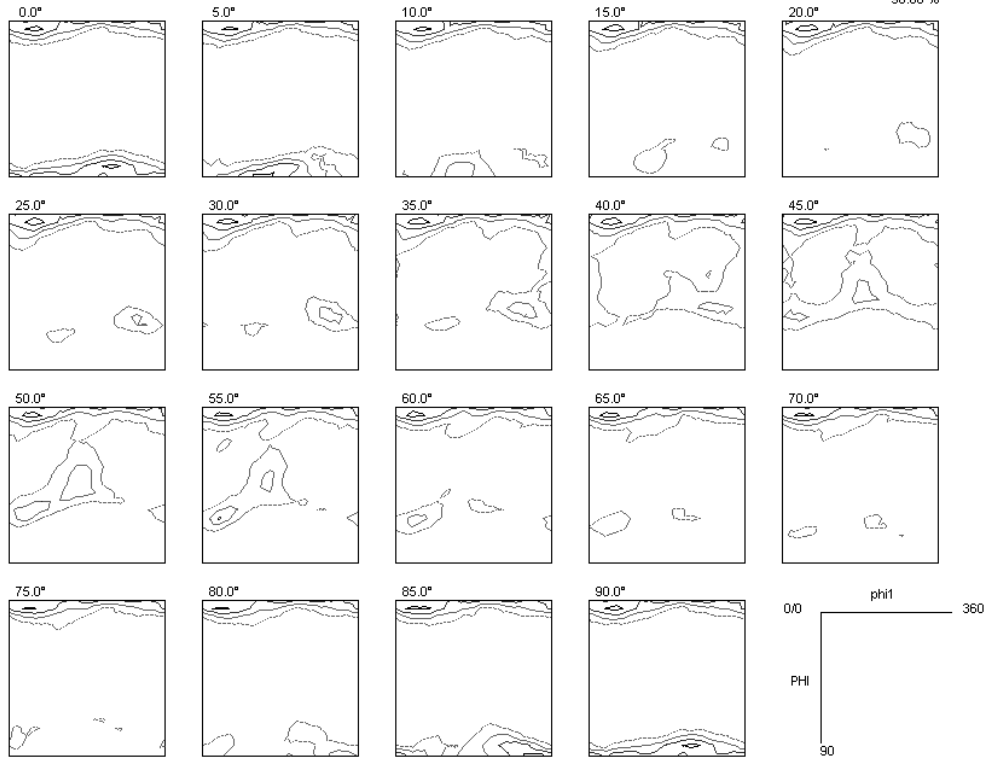
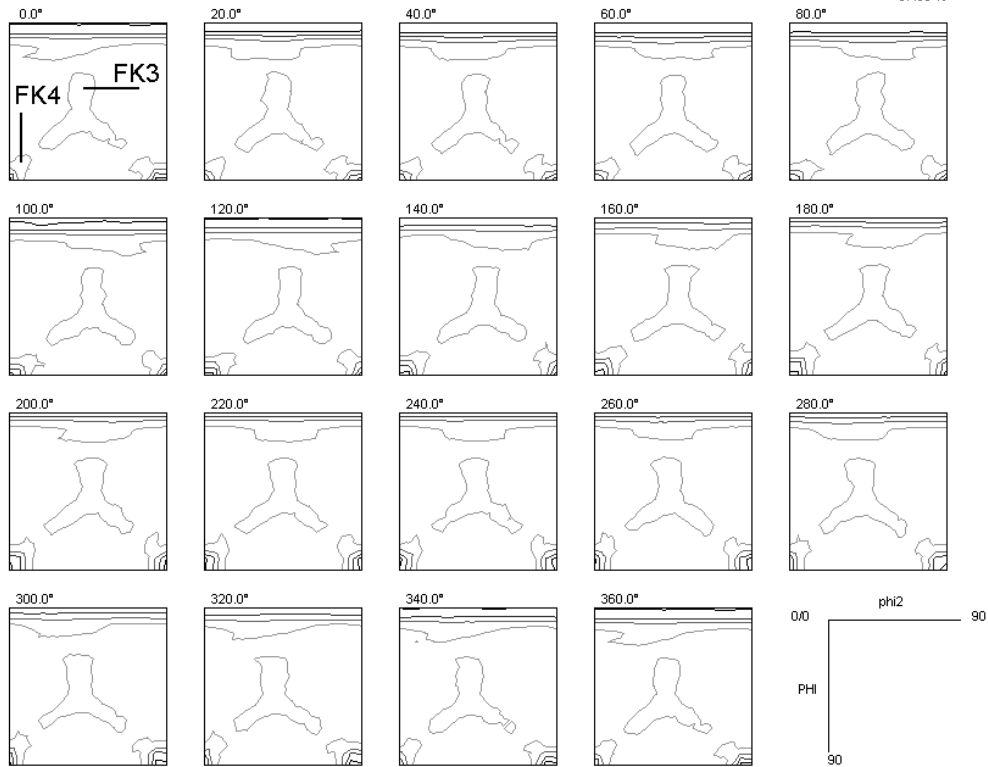


Abb. 6.9.52
ODF Kupfer für
Pos. 2

Cu Pos 3
Phi1 cuts, Max 21.23



Cu Pos 3
Phi2 cuts, Max 21.23

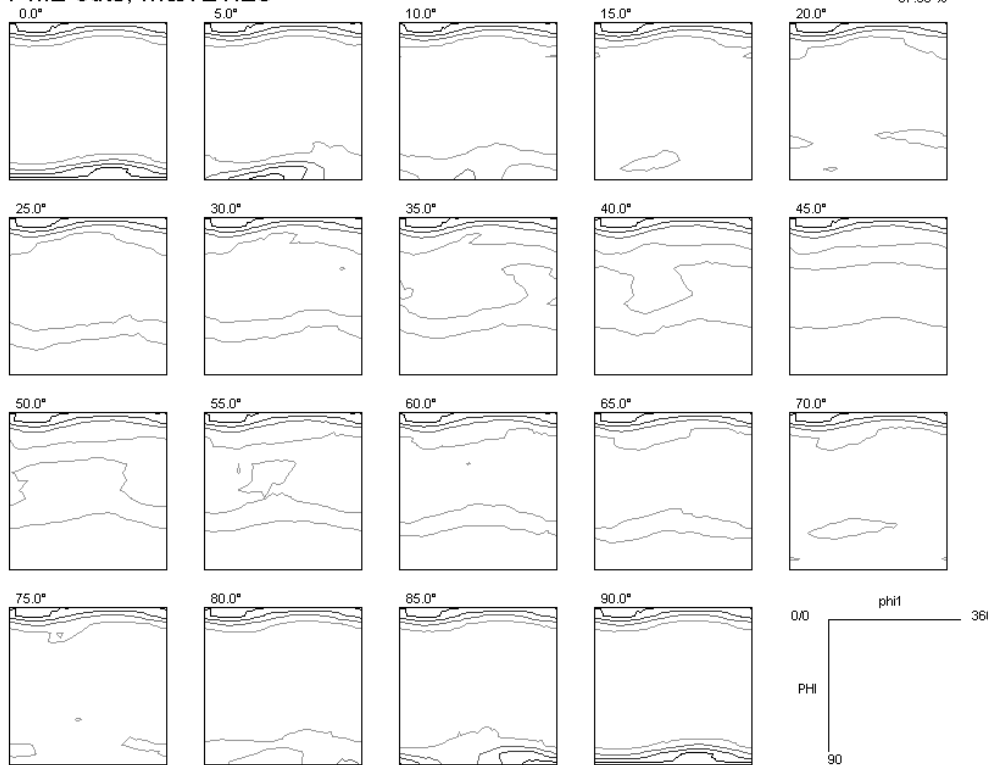


Abb. 6.9.53
 ODF Kupfer
 für Pos. 3
 (Probenmitte).
 FK3, FK4 sind
 Nebenfasern.

Pos.	Faserkomponenten (FK)				Peakkomponenten (PK)				Fon I
	Bez.	{ Φ , φ_2 α , β }	I	HWB	Bez.	{ φ_1 , Φ , φ_2 }	I	HWB	
1	FK1	{90.0, 0.0 3.8, 2.9}	11.7	18.6	PK1	{30.7, 31.6, 28.2}	11.6	33.0	10.9
	FK2	{54.7, 45.0 6.5, 300.4}	11.7	13.1	PK2	{117.8, 34.5, 64.4}	9.8	24.2	
					PK3	{143.2, 38.6, 54.2}	5.2	13.6	
					PK4	{159.6, 37.3, 52.6}	7.6	12.8	
					PK5	{175.4, 36.8, 50.6}	7.3	12.2	
					PK6	{191.8, 34.1, 47.7}	6.5	12.7	
					PK7	{206.9, 37.4, 46.3}	1.5	8.4	
					PK8	{223.1, 27.0, 32.6}	9.0	20.7	
					PK9	{256.6, 29.8, 20.4}	2.9	20.0	
					PK10	{327.4, 33.3, 45.6}	4.3	18.4	
2	FK1	{90.0, 0.0 4.7, 330.7}	27.3	11.5	PK1	{17.3, 19.6, 36.2}	11.6	25.8	9.2
	FK2	{54.8, 44.9 5.9, 298.1}	22.2	12.2	PK2	{116.7, 26.6, 57.1}	6.5	21.4	
					PK3	{144.0, 37.9, 51.7}	2.4	11.1	
					PK4	{161.6, 39.6, 51.4}	2.1	9.5	
					PK5	{177.0, 32.8, 50.8}	4.0	13.2	
					PK6	{199.0, 34.3, 47.6}	3.2	12.9	
					PK7	{242.0, 11.9, 32.2}	11.5	25.9	
3	FK1	{90.4, 0.1 3.5, 330.7}	40.0	9.4		keine			0.4
	FK2	{54.8, 44.9 3.4, 331.8}	16.7	11.7					
	FK3	{79.4, 7.0 4.5, 325.7}	23.5	11.9					
	FK4	{35.2, 45.4 3.8, 321.4}	19.4	12.1					
4	FK1	{90.1, 0.0 2.1, 328.5}	28.5	13.3	PK1	{15.9, 40.7, 41.0}	3.2	11.2	8.6
	FK2	{54.7, 45.0 4.0, 41.0}	22.2	13.2	PK2	{36.6, 25.5, 37.4}	8.3	22.1	
					PK3	{139.2, 21.5, 57.1}	6.4	20.1	
					PK4	{203.5, 17.8, 41.0}	8.4	22.2	
					PK5	{320.8, 27.7, 41.3}	7.1	19.7	
					PK6	{340.6, 38.6, 41.4}	3.6	11.6	
					PK7	{358.0, 41.4, 41.5}	3.7	10.7	
5	FK1	{90.0, 0.0 4.4, 279.5}	10.4	18.1	PK1	{0.6, 23.7, 36.8}	1.6	10.4	10.8
	FK2	{54.7, 45.0 3.6, 28.2}	8.1	12.1	PK2	{15.5, 43.1, 43.3}	3.6	12.0	
					PK3	{16.9, 34.9, 37.0}	5.5	13.0	
					PK4	{43.5, 34.9, 32.3}	10.4	20.0	
					PK5	{96.5, 37.1, 81.5}	8.8	27.2	
					PK6	{152.7, 34.2, 53.4}	3.1	17.2	
					PK7	{218.5, 27.4, 26.7}	9.3	29.8	
					PK8	{316.3, 35.0, 46.6}	11.7	20.8	
					PK9	{339.5, 38.4, 42.5}	7.5	13.2	
					PK10	{357.4, 39.7, 41.6}	9.2	13.2	

