

**FZR-229**

**Juli 1998**

*Jürgen Böhmert und Mirco Große*

**Anwendung von Kleinwinkelstreuverfahren  
zum Nachweis verformungsbedingter  
Strukturschädigung**

**Archiv-Ex.:**

Herausgeber:  
FORSCHUNGSZENTRUM ROSSENDORF  
Postfach 51 01 19  
D-01314 Dresden  
Telefon (03 51) 26 00  
Telefax (03 51) 2 69 04 61

Als Manuskript gedruckt  
Alle Rechte beim Herausgeber

## **Anwendung von Kleinwinkelstreuverfahren zum Nachweis verformungsbedingter Strukturschädigung**

**J. Böhmert, M. Große**

*Der Bericht entstand als Ergebnis des Forschungsvorhabens "Anwendung von Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS) zum Nachweis der Werkstoffschädigung bei duktilen Bruchvorgängen in hochdispersen Werkstoffsystemen", das von der Deutschen Forschungsgemeinschaft gefördert wurde.*

*Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Förderung der Arbeit. Sie danken ferner den vielen Fachkollegen, die ihnen bei der Durchführung der Experimente an den Experimentiereinrichtungen des HASYLAB, der ESRF, des BSNC und im FZR hilfreich zur Seite standen.*

## **Zusammenfassung**

Der Einfluß plastischer Verformung nach einsinniger Zug- und Biegebelastung auf die Kleinwinkelstreuintensität wurde an technischen Al-Legierungen untersucht. Bei geeigneter Versuchstechnik lassen sich sowohl mit Röntgenstrahlung als auch mit Neutronen verformungsbedingte Effekte nachweisen. Sie sind im Einschnürbereich einer Zugprobe als Porenstreuung und im Bereich vor der Reißspitze von biegeverformtem, hochduktilen Aluminum als Streuung an Versetzungsstrukturen zu interpretieren. Durch punktförmiges Abtasten mit einem stark fokussierten Synchrotron-Röntgenstrahl können inhomogene Schädigungsstrukturen mit hoher Ortsauflösung nachgewiesen werden. Diese mit SM-SAXS (Scanning Microbeam - Small Angle X-ray Scattering) bezeichnete Technik ist ein Schritt zur Entwicklung eines Kleinwinkelstreu-Mikroskops.

## **Abstract**

### **Small Angle Scattering Characterization of deformation-damaged microstructure**

The microstructural changes preceding the ductile fracture were investigated by small angle scattering methods at commercial Al alloys. Within the necking region of tensile deformed specimens additional small angle scattering effects can be measured. They are in agreement with the assumption of pore scattering. The inhomogeneous deformation field ahead the crack tip of a bended and precracked specimen can be monitored by scanning with a highly focussed X-ray beam of a Synchrotron source. In this case the scattering intensity decreases with increasing distance from the crack tip. The effect can be interpreted as scattering at the dislocation arrangements. The used scanning microbeam small angle X-ray scattering technique is a first step to the development of a "small angle scattering microscope".

## **Inhaltsverzeichnis**

	<b>Seite</b>
<b>Kurzfassung</b>	
<b>Abstract</b>	
1. Zielstellung	1
2. Experimentelles	2
2.1 Versuchsprogramm	2
2.2 Material und Vorbeanspruchung	2
2.3 Versuchsbedingungen der KWS-Experimente	3
3. Ergebnisse	5
4. Diskussion	7
5. Zusammenfassung	9
<b>Literatur</b>	<b>10</b>
<b>Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen</b>	
<b>Tabellen</b>	
<b>Abbildungen</b>	

## 1. Zielstellung

Duktile Brüche bilden sich bei mehrphasigen metallischen Werkstoffen über die Stadien

- Entstehung von Poren an Ausscheidungen und Einschlüssen
- Wachstum der Poren und
- Koaleszenz der Poren.

Um diese Prozesse quantitativ im Rahmen einer mikromechanischen Bruchvorhersage beschreiben zu können, sind mikrostukturelle Schädigungsgrößen zu definieren und in ihrer Abhängigkeit vom Ausgangszustand und von den Belastungsbedingungen zu bestimmen. Traditionell werden dafür Porengröße und -dichte genutzt, die mit den Methoden der Metallographie, vorzugsweise licht- oder rasterelektronenmikroskopisch, gemessen werden. Die Methoden sind aufwendig, arbeiten zerstörend und liefern im Grunde genommen nur eine zweidimensionale Momentanaufnahme eines zeitabhängigen Prozesses, der im Volumen stattfindet. Trotz dieser Nachteile eignen sich die Verfahren gut zu einer Analyse fortgeschrittener Schädigungsstadien in einfach strukturierten Modellwerkstoffen. Sie sind aber kaum anwendbar zur Erfassung früher Schädigungsstadien in komplexen technischen Werkstoffen mit ihrer oftmals ausgeprägten Strukturhierarchie. Hier sind volumen-integrierende Verfahren mit hohem Auflösungsvermögen gefordert.

Durch Nutzung der Kleinwinkelstreuung (KWS) könnten sich Verfahren dieser Art realisieren lassen. Kleine nichtperiodische Strukturdefekte streuen eine einfallende elektromagnetische Welle in einem Bereich kleiner Winkel mit einer Intensität, deren Größe und Winkelverteilung von topologischen und chemischen Parametern der Strukturdefekte abhängen. Somit werden mit solchen Messungen Strukturinformationen zugänglich. Die Methode ist volumenintegrierend; sie kann - jedenfalls potentiell - zerstörungsfrei und in-situ arbeiten. Der Nachweisbereich ist bei gegebener experimenteller Anordnung abhängig von der Energie der verwendeten Strahlung und liegt für ausgeführte Anlagen vorzugsweise zwischen 0.5...500 nm. Die Verfahren sind somit zum Nachweis kleinster Poren prädestiniert. Grundsätzlich läßt sich allerdings die Defektstruktur nicht eindeutig aus der gemessenen Winkelabhängigkeit der Kleinwinkelstreuintensität rekonstruieren. Stattdessen sind Größen wie die fraktale Dimension oder die Paarkorrelationsfunktion bestimmbar, die auf konventionellem Wege nicht oder nur unter erheblichem Aufwand zu gewinnen sind.

Neutronenkleinwinkelstreuung (small angle neutron scattering - SANS) wurde bereits genutzt zur Untersuchung der Kriechschädigung in Gasturbinenschaufeln aus Ni-Superlegierungen [1], zum Nachweis von Ermüdungsschädigung an wechselverformten Cu-Einkristallen [2,3], an technischen Al-Legierungen sowie an einer austenitischen Stahllegierung [4] und zur Untersuchung der Versetzungsstrukturen in einsinnig verformten Cu-Einkristallen [5,6].

Die Arbeit berichtet über erste orientierende Experimente, mit denen die Eignung und Leistungsfähigkeit der Methode der Kleinwinkelstreuung zur Analyse der Bildungs- und Wachstumsprozesse von Poren im frühen Stadium des duktilen Bruches überprüft werden sollten. Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf der Anwendung der Röntgenkleinwinkelstreuung (small angle X-ray scattering - SAXS). Besondere Aufmerksamkeit galt der Erfassung inhomogener Schädigungs-

zustände, wie sie beispielsweise vor der Reißspitze eines biegebelasteten, reißbehaf-teten Bauteiles auftreten. Als Werkstoffe werden typische Massenwerkstoffe ausgewählt.

## 2. Experimentelles

### 2.1 Versuchsprogramm

Eine Übersicht über die durchgeführten Untersuchungen gibt Tab. 1. Untersucht wurden zwei unterschiedliche Beanspruchungszustände:

- der Einschnürbereich nach einaxialer Zugbeanspruchung
- der Reißspitzenbereich nach 3-Punkt-Biegebeanspruchung.

Es wurden SANS- und SAXS-Experimente durchgeführt, letztere mit unterschiedlich feinem Strahlquerschnitt. Als Strahlenquelle standen das Berlin Neutron Scattering Center (BENSCH), das Hamburger Synchrotron-Laboratorium (HASYLAB) und die European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) zur Verfügung. Zusätzlich wurde getestet, inwieweit mit herkömmlicher Röntgenstrahltechnik am Doppelkristalldiffraktometer KWS-Experimente durchgeführt werden können.

Das Programm mußte sich an den Möglichkeiten des Zuganges zu geeigneten Experimentieranlagen orientieren. Derartige Anlagen stehen in der Regel nur begrenzt und nach längerfristiger Beantragung zur Verfügung. Durch diese Randbedingungen wurden auch die Werkstoffsysteme, die untersucht werden konnten, vorgegeben.

### 2.2 Material und Vorbeanspruchung

Als Material wurden kommerziell verfügbares Rein-Aluminium 99.5, AlMgSi1, AlMg3 sowie Reintitan verwendet.

Für die Versuche 1-3 (Tab.1) wurden Kleinzugproben 25 x 6 gemäß ASTM-Standard B 557M-84 aus 1,5 mm starkem Blech aus AlMgSi 1 in Querrichtung und aus 3 mm starkem Blech Al 99,5 in Längsrichtung hergestellt. Die Proben wurden bei Raumtemperatur über das Kraftmaximum hinaus bis zu einer Dehnung von ca. 15...16 % verformt. Zur Erzeugung ausreichender Einschnürdehnung mußten die AlMgSi-Proben zuvor bei 350 °C/24 h gegläht (überaltert) werden. Der Einschnürbereich betrug 1...2 mm bei AlMgSi1 und 4...5 mm bei Al99.5. Nach der Verformung wurden die Probenköpfe abgetrennt und die Objekte für die KWS-Experimente hergestellt. Für die Untersuchung mit Neutronenstrahlen mußten, um ein ausreichend großes Streuvolumen zur Verfügung zu haben, mehrere Proben pakietiert werden, wobei im Meßlängenbereich die einzelnen Proben zur Einschnürung hin zentriert wurden. SAXS erforderte eine Reduktion der Probendicke auf 220...280 µm. Dazu wurde jeweils ein ca. 20 mm langes Stück um den Einschnürbereich und aus dem Kopf der Probe herausgeschnitten und beidseitig unter Verwendung eines Probenhalters mit definierter Zustellung (Acustop; Fa. Struers) stufenweise mit Papieren unterschiedlicher Körnung vorsichtig geschliffen und anschließend mit Diamantpaste mechanisch oder mechano-chemisch mit Struers OPS poliert. Das Prinzip der experimentellen Anordnung ist in Abb. 1 für die SAXS- und in Abb. 2 für die SANS-Experimente dargestellt.

Für die Versuche 4 und 5 (Tab. 1) wurden Proben in Charpy-V-Geometrie (10 mm x 10 mm x 55 mm) elektroerosiv aus gepreßtem Flachprofil hergestellt. Die Proben wurden 1 mm seitgekerbt und mit einem Ermüdungsanriß versehen. Die Belastung erfolgte als 3-Punktbiegebelastung. Die Proben wurden auf einer Servohydraulischen Prüfmaschine (MTS 810/Teststar) bis zu einer Durchbiegung von 3 mm bei AlMgSi1 und 4,5 mm bei Al99.5 mit einer Querhauptgeschwindigkeit von 1 mm/min belastet. Aus dem zentralen Teil der Probe wurden senkrecht zur Kerbachse 20 mm lange und ca. 2 mm starke Scheiben zentrisch zum Riß herausgeschnitten und in gleicher Weise wie die Zugproben metallografisch auf eine Dicke von 200...280  $\mu\text{m}$  reduziert. Einige Proben wurden durch Ätzen in einem Gemisch aus 80 ml Ortho-Phosphorsäure, 15 ml Schwefelsäure und 5,5 ml Salpetersäure auf die Enddicke von 220...250  $\mu\text{m}$  gedünnt. Abb. 3 veranschaulicht schematisch Belastung und Lage der SAXS-Proben. Das Gefüge in Rißumgebung ist für Al99.5, AlMgSi1 und AlMg3 in den Abbn. 4-6 wiedergegeben. Man erkennt die schichtenartige, gestreckte, heterogene Kornstruktur. Al99.5 ist teilrekristallisiert. Die Abbn. 4 und 5 zeigen Gleitlinien in der Umgebung der Rißspitze und markieren so den Bereich der plastischen Zone.

### 2.3 Versuchsbedingungen der KWS-Experimente

#### Versuch-Nr. 1:

Für erste Testmessungen wurde der KWS-Meßplatz JUSIFA am Hamburger Röntgenstrahlsynchrotron HASYLAB verwendet. Der allgemeine Aufbau der Anlage ist in [7] beschrieben. Für die Versuche wurde mit einem Proben-Detektor-Abstand von 3635 mm bei einer Energie von 7.1 keV (Wellenlänge = 0,1746 nm) und einem Strahlquerschnitt von 0,5 mm x 1 mm gearbeitet. Die Streuintensität wurde mit einem ortsempfindlichen gasgefüllten X-Y-Detektor aufgenommen. Untersucht wurden Proben, die aus der Einschnürzone und dem Einspannbereich von zugverformten AlMgSi1- und Al99.5-Proben herauspräpariert worden sind (s. Abb. 2). Der Meßort an den Proben aus dem Einschnürbereich wurde von Messung zu Messung um 1 mm in Zugrichtung verschoben.

#### Versuch-Nr. 2:

Für SANS-Untersuchungen wurde das Doppel-Kristall-Diffraktometer S-V12 am BENSC genutzt. Unter Verwendung eines konstanten Krümmungsradius des 2. Kristalls von 90  $\mu\text{m}$  und einer Wellenlänge von 0,4798 nm ergibt sich ein beobachtbares Intervall des Streuvektors von  $10^{-3}$ ... $3 \cdot 10^{-2}$   $\text{nm}^{-1}$ , womit Strukturdefekte im Größenbereich von 100...500 nm zu erkennen sein sollten. Die Proben waren entweder mit der Zugrichtung parallel (Position 1) oder senkrecht (Position 2) zur Detektormeßebene orientiert (s. Abb. 3). Der Strahlquerschnitt wurde durch eine Schlitzblende auf 3 mm x 6 mm bei den Messungen an AlMgSi1 und auf 1,2 mm x 20 mm oder 3 mm x 4 mm für Position 2 bzw. nur 3 mm x 4 mm für Position 1 bei den Messungen an Al99.5 begrenzt. Für die Messungen in Meßposition 2 wurden zusätzlich die Proben in Zugrichtung von Messung zu Messung um 1, 1,5 oder 2 mm verschoben. In allen Fällen wurden Vergleichsmessungen am unverformten Kopfteil der Probe durchgeführt. Als Detektor wurde ein eindimensionaler, ortsempfindlicher  $^3\text{He}$ -gefüllter Detektor verwendet.

