

Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch - Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich - Wilhelms - Universität

Bonn

vorgelegt von

Karsten Bennewitz

aus Bonn

Bonn im November 2002

Angefertigt mit Genehmigung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: Prof. Dr. Peter Herzog

Tag der Promotion:

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird die Materialermüdung von Titan- und Eisenwerkstoffen mittels Positronenzerstrahlung untersucht. Das Positron dient dabei als Sondenteilchen der zerstörungsfreien Detektion von Fehlern des kristallinen Aufbaus. Ziel ist das Abbilden von Änderungen der Fehlstellendichte im Verlauf einer mechanischen Schädigung durch Zug- und Umlaufbiegeversuche. An gerissenen Umlaufbiege- und CT-Proben wird weiterhin die durch eine erhöhte Fehlstellendichte gekennzeichnete plastische Zone vor der Rissspitze analysiert.

Die Empfindlichkeit des untersuchten Zerstrahlungsparameters (S-Parameter) auf plastische Verformungen wird zunächst in Zugversuchen bestimmt. Es zeigt sich, dass bei allen Werkstoffen zumindest abschnittsweise der S-Parameter linear von der Verfestigung abhängig ist, die durch die plastische Verformung entsteht. Der Korrelationskoeffizient zwischen S-Parameter und Verfestigung ist bei den Titanlegierungen TiAl6V4, Titan „Grade2“ und dem austenitischen Stahl X6CrNiTi 18-10 trotz des unterschiedlichen Gitteraufbaus vergleichbar. Da die Verfestigung wiederum mit der Quadratwurzel der Versetzungsdichte $\sqrt{\rho_{disl}}$ korreliert [Ber89], kann indirekt ein Zusammenhang von S-Parameter und Versetzungsdichte abgeleitet werden.

Die Positronenspektroskopie an den Umlaufbiegeproben zeigt einen linearen Zusammenhang von S-Parameter und Logarithmus der Lastspielzahl im Laufe der Ermüdung. Die Proben aus dem austenitischen Stahl X6CrNiTi 18-10 und dem unlegierten Titan „Grade2“ brechen jeweils bei einem einheitlichen S-Parameterwert und so ist durch Aufnahmen eines Zerstrahlungsspektrums zu verschiedenen Stadien der Ermüdung eine Restlebensdauer vorhersage möglich. Bei den Proben aus dem ferritischen Stahl C45E wird die lineare Korrelation ebenfalls beobachtet, allerdings brechen die Proben nicht bei einem einheitlichen Wert des S-Parameters, was die Genauigkeit einer Lebensdauer vorhersage stark einschränkt. Bei TiAl6V4 ist keine Lebensdauerabschätzung im untersuchten Bereich von $10^3 - 10^6$ Lastwechseln möglich. Hier konnte jedoch die plastische Zone vor der Rissspitze einer Umlaufbiegeprobe abgebildet werden.

Ortsaufgelöste Messungen mit der Bonner Positronenmikrosonde an ermüdeten Umlaufbiegeproben zeigen, dass der S-Parameter bei einer festen Lastwechselzahl proportional der am Probenort wirksamen Spannung ist. Der aus der gewählten Probenform resultierende Spannungsgradient in Probenlängsachse ermöglicht eine Restlebensdauer vorhersage für mehrere Spannungsniveaus an einer Probe, ohne diese zu zerstören. Es wird ein Weg zur Abschätzung der Dauer- und (HCF-) Zeitfestigkeit in einem breiten Spannungsspektrum mit wenigen Prüfungen an einer Probe aufgezeigt.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Kristallbaufehler und Plastizität	3
2.1	Kristallbaufehler	3
2.1.1	Punktdefekte	3
2.1.2	Versetzungen	5
2.1.3	Mehrdimensionale Gitterfehler	9
2.2	Plastizität	10
2.2.1	Zugversuch	10
2.2.2	Wechselverformung	12
2.2.3	Rissbildung und -ausbreitung	17
2.2.4	Plastizität und Positronenzerstrahlung	19
3	Das Positron als Fehlstellensonde	22
3.1	Erzeugen von Positronen	22
3.2	Positronen im Festkörper	24
3.2.1	Thermalisieren	24
3.2.2	Eindringtiefe	24
3.2.3	Diffusion	25
3.3	Annihilieren von Positronen und Elektronen	26
3.3.1	Experimentell zugängliche Größen des Zerstrahlens	26
3.3.2	Wechselwirken von Positronen mit Fehlstellen	30
4	Experimentelle Methoden	36
4.1	Probenmaterial	36
4.1.1	Titanlegierungen	36
4.1.2	Eisenlegierungen	40
4.2	Probenvorbereitung	45
4.2.1	Probenformen und -herstellung	45
4.2.2	Wärmebehandlung	47