Tabelle 6.9.4

Durch Komponentenfit ermittelte Texturkomponenten der Kupferphase für die Positionen des Linien-Scans. FK1 = $\langle 100 \rangle$ -Faser; FK2 = $\langle 111 \rangle$ -Faser; FK3, FK4 = Nebenfasern; Intensität I in [Vol%]; Halbwertsbreite HWB in [°]; alle Winkelangaben in [°]

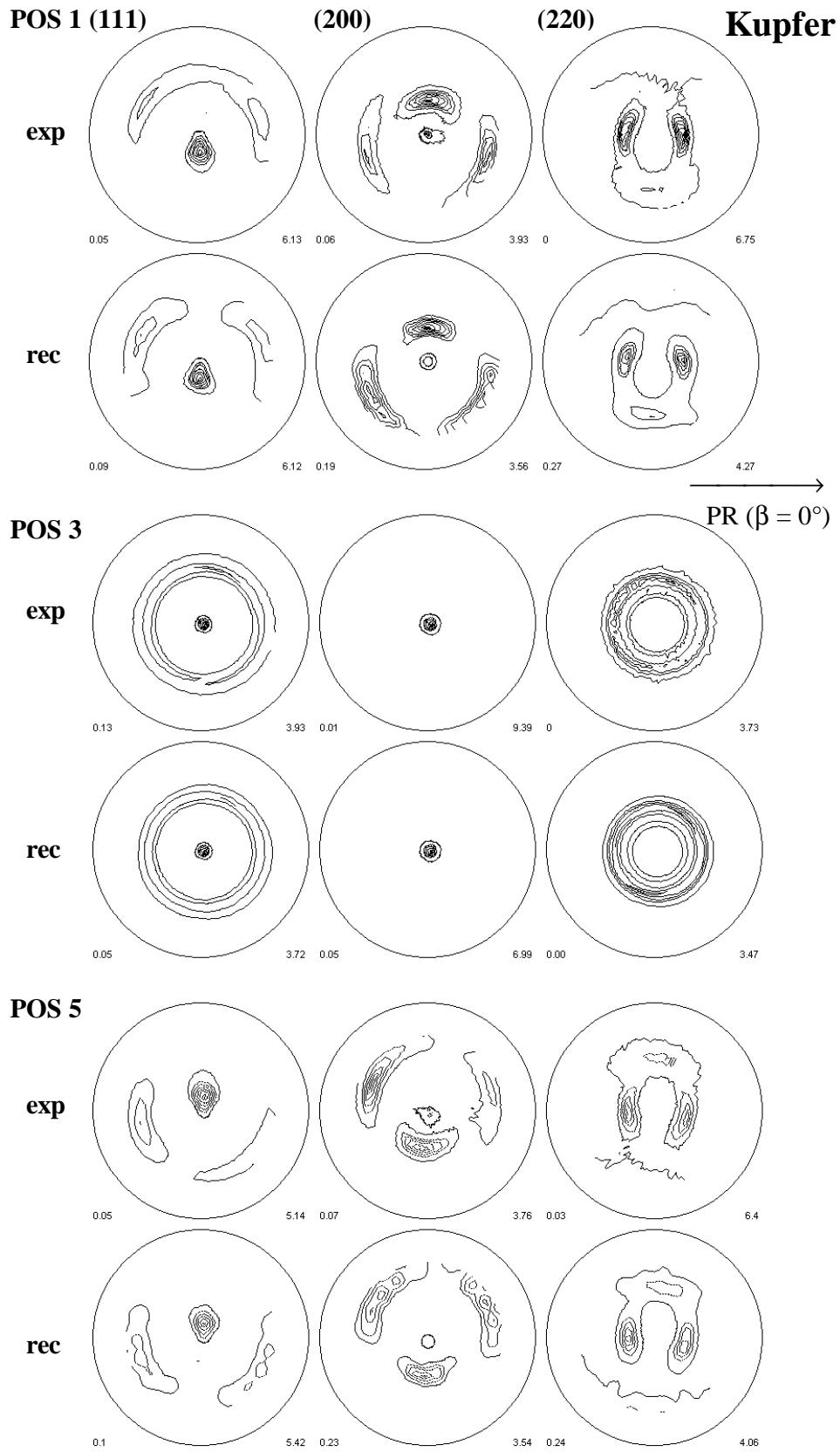


Abb. 6.9.54
Experimentelle
und durch
Komponenten
rückgerechnete
Polfiguren für
Positionen 1, 3
und 5.

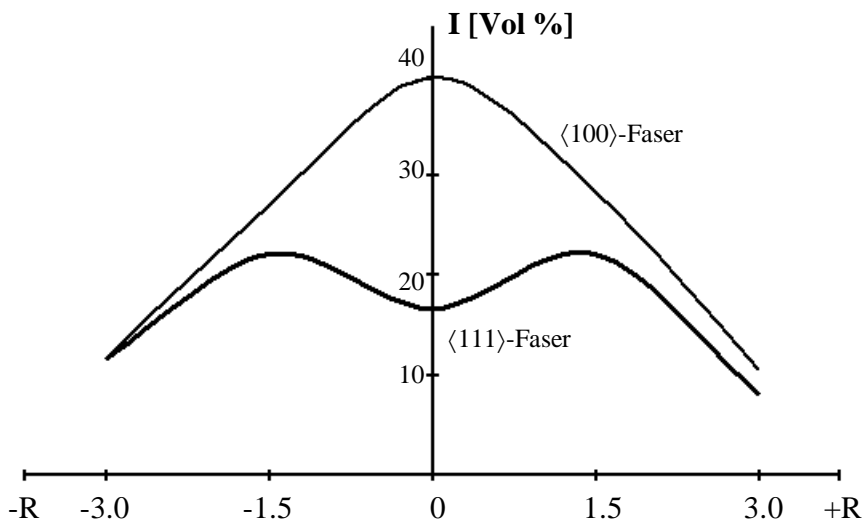


Abbildung 6.9.55

Volumenanteil der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Faser an der Kupferphase entlang des Probendurchmessers

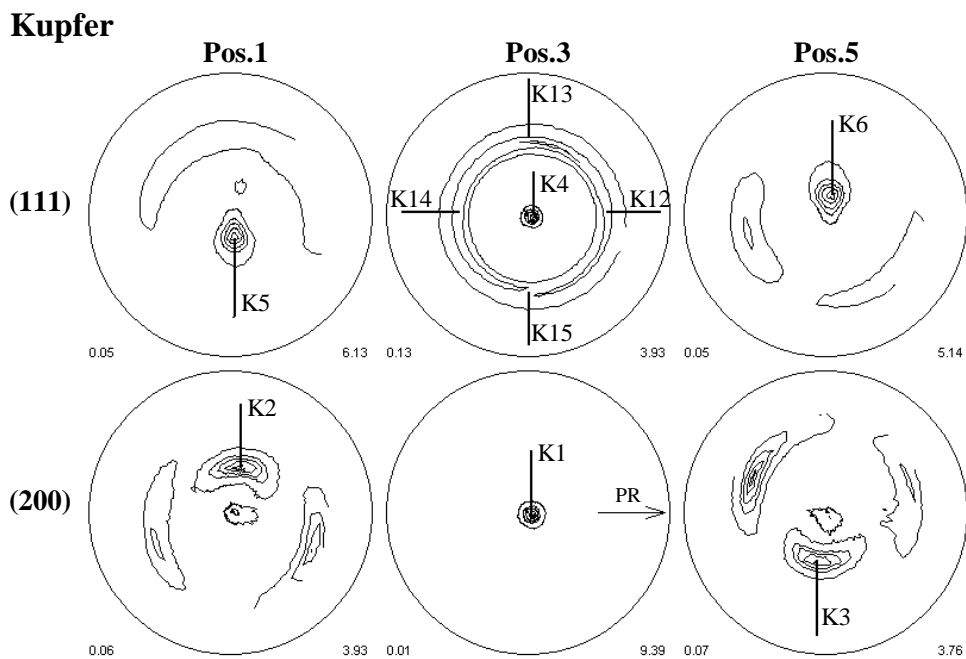


Abbildung 6.9.56

Für die Texturverteilungsbilder der Kupferphase verwendete Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$, dargestellt in den experimentellen Polfiguren zu den Positionen 1, 3 und 5.

Texturverteilungsbilder der Kupferphase

Die Textur der Kupferphase der kaltgezogenen Probe wurde zu insgesamt 10 Polfigurpunkten kartographiert (Abb. 6.9.56). Dabei sind die Polfigurpunkte K1 bzw. K12 bis K15 in der (200)- bzw. (111)-Polfigur Pole der $\langle 100 \rangle$ -Faser, deren Faserachse gegenüber der Probennormalen um etwa 5° gekippt ist. Im Texturverteilungsbild der (200)-Poldichten zu K1 werden Kristallite erfaßt, deren (100)-Normalen parallel zur Faserachse liegen. Es ergibt sich eine konzentrisch zum Mittelpunkt liegende Verteilung, in der die Poldichten im mittleren Bereich der Probe besonders hohe Werte erreichen und zum Rand hin stark abfallen (Abb. 6.9.57). Daraus folgt, daß die $\langle 100 \rangle$ -Faser im zentralen Bereich der Probe konzentriert ist. Diese Aussage ist auch in Übereinstimmung mit dem Verlauf des Volumenanteils der $\langle 100 \rangle$ -Faser in Abb. 6.9.55. Wählt man im Verteilungsbild zu K1 eine kleinere Skalierung, so kann man feststellen, daß die Poldichten am äußersten Probenrand wieder ansteigen (Abb. 6.9.57). In diesem scharf lokalisierten Bereich mit etwa 0.3 mm Breite findet man lokale Vorzugsrichtungen, bei denen die (100)-Normalen parallel zur Faserachse liegen.