#### Versuch-Nr. 3:

Kleinwinkelstreuung wurde an einem Doppelkristall-Diffraktometer (HZG4, modifiziert, Fa. Präzisionsmechanik Freiburg) im FZ Rossendorf mit Cu-K-Strahlung an einer Zugprobe aus AlMgSi1 gemessen. Bei einer Schrittweite von 0,001 ... 0,0001° wurden jeweils 200 Meßpunkte im interessierenden Winkelbereich aufgenommen. Der Strahlquerschnitt am Probenort betrug 1 mm x 2 mm. Die Proben wurden in 2 senkrecht zueinander stehenden Lagen untersucht, wobei der Strahl von Messung zu Messung in Zugrichtung verschoben wurde.

#### Versuch-Nr. 4:

Für diese Versuchsreihe wurde die MICROFOCUS-Beamline ID13 an der ESRF [9,10] benutzt, die einen feinfokussierten Strahl hoher Intensität zur Verfügung stellt. In Verbindung mit der Option, die Probe in einer senkrecht zum einfallenden Strahl stehenden Ebene definiert mit kleiner Schrittweite verschieben zu können, lassen sich so lokale Gradienten der streuenden Defektstrukturen nachweisen (Scanning microbeam/SM-SAXS).

Die Untersuchungen wurden bei einer Energie von 13 keV ( $\lambda = 0,095$  nm) durchgeführt. Der Strahlquerschnitt wurde mit einer Spiegel/Monochrometer-Anordnung auf  $15 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$  fokussiert. Eine Fläche von 2 mm x 4 mm wurde in Schrittweiten von 0,2 mm abgerastert, so daß insgesamt 11 x 21 Meßpunkte bei Meßzeiten von 60 s pro Punkt aufgenommen wurden. Die schematische Verfahrensweise ist aus Abb. 7 erkennbar (s. auch Abb. 3). Das Streubild wurde mit einem ortsabhängigen 2-dimensionalen Detektor aufgenommen, dessen Schrittweite (in den Abb. als rows und columns bezeichnet) einer Änderung des Streuvektors von  $0,01 \text{ nm}^{-1}$  entsprach. Mit Hilfe einer Transmissionsmessung wurde zuvor die Lage der Reißspitze und somit die Positionierung des Rasters festgelegt. Abb. 8 gibt eine 3-dimensionale Rekonstruktion der Transmissionsmessung wieder.

#### Versuch-Nr. 5:

Mit dieser Versuchsreihe sollte das Ortsauflösungsvermögen der SM-SAXS-Technik weiter verbessert werden, um so Ansätze zu einer "Kleinwinkelstreu-Mikroskopie" zu entwickeln. Deshalb wurde an gleicher Anlage wie für Versuch-Nr. 4 eine weitere Fokussierung des Strahles mit einer Bragg-Fresnell-Linse vorgenommen. Der Abstand zwischen Linse und Probe betrug 0,61 m und zwischen Probe und Detektor 1,267 m. Bei Verwendung der Interferenz 0. Ordnung der Bragg-Fresnell-Linse mit einer Apertur von  $200 \mu\text{m}$  wurde ein Strahlquerschnitt am Ort der Probe von  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$  erzeugt. Die Streuintensität wurde mit einer CCD-Kamera (Photonic Science, 768 x 576 Pixel) mit einem lateralen Auflösungsvermögen von  $150 \mu\text{m}$  gemessen. Zur Messung wurde eine Fläche von  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  vor der Reißspitze mit einer Schrittweite von  $5 \mu\text{m}$  in beiden Richtungen abgetastet. Die Meßzeit pro Meßposition betrug 60 s. Als Referenzzustand wurde ein eindimensionaler Scan mit einer Länge von 1 mm in gleichfalls  $5 \mu\text{m}$  Schrittweite außerhalb der verformten Zone der Probe gewählt. Untersuchungsobjekt für diese Untersuchungen waren Biegeproben aus AlMg3 und Ti.

### 3. Ergebnisse

#### Versuch-Nr. 1:

Die ersten Testmessungen zeigten eine im Einschnürbereich höhere KWS-Intensität als im (nicht verformten) Einspannkopf der Flachzugproben. Während dort die Streuintensität  $I$  azimuthal homogen verteilt ist, ist sie im Einschnürbereich in  $x$ -Richtung (Abb. 1) erhöht, was auf eine in Zugrichtung gestreckte Form der streuenden Defekte hindeutet. Zur Auswertung wurde azimuthal die Streuintensität im Kopfbereich gemittelt und der so bestimmte, nicht verformungsbedingte Streuanteil von der Streuintensität im Einschnürbereich abgezogen. Um die Abweichung von der radialen Symmetrie zu erfassen, wurden eindimensionale Daten durch Mittelung innerhalb eines  $60^\circ$ -Sektors in  $x$ - und  $y$ -Richtung (= Zugrichtung, s. Abb. 1) erzeugt. Die auf diesem Weg ermittelte verformungsbedingte Streuintensität ist in Abb. 9 über dem Streuvektor  $Q$  für unterschiedliche Meßpositionen dargestellt. Die Meßpositionen 0 und 1 liegen dicht an der Stelle der größten Einschnürung, Meßposition 3 bereits außerhalb des Einschnürbereiches. Während die Intensität der Kleinwinkelstreuung außerhalb der Einschnürung gering ist und hohe Streuungen aufweist, ist im Einschnürbereich eine starke zusätzliche Kleinwinkelstreuung zu verzeichnen, die am intensivsten in der Nähe der Bruchzone ist. Für Position 2 ist eine zweite Streukomponente zu erkennen, die die relativ hohe Streuintensität bei größeren Streuwinkeln verursacht.

#### Versuch-Nr. 2:

Abb. 10 zeigt die normierten SANS-Intensitäten in Abhängigkeit vom Streuvektor (Kurvenmaximum liegt bei Streuvektor  $Q = 0$ , ein Kanal entspricht einer  $Q$ -Schrittweite von  $1,13 \times 10^{-4} \text{ nm}^{-1}$ ) für unterschiedliche Meßpositionen und Probenorientierungen. Die Proben zeigen intensive Kleinwinkelstreuung auch im unverformten Probenbereich. Im gedehnten Bereich der Probe ist die Streuintensität größer als im Probenkopf, zeigt aber weder eine relevante Abhängigkeit vom Abstand zur Einschnürung noch von der Richtung des Streuvektors zur Zugrichtung. Bei zugverformtem Al99.5 mit größerem Einschnürbereich und bei Messung mit einem schmaleren Strahlquerschnitt kann, wie Abb. 11 zeigt, eine positionsabhängige Änderung der SANS-Intensität nachgewiesen werden. Die Streukurven ändern sich sowohl hinsichtlich ihrer absoluten Intensität als auch ihres Anstieges. Dabei liegen die Positionen a, b und c im Bereich der Einschnürung, d und e außerhalb der Einschnürung. Anwendung einer Guinier-Analyse (Darstellung in der  $\log I-Q^2$ -Ebene) liefert eine bimodale Abhängigkeit. Die auf  $Q=0$  extrapolierte Intensität (in willkürlichen Einheiten) und die aus dem Anstieg der Guinier-Geraden bestimmten Gyrationradien sind in Tab. 2 angegeben. Während für die kleineren Inhomogenitäten kein Einfluß der Verformung erkennbar ist, treten die größeren Inhomogenitäten mit einem Gyrationradius von ca. 600 nm verstärkt im Einschnürbereich auf. In Abb. 12 ist der Vergleich der SANS-Intensitäten bei Messung in der um  $90^\circ$  gedrehten Probenposition (Zugrichtung parallel zur Meßebe) dargestellt. In dieser Meßanordnung können keine verformungsrelevanten Streuererscheinungen ausgewiesen werden. Allerdings ist dabei ein Neutronenstrahl verwendet worden mit einer in Zugrichtung größeren Ausdehnung. Somit wird über einen längeren Probenabschnitt integriert und vorhandene lokale Gradienten sind nicht mehr erkennbar.

### Versuch-Nr. 3:

Die Messungen mit dem Röntgen-Doppelkristalldiffraktometer ergeben KWS-Effekte, die nicht positionsabhängig sind und folglich auch keinen Einfluß der Verformung enthalten.

### Versuch-Nr. 4:

An den gebogenen Proben aus Al99.5 und AlMgSi1 tritt intensive KWS auf. Die Streubilder können sowohl anisotrop von niedriger oder nahezu 6-zähliger Drehsymmetrie als auch isotrop sein. Abb. 13 gibt dazu charakteristische Beispiele. Die Zusammenstellung aller Streubilder ist für eine Probe aus Al99.5 in Abb. 14 und aus AlMgSi1 in Abb. 15 gezeigt. Das qualitative Erscheinungsbild korrespondiert nur schwach mit der Geometrie der plastischen Zone vor der Reißspitze. Stattdessen sind offenkundige Zusammenhänge mit der Kornstruktur (Abbn. 4 und 5) erkennbar. Da aufgrund der geringen Strahldivergenz, der starken Fokussierung und der hohen Energieauflösung von  $\Delta E/E \approx 10^{-4}$  des Detektors Bragg-Mehrfach-Streuung als Ursache ausgeschlossen werden kann, sollten die starken Streaks auf Streuung an Korngrenzen zurückzuführen sein. In den grobkörnigen Gefügebereichen, die in den Abbn. 4 oder 5 erkennbar sind, wirkt eine Korngrenze als plattenartige Inhomogenität geringerer Dichte und erzeugt einen Intensitätsstreak senkrecht zur Korngrenze [11].

Diese ausgeprägten Anisotropieeffekte behindern eine Analyse der Streueffekte im Hinblick auf verformungsinduzierte Defektstrukturen. Ein weiterer erschwerender Umstand entsteht aus der großen Datenmenge, die bei einem solchen Versuch anfällt. Immerhin liefert die Messung einer einzigen Probe 231 2-dimensionale Intensitätsverteilungen mit jeweils  $1024 \times 1024$  Pixeln. Deshalb wurden verschiedene Wege beschritten, um die Datenmenge auf einen Parameter pro Meßposition zu reduzieren.

Ein erster Versuch der Auswertung dieser Art diente der Erfassung der Anisotropie der Streuerscheinungen. Dazu wurde die Summe der Längen der Iso-Intensitätslinien aller Streaks für jeden Rasterpunkt ermittelt und deren 2-d-Verteilung dargestellt. Abb. 16 zeigt dies für die Probe aus Al99.5. Wie oben bereits ausgeführt, entspricht dieses Verteilungsmuster nicht Form und Größe der plastischen Zone, spiegelt aber die Heterogenität der Kornstruktur wieder.

Ein weiterer Versuch benutzte die azimuthal gemittelten Streuintensitäten, die in Guinier-Darstellung als  $\log(I)$  über  $Q^2$  oder nach Porod in  $\log(I) - \lg(Q)$ -Koordinaten ausgewertet werden. Dabei erfolgte die azimuthale Mittelung sowohl unter Einbezug als unter Ausschluß der streakartigen Streueffekte. Die folgenden Ergebnisse wurden von der Art der Mittelung nicht grundsätzlich, sondern nur in ihrer Korrelationsgüte beeinflusst. Die Guinier-Näherung ergibt, wie beispielhaft anhand Abb. 17 veranschaulicht wird, keinen linearen Verlauf. Abb. 18 zeigt für verschiedene Abstände von der Reißspitze den Verlauf von  $\log(I)$  über  $\log(Q)$ . Die Kurven, insbesondere die in Reißnähe, zeigen einen längeren linearen Abschnitt. Für  $Q < 0,1 \text{ nm}^{-1}$  wird der Verlauf durch die Ausblendung des Primärstrahles beeinflusst, im  $Q$ -Bereich  $> 1 \text{ nm}^{-1}$  werden Untergrundeinflüsse dominant. Mit wachsendem Abstand von der Reißspitze vermindert sich die Streuintensität. Der Anstieg der Porodgeraden erhöht sich von -3.2 vor der Reißspitze bis auf Werte um -2.7.

Bestimmt man in dieser Weise den Exponent der Porod-Geraden und integriert man im Bereich der linearen Näherung ( $0,1 \text{ nm}^{-1} < Q < 1 \text{ nm}^{-1}$ ) die Streuintensität, so

kann man die Verteilung charakteristischer Streuparameter in der Ebene vor der Reißspitze ermitteln. Das Ergebnis ist in den Abbn. 19 und 20 für die Al99.5-Probe dargestellt. Besonders das Verteilungsmuster der Integralintensität bildet den Verlauf der plastischen Zone ab. Dem Verteilungsmuster des Exponenten  $\alpha$  sind hingegen stärkere Störeinflüsse überlagert.

#### Versuch-Nr. 5:

Messungen unter Verwendung dieser Anordnung ergaben eine Reihe von Schwierigkeiten, die noch nicht so weit beherrscht werden, daß brauchbare Messungen erzielt werden können. Die gesamte Anordnung ist in der gegenwärtigen Version nicht ausreichend justierbar, es treten erhebliche Intensitätsschwankungen des Mikrostrahles während der Messung auf, und das Effekt-/Untergrundverhältnis ist als Folge des verwendeten Detektors (eine CCD-Kamera mußte aufgrund ihrer höheren Winkelauflösung an Stelle des sonst verwendeten Gas-Detektors eingesetzt werden) wesentlich schlechter als bei der in Versuch-Nr. 4 verwendeten Anordnung. Die Abb. 18 zeigt die 2-dimensionale Streuintensitätsverteilung für den Leerstrahl (EB), für eine Meßposition entfernt vom Riß (FR) und nahe der Reißspitze (PZ). Nur an den Positionen in Rißnähe ist eine deutliche Zunahme der KWS-Intensität zu beobachten. Streaks treten in der Regel nicht mehr auf. Der Verlauf der azimuthal gemittelten Streuintensität über dem Streuvektor in log-log-Koordinaten ist in Abb. 22 dargestellt. Abb. 23 zeigt den Verlauf für eine rißspitzennahe Position nach Korrektur der anordnungsbedingten Streueffekte (Leerstrahlintensität). Der lineare Verlauf über einen größeren Streuvektorbereich weist auf die Anwendbarkeit der Porod-Näherung hin. Der Exponent  $\alpha$  beträgt in diesem Fall -2.4.

Nicht erfolgreich waren die Messungen an Titan, da es dabei zur Anregung der Ti-Fluoreszenzstrahlung kam, die den Meßeffect überdeckte.

