

# EIN VORSCHLAG ZUR PRAKTISCHEN-QUANTITATIVEN ERMITTLUNG DER KOMPONENTENANTEILE EINER KRISTALLMISCHUNG DURCH DIE AUSWERTUNG VON DEBYE-SCHERRER AUFNAHMEN

A. Halim DEMİRCİ\*

## ZUSAMMENFASSUNG

*Es wurde hier ein Auswerteverfahren gegeben, das es gestattet, anhand der Debye-Scherrer Aufnahmen polykristallinen Werkstoffe nach ihren Substanzen und deren quantitativen Anteilen in der Zusammensetzung, gegenüber dem zeitaufwendigen Verfahren, auf praktischem Wege zu analysieren. Das vorgeschlagene Verfahren hat keinen Anspruch auf eine hohe Messgenauigkeit. Vielmehr soll es bei der Verfolgung eines bestimmten werkstoffkundlichen Prozesses wie die Anteilbestimmung einer Beschichtung sowie der Verschleissprodukte in einem Reibungssystem in Abhängigkeit von Versuchsbedingungen, wegen seiner sehr praktischen und systematischen Einsetzbarkeit vorgezogen werden.*

## ÖZET

**Debye-Scherrer-Filmlerinin Değerlendirilmesiyle Bir Kristalkarışımının Bileşenlerinin Pratik Yoldan ve Kantitatif Olarak Tayini İçin Bir Yöntem Teklifi**

*Burada, Debye-Scherrer-Filmlerinden yararlanılarak polikristalli bir malzemenin bileşenlerinin cinsi ve miktarını kantitatif olarak ve zaman alıcı diğer yöntemlere göre çok pratik yoldan tayinini sağlayan bir yöntem verildi.*

---

\* Prof. Dr.; Fakultät für Ingenieurwesen der Universität-Uludağ, Görükle Bursa-Türkei.

*Teklif edilen yöntem yüksek ölçme hassasiyeti iddiası taşımamakla birlikte, bir kaplama tabakasının analizi veya belirli bir sürtünme sisteminde aşınma ürünlerinin deney parametrelerine bağımlılığının incelenmesi gibi, belirli bir metalurjik olayın sistematik izlenmesinde kolay uygulanabilirliği dolayısıyla tercih edilebilir.*

## I. EINLEITUNG

Es gibt zahlreiche werkstoffliche Vorgänge, zu deren Interpretation die Analyse einschlägiger Reaktionsprodukte erforderlich sind. Als Beispiel hierfür sind die Bestimmung der Art und des Anteils der entstehenden Oberflächenschichten in Abhängigkeit der Beschichtungsbedingungen eines Körpers sowie die Anteilbestimmung der Abriebprodukte als Funktion von den Einflussgrößen eines betrachteten Reibungssystems zu nennen.

Da die mechanischen und chemischen Eigenschaften der Oberflächenschicht aus z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sehr stark von ihrer Zusammensetzung abhängen, wird es notwendig, die Beschichtung nach ihren Substanzen ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  und/oder  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) und deren quantitativen Anteilen in der Zusammensetzung zu analysieren.

Eine schnelle und leicht durchführbare Methode zum Auswerten ist hier besonders erforderlich, um die Ergebnisse, fortlaufend, mit denen der weiteren Herstellungsbedingungen vergleichen und zu deren Interpretation heranziehen zu können. Anhand so erzielter Kenntnisse über Substanzanteile im Verschleissprodukt wird es auch noch möglich sein, über z.B. die Art und Grösse der an einem beobachteten Reibungs- und Abnutzungsvorgang beteiligten Komponenten zutreffendere Aussagen machen zu können.

Wegen des geringen Probenedarfs und der Wiederholbarkeit ist man meistens auf Debye-Seherrer-Verfahren angewiesen. Anhand dieses Verfahrens kann aber keine praktisch durchführbare, quantitative Aussage über die Bestandteile vorhandener Reaktionsprodukte gemacht werden.

Es soll daher den Anteilbestimmungen der gegebenen, o.g., Werkstoffe ein praktisches Auswerteverfahren zugrundeliegen, das nicht zeitaufwendig ist, und einfach aber auch mit ausreichenden Genauigkeit eingesetzt werden kann.

## 2. GRUNDLAGEN DES VERFAHRENS

Röntgenographische Untersuchungen an kristallinen Körpern beruhen auf dem Bragg'schen Gesetz über Röntgenstrahlbeugung. Dieses Gesetz ist durch die Gleichung  $\lambda = 2d \sin \alpha$  gegeben<sup>1,2</sup> und drückt die Bedingungen der Phasenübereinstimmung zwischen den durch die verschiedenen Atome des Kristalls gebeugten Wellen aus, wobei

- d: der Abstand benachbarter Gitterebenen
- $\lambda$  die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung



–  $\theta$  der Winkel zwischen dem einfallenden Röntgenstrahl und den Gitterebenen sind.