In den (111)-Texturverteilungsbildern zu K12 bis K15 ergeben sich wieder hohe Intensitäten in der Probenmitte (Abb. 6.9.58). Aber auch in den Randbereichen treten erhöhte Poldichten auf, die sich mit dem eingestellten Probendrehwinkel β um jeweils 90° mitdrehen. Dabei handelt es sich offenbar um lokale Vorzugsrichtungen innerhalb der hochverformten Außenbereiche der Probe. Bildet man die Summe der Verteilungsbilder zu den vier ausgewählten Polen des Faserrings, so ergibt sich ein ähnliches Bild wie in der (200)-Texturverteilung zu K1.

Die Polfigurpunkte K2, K3 sowie K5, K6 entsprechen Poldichtemaxima in den (111)- und (200)-Polfiguren an den äußeren Meßpositionen. In den dazugehörigen Verteilungsbildern erkennt man, daß diese durch den Verformungsprozeß hervorgerufenen Vorzugsrichtungen nur in einem Übergangsbereich zwischen der Probenmitte und dem Rand auftreten (Abb. 6.9.59, 6.9.60).

Im Texturverteilungsbild der (111)-Poldichten zu K4 werden Netzebenen erfaßt, deren Normalen parallel zur Achse der $\langle 111 \rangle$ -Faser liegen. Hohe Intensitäten ergeben sich auch hier im zentralen Bereich der Probe und in einem schmalen Ring am Probenrand (Abb. 6.9.60). Die Verteilung ist dabei nicht ganz symmetrisch. Der Intensitätsverlauf entlang des Probendurchmessers und insbesondere der Intensitätsabfall in der Probenmitte steht dabei in Übereinstimmung mit dem Verlauf des Volumenanteils der $\langle 111 \rangle$ -Faser in Abb. 6.9.55.

In den Texturverteilungsbildern der Kupferphase der kaltgezogenen Probe lassen sich insgesamt 3 verschiedene Bereiche unterscheiden: Das zentrale Gebiet mit einem Durchmesser von etwa 2 mm, in welchem eine intensitätsstarke $\langle 100 \rangle / \langle 111 \rangle$ -Doppelfaser vorliegt. Ein Übergangsbereich mit bevorzugter Ausrichtung der (100)- bzw. (111)-Netzebenen parallel zu K2 oder K3 bzw. K5 oder K6, je nach Position auf der Probe. Ein schmales Randgebiet von etwa 0.3 mm Breite mit Vorzugsrichtungen der (100)- bzw. (111)-Netzebenen parallel zu K1 bzw. K4.

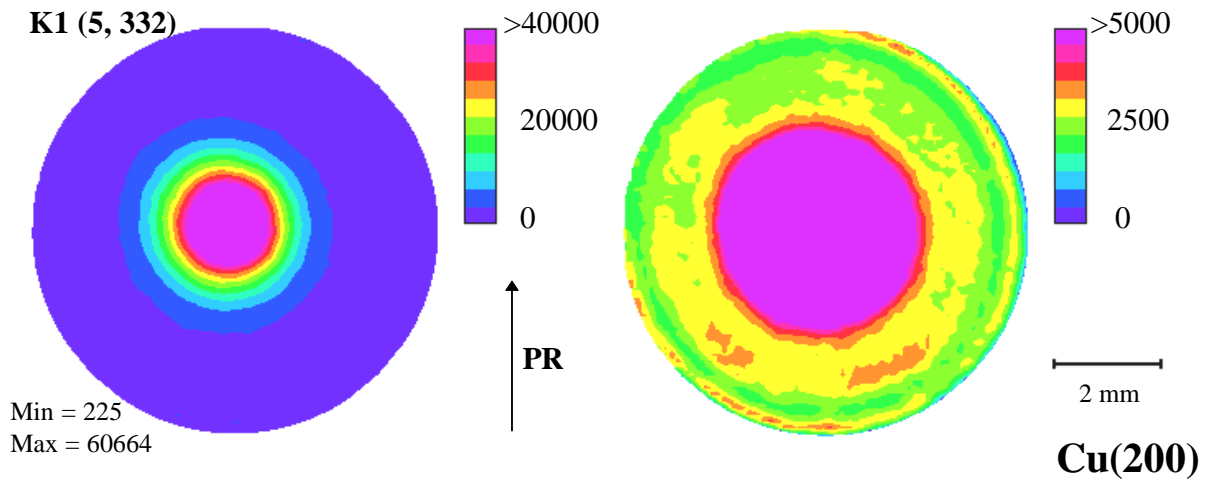


Abbildung 6.9.57

(200)-Texturverteilungsbild des Kupfers zur Probenrichtung K1. Die rechte Abbildung zeigt dieselben Meßwerte wie links jedoch mit anderer Skalierung; 3207 Punkte, 120 μm Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Cu}200} = 59.36^\circ$, Cu(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 35 mm.

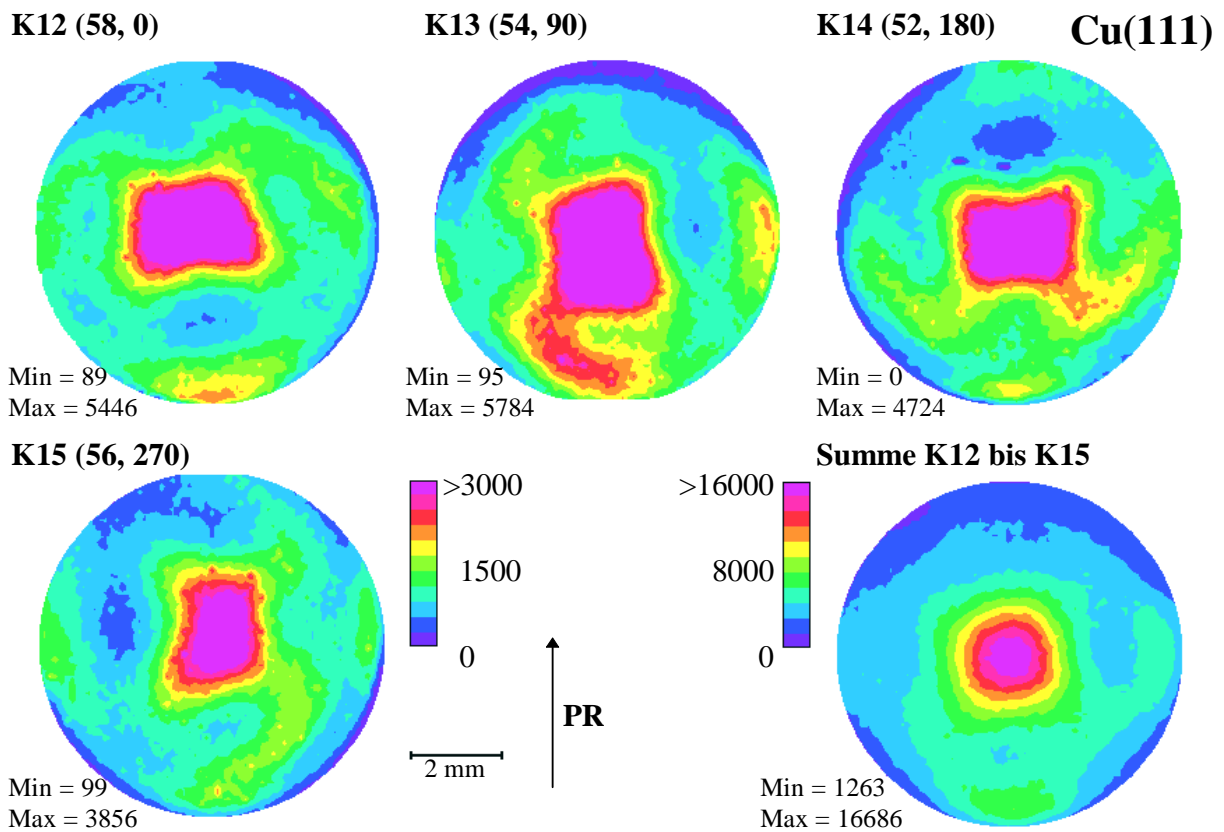
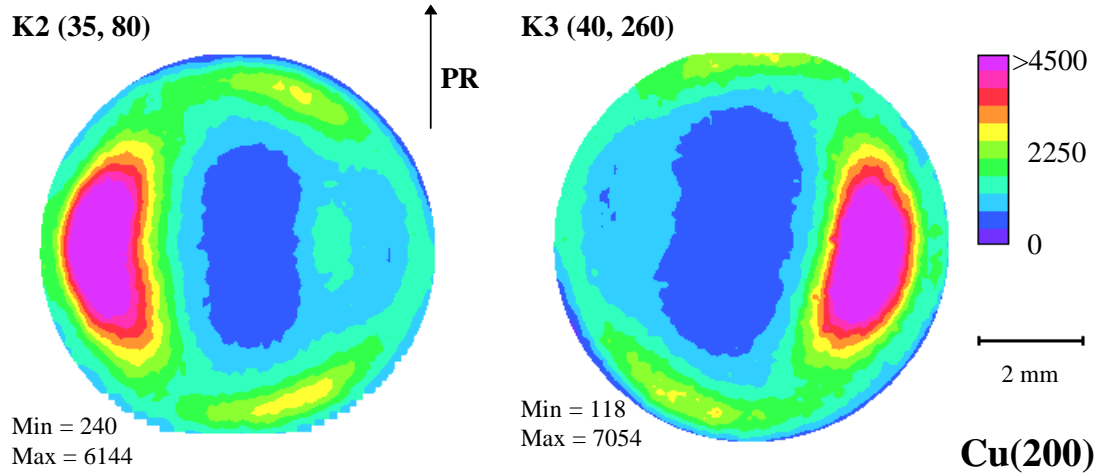
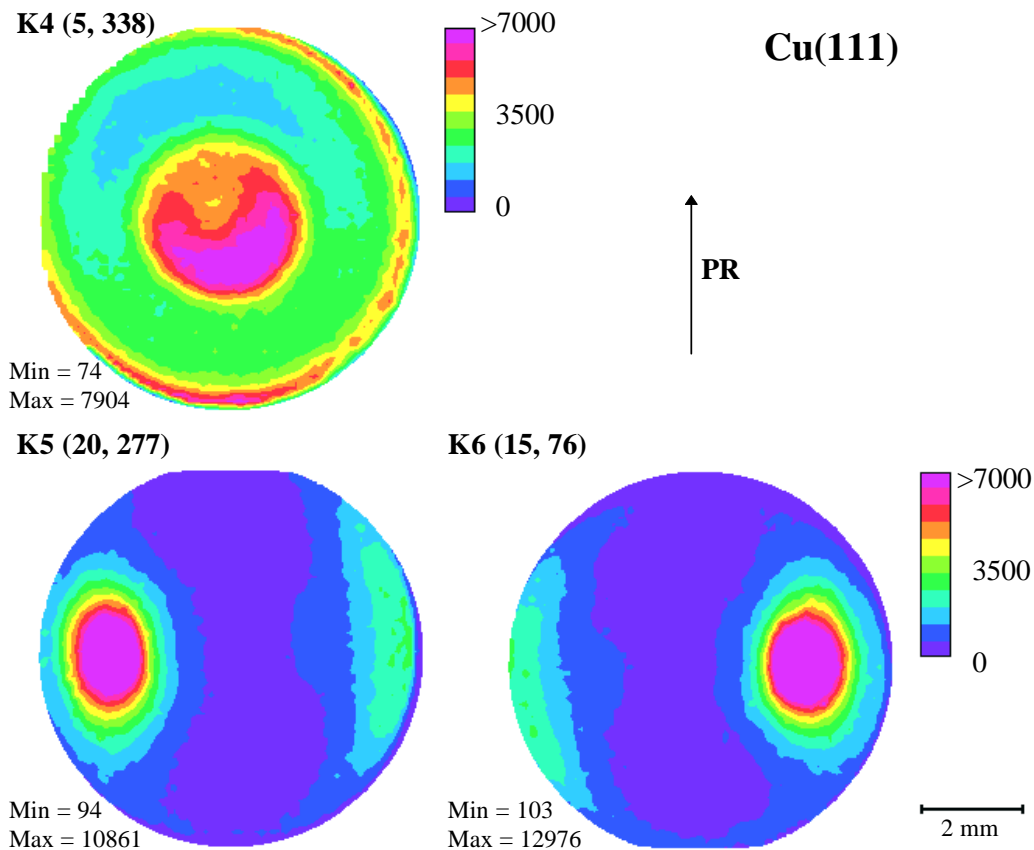