#### 4. Diskussion

In der Mehrzahl der durchgeführten Experimente wurden im Bereich stärkerer Verformung auch verstärkte KWS-Effekte nachgewiesen. Der Nachweis ist grundsätzlich an zwei Bedingungen geknüpft:

- die Versuchsanordnung muß den entsprechenden Q-Bereich zu detektieren gestatten und
- das Volumen, das vom Strahl getroffen wird, muß hinreichend klein sein.

So konnten mit SANS unter Verwendung eines schmalen, schlitzartigen Strahles verformungsinduzierte Streueffekte an der zugverformten Al-Probe mit einem ausgedehnten Einschnürbereich gemessen werden, während an der AlMgSi1-Probe mit schmalerer Einschnürzone und unter Verwendung eines breiteren Strahles verformungsbedingte Streueffekte nicht mehr erkennbar sind.

Mit besonderem Erfolg läßt sich deshalb die SM-SAXS-Technik mit ihrem hochfokussierten, feinen Strahl einsetzen. Hier werden ausgeprägte ortsabhängige Streueffekte beobachtet, die sich zumindest teilweise mit dem Dehnungsgradienten korrelieren lassen. Die Frage ist zu untersuchen, inwieweit sich die beobachteten dehnungsbedingten Streuphänomene tatsächlich auf Porenbildung zurückführen lassen. Poren sind näherungsweise kugelige oder elliptisch gestreckte Kleinwinkel-

streuer, die einer Guinier-Näherung ansatzweise zugänglich sein sollten. Sowohl die Messungen mit SANS an der zugverformten Al-Probe (Vers.-Nr. 2) als auch die mit SAXS an der zugverformten AlMgSi1-Probe (Versuch-Nr. 1) gestatten eine derartige Aussage. Für Al99.5 wurden im Bereich der Einschnürung Gyrationradien um 600 nm bestimmt (Tab. 2). Für kugelige Teilchen ergibt sich daraus mit  $R = R_g / \sqrt{3/5}$  [11] ein Porenradius von 775 nm. Anzahl und Größe der Poren steigt mit zunehmendem Verformungsgrad in der Zugprobe. Metallografische Schlitze zeigen ebenfalls Poren, deren Größe und Anzahl mit Annäherung an den Ort der stärksten Einschnürung zunimmt. Abb. 24 zeigt ein Beispiel der Porenstruktur im Einschnürbereich einer zugverformten Al-Probe. Die hier sichtbaren Poren sind allerdings wesentlich größer als die aus der Kleinwinkelstreuung ermittelten.

In den biegeverformten Proben sind derartige Porenstrukturen metallografisch nicht nachweisbar. In Übereinstimmung damit lassen sich die in den Versuchen Nr. 4 und 5 festgestellten Streuphänomene nicht vernünftig mit einer Guinier-Näherung beschreiben. Hier kann die Porod-Näherung das Verhalten besser erfassen. Der Exponent der Q-Abhängigkeit liegt im Bereich von  $-3.2 \dots -2.4$ .

Nach der Theorie der Mesomechanik von Medien mit Strukturen von Panin u.a. [12] entstehen bei der Verformung im Gitter durch lokal konzentrierte Transformations- und Rotationsprozesse Defektstrukturen, die als Fraktale zu beschreiben sind. Die nicht näher definierten fraktalen Strukturen sind möglicherweise als Oberflächenfraktale aufzufassen. Dann sind Exponenten im Bereich von  $-3 \dots -4$  zu erwarten. Der Variationsbereich der vorliegenden Messungen entspricht diesen Erwartungen nicht.

Kleinwinkelstreuung kann durch Versetzungen hervorgerufen werden. Seeger [5] hat die Streueffekte an aufgestauten Versetzungen nach Einfachgleitung im Einkristall berechnet. Die Streuung ist stark anisotrop und ist proportional der  $-4$ . Potenz des Streuvektors, wenn Q senkrecht zur aktivierten Gleitebene und proportional der  $-3$ . Potenz, wenn Q parallel zur aktivierten Gleitebene gemessen wird. Nach Schmatz bzw. Gerold und Kostorz (zit. in [6]) ist orientierungsgemittelt ein  $1/Q^3$ -Verhalten zu erwarten. Experimentell wird von Heuser [6] an druckverformten Cu-Einkristallen ein mit der Verformung zunehmender Exponent zwischen  $-3.2 \dots -2.2$  gemessen. Die Ergebnisse lassen sich nicht ohne weiteres auf Versetzungsanordnungen bei Vielfachgleitung und unter den für vielkristalline Aggregate aus Kompatibilitätsgründen notwendigen Gitterrotationen übertragen. Immerhin scheint die Annahme, die Streueffekte auf die im Reißspitzenbereich erzeugte Versetzungsanordnung zurückzuführen, nicht unvernünftig zu sein, worauf auch die Korrespondenz der 2-d-Verteilung der integrierten Streuintensität und des  $\alpha$ -Parameters mit der Form der plastischen Zone vor der Reißspitze hinweist. Allerdings treten hier Störungen auf, die möglicherweise durch Korngrenzen und Orientierungseinflüsse bedingt sind und die gegenwärtig noch nicht ausreichend verstanden werden. Das bezieht sich auch auf die starken Anisotropieerscheinungen. Anisotrope Streueffekte sind - wie bereits ausgeführt - für Versetzungsanordnungen nicht unerwartet. Dann sollten diese aber auch mit der plastischen Zone korrespondieren. Der Mangel an dieser Entsprechung, den die experimentellen Befunde ausweisen, einerseits und die Übereinstimmung mit der Kornstruktur andererseits, sprechen für einen Korngrenzeinfluß. Zur näheren Analyse dieses Effektes wurde die azimuthal gemittelte SAXS-Intensität der Bereiche ohne Streaks in den Streakbereich extrapoliert und von der Intensität im Streak subtrahiert. Diese Differenz sollte die durch Korn-

grenzenstreuung bedingte Streuintensität repräsentieren. Abb. 25 zeigt die Guinier-Darstellung. Aus dem Anstieg der Geraden in der Guinier-Näherung kann eine Größe der Streuer von 0,9 nm abgeschätzt werden, die eine vernünftige Schätzung für die effektive Korngrenzenbreite darstellt.

Stark anisotrope Streueffekte werden auch bei Mehrfachstreuung beobachtet [14]. Die geringe Divergenz des Strahles, der feine Fokus und die hohe Energieauflösung schließen aber doppelte Bragg-Streuung als Quelle des Phänomens bei der verwendeten Anordnung aus.

Grundsätzlich erscheint die Anwendung der KWS-Technik zur Untersuchung von verformungsbedingten Strukturschädigungen erfolgversprechend zu sein. Die SANS-Technik verlangt die Anwendung größerer Materialvolumina. Deshalb sollte sie den Untersuchungen nach homogener Verformung oder an Proben größerer Dimension vorbehalten sein. Starke Gradienten der Verformung, die z.B. im Umfeld eines belasteten Risses auftreten, können mit der SM-SAXS-Technik analysiert werden. Ein lokales Auflösungsvermögen im  $\mu\text{m}$ -Bereich unter Nutzung von Bragg-Fresnell-Linsen erscheint möglich, die damit verbundenen experimentellen Probleme werden aber noch nicht ausreichend beherrscht. Aber auch bei Fokussierung mit einer Spiegel-Monochrometer-Anordnung erhält man Strahlquerschnitte, die zur Analyse von Strukturgradienten im Bereich von 1/10...1/100 mm verwendbar sind und realisiert damit erste Schritte auf dem Weg zu einem "Kleinwinkelstreu-Mikroskop" zur Untersuchung von Defektstrukturen in metallischen Werkstoffen. Für medizinische Problemstellungen werden an organischen Materialien solche Methoden bereits versucht [13].

Mit der Reduzierung des pro Meßschrittes untersuchten Materialvolumens tauchen allerdings neue Fragestellungen auf. So können einerseits die Streuphänomene zunehmend durch Grenzflächeneffekte hervorgerufen werden. Zumindest für die Oberfläche sind aus den hier vorgestellten Ergebnissen derartige Einflüsse allerdings nicht erkennbar. Bei Proben, die chemisch geätzt worden sind und die lichtmikroskopisch eine andere Oberflächenstruktur als mechanisch- bzw. chemo-mechanisch polierte Proben zeigten, waren keine Unterschiede der Streuphänomene feststellbar. Andererseits ist zu prüfen, inwieweit die unter der Voraussetzung einer unendlich ausgedehnten Struktur abgeleiteten streuungstheoretischen Zusammenhänge für die Interpretation der mit SM-SAXS-Technik gewonnenen Streuverteilungen modifiziert werden müssen.

## 5. Zusammenfassung

Die verformungsinduzierten Schädigungsstrukturen in technischen Al-Werkstoffen nach einsinniger Zug- und Biegebelastung wurden mit KWS-Methoden in unterschiedlichen Meßanordnungen überprüft. Sowohl im Einschnürbereich einer Zugprobe als auch vor der Reißspitze einer ermüdungsangerissenen 3-Punkt-Biegeprobe konnten verstärkte KWS-Effekte nachgewiesen werden. Während die Effekte im Einschnürbereich der Zugprobe dehnungsinduzierter Porenbildung mit einer mittleren Größe um 775  $\mu\text{m}$  zuzuordnen sind, sind die Streueffekte im Reißspitzenbereich besser als Versetzungsstreuung zu interpretieren. Bei Anwendung eines hochfokussierten feinen Synchrotron-Röntgenstrahles hoher Intensität, der rasterartig über das zu untersuchende Meßfeld geführt wird, lassen sich so Gradienten der Schädigungsstruktur mit einer Ortsauflösung von 0.1...0.01 mm erfassen. Korn-

grenzen können stark anisotrope Streueffekte bewirken, die sich mit den dehnungsbedingten Streuerscheinungen überlagern und so deren Interpretation erschweren. Die als scanning microbeam small angle X-ray scattering (SM-SAXS) bezeichnete Technik kann potentiell als ein erster Schritt zur Entwicklung einer Kleinwinkelstreu-Mikroskopie zur Untersuchung stark inhomogener metallischer Defektstrukturen betrachtet werden. Die weitere Arbeit erfordert beugungstheoretische Analysen, die Entwicklung von Methoden zur Reduktion der anfallenden Datenmenge und die Auswahl geeigneter Werkstoffsysteme, um die Interpretation der KWS-Phänomene voranzubringen und Möglichkeiten und Grenzen einer solchen Technik abzustecken.

#### Literatur

- [1] H. Walter, P. Pizzi: Small Angle Neutron Scattering for Nondestructive Testing, Chapter 10, in: Research Techniques in Nondestructive Testing 4 (1980), p. 3411
- [2] P.O. Kettunen, T. Lepistö, G. Kostorz, G. Goltz: Voids Produced by Fatigue in Copper Single Crystals of  $\langle 111 \rangle$ -Orientation, Acta Met. 29 (1981) 969-972
- [3] T.K. Lepistö, G. Kostorz, V.-T. Kuokkale, P. Kettunen: Small-Angle Neutron Scattering From Fatigued Copper Single Crystals, Materials Sc. Eng. A 131 (1991), 171-176
- [4] F. Häßler, J. Schreiber: SANS Studies as a Contribution to Structural Characterization of Industrial Materials, in: BENSC Experimental Reports 1995, MAT-05019
- [5] A.K. Seeger, Small Angle Scattering from Dislocations in Deformed Single Crystals, J. Appl. Phys. 30 (1959) 629-637
- [6] B.J. Heuser, Small-Angle Neutron Scattering Study of Dislocations in Deformed Single-Crystal Copper, J. Appl. Cryst. 27 (1994), 1020-1029
- [7] H.-G. Haubold, K. Gruenhagen, M. Wagener u.a., Rev. Sci. Instrum. 60 (1989) 1943
- [8] A. Hampel, F. Eichhorn, P. Reichel: BENSC Experimental Reports 1994, HMI-B 525, 350
- [9] C. Riekkel, P. Engstroem: NIM B 97 (1995) 224-230
- [10] C. Riekkel, P. Bösecke, O. Dvat, M. Lorenzen, M. Sandez del Rio, I. Snigireva: Rev. Sci. Instrum. 66 (1995) 987-994

- [11] H.-G. Haubold: Einführung in die Kleinwinkelstreuung, in "27. IFF-Ferienkurs: Streumethoden zur Untersuchung kondensierter Materie", KFA Jülich 1996, C 6.20/21
- [12] V.E. Panin: Structural Level of Plastic Deformation and Fracture, Nauka, Novosibirsk (1990), 5
- [13] P. Fratzl: Kleinwinkelstreuung an komplexen Festkörpern: Beispiele aus Materialwissenschaft und Biologie, "27. IFF-Ferienkurs: Streumethoden zur Untersuchung kondensierter Materie", KFA Jülich 1996, C8
- [14] H. Fricke, V. Gerold: Sekundäre Beugungserscheinungen von Röntgenstrahlen an verformten Metallen, Z. Metallkunde 50 (1959) 139-145

## Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen

SANS	-	Small Angle Neutron Scattering
SAXS	-	Small Angle X-ray Scattering
KWS-	-	Kleinwinkelstreu-
ESRF	-	European Synchrotron Research Facility
BENSC	-	Berlin Neutron Scattering Center
HASYLAB	-	Hamburger Synchrotron-Laboratorium
SM-SAXS	-	Scanning Microbeam Small Angle Neutron Scattering
$Q$	-	Streuvektor
$I$	-	Streuintensität
$\Delta E/E$	-	Energieauflösung
$\alpha$	-	Porod-Exponent
$R$	-	Porenradius
$R_g$	-	Guinierradius