Es ist daraus ersichtlich, dass, wie bekannt, die Messung der Reflexionswinkel  $\theta$  die Bestimmung der Gitterebenenabstände im Kristallaufbau ermöglicht, wenn die Wellenlänge der verwendeten Strahlung ( $\lambda$ ) bekannt ist. Parallel zum Glanzwinkel kann auch die Intensität der reflektierten Strahlung in entsprechenden Geräten registriert werden.

Die gesamten Röntgenfeinstrukturuntersuchungen können somit auf zwei Grundinformationen zurückgeführt werden:

1. Information über den Glanzwinkel  $\theta$ .

Dazu gehören u.a. die Spannungsmessungen, die Werkstoffidentifizierung, die Bestimmung der Kristallitgröße und Gitterverzerrung.

2. Informationen über die Intensität der reflektierten Röntgenstrahlung. Hierzu sind u.a. Texturermittlung, die Anteilsbestimmung einzelner Substanzen in einer Mischung (durch das Zählrohr-sowie Debye-Scherrer-Verfahren) zu zählen.

Das Debye-Scherrer-Verfahren findet die grösste Verbreitung unter Feinstruktur-Verfahren anwendung, dessen Gründe u.a. in dem geringen Probedarfen ( $\approx 0,1$  mg) und in der einfachen Handhabung zu suchen sind.

Alle für den Werkstoff charakteristischen Glanzwinkel ( $\theta$ ) können von den Interferenzringen auf dem Röntgenfilm, der nach der bekannten Methode<sup>1,2</sup> hergestellt wird, bestimmt und die entsprechenden Gitterabstände ( $d$ ) nach der Bragg'schen Gleichung berechnet werden. Mit Hilfe der ASTM-Kartei (American Society of Testing and Materials) wird, somit die unbekannt Substanz nach ihren Gitterabständen ( $d$ ) identifiziert.

### 3. QUANTITATIVE ANTEILBESTIMMUNG EINES GEMISCHES ANHAND VON RÖNTGENAUFNAHMEN

Die Auswertung erfolgt nach einer Linienintensitäts-schätzung ausgewählter Beugungslinien durch die Bildung von Intensitätskoeffizienten.

Die Intensitätskoeffizienten werden so definiert, dass die Einflüsse ungleicher Aufnahmebedingungen, die durch eine Schwankung der Untergrund- und Linienintensitäten zum Ausdruck kommen, eliminiert werden.

Die einzelnen Schritte seien hier anhand eines Beispiels

( $\alpha$ -Fe +  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Mischung) angeführt:

– Auswahl von je zwei typischen Beugungslinien für die  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Substanz:

die Linien (110) und (211) für  $\alpha$ -Fe

die Linien (104) und (110) für  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

- Intensitätsangabe der einzelnen Beugungslinien jeder Probe relativ zueinander, wobei der stärksten Linie einer Aufnahme die Intensität 100 %, den anderen, entsprechend visueller Einschätzung, weniger zugeordnet wird.

- Errechnung von relativen Intensitätskoeffizienten ( $i_{1-n}$ ):

$$i_1 = \frac{I_3}{I_1 + I_3} \quad i_2 = \frac{I_3}{I_2 + I_3} \quad i_3 = \frac{I_4}{I_1 + I_4} \quad i_4 = \frac{I_4}{I_4 + I_2} \quad (1)$$

wobei:

$I_1$  (110)-Linienintensität von  $\alpha$ -Fe

$I_2$  (211)-Linienintensität von  $\alpha$ -Fe

$I_3$  (104)-Linienintensität von  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

$I_4$  (110)-Linienintensität von  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

sind.

- Übertragung der  $i$ -Werte der Eichaufnahmen in ein Diagramm (Bild 1), das aus Mischungen mit genau definierten prozentualen Substanzmengen angefertigt ist.

- Bestimmung der Materialanteile ( $f$ ) im Untersuchungsgemisch anhand des Eichproben-Diagrammes und der gefundenen  $i$ -Werte, wonach eine arithmetische Mittelwertbildung folgen wird:

$$f = \frac{\sum_{i=1}^4 f_i}{4} \quad (2)$$

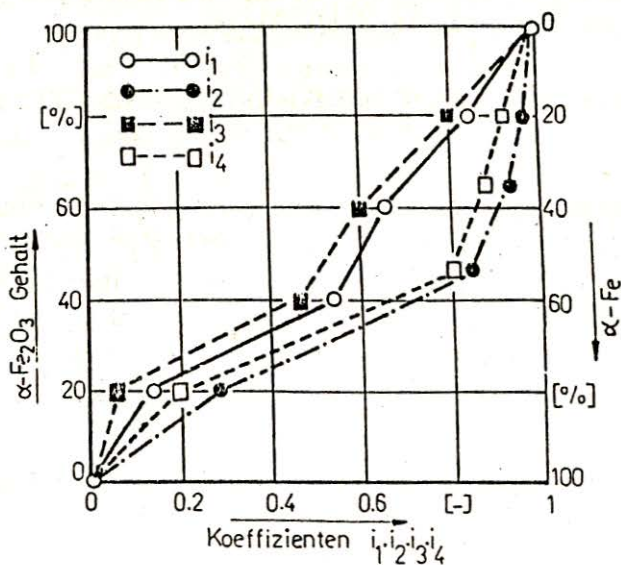


Bild 1 - Eichdiagramm zur Ermittlung der  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Anteile (experimentell hergestellt)

Die hier angegebene Auswertungsmethode wurde in der Analyse zur Beobachtung der Reaktionsschichtbildung verschiedener Fe-Reibungswerkstoffe angewendet<sup>3</sup>.