Abbildung 6.9.58

(111)-Texturverteilungsbilder des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 3207 Punkte, 120 μm Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Cu}111} = 50.82^\circ$, Cu(111) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 70 mm.

**Abbildung 6.9.59**

(200)-Texturverteilungsbilder des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 3207 Punkte, $120 \mu\text{m}$ Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Cu}200} = 59.36^\circ$, Cu(200) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 35 mm.

**Abbildung 6.9.60**

(111)-Texturverteilungsbilder des Kupfers zu Probenrichtungen $K(\alpha, \beta)$. 3207 Punkte, $120 \mu\text{m}$ Schrittweite, 20s/Punkt, $2\vartheta_{\text{Cu}111} = 50.82^\circ$, Cu(111) auf Kobalt $K\alpha$, Detektorabstand 70 mm.

7. Einsatz des ED-Detektorsystems „XFlash“ in der energiedispersiven Röntgenbeugung

Die bisher im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten energiedispersiven Messungen wurden mit dem ED-Spektrometersystem Spectrace 6100 mit TRACOR Si(Li)-Detektor durchgeführt. Für dessen Betrieb ist eine permanente Stickstoffkühlung mit einem 5 Liter Dewar notwendig. Durch die damit verbundene große Masse und unhandlichen Einbaumaße, kann dieser Detektor jedoch nicht auf den 2ϑ -Arm des Goniometers befestigt werden. Vielmehr müssen die 2ϑ -Position und der Abstand zur Probenoberfläche in einer aufwendigen Prozedur manuell eingestellt werden. Damit sind Nachteile beim Betrieb der Röntgen-Rasterapparatur verbunden. So ist z.B. der Ablauf von Meßreihen nicht automatisierbar, bei denen verschiedene 2ϑ -Positionen erforderlich sind. Daneben kann die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der manuellen Einstellung nur in gewissen Grenzen erfolgen. Diese Nachteile können durch den Einsatz eines kompakten, leistungsfähigen ED-Detektorsystems vermieden werden, das auf den 2ϑ -Arm des Goniometers montiert werden kann. Insbesondere könnten damit routinemäßig energiedispersive Messungen von Polfiguren in der Röntgen-Rasterapparatur durchgeführt werden. Diese bieten gegenüber konventionellen Zählrohrmessungen einige methodische Vorteile. Zum einen gestattet die ED-Analyse (bei ausreichend hoher Intensität) die simultane Aufnahme von Poldichten verschiedener (hkl)-Reflexe. Vernachlässigt man die Energieabhängigkeit der Eindringtiefe, dann beziehen sich die gemessenen Poldichten stets auf das gleiche Probenvolumen. Daraus ergibt sich z.B. die Möglichkeit, axiale Poldichten in einfacher Weise zu bestimmen [3]. Daneben kann durch die gleichzeitige Aufnahme mehrerer Polfiguren in Kombination mit verdünntem Equal-Area-Polfigurmeßraster die Gesamtmeßzeit meist erheblich verkürzt werden. Ein weiterer Vorteil bei der energiedispersiven Polfigurmessung besteht darin, daß ein möglicherweise durch die Probenelemente hervorgerufener fluoreszierender Untergrund von der Beugungsintensität durch Ändern des 2ϑ -Winkels (Abschnitt 4.2) getrennt werden kann. Dies hat sich z.B. bei der Texturanalyse an der Hämatit-Probe (Abschnitt 6.8) als äußerst vorteilhaft erwiesen.

Die Nachteile der in der Vergangenheit eingesetzten ED-Detektoren ohne Stickstoffkühlung waren eine vergleichsweise niedrige Energieauflösung bei Zählraten von maximal einigen 10000 cps. Deshalb wurden solche ED-Detektoren bisher noch nicht in Texturgoniometern eingesetzt. Ein Durchbruch in der energiedispersiven Röntgenanalyse ist jedoch mit den seit 1996 verfügbaren Festkörper-Detektoren gelungen, welche ursprünglich für extraterrestrische Raumfahrtmissionen konzipiert waren und sich durch folgende Leistungsmerkmale auszeichnen:

- kompakte Geometrie, kleine Einbaumaße, geringes Gewicht
- Verarbeitung extrem hoher Zählraten bis $1 \cdot 10^6$ cps
- hohe Energieauflösung bereits bei Raumtemperatur.

Der sogenannte XFlash-Detektor (Firma Röntec) enthält einen Silizium-Chip, der nach dem Driftkammer-Prinzip arbeitet [56, 57]. Die Stabilisierung der Chiptemperatur wird durch eine integrierte Peltierkühlung gewährleistet. Eine zusätzliche Kühlung mit Wasser oder Stickstoff ist nicht erforderlich. Der kostengünstige ED-Detektor ist in zwei verschiedenen Varianten erhältlich. Als Röntgenstrahlungsdetektor beträgt die typische Energieauflösung 190 eV bei 50000 cps und 350 eV bei $1 \cdot 10^6$ cps, während bei der Spektrometerdetektor-Variante Werte von 155 eV bei 1000 cps und 185 eV bei 30000 cps erreicht werden. Mit diesen Leistungsmerkmalen erfüllt der XFlash-

Detektor die Anforderungen, die an ein ED-System beim Einsatz in der Röntgen-Rasterapparatur gestellt werden. Der XFlash-Detektor wurde anstelle des Proportionalzählrohrs auf dem 2ϑ -Arm des Goniometers befestigt (Abb. 7.1). Dank seiner geringen Masse und kleinen Einbaumaße konnte er leicht in das Röntgen-Rastersystem integriert werden [58]. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß die XFlash-Meßelektronik kompatibel zum Spectrace-System ist. Dadurch brauchten keine Änderungen an der Steuerhardware oder dem Meßprogramm vorgenommen werden. Durch diese Modifikation der Röntgen-Rasterapparatur kann nun auch die 2ϑ -Position des ED-Detektors durch den Meßrechner angesteuert werden. Damit können sowohl die Polfiguren als auch die Texturverteilungen in einem vollautomatischen Goniometersystem energiedispersiv gemessen werden. Die Vorteile, die sich dabei ergeben, sollen am Beispiel der gratgewalzten Aluminium-Probe demonstriert werden, die bereits Gegenstand ausführlicher Untersuchungen im Abschnitt 6.3 gewesen war. Die Verformungsgeometrie ist in Abb. 6.3.1 dargestellt. Zwei gegenläufig rotierende Walzen führen beim Eindruck in den ursprünglich quaderförmigen Aluminiumblock zu einer starken Verformung der äußeren Probenbereiche.

Vor der Aufnahme der Texturverteilungen wurden energiedispersive Polfigurmessungen im mittleren Bereich der Probe durchgeführt (Abb. 7.2). Dafür wurde ein verdünntes Equal-Area-Meßraster mit 939 Meßpunkten bei einer Schrittweite von $\Delta\alpha = 4^\circ$ und einem maximalen Kippwinkel von $\alpha_{\max} = 72^\circ$ verwendet (Abb. 7.2). Der Durchmesser des Primärstrahls auf der nicht gekippten Probenoberfläche beträgt etwa 4 mm. Zur Aufnahme der Polfiguren wurde der Detektor auf eine Position von $2\vartheta = 49.5^\circ$ gefahren. Für jede Meßposition $\{\alpha_i, \beta_i\}$ des Equal-Area-Meßrasters wurde für 2 sec ein Energiespektrum aufgenommen. Exemplarisch sind in Abb. 7.3 die Spektren für zwei verschiedene Probenrichtungen dargestellt. Sie zeigen die Änderung der Intensitäten der verschiedenen (hkl)-Peaks mit der eingestellten Probenrichtung. Ein ganzer Satz von Beugungslinien kann im Energiespektrum registriert werden. Sie gehören ausschließlich zu Energien des Bremsspektrums. Durch die Bestimmung der Poldichten von vier verschiedenen (hkl)-Beugungspeaks können die (111)-, (200)-, (220)- und (311)-Polfiguren simultan gemessen werden. Dabei ist zu beachten, daß der (311)-Peak mit einer Energie von $E_{(311)} = 12100$ eV mit dem (222)-Peak mit $E_{(222)} = 12700$ eV bereits partiell überlappt. Die in Abb. 7.4 dargestellten Polfiguren zeigen eine starke Texturkomponente nahe der Würfellage.

Für die Aufnahme der Texturverteilungen wurde das Kollimatorsystem der Polfigurmessung durch ein kleineres mit $\varnothing 100 \mu\text{m}$ Lochblendendurchmesser ausgetauscht. Ein Probenraster mit 10244 Meßpositionen und einer Schrittweite von $130 \mu\text{m}$ wurde definiert, welches die Form der Probe berücksichtigt (Abb. 7.2). Die Texturverteilungen wurden zu insgesamt vier Probenrichtungen K1 bis K4 aufgenommen, unter denen die Poldichtemaxima in der (111)-Polfigur auftreten (Abb. 7.4). Der Detektor wurde auf eine Position von $2\vartheta = 37.2^\circ$ gefahren. Dadurch liegen die (111)- bzw. (200)-Beugungslinien auf der charakteristischen $L\alpha$ - bzw. $L\beta$ -Linie des Wolfram-Anodenmaterials und die (220)- und (311)-Peaks im Bremsspektrum (Abb. 7.5). Die Texturverteilungsbilder dieser Poldichten zur Probenrichtung K1 sind in Abb. 7.6 dargestellt. Das (111)-Texturverteilungsbild zeigt hohe Intensitäten im mittleren Teil der Probe und niedrigere in den äußeren Bereichen. In der Probenmitte bleibt also die Würfellage der Ausgangstextur des unverformten Materials auch nach dem Gratwalzen eine dominierende Texturkomponente, während in den hochverformten Außenbereichen die Kristallite durch den Umformprozeß in andere Lagen gebracht werden. So treten dort z.B. hohe Intensitäten in der Verteilung der (200)-Poldichten auf.