Tabelle 1 : Versuchsprogramm

Versuch-Nr.	Strahl/Quelle	Gerät/Anlage	Untersuchungs-gegenstand	Experimentelle Bedingungen	Material
1	Röntgenstrahl-Synchrotron HASYLAB	JUSIFA	Schädigung im Einschnürbereich nach einachsigen Zug	Q-Bereich: $5 \times 10^2 \dots 10^0 \text{ nm}^{-1}$ $\lambda = 0,1746 \text{ nm}$ Strahlquerschnitt: 0,5 mm x 1 mm	AlMgSi, überaltert Al 99.5
2	Neutronenstrahl-quelle BENSC	SV12 Doppelkristall-diffraktometer	Einschnürbereich nach einachsigen Zug	Q-Bereich: $10^{-3} \dots 3 \times 10^{-2} \text{ nm}^{-1}$ $\lambda = 0,48 \text{ nm}$ Strahlquerschnitt: 4x3; 20x1,2 mm <sup>2</sup>	AlMgSi, überaltert Al 99.5
3	Röntgenröhre	Doppelkristall-diffraktometer	Schädigung im Einschnürbereich nach einachsigen Zug	Q-Bereich: $5 \times 10^{-3} \dots 10^{-1} \text{ nm}^{-1}$ $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ Strahlquerschnitt: 1 mm x 2 mm	AlMgSi, überaltert
4	Röntgenstrahl-synchrotron ESRF	MICROFOCUS ID13	Mikrostrahl-Scan-Technik im Reißspitzenbereich nach Biegung	Q-Bereich: $10^{-1} \dots 3 \times 10^0 \text{ nm}^{-1}$ $\lambda = 0,095 \text{ nm}$ Strahlquerschnitt: 15 $\mu\text{m}$ x 150 $\mu\text{m}$ Scanschritt: 200 $\mu\text{m}$	AlMgSi, überaltert Al 99.5
5	Röntgenstrahl-synchrotron ESRF	MICROFOCUS ID13 + Bragg-Fresnell-Linse	Mikrostrahl-Scan-Technik im Reißspitzenbereich nach 3PB-Biegung	Q-Bereich: $2 \times 10^{-2} \dots 10^0 \text{ nm}^{-1}$ $\lambda = 0,125 \text{ nm}$ Strahlquerschnitt: 2 $\mu\text{m}$ x 2 $\mu\text{m}$ Scanschritt: 5 $\mu\text{m}$	AlMg3, Ti

Tabelle 2

Gyrationsradius und auf  $Q=0$  extrapolierte Streuintensität  $I_0$  für verschiedene Meßpositionen an einer zugverformten Al99.5-Probe  
 (Probenlage: Zugrichtung senkrecht zur Ebene des Streuvektors, Annahme einer bimodalen Verteilung)

Meßposition		Q-Bereich [ $\text{nm}^{-1}$ ]			
		$2,5 \times 10^{-3} \dots 4.5 \times 10^{-3}$		$4.5 \times 10^{-3} \dots 1.0 \times 10^{-2}$	
Code	Entfernung von $d_{\text{min}}$ /mm	$R_{G1}/\text{nm}$	$I_{01}$	$R_{G2}$	$I_{02}$
a	-1	630	498	199	27
b	0	646	508	206	28
c	1	631	408	187	23
d	2	557	267	208	29
e	3	527	276	187	26

( $R_G$  - Gyrationsradius nach Guinier,  $I_0$  - in willkürlichen Einheiten,  $d_{\text{min}}$  - axiale Position mit kleinstem Querschnitt)

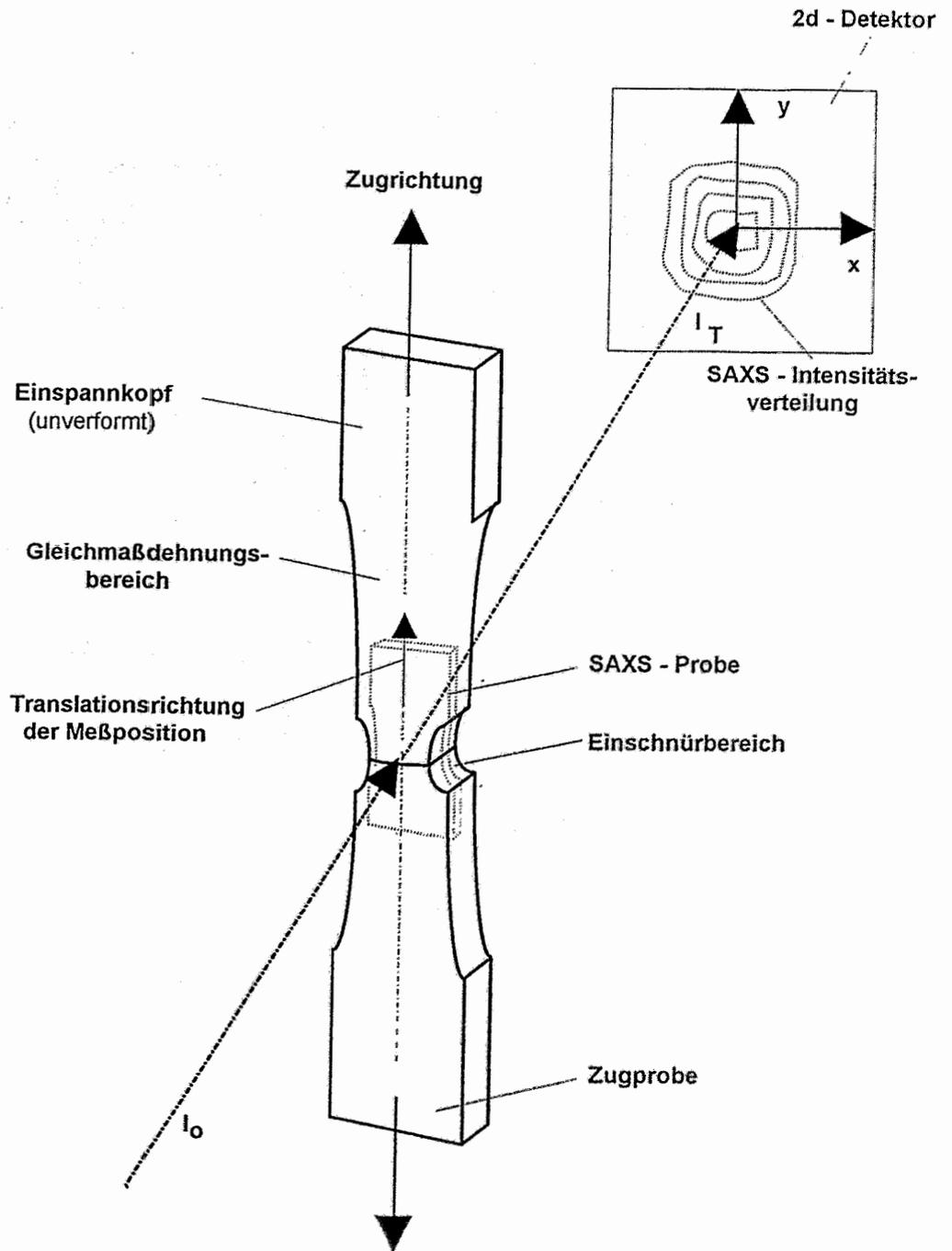


Abb. 1 Prinzip der experimentellen Anordnung für SAXS-Untersuchungen an zugverformten Proben

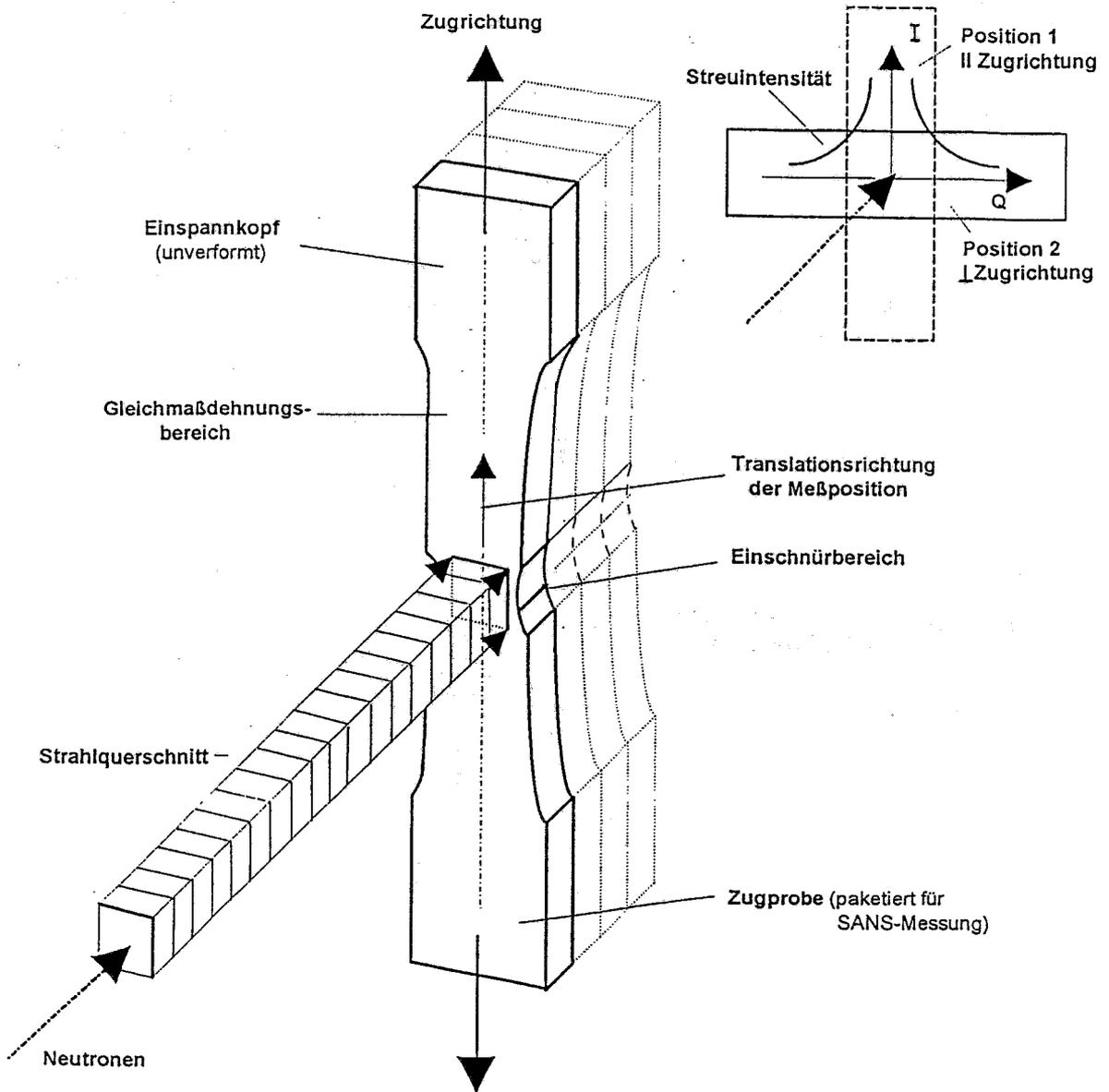


Abb. 2 Prinzip der experimentellen Anordnung für SANS-Untersuchungen an zugverformten Proben

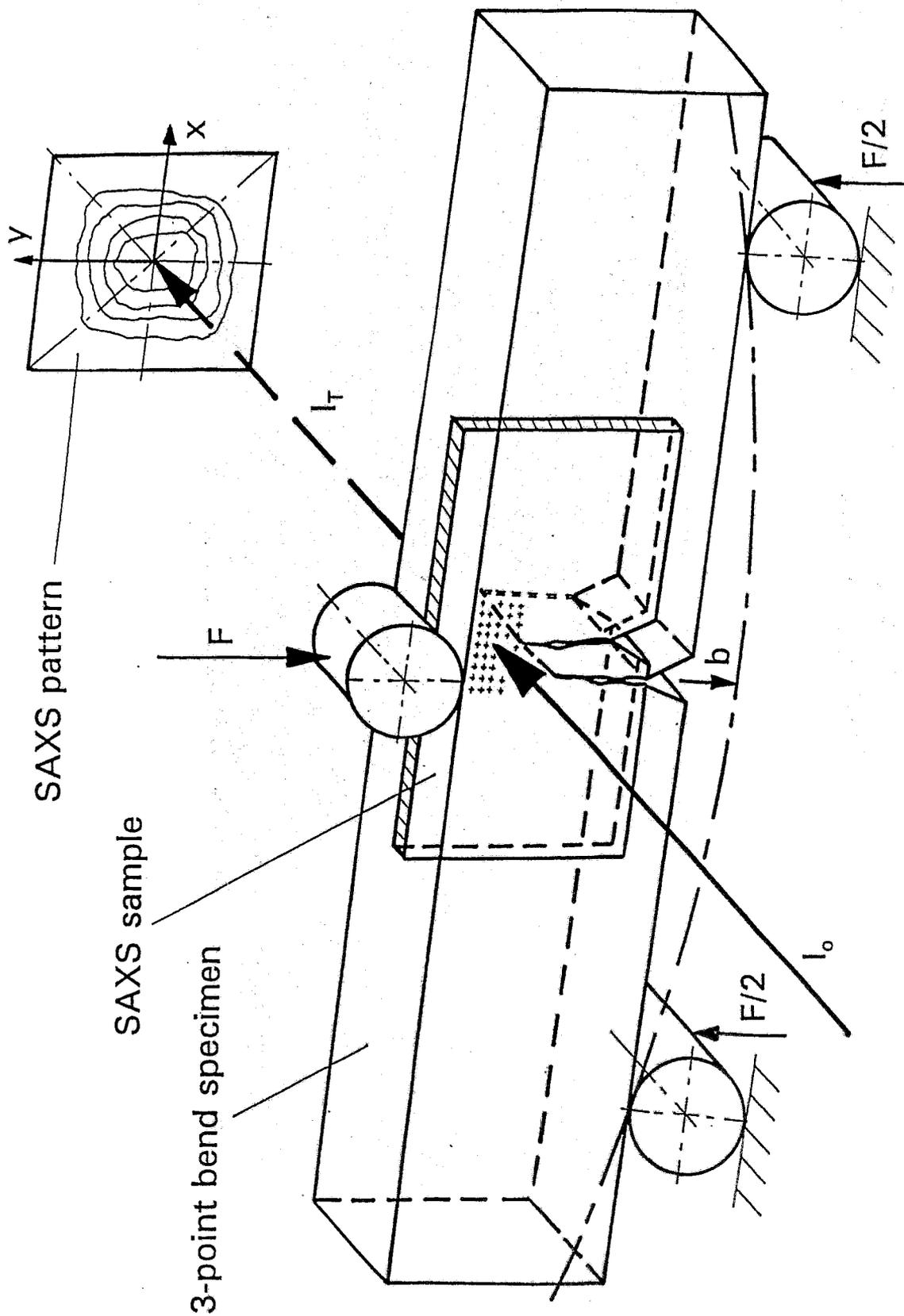


Abb. 3 Belastungsprinzip und Lage der Probe für SM-SAXS-Experiment



Abb. 4 Gefüge in der Umgebung der Risspitze nach Biegebelastung einer Probe aus Al99.5  
Elektrolytisch geätzt in wässriger 20%iger HBF<sub>4</sub>-Lösung, polarisiertes Licht