4.3	Experimenteller Aufbau	48
4.3.1	Zugversuch	48
4.3.2	Umlaufbiegeversuch	50
4.3.3	Versuche zur Rissausbreitung	51
4.3.4	Ausheilen der Defekte	52
4.4	Aufnehmen und Analysieren der Zerstrahlungsspektren	52
4.5	Verwendete Positronenspektrometer	54
4.5.1	Bulkmessungen	55
4.5.2	Positronenmikrosonde	57
5	Ergebnisse	59
5.1	Zugversuche	59
5.2	Umlaufbiegeversuche	66
5.2.1	Messungen mit hoher Ortsauflösung	71
5.3	Rissausbreitung	74
5.4	Thermisches Ausheilen der Defekte	75
6	Diskussion	79
6.1	Zugversuche	79
6.2	Umlaufbiegeversuche	84
6.3	Lebensdauervorhersage für mehrere Lastniveaus an einer Probe	94
6.4	Rissausbreitung	96
7	Ausblick	98
A	Titanwerkstoffe	100
B	Eisenwerkstoffe	102
	Literaturverzeichnis	103

Kapitel 1

Einleitung

Werkstoffe werden in den meisten Anwendungen, insbesondere auch im Automobilbau, nicht nur statisch sondern auch mit wechselnden, zyklischen Amplituden belastet. Die Kenntnis der Schwingfestigkeit eines Werkstoffes ist daher für viele Konstruktionen von großer Bedeutung. So kann heute mittels der Methode der finiten Elemente (FEM) und den Konzepten der lokalen Dauerfestigkeit die Lebensdauer komplexer Bauteile bereits vor der ersten Realisierung abgeschätzt werden, sofern die Dauerfestigkeit eines Werkstoffes in seinem geplanten Einsatzzustand bekannt ist. Zerstörende Untersuchungen zur Materialermüdung von Eisenbahnachsen wurden von August Wöhler schon vor fast 150 Jahren erstmals durchgeführt [Wöh58], sind jedoch bis heute recht zeitaufwendig geblieben. Neuere Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von hochfesten Stählen zeigen, dass auch bei sehr hohen Lastwechselzahlen (LW) im Bereich des UHCF¹ noch häufig Probenbrüche auftreten und die Dauerfestigkeit dieser Werkstoffe nicht anhand von Versuchen, welche bei 10^7 Lastwechseln abgebrochen werden, bestimmt werden kann (s. a. Abbildung 1.1) [Den02, Mug01]. Um Einflüsse infolge Werkstofferrwärmung gering zu halten, muss die Prüffrequenz unter wenigen hundert Hz liegen (üblich: 10 ... 100 Hz), und der Zeitaufwand für Untersuchungen im Bereich großer Lastwechselzahlen ($> 10^6$ LW, HCF bzw. UHCF) ist folglich beträchtlich. Dieser Aufwand könnte durch eine Abschätzung der Lebensdauer einzelner Proben bei Wöhlerversuchen deutlich reduziert werden.