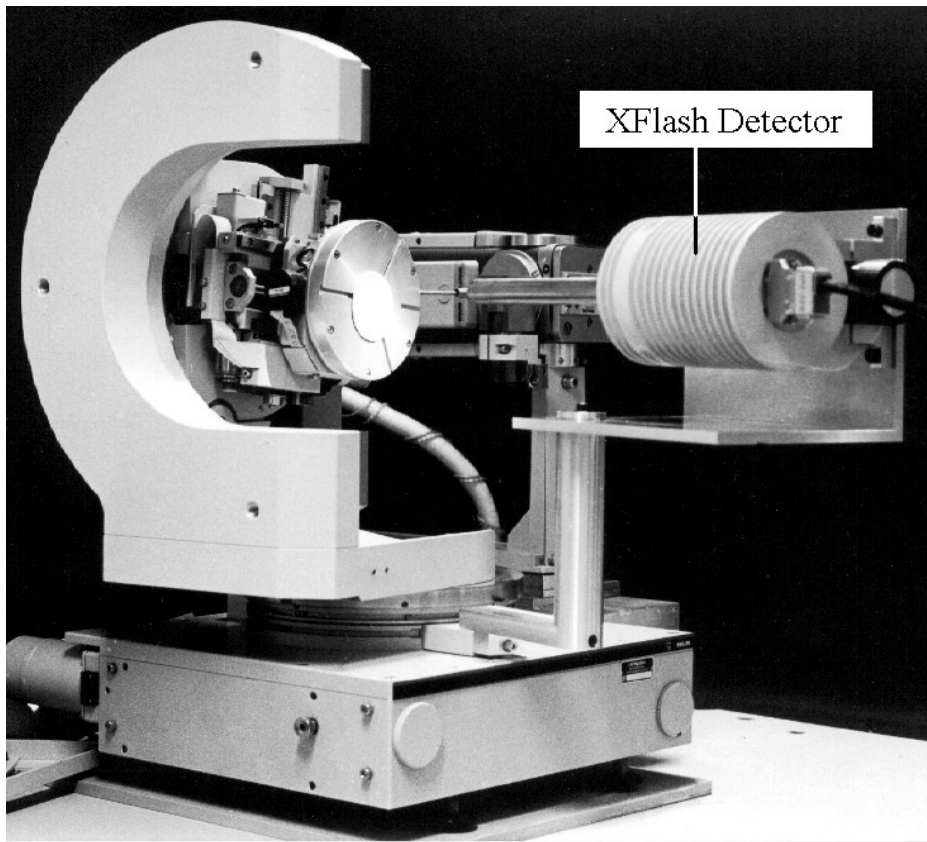


Abbildung 7.1

Modifizierte Röntgen-Rasterapparatur mit dem auf den 2θ -Kreis montierten XFlash[®] Detektor.

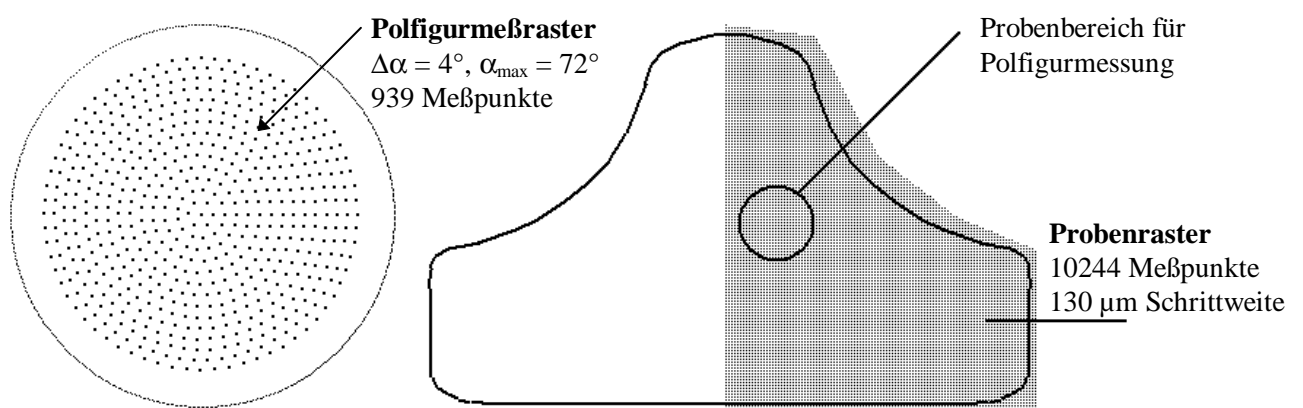


Abbildung 7.2

Links: Für die ED-Polfigurmessung verwendetes Equal-Area-Raster.

Rechts: Zur Aufnahme der Texturverteilungen verwendetes Probenmeßraster.

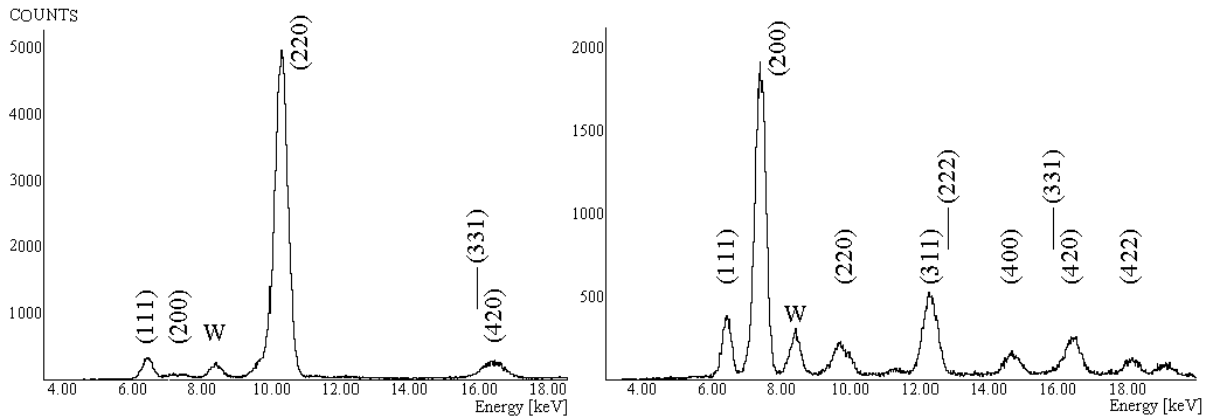


Abbildung 7.3

Zur Messung der Polfiguren aufgenommene Energiespektren; $2\vartheta = 49.5^\circ$, 2 mm Primärblenden-durchmesser; Links: $\alpha = 4^\circ$ und $\beta = 180^\circ$; Rechts: $\alpha = 16^\circ$ und $\beta = 86^\circ$; W ist die gestreute charakteristische $L\alpha$ -Linie der Wolfram-Primärstrahlung.

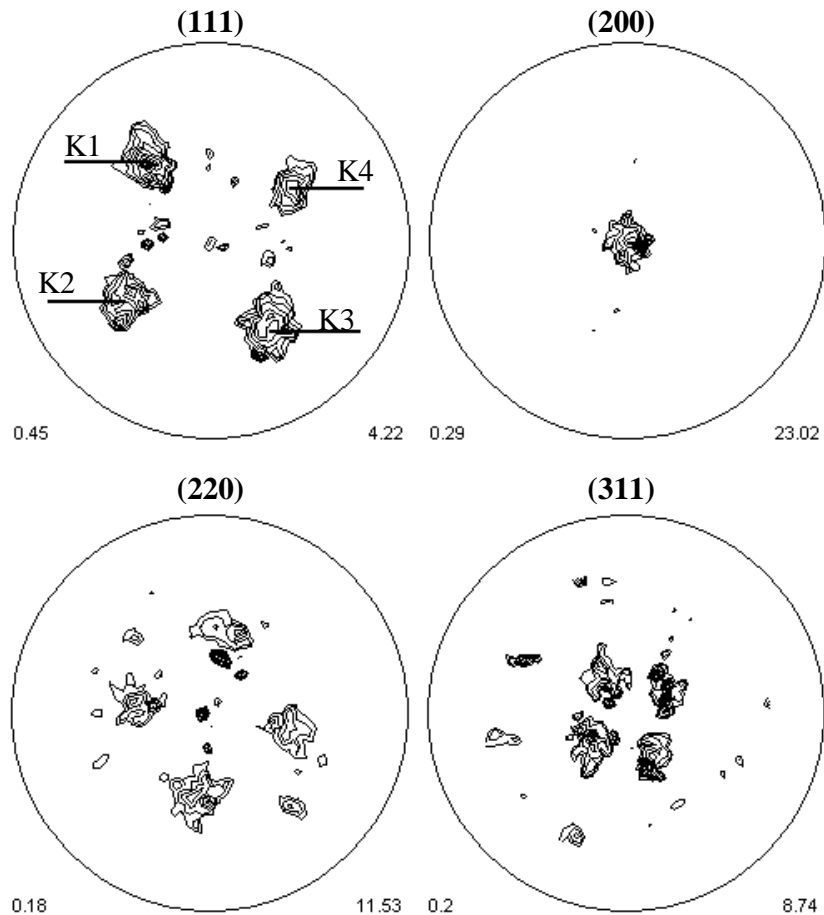


Abbildung 7.4

Mit dem XFlash-Detektor simultan gemessene Polfiguren; Equal-Area-Meßraster ($\Delta\alpha = 4^\circ$, $\alpha_{\max} = 72^\circ$, 939 Punkte), Primärblendendurchmesser 2 mm, $2\vartheta = 49.5^\circ$, 2 sec/Punkt. K1 bis K4 sind Probenrichtungen, die zur Aufnahme der Texturverteilungsbilder verwendet werden.