Abb. 5 Gefüge in der Umgebung der Rißspitze nach Biegebelastung einer Probe aus AlMgSi1  
Elektrolytisch geätzt in wäßriger 20%iger  $\text{HBF}_4$ -Lösung, polarisiertes Licht



Abb. 6 Gefüge in der Umgebung der Rißspitze nach Biegebelastung einer Probe aus AlMg3  
 oben: poliert  
 unten: Elektrolytisch geätzt in wäßriger 20%iger HBF<sub>4</sub>-Lösung, polarisiertes Licht

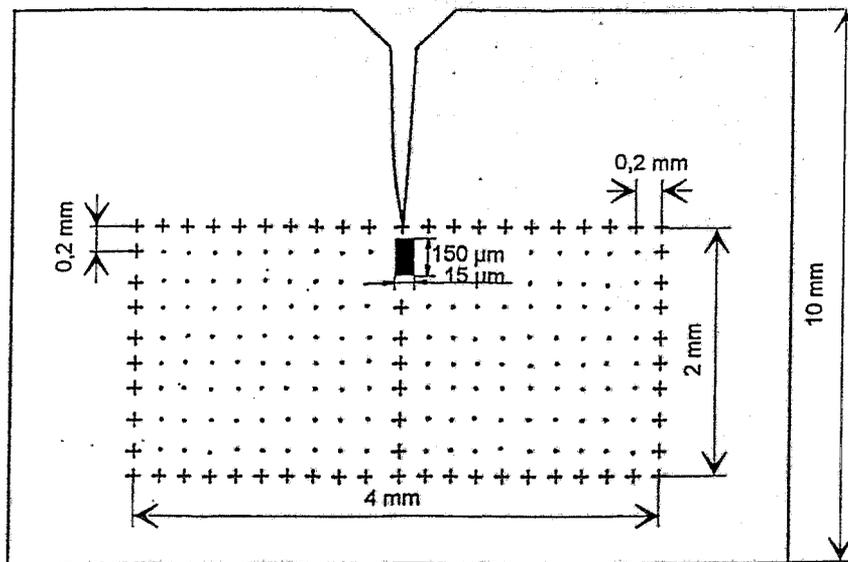
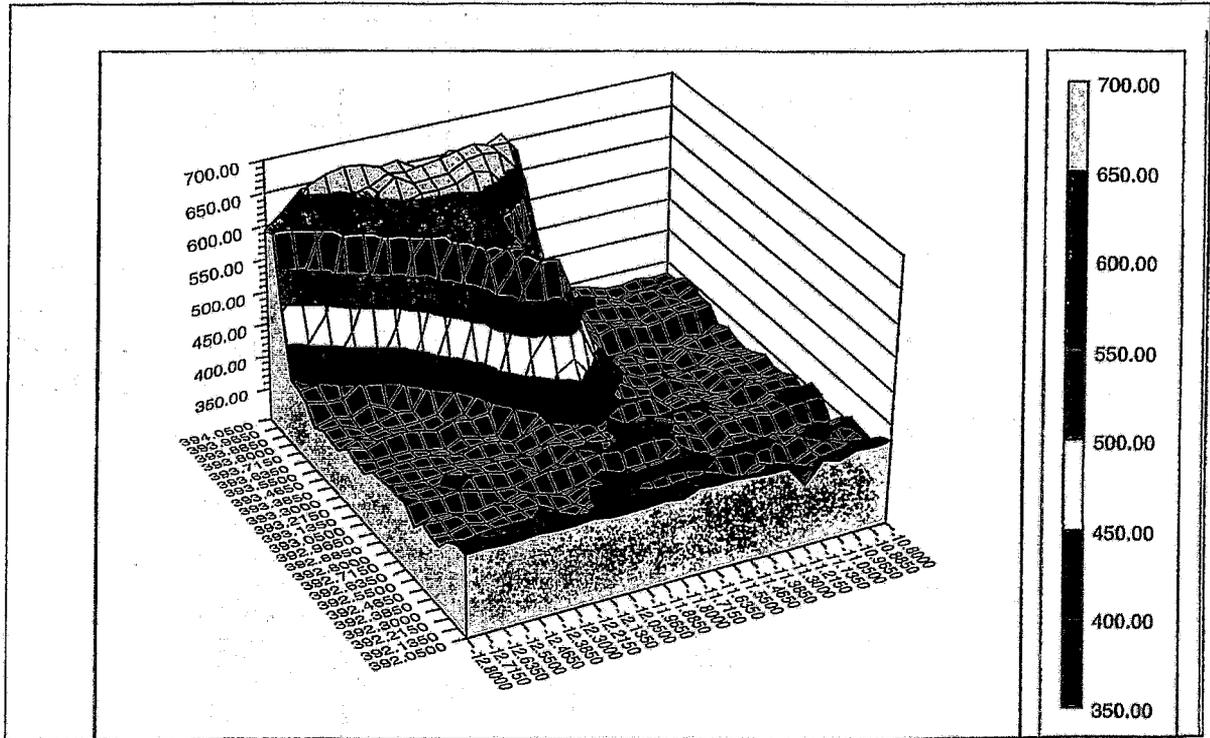
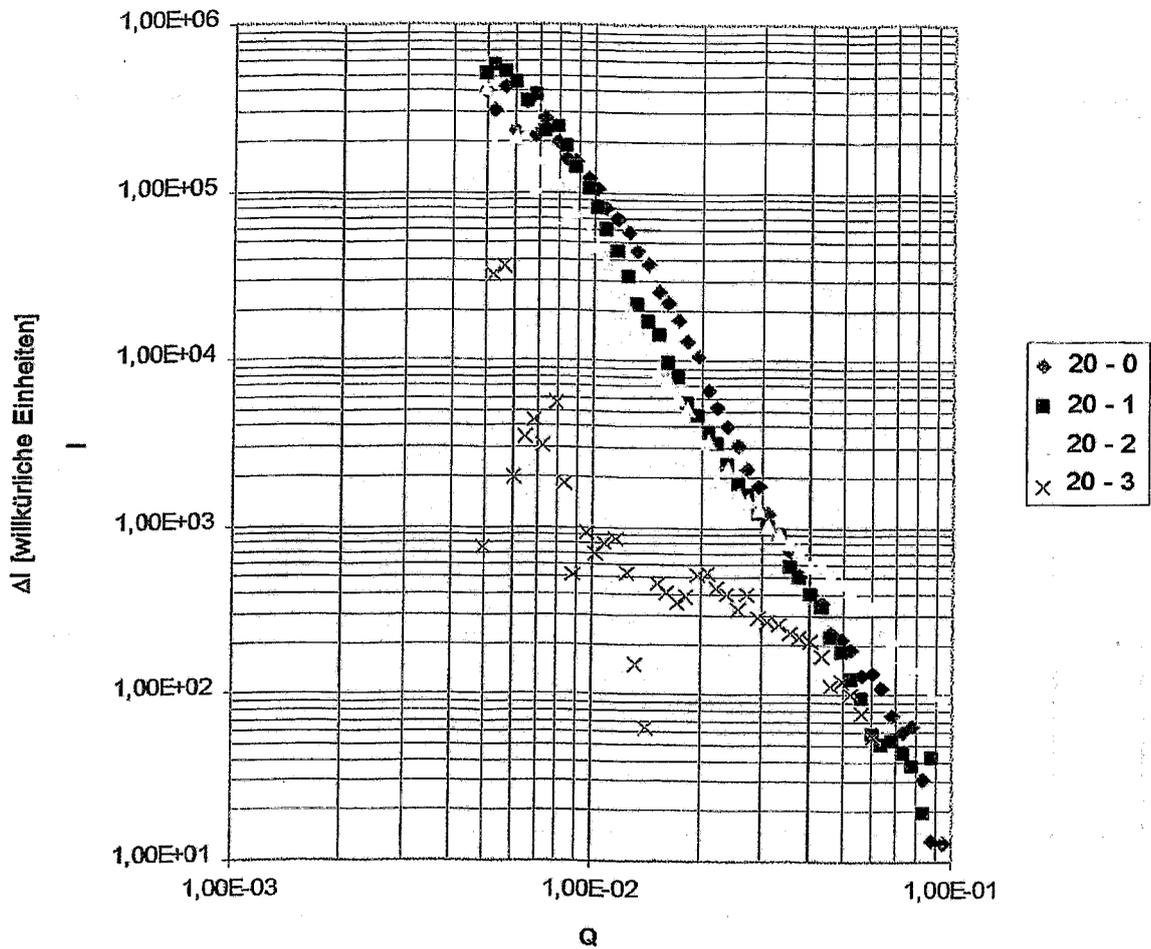


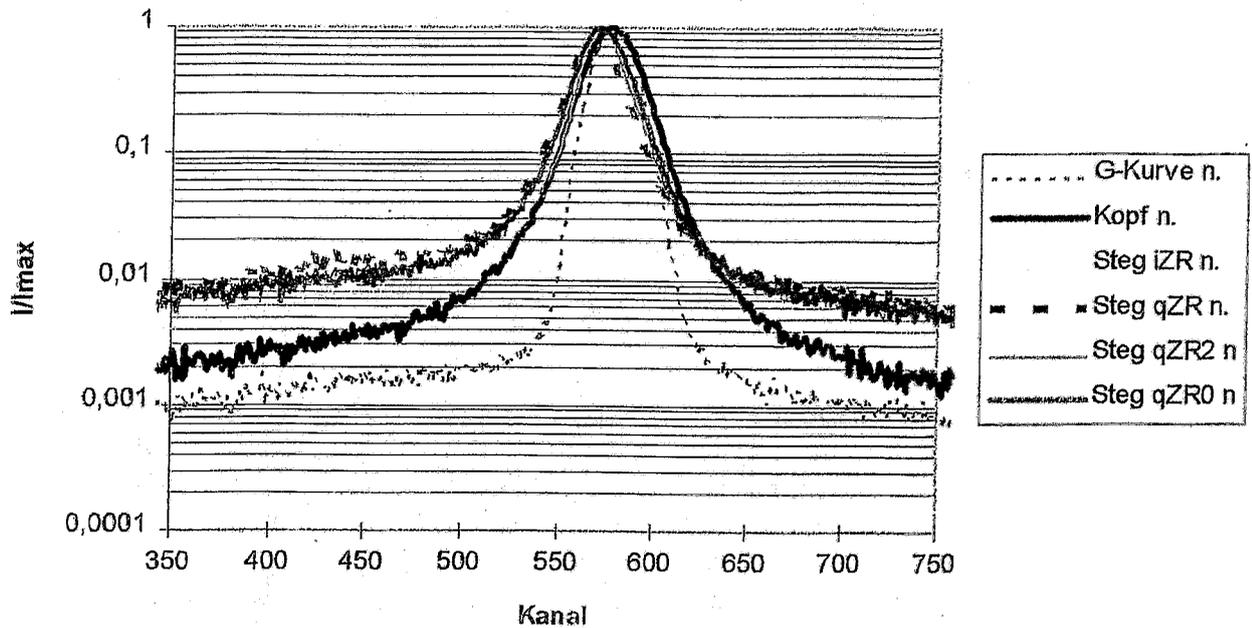
Abb. 7 Meßraster bei SM-SAXS-Experiment



**Abb. 8** 3d-Rekonstruktion der Transmission in Rißnähe  
 (x,y-Achsen: Verschiebungskoordinaten der Probe in mm,  
 z-Achse: Registrierte Intensität in willkürlichen Einheiten)



**Abb. 9** Verformungsbedingte Röntgen-Kleinwinkelstreuung von zugverformtem AlMgSi1 innerhalb und außerhalb der Einschnürung  
 (Meßebene senkrecht zur Zugrichtung orientiert, 0,1,2,3 = Meßposition, Abstand in mm vom Zentrum der Einschnürung)



**Abb. 10** Vergleich der normierten Neutronenkleinwinkelstreuung für Zugproben aus AlMgSi1, gemessen an unterschiedlichen Positionen und in 2 zueinander senkrechten Richtungen  
 (G-Kurve n - normierte Gerätekurve, Kopf - Einspannkopf, Steg - Einschnürzone, iZR - Zugrichtung parallel zur Meßebe, qZR - Zugrichtung senkrecht zur Meßebe, 0; 2 - Abstand vom minimalsten Querschnitt, n - normiert)

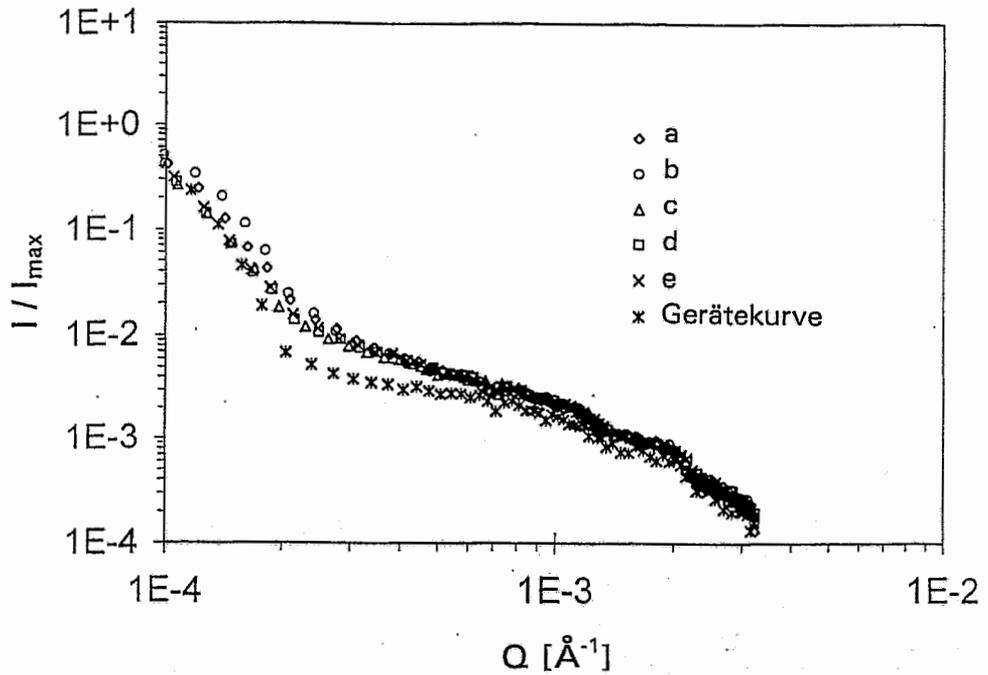


Abb. 11 Vergleich der SANS-Intensität von zugverformtem A199.5 für verschiedene axiale Meßpositionen  
 Probenorientierung: Zugrichtung senkrecht zur Meßebene  
 (a-e: unterschiedliche Meßpositionen)