Neben der Schwingfestigkeit ist oft das Versagensverhalten eines Werkstoffes von Bedeutung. So sollte zum Beispiel bei Bauteilen in zivilen Luftfahrzeugen, welche einer regelmäßigen Wartung unterliegen, die Rissausbreitungsgeschwindigkeit so klein sein, dass ein eventuell vorhandener, jedoch noch nicht detektierbarer Anriss innerhalb eines Wartungsintervalls nicht bis zu einer kritischen Risslänge anwachsen kann. Die Größe des Werkstoffbereiches vor einem Ermüdungsriss, in der der Werkstoff verfestigt (plastische Zone), hat einen großen Einfluss auf die Wachstumsgeschwindigkeit. In Modellen, welche das Rissausbreitungsverhalten simulieren, ist die Größe der plastischen Zone ein entscheidendes Kriterium. Ein Abbilden der plastischen Zone kann zur Prüfung der Modellannahmen genutzt werden und ermöglicht die Anpassung der Modellparameter an die realen Werkstoffeigenschaften [Zam02].

Ziel dieser Arbeit ist der Nachweis von Fehlern in der Kristallstruktur von Titan- und

¹UHCF: ultra high cycle fatigue , 10^7 ... 10^9 LW

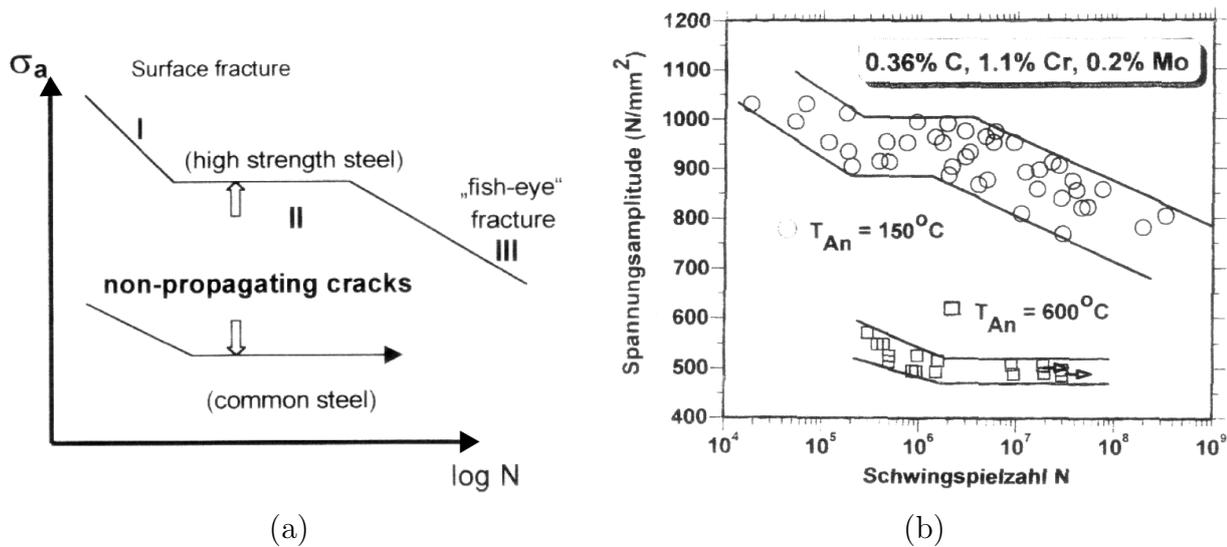


Abbildung 1.1: Wechselfestigkeit hochfester Stähle im HCF und UHCF-Bereich. (a): Schematisch nach [KH01] (b): Wechselfestigkeit von 36CrMo[?] bei 2 verschiedenen Anlasstemperaturen [AE90]. Im hochfesten Zustand (150 °C Anlasstemp.) nimmt die Wechselbelastbarkeit nach Erreichen eines Plateaus bei $\sim 10^6$ Lastwechseln bei noch größeren Lastspielzahlen stetig ab. Bei der höheren Anlasstemperatur (600 °C) zeigt der Werkstoff eine ausgeprägte Dauerfestigkeit oberhalb $2 \cdot 10^6$ Lastwechseln.

Eisenlegierungen, die auf Werkstoffermüdung zurückzuführen sind