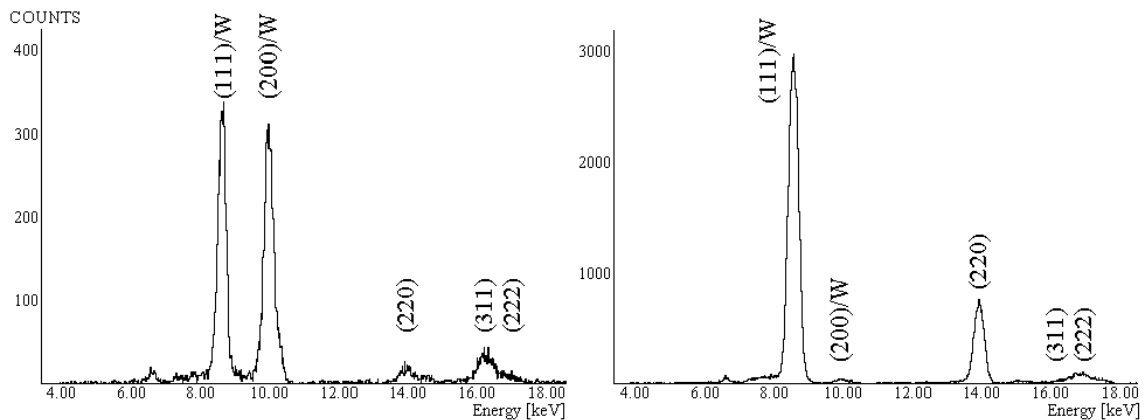


Abbildung 7.5

Für Texturverteilungsmessungen zur Probenrichtung K1 aufgenommene Energiespektren für zwei verschiedene (x, y)-Probenpositionen; 100 μm Primärblendendurchmesser, $2\vartheta = 37.2^\circ$, (111)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$, (200)-Reflex auf Wolfram $L\beta$, andere (hkl)-Reflexe im Bremsspektrum.

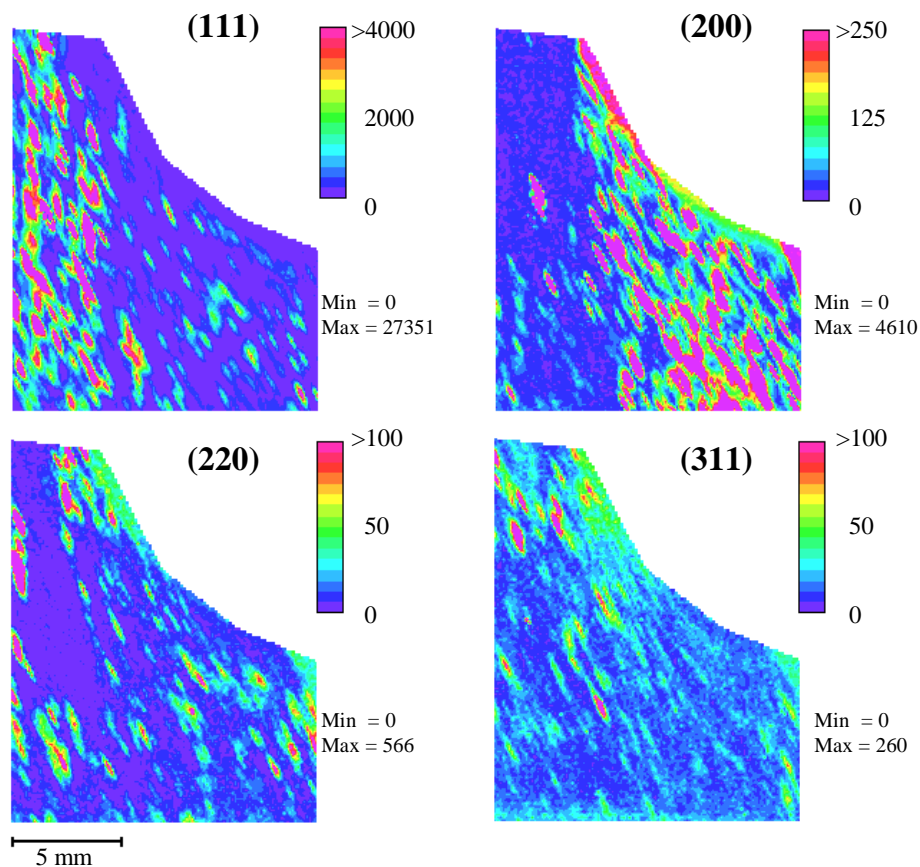


Abbildung 7.6

Simultan gemessene Texturverteilungsbilder zur Probenrichtung K1. 10244 Punkte, Schrittweite 130 μm , 6 sec/Punkt, $2\vartheta = 37.2^\circ$, (111)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$, (200)-Reflex auf Wolfram $L\beta$, (220)- und (311)-Reflexe im Bremsspektrum.

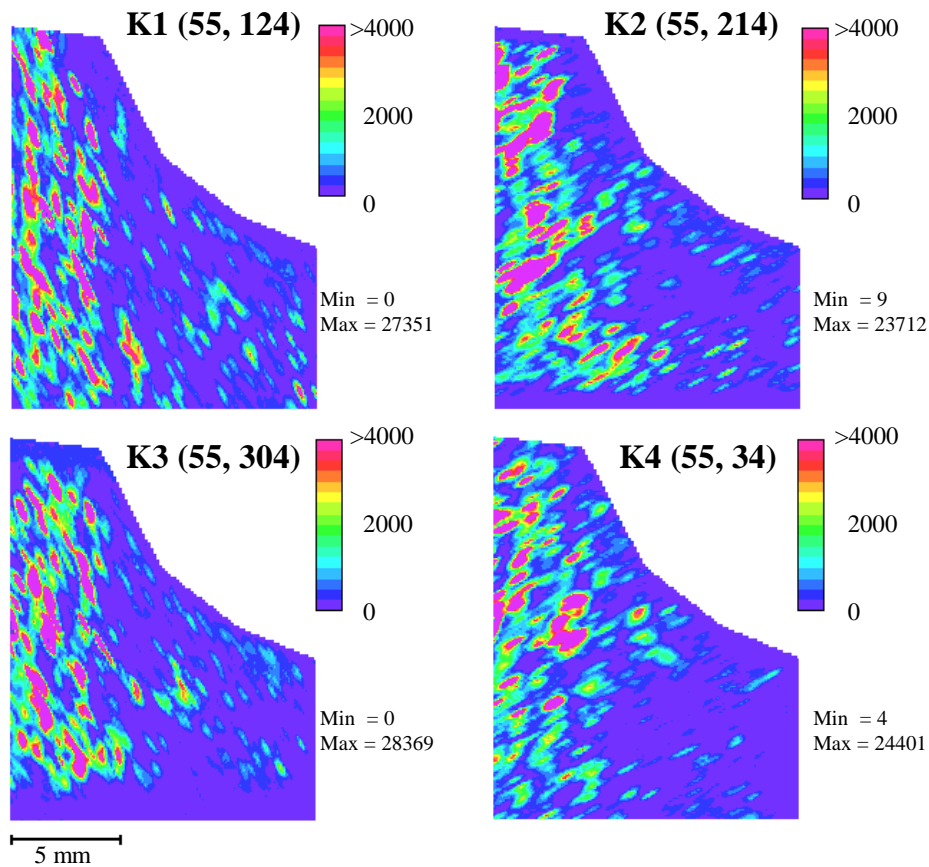


Abbildung 7.7

Texturverteilungsbilder der (111)-Poldichten, aufgenommen zu den Richtungen $K(\alpha, \beta)$ der Poldichtemaxima in der (111)-Polfigur. 10244 Punkte, Schrittweite 130 μm , 6 s/Punkt, $2\vartheta = 37.2^\circ$, (111)-Reflex auf Wolfram $L\alpha$.

Ähnliche Texturverteilungsbilder wie in K1 ergeben sich für die anderen Probenrichtungen K2, K3 und K4. In den (111)-Verteilungen treten hohe Poldichten stets im weniger stark verformten mittleren Bereich der Probe auf (Abb. 7.7). Dabei fällt auch eine elliptische Verzerrung der Punkte auf, deren Längsachsen sich mit dem jeweils eingestellten Probendrehwinkel β um 90° mitdrehen. Die Ursache hierfür liegt wieder in der anisotropen Ortsauflösung durch die elliptische Form des unter dem Winkel ϑ auf die gekippte Probenoberfläche einfallenden Primärstrahles. Analog zu den Texturverteilungsbildern der Reibschweißnaht (Abschnitt 6.6) wurde auch hier eine Korrektur dieses in Abschnitt 5.4 besprochenen astigmatismusähnlichen Abbildungsfehlers durchgeführt. Dazu wurden neun benachbarte Probenrasterpunkte zu einem neuen Bildpunkt zusammengefaßt und zur Darstellung verwendet. Die korrigierten Verteilungsbilder erscheinen nun für den Betrachter „entzerrt“. Hohe Poldichten treten dabei im mittleren Bereich der Probe auf (Abb. 7.8).

Zur Diskussion der Ergebnisse der gratgewalzten Aluminiumprobe sei an dieser Stelle auch auf Abschnitt 6.3 verwiesen.

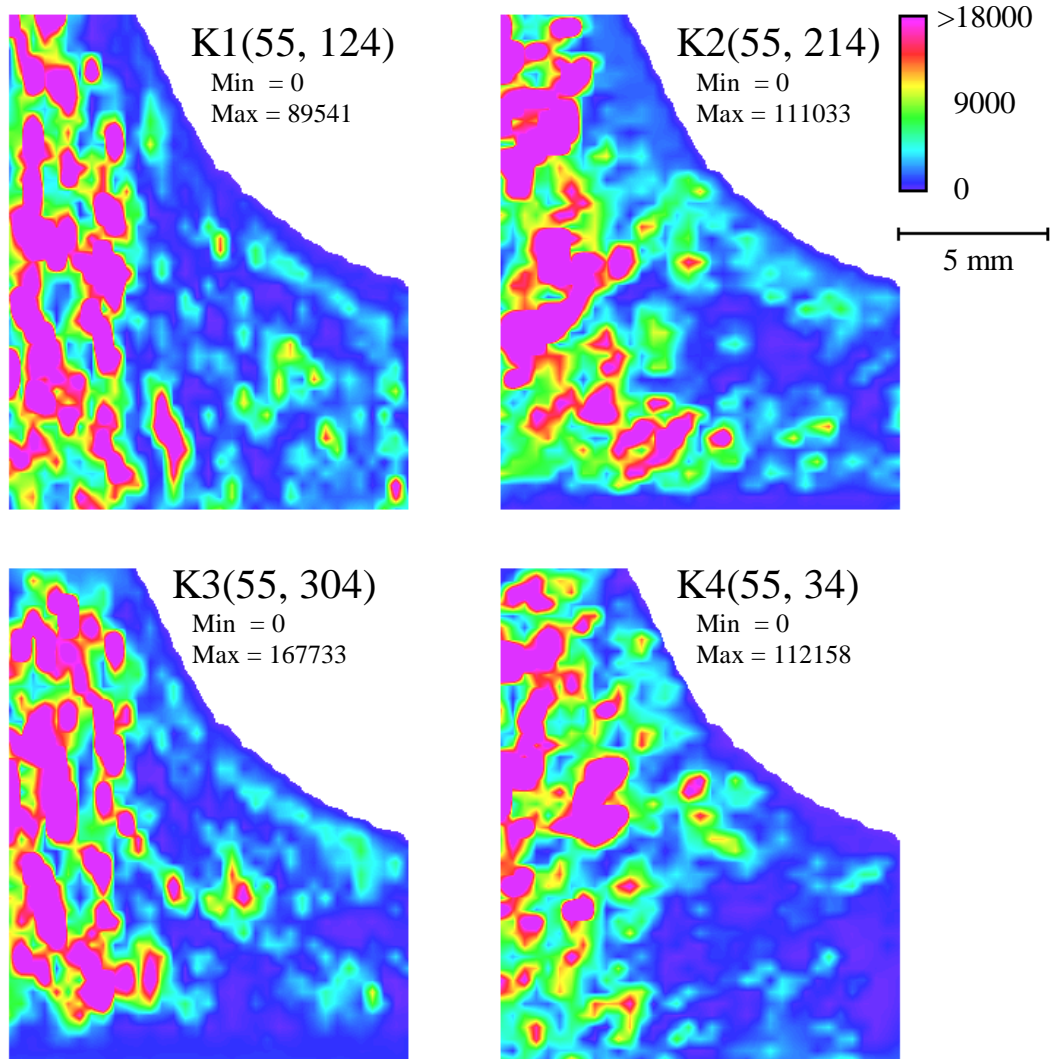


Abbildung 7.8

Korrektur des anisotropen Ortsauflösungsvermögens durch das Zusammenfassen von neun benachbarten Rasterpunkten zu einem Bildpunkt.