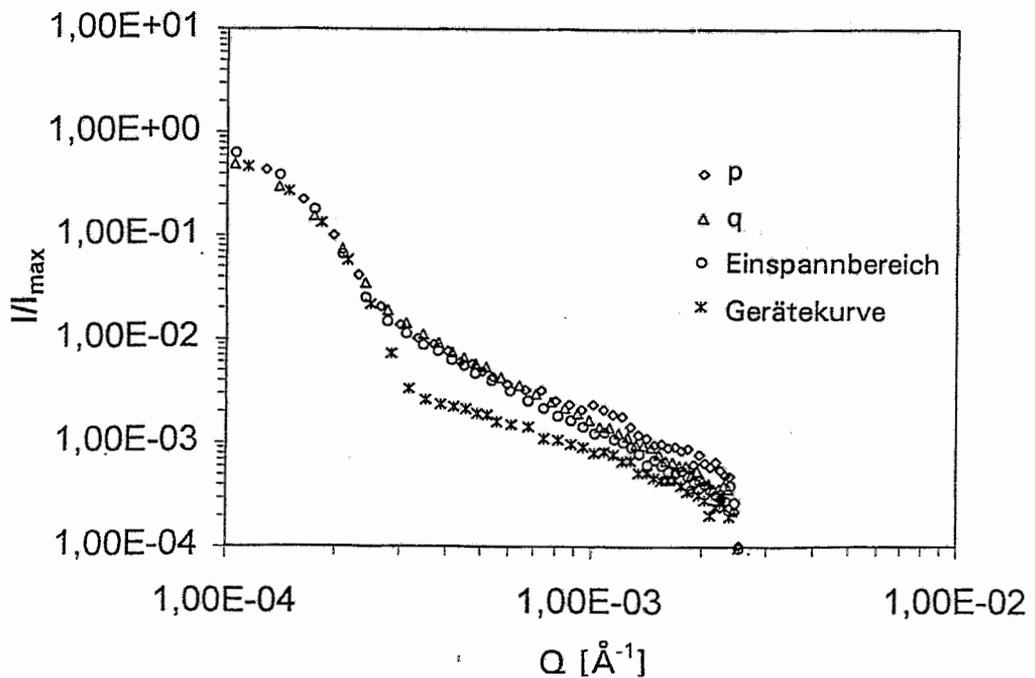


Abb. 12 Vergleich der SANS-Intensität von zugverformtem A199.5 für verschiedene axiale Meßpositionen  
 Probenorientierung: Zugrichtung parallel zur Meßebene

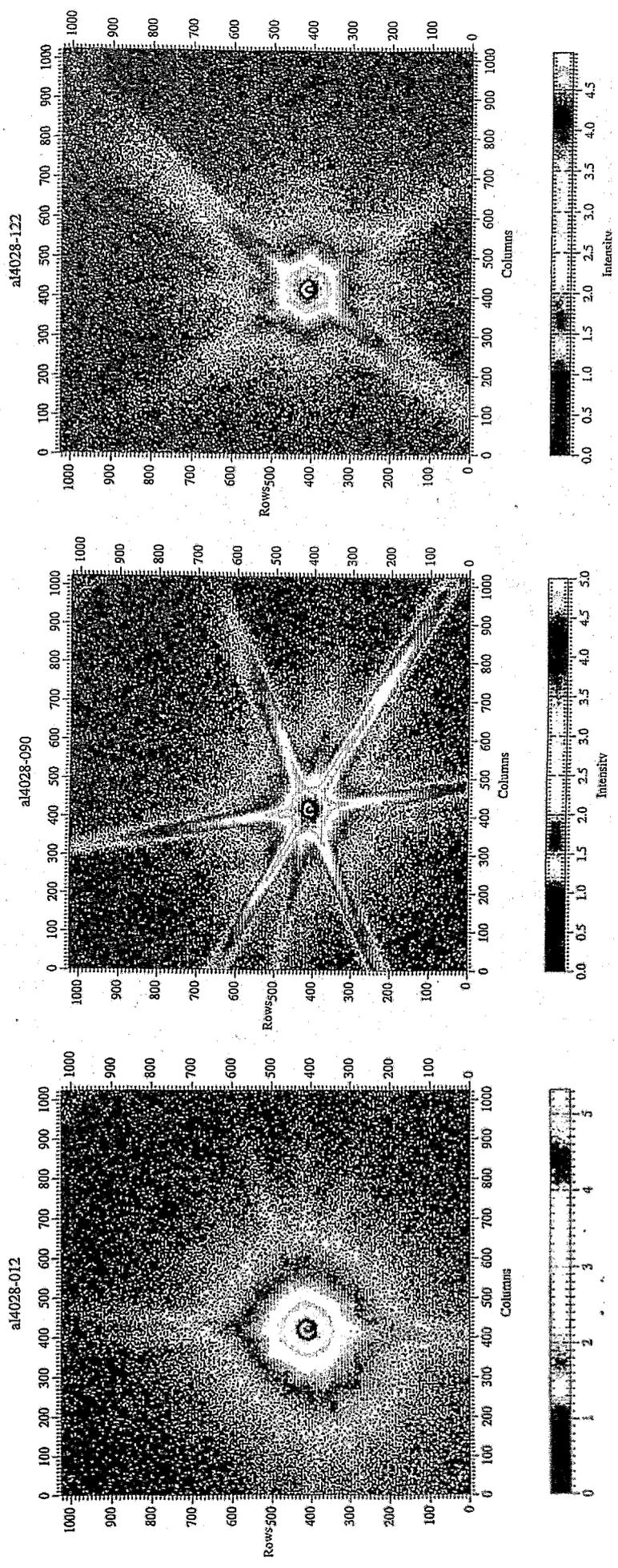
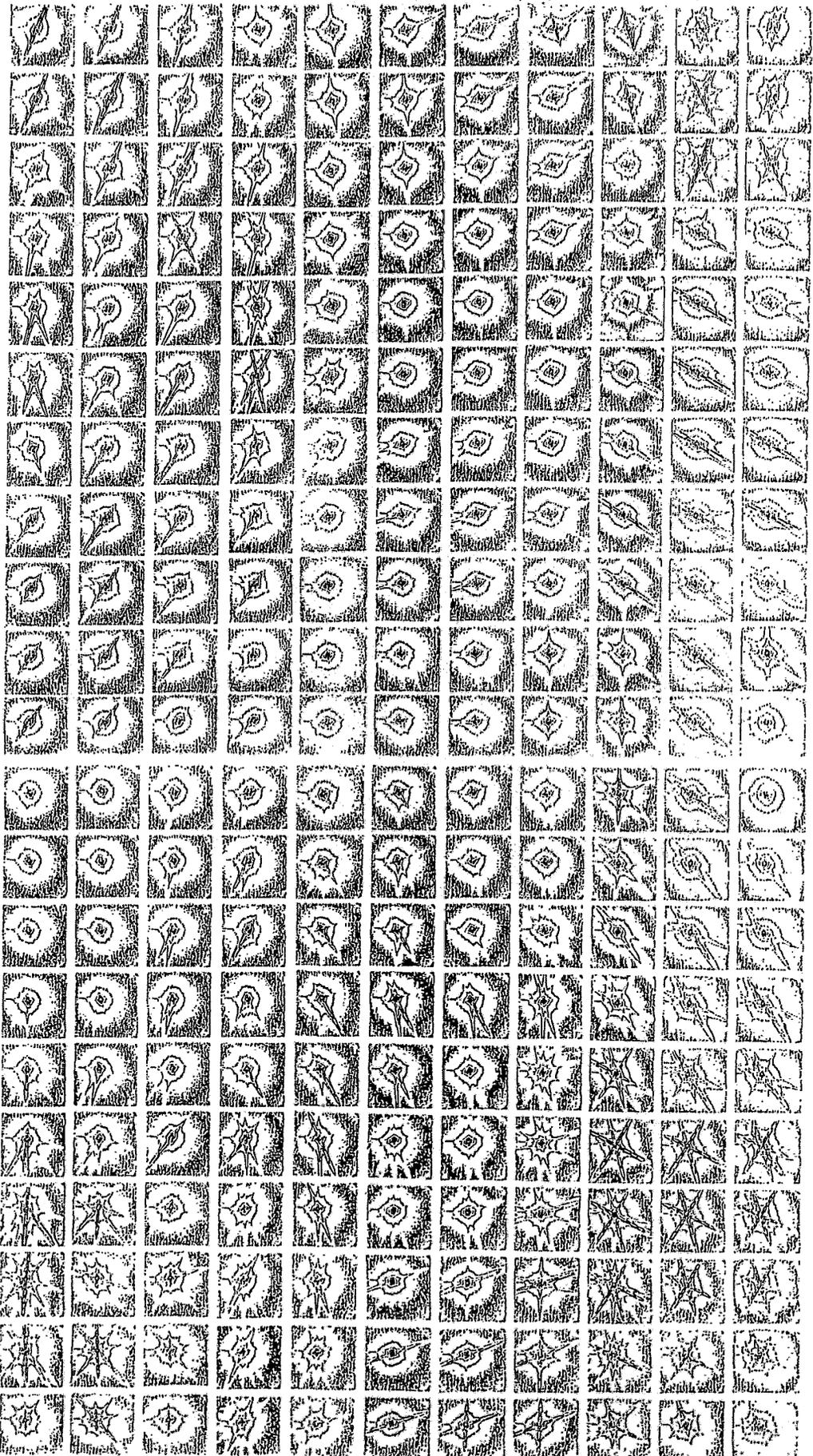


Abb. 13 2d-Verteilung der Röntgenkleinwinkelstreuung von gebogenem Al99.5 an unterschiedlichen Positionen vor der Rissspitze

Abb. 14 Streubildverteilung im 2 mm x 4 mm Bereich vor der Rißspitze einer gebogenen Probe aus Al99.5



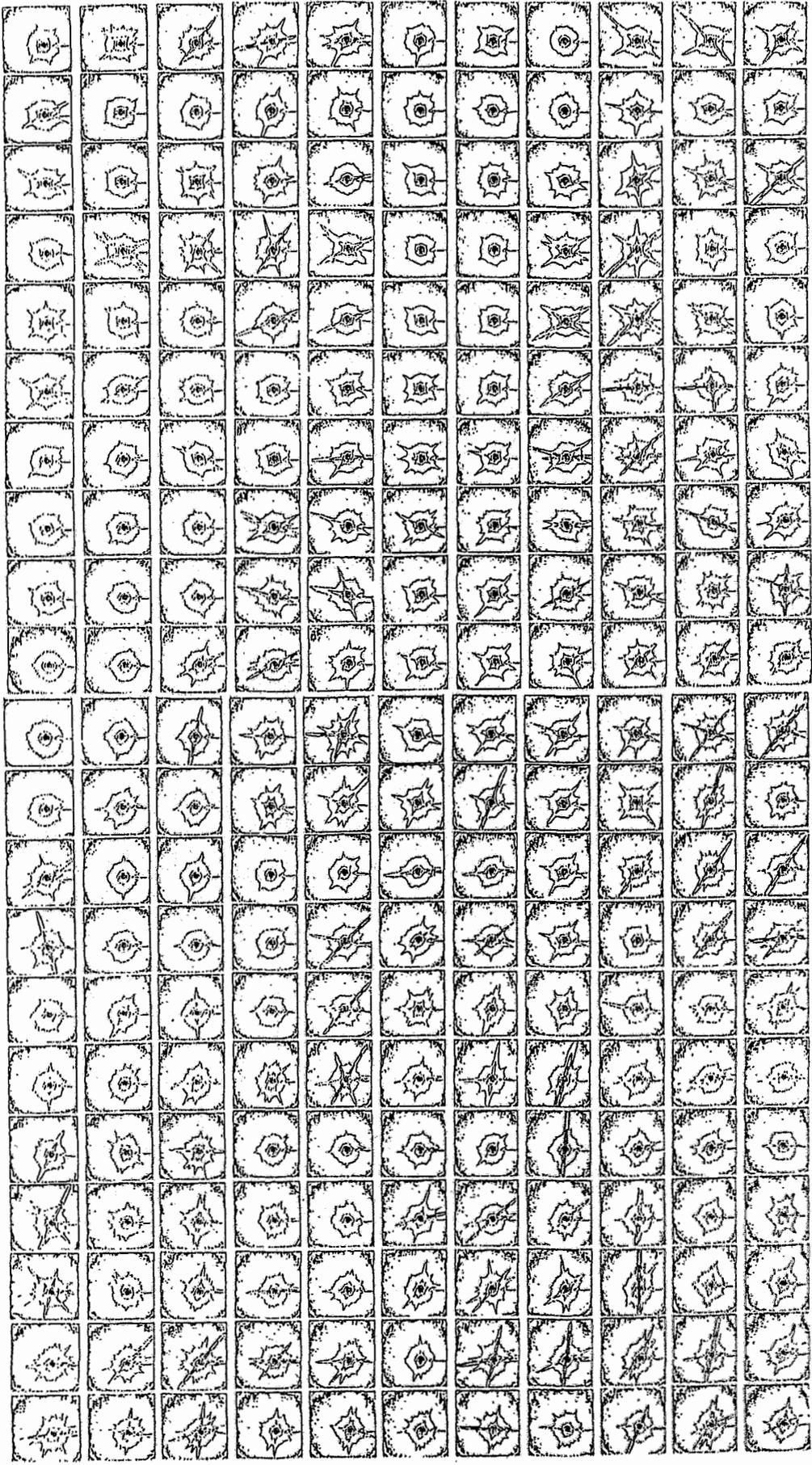


Abb. 15 Streubildverteilung im 2 mm x 4 mm Bereich vor der Rißspitze einer gebogenen Probe aus AlMgSi1