Die Untersuchungen in einem definierten Reibungssystem mit den Waelzpaarungen Ck 45/Ck 45 haben gezeigt, dass sich die Abnutzungsprodukte ausschliesslich aus  $\alpha$ -Fe und  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zusammensetzen. Jedoch haengen ihre Anteile in der Mischungssubstanz neben der Zusammensetzung des Grundwerkstoffes insbesondere von der Beanspruchung (hier vom Schlupf) ab. Bild 2 zeigt die Aenderungen der Abriebszusammensetzung für die Ck 45/Ck 45-Waelzpaarung in einem grossen Schlupfbereich.

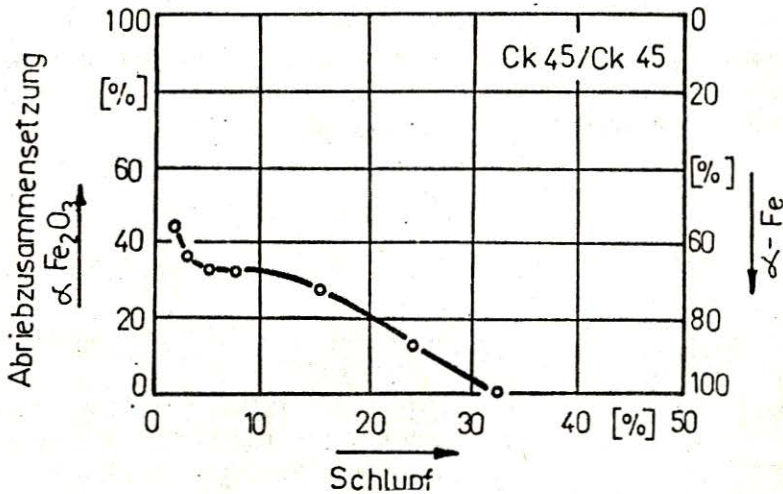


Bild: 2 - De Abhängigkeit der Abriebssubstanzanteile vom Schlupf<sup>3</sup>

Durch diese Untersuchungen und Darstellungen können schliesslich konkrete Aussage über die Beteiligungsgrösse der Verschleissmechanismen am jeweiligen Reibungsgeschehen gemacht werden. Dies wird auch erlauben, die Untersuchungsergebnisse aus aehnlichen Systeme im Labor sowie aus der Praxis miteinander konkret vergleichen und daraus Rückschlüsse ziehen zu können.

#### 4. DISKUSSION

Da dem Auswerteverfahren eine visuelle Intensitaetsschaetzung der ausgewählten Beugungslinien zugrundegelegt, kann eine hoch empfindliche Anteilbestimmung nicht ohne weiteres erzielt werden.



Wenn aber die o.g. Beugungslinien auf dem Röntgenfilm mit einem Mikrodensitometer ausgewertet wird, kann die mit der visuellen Intensitätsabschätzung verbundenen Fehler ausgeschaltet und somit Messgenauigkeit erhöht werden. Dieses Verfahren kann auch in der Ermittlung der Bestandteile anderer Zweikomponenten-Kristallmischung Anwendung finden. Es müssen nur für den vorliegenden Fall typischen Beugungslinien ausgesucht und zum Auswerten in Betracht gezogen werden: Wenn es sich um  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  und  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  handeln würde, sollten

(104) - und/oder (113) - Linien für  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

(400) - und/oder (440) - Linien für  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

vorgezogen werden.

Für ein Dreikomponentensystem kann das Verfahren nicht ohne weiteres verwendet werden. Dazu müssten andere Faktoren betrachtet und spezielle Eichdiagramme mit komplizierten, dreidimensionalen Darstellungen vorbereitet werden, wobei es noch erwogen werden soll, ob das Ziel praktischer Durchführbarkeit in dem Fall nicht verlorengehen wird.

#### LITERATUR

1. GLOCKER, R.: Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, Springer-Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 5. Auflage (1971).
2. NEFF, N.: Grundlagen und Anwendung der Röntgen-Feinstruktur-Analyse, R. Oldenbourg München, 3. Auflage (1977).
3. KRAUSE, H. und A.H. DEMİRCİ: Untersuchungen über bevorzugte Kristallorientierung in den Grenzschichten metallischer Waelzflaechen, Forschungsbericht des Landes Nordrhein-Westfalen, Nr. 2735, Westdeutscher Verlag Opladen (1978).