8. Zusammenfassung

Röntgen-Rasterapparatur für die ortsaufgelöste Polfigurmessung Texturkartographie und Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse

Die meisten natürlichen und in der Technik verwendeten festen Materialien liegen in kristalliner Form mit polykristallinem Aufbau vor oder sind zumindest teilkristallin. Ihr Gefüge wird durch die Phasen-, Korn- und Substruktur sowie die Textur gekennzeichnet. Die Kristallstruktur der Kristallite bewirkt die Anisotropie einer Reihe technisch wichtiger Materialeigenschaften. Kommt es wie im Falle einer geregelten Textur dazu, daß in einem polykristallinen Werkstück bestimmte Orientierungen der Kristallite einer Phase bevorzugt auftreten, dann wird auch bei einer Mittelung über die in der Regel sehr große Anzahl von Kristalliten eine gewisse makroskopische Anisotropie übrigbleiben. Die mittleren Materialeigenschaften polykristalliner Materialien hängen also nicht nur von der Größe, Form und Anordnung der Körner ab, sondern auch ganz wesentlich von ihrer Textur, d.h. der Verteilung der kristallographischen Orientierungen. Das Mikrogefüge, die Textur und die Art Korngrenzen sind der Schlüssel zur Beschreibung der Anisotropie polykristalliner Stoffe.

Da Prozesse wie das Walzen, Gießen, Strangpressen oder eine Wärmebehandlung die Orientierungsverteilung in einem Werkstück in charakteristischer Weise ändern, kommt der Textur als Werkstoffparameter in der industriellen Fertigung eine große Bedeutung zu. Daneben ist die Entwicklung von Werkstoffen mit maßgeschneiderter Textur von Interesse, bei denen die anisotropen Eigenschaften eines vorzugsorientierten Werkstückes dem jeweiligen Einsatzprofil genau angepaßt werden. Auch in der Forschung ist die Texturanalyse zu einem exzellenten Hilfsmittel bei der Untersuchung von Vorgängen geworden, die mit Änderungen des kristallinen Aufbaus korreliert sind.

Ein wichtiger Aspekt in der aktuellen Texturforschung ist die Weiterentwicklung experimenteller Methoden, um die Orientierungsverteilung in einem polykristallinen Material möglichst genau zu bestimmen. Der Messung der *lokalen Textur* im Mikrobereich kommt hierbei besondere Bedeutung zu, da Werkstoffe oftmals eine inhomogene Textur zeigen, d.h. die Textur von der betrachteten Probenstelle abhängt. Die Kenntnis von Texturinhomogenitäten ist wichtig, da sie mit lokalen Unterschieden in den Werkstoffeigenschaften verbunden sind.

Im Ergebnis dieser Arbeit wurde eine Röntgen-Rasterapparatur aufgebaut und zu einem leistungsfähigen automatischen Meßsystem entwickelt, das speziell für die Untersuchung der Verteilung der lokalen Textur über frei definierbare Probenbereiche geeignet ist. Sie besteht aus einem kommerziellen Röntgengenerator, einer offenen rechnergesteuerten Eulerwiege mit x-y-Probentisch und einem energiedispersiven Detektorsystem. Neben dem Aufbau der Apparatur wurde vor allem auch die Meß- und Auswertesoftware selbst entwickelt.

Das Röntgen-Rasterverfahren, welches auf der Kombination von Proportionalzählrohrmessungen und energiedispersiver Spektroskopie basiert, ist eine äußerst vielseitige Methode und ermöglicht die ortsaufgelöste Polfigurmessung, die simultane Abbildung der räumlichen Verteilung von kristallographischen Vorzugsrichtungen und Elementkonzentrationen. Des weiteren konnte gezeigt werden, daß es mit der Methode der energiedispersiven Beugung prinzipiell möglich ist, aus der Verschiebung und Verbreiterung der Beugungspeaks lokale Gitterdehnungen mit guter Ortsauflösung zu kartieren. Das Verfahren kann somit auch die Grundlage für die Messung lokaler Eigenspannungen bilden.

Für die *Texturkartographie* muß die globale Textur mit ihren Vorzugsorientierungen bereits im voraus bekannt sein. Daher sind vor der eigentlichen Texturkartographie *Polfigurmessungen* und eine *Texturanalyse* (Bestimmung der Orientierungsverteilungsfunktion) durchzuführen. Ein Umsetzen und Nachjustieren der Probe ist dabei nicht mehr notwendig. In der Regel werden die Polfiguren mit einer Ortsauflösung von etwa 0,2 bis 4 mm aufgenommen. Dadurch bekommt man einen Überblick über die wichtigsten Vorzugsorientierungen bezogen auf einen ausgewählten Bereich der Probe. Einzelne interessierende Polfigurpunkte (die bestimmten Netzebenen-normalenrichtungen entsprechen) werden dann für die Texturkartographie ausgewählt. Meist sind dies signifikante Maxima in der Polfigur, die auf eine Vorzugsorientierung bestimmter Kristallite hinweisen. Entsprechend dieser Polfigurmaxima werden dann Dreh- und Kippwinkel der Probe in der Eulerwiege eingestellt und die Verteilung dieser Poldichten durch eine Rastermessung aufgenommen (= Texturkartographie). Die Ortsauflösung ist vom verwendeten Durchmesser der Primärstrahlblende abhängig und beträgt etwa 20 bis 100 μm . Noch kleinere Blendendurchmesser sind aus Intensitätsgründen meist problematisch. Die Schrittweite des frei definierbaren Probenmeßrasters wird dabei dem Sondendurchmesser auf der Probenoberfläche angepaßt.

In der vorgelegten Arbeit wurde ausführlich auf die Meßmethodik eingegangen und speziell die Abhängigkeit der Winkelauflösung von Geräteparametern diskutiert. An einem breiten Spektrum von Beispielen wurde gezeigt, daß Texturinhomogenitäten in praktisch allen Materialien auftreten, die einem Verformungs- oder Wärmebehandlungsprozeß durchlaufen haben. Dies wurde gezeigt am Beispiel einer Münzprägung, von Schlagbuchstaben in einem massiven Aluminiumblech, einer gratgewalzten Probe, eines gewalzten Titan-Nickel-Einkristalls, einer Elektronenstrahl-Schweißnaht, einer Reibschweißnaht, eines warmstranggepreßten und anschließend kaltgezogenen Kupfer-Eisen-Verbundwerkstoffs sowie einer Gesteinsfaltung in einer geologischen Hämatit-Probe. Für einen Aluminium-Niet wurde neben der Texturverteilung auch die Verteilung der lokalen Gitterdehnungen mit guter Ortsauflösung gemessen und kartographiert. In Materialien, die mehrere Elemente enthalten, kann simultan zur Texturverteilung die Elementverteilung lokal bestimmt werden.

Trotz der schnellen Weiterentwicklung elektronenmikroskopischer Texturmeßverfahren können in einigen Anwendungen die Texturverteilungen nur mit einer Röntgenrasterapparatur untersucht werden. Beispiele sind stark verformte, sehr feinkörnige oder für die Elektronenmikroskopie ungeeignete Proben.

9. Literaturverzeichnis

- [1] Wassermann, G.: „Texturen metallischer Werkstoffe“, Springer Verlag 1939
- [2] Bunge, H.J.: „Mathematische Methoden der Texturanalyse“, Akademie Verlag, Berlin 1969
- [3] Bunge, H.J.: „Texture Analysis in Materials Science“, Butterworth Publishers, London 1982
- [4] Bunge, H.J. und C. Esling: „Quantitative Texture Analysis“, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel 1986
- [5] Bunge, H.J.: Inhomogene Texturen, Z. Metallkunde 73, 1982, S. 483-488
- [6] Bunge, H.J.: „Theoretical Methods of Texture Analysis“, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel 1987
- [7] Helming, K.: „Texturapproximation durch Modellkomponenten“, Habilitationsschrift, TU Clausthal 1995, Cuvillier Verlag Göttingen, 1996
- [8] Helming, K.: „Texture Approximation by Model Components“, Mat. Sci. Forum, Vol. 273-275 , 1998, S. 125-132
- [9] Matthies, S.: „Aktuelle Probleme der quantitativen Texturanalyse“ Akademie der Wissenschaften der DDR, ZfK Rossendorf Dresden, 1982
- [10] Matthies, S., Vinel, G.W., Helming, K.: „Standard Distributions in Texture Analysis“, Vol I-III, Akademie-Verlag Berlin, 1987-1990
- [11] Bunge, H.J., Dahms, M. und Helming, K.: Cryst. Rev. 2, 1989, S. 67-68
- [12] Helming, K.: Komponentenfit-Programm MulTex, DOS-Version, 1995
- [13] Helming, K. und Eschner, T.: Cryst. Res. Technol. 25, 1990, K203-K208
- [14] Helming, K., Wenk, H.R., Choi, C.S. und Schäfer, W.: in Bunge, H.J., Siegesmund, S. Skrotzki, W., Weber, K. (Eds.) „Textures of Geological Materials“, DGM Press 1994, S. 303-326
- [15] Schwarzer, R.A.: „Die Bestimmung der lokalen Textur mit dem Elektronenmikroskop“, Habilitationsschrift TU Clausthal, 1989
- [16] Bunge, H.J. and Wcislak, L.: „Texture Analysis with a Position Sensitive Detektor“, Cuvellier Verlag Göttingen, 1996