**crack**

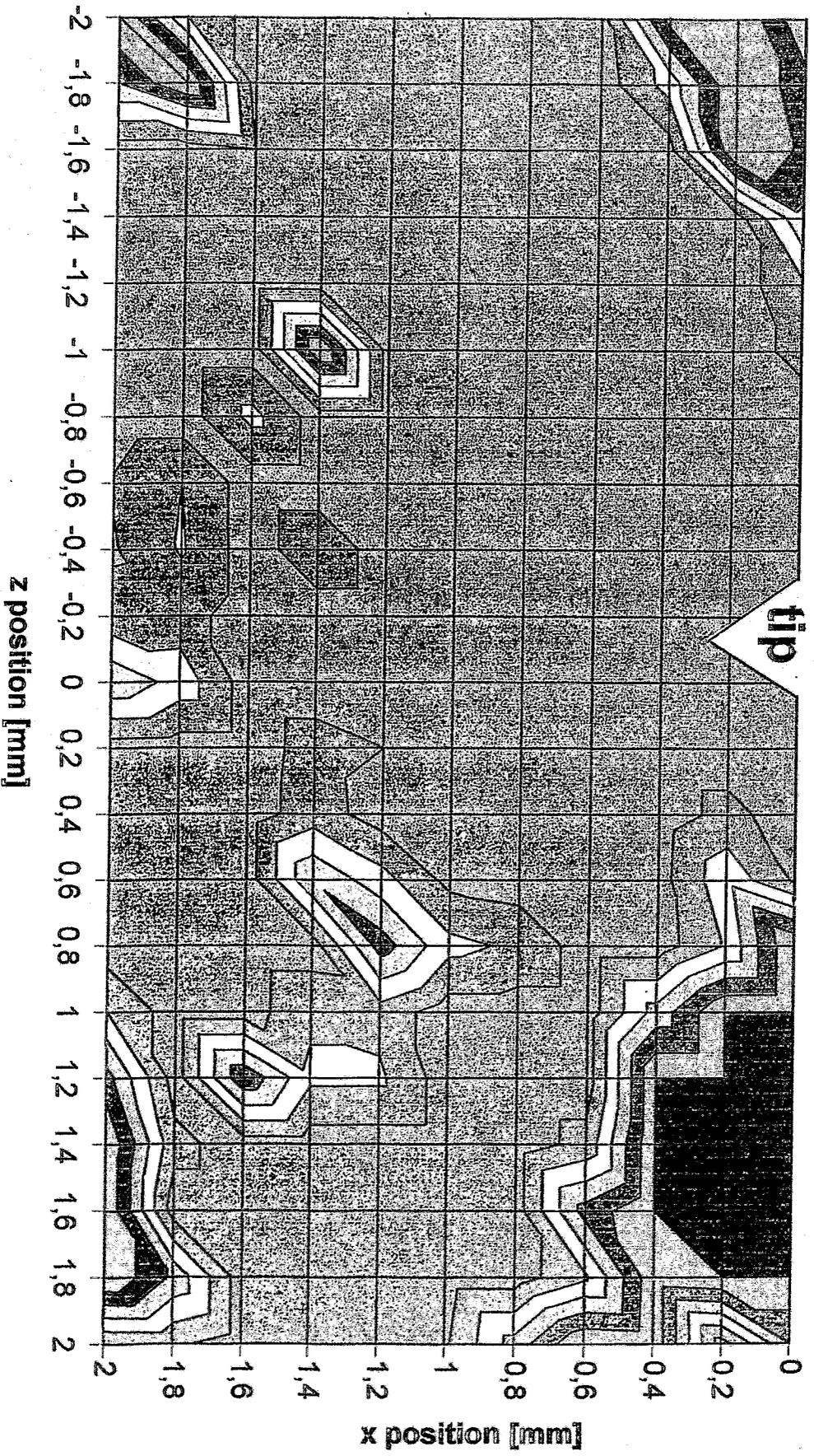


Abb. 16 2d-Verteilung der Gesamtenergie der Streustreaks für eine gebogene Probe aus Al99.5

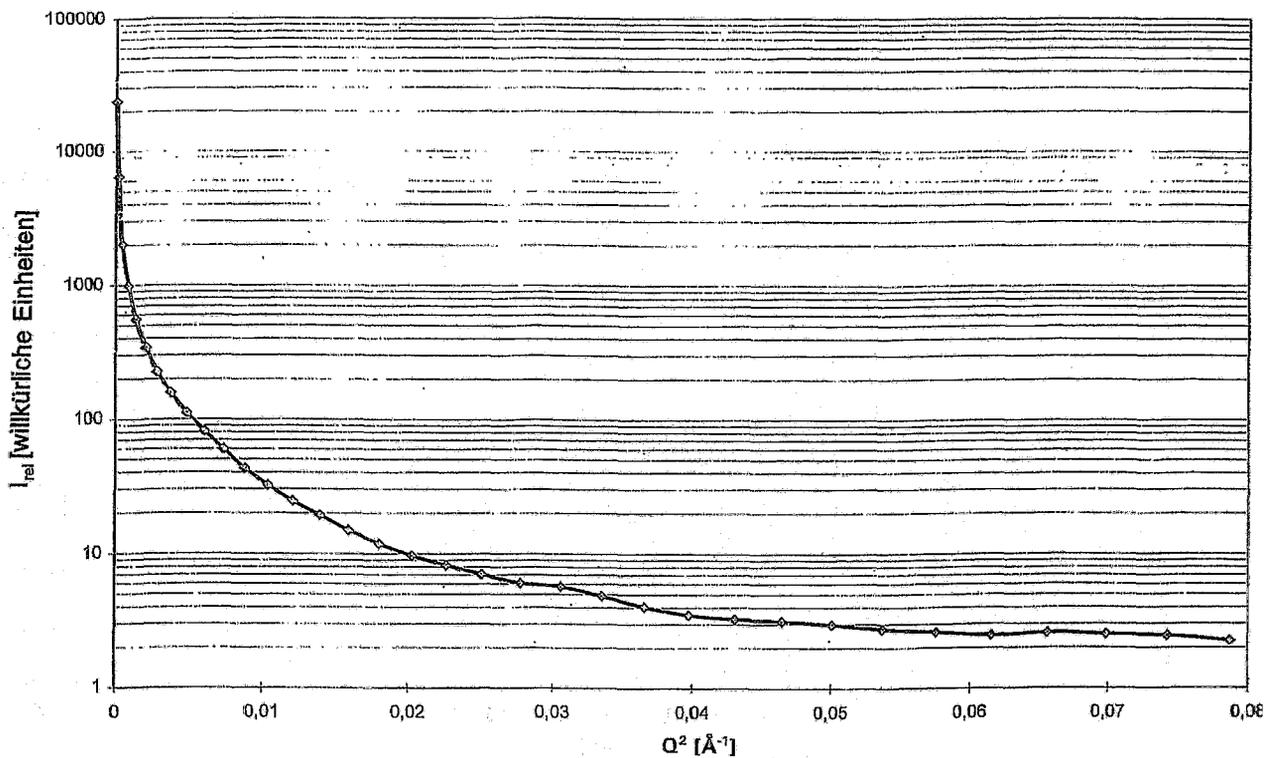


Abb. 17 Guinier-Darstellung der azimuthal gemittelten Streuintensität über den Streuvektor ( $\lg I$ - $Q^2$ -Plot) für eine beliebige Meßposition

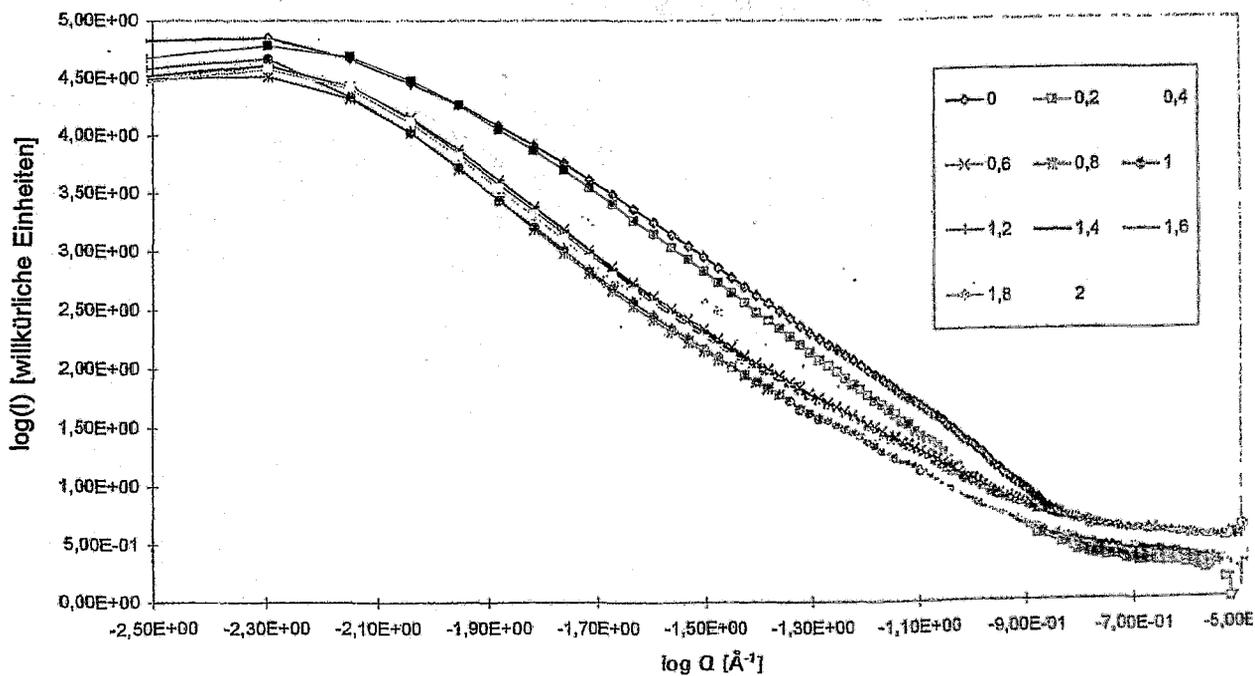
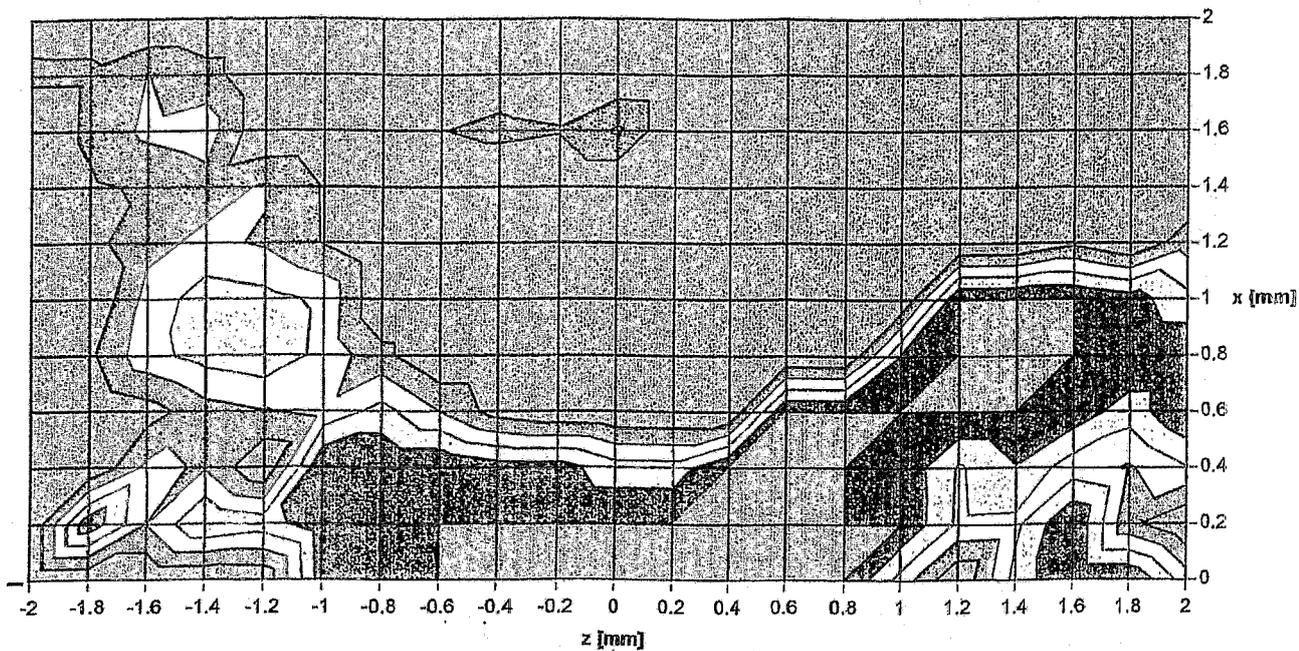
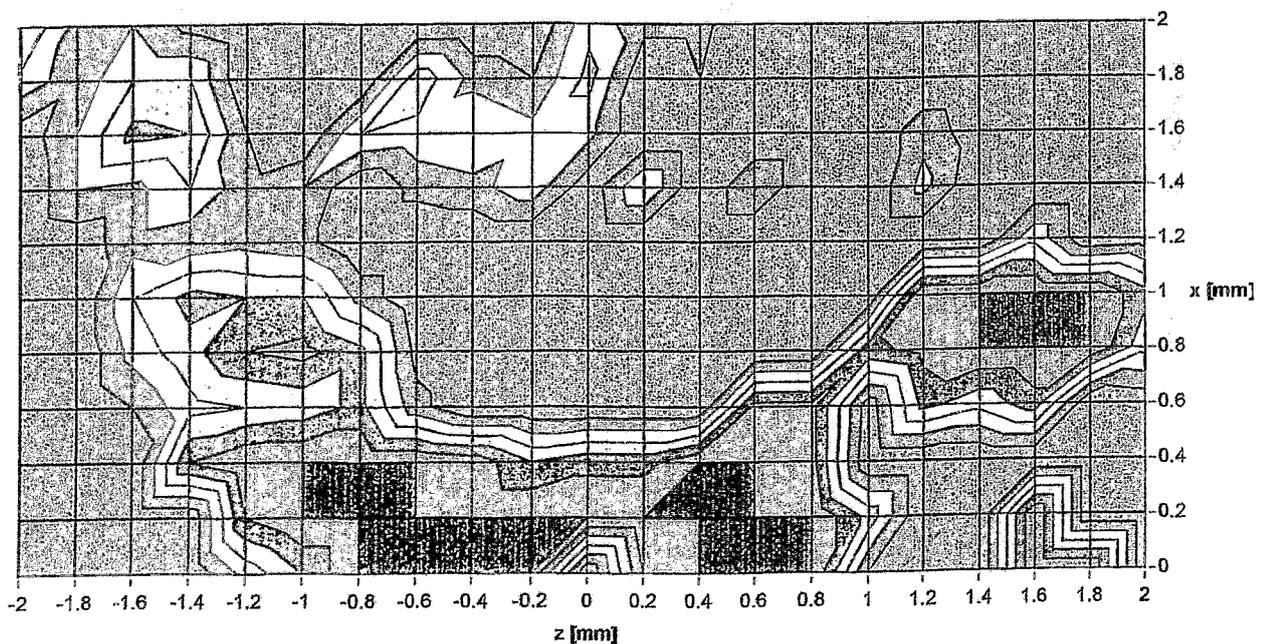


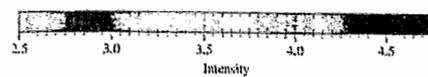
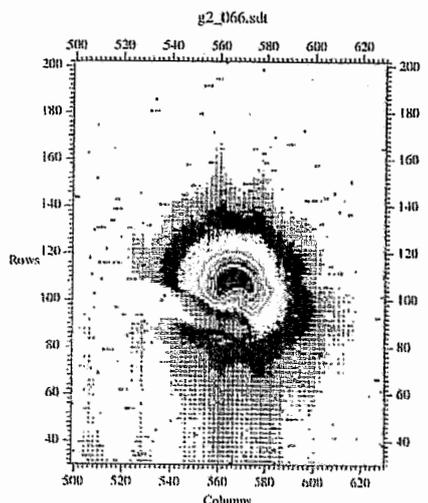
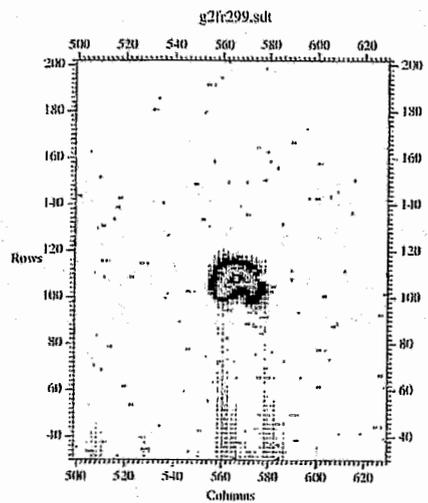
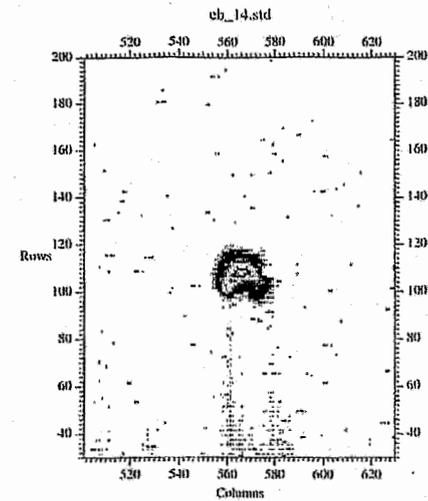
Abb. 18 Abhängigkeit der Kleinwinkelstreuintensität (azimutal gemittelt) vom Streuvektor  $Q$  für verschiedene Abstände von der Rißspitze  
 Probe: Al99,5, gebogen (Zahl: Abstand von der Rißspitze in mm)



**Abb. 19** 2d-Verteilung der integralen Streuintensität  $I_{int}$  für eine gebogene Probe aus Al99.5 (Koordinate der Rißspitze 0,0)



**Abb. 20** 2d-Verteilung des Exponenten  $\alpha$  der Porod-Gleichung für eine gebogene Probe aus Al99.5 (Koordinate der Rißspitze 0,0)



**Abb. 21** 2d-Verteilung der Streuintensität bei SM-SAXS mit Bragg-Fresnell-Linse

- oben: Leerstrahl
- mitte: AIMg-3-Biegeprobe, Position fern vom Riß
- unten: AIMg-3-Biegeprobe, Position nahe der Rißspitze

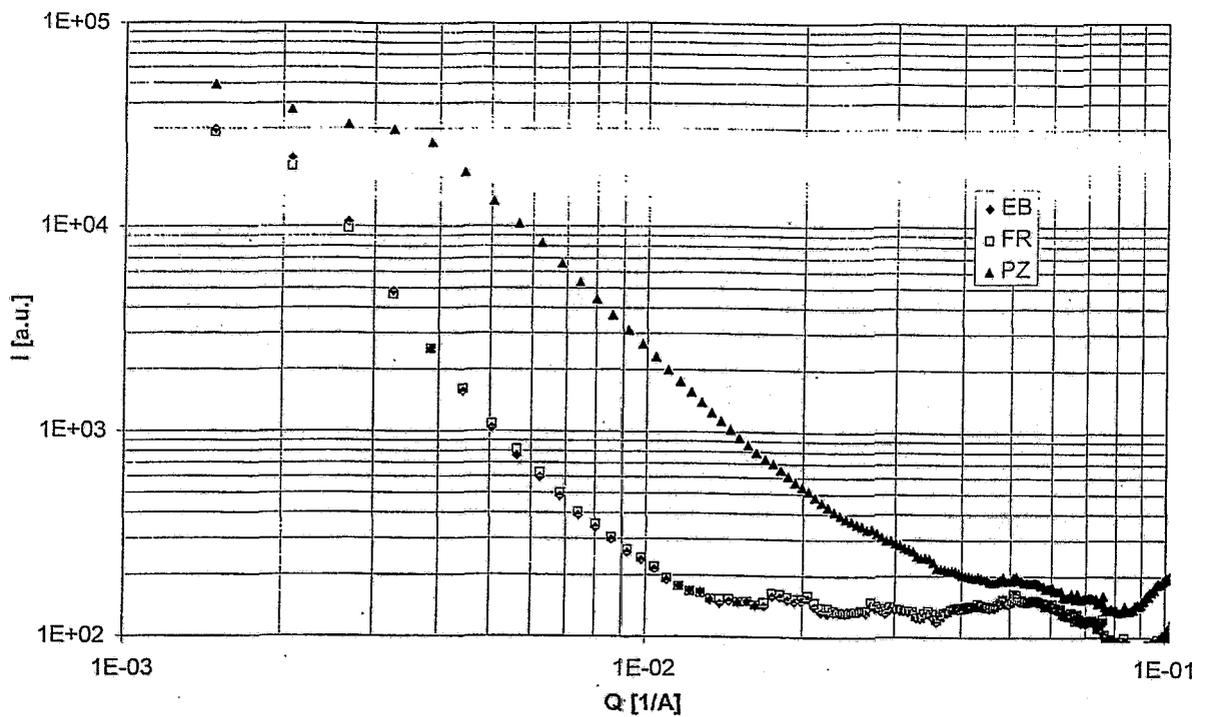


Abb. 22 Abhängigkeit der Kleinwinkelstreuintensität (azimutal gemittelt) vom Streuvektor  $Q$  für SM-SAXS-Experiment mit Bragg-Fresnell-Linse, AlMg-3-Biegeprobe  
Position: EB - Leerstrahl, FR - entfernt vom Riß, PZ - nahe Rißspitze

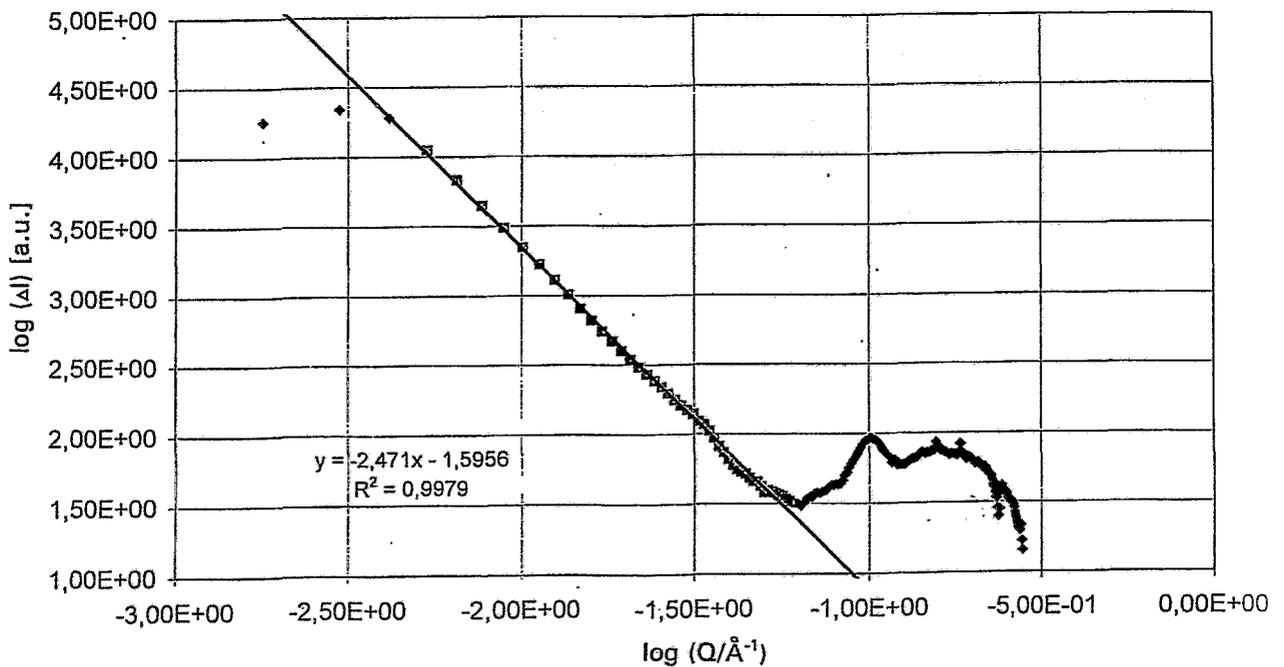


Abb. 23 Abhängigkeit der azimutal gemittelten Kleinwinkelstreueung vom Streuvektor  $Q$  für eine Position nahe der Rißspitze nach Leerstrahl-Korrektur  
SM-SAXS-Experiment mit Bragg-Fresnell-Linse, AlMg-3-Biegeprobe

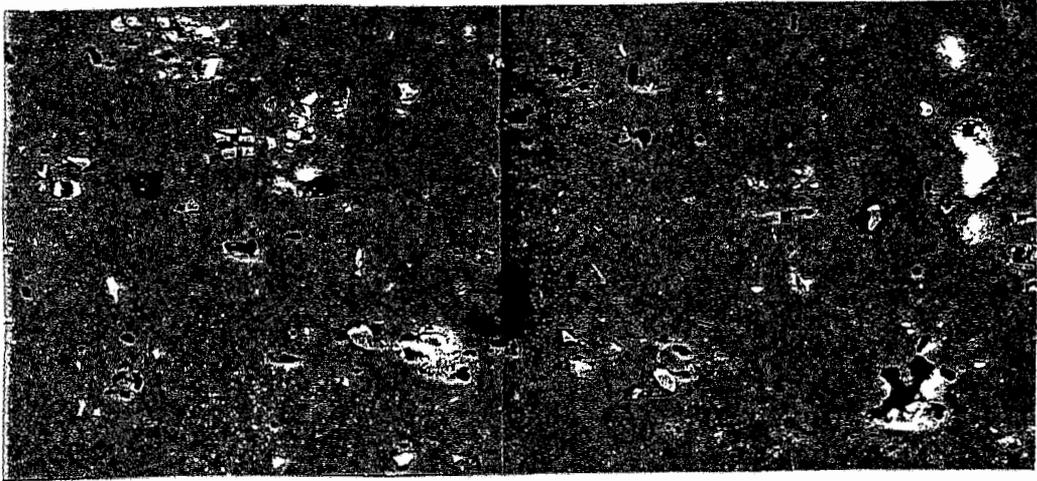


Abb. 24 REM-Aufnahme eines Längsschliffes einer zugverformten Al-Probe

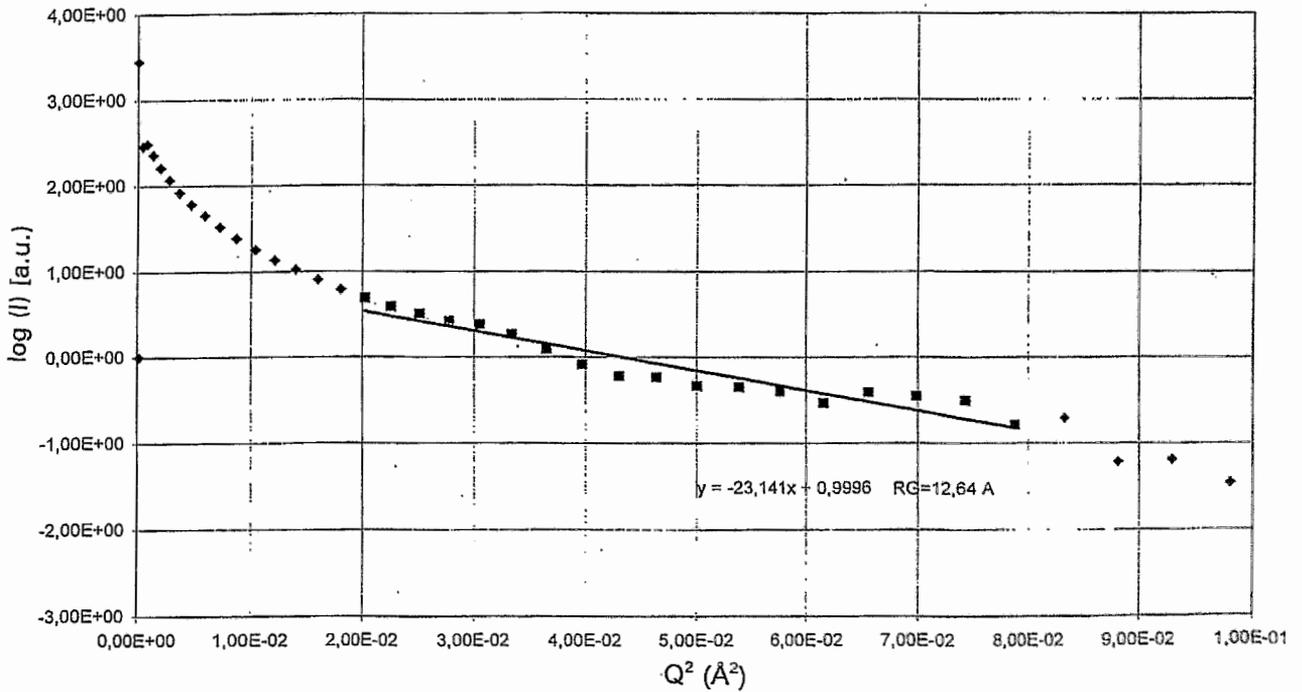


Abb. 25 Guinier-Darstellung der Differenz der azimuthal gemittelten Streuintensität zwischen Streak und streakfreiem Bereich