- [17] Schulze, W.A.: „Hochaufgelöste Texturanalyse mit Synchrotronstrahlung“, Dissertation, TU Clausthal 1996
- [18] Schäfer, B.: ODF-Programm für Windows 95, Version 1.0, März 1998
- [19] Erhardt, H.: „Röntgenfluoreszenzanalyse - Anwendungen in Betriebslaboratorien“, Springer-Verlag, 1989
- [20] Wang, P.-C., Cargill III, G.S., Noyan, I.C., Liniger, E.G., Hu, C.-K. and Lee, K.Y.: „Thermal and electromigration strain distributions in 10 μ m-wide aluminum conductor lines, measured by x-ray microdiffraction, Mat. Res. Symp. Proc. Vol. 473, 1997, S. 273-278
- [21] Schwarzer, R.A: Proc. 12th Intern. Congr. X-Ray Optics and Microanalysis, Cracow 1989, S- 205-208
- [22] Vogelsang, J.: „Messungen von lokalen Texturen mit einer Röntgen-Rasterapparatur mittels energiedispersiver Beugung“, Institut für Metallkunde und Metallphysik der TU Clausthal, Diplomarbeit 1991
- [23] Schwarzer, R.A.: „Texture distributions imaged by energy dispersive X-ray diffraction“, Steel research 64, 1993, No. 11
- [24] Schwarzer, R.A. and Wehrhahn, M.: „Scanning X-ray apparatus for crystal texture mapping and micro-fluorescence analysis“, Advances in X-Ray Analysis“, 1995, Vol. 38, S. 383-385
- [25] Schwarzer, R.A. and Wehrhahn, M.: „Scanning X-ray apparatus for mapping texture and element distributions“, Textures and Micostructures“, 1997, Vol. 29, S. 65-67
- [26] Yu. Perlovich, H.J. Bunge, M. Isaenkowa and V. Fesenko: „The Distribution of elastic deformation in textured materials as revealed by peak position pole figures“, Proc. of the Int. Conf. on Texture and Anisotropy of Polykristalls, Mat. Sci. Forum Vol. 273-275, S. 655-666
- [27] P. Wiesner, Technologie des Elektronenstrahlschweißens, VEB Verlag Technik Berlin, 1989
- [28] Bunge, H.J.: „Industrial Applications of Texture Analysis“ in Bunge, H.J. und Esling, C. [Eds.]: „Advances ans Applications of Quantitative Texture Analysis“, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, 1991, S. 241-278
- [29] Fischer, A.H. and Schwarzer, R.A.: „X-Ray Pole Figure Measurement and Texture Mapping of Selected areas using an X-Ray Scanning Apparatus“, Mat. Sci. Forum Vols. 273-275, 1998, S. 255-262

- [30] Springer, F. und Park, N.J.: „Inhomogeneous Texture Distributions imaged by ACOM and X-Ray Pole Figure Measurement“, „Mat. Sci. Forum Vols. 273-275, 1998, S. 489-496
- [31] Vatne, H.E and Johansen, A.: „Deformation and recrystallisation textures in extruded cylindrical aluminium profiles“, Mat. Sci. Forum, Vol. 273-275, 1998, S. 397-402
- [32] Gertel-Kloos, H., Brokmeier, H.G. and Bunge H.J.: „Texture development in extruded Al-Cu composites“, Mat. Sci.Forum Vol.157-162 (1994), S. 685-692
- [33] Merz D. and Wassermann G., Z. Metallkunde, 56, 1965, S. 516
- [34] Inakazu N., Kaneno Y. and Inoue H., Mat. Sci. Forum 157-162, 1994, S. 715
- [35] Lee, D.N., Chung, Y.H. and Shin, M.C.: „Preferred orientations in extruded aluminum alloy rod“, Scripta Metall., 1983, S. 339
- [36] Calnan E.A., Acta. Met., 2, 1954 S. 865
- [37] Michael Hoppe: Eigenspannungen in kaltgezogenen Drähten und Stäben - Einflußgrößen und deren Bewertung, D82 (Diss. TH Aachen), Umformtechnische Schriften, Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, 1995
- [38] Ottow, M.: Dissertation TU Berlin, 1966
- [39] Quade, H. and Taug, R.: „Textural Anisotropy of Banded Hematite Ores and its Influence on Reduction Behavior“ in Bunge, H.J.: „Directional Properties of Materials“, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, 1988, S. 213-222
- [40] Liehmann, M. und Quade, H.: „Strukturinventar der Eisenerzgrube Alegria, Eisernes Viereck, Minas Gerais, Brasilien“, 12. Geowissenschaftliches Lateinamerika-Kolloquium, München 1990.
- [41] Liu, Y.S. and Bunge, H.J.: „Texture Determination in Multiphase Materials with Lamellar Structure“, Textures and Microstructures, 1991, Vol 14-18, S. 205-211
- [42] Rosière, C.A., Quade, H., Siemes, H. and Chemale Jr., F.: „Fabric, Texture and Anisotropy of Magnetic Susceptibility in High-Grade Iron Ores from the Quadrilátero, Minas Gerais, Brazil“, Mat. Sci. Forum Vols. 273-275, 1998, S. 693-700
- [43] Binary Alloy Phase Diagrams, American Society for Metals, 1986, S.916
- [44] G. Wassermann und J. Grewen, „Texturen metallischer Werkstoffe“, 2. Aufl. Springer-Verlag, Berlin 1962
- [45] G. Linßen, H.-D. Mengelberg und H.-P. Stüwe: „Zyklische Texturen in Drähten kubisch flächenzentrierter Metalle“, Z. Metallkunde, Bd. 55 (1963), S. 600-604

- [46] J. Grewen: „Metallkundliche Vorgänge beim Drahtziehen“, Z. Metallkunde, Bd 61 (1970) S. 252-260
- [47] J.J. Heizmann, C. Lauruelle, A. Vadon and A. Abdellaoui: „Texture development during wire drawing of pearlitic steel“, Textures of Materials ICOTOM 11, S. 274-280
- [48] J.J. Heizmann, C. Lauruelle, A. Vadon and A. Abdellaoui: „Texture and torsion behaviour of steel wires“, Textures of Materials ICOTOM 11, S. 266-272
- [49] P. van Houtte, P. Watté, E. Aernoudt, J. Gil Sevillano, I. Lefever and W. van Raemdonck: „Taylor Simulation of cyclic textures at the surface of drawn wires using a simple flow field model“, Mat. Sci. Form, 157-162 (1994), S. 1881-1886
- [50] W. Böcker: „Verformungsverhalten zweiphasiger metallischer Verbundwerkstoffe“, Dissertation TU Clausthal, 1992
- [51] Wassermann G., Bergmann H. W. und Frommeyer G.: „Deformation Textures in Two-Phase Systems“, Textures of Materials Vol. II, Proc. Of the 5th Int. Conf. On Textures of Materials, Aachen (1978), Springer Verlag
- [52] Bergmann H. W.: „Mechanische Eigenschaften und Verformungsverhalten einer metallischen Matrix mit nichtmetallischen anorganischen Zusätzen“, Z. f. Werkstofftechnik 7 (1976), S. 129
- [53] Liesner Ch. und Wassermann G.: „Aufbau und Eigenschaften pulvermetallurgisch hergestellter Eisen-Kupfer-Legierungen, Metall 23 (1969), S.114
- [54] W. Frommeyer G. und Wassermann G.: „Verformungsverhalten von Aluminium-Verbunddrähten mit Chloridzusätzen, Z. f. Werkstofftechnik 7, (1976), S. 136
- [55] Brokmeier, H.G., Böcker, W. and Bunge H.J.: Textures and Microstructures, 1988, S. 429
- [56] Fiorini, C., Kemmer, J., Lechner, P., Kromer, K., Rohde, M., Schüle, T.: „A new detection system for X-ray microanalysis based on a silicon drift detector with Peltier cooling“, Rev. of Sci. Instr. 68 (1997), S. 2461-65
- [57] Informationsblatt Nr.4 zum XFlash-Detektor, Firma Röntec GmbH, Berlin, März 1997
- [58] Fischer, A.H., Weirauch, D. und Schwarzer, R.A.: „Peltier-Cooled Solid State Drift-Chamber Detector for Energy-Dispersive X-Ray Pole Figure Measurement and Texture Mapping“, Mat. Sci. Forum, Vols. 273-275, 1998, S. 263-269

Danksagung

Ich danke:

Herrn Prof. Dr. R.A. Schwarzer für die Aufgabenstellung, seine ständige Gesprächsbereitschaft, die zahlreichen Anregungen und fruchtbaren Diskussionen, die mich stets neu motiviert haben.

dem Sprecher der Forschergruppe „Textur und Anisotropie kristalliner Stoffe“ Herrn Prof. (em.) Dr. Dr. h.c. H.J. Bunge für sein Interesse an der Arbeit und die Übernahme des Koreferates.

Herrn PD Dr.-Ing. habil. Dr. K. Helming für den regen Gedankenaustausch und die Bereitstellung der Multex-Software zum Komponentenfit.

Herrn Dr.-Ing. B. Schäfer für die wertvollen Diskussionen und Bereitstellung des ODF-Programms.

Herrn A. Landa für die tatkräftige Unterstützung und seinen Eifer bei der Entwicklung der Steuer- und Auswertesoftware.

für die Überlassung

der Reibschweißnaht Herrn Prof. Dr.-Ing. N.J. Park (Kumoh Nat. Uni. of Tech., Republik Korea), der gratgewalzten Aluminium-Probe Herrn Dr. T. Rodic (Universität Ljubljana, Slowenien), des gewalzten TiNi-Einkristalls Herrn Dr. Y. Perlovich (Moscow Engineering Phys. Inst.), der Hämatit-Probe Herrn Prof. Dr. H. Quade und Frau Dipl.-Geol. A. Günther (Inst. f. Geologie und Paläontologie der TU Clausthal), der Kupfer-Eisen-Probe Herrn Dipl.-Phys. T. Reinert (Institut f. Theor. Physik der TU Clausthal), des XFlash-Detektors der Firma RÖNTEC GmbH (Berlin).

der DFG für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit im Rahmen des Teilprojektes V (A4) der Forschergruppe „Textur und Anisotropie kristalliner Stoffe“ der TU Clausthal.

den Mitarbeitern der Werkstatt und Metallographie für die präzise und pünktliche Erledigung meiner Aufträge.

allen anderen Institutsangehörigen der Abteilung Metallkunde für das angenehme und kooperative Arbeitsklima.

Mein Dank gilt vor allem auch meiner Frau Swetlana für ihre liebevolle Unterstützung und die Nachsicht, besonders an den vielen Arbeitswochenenden. Daneben danke ich meinen Eltern, die mich während des Studiums und der Promotion stets mit viel Liebe begleitet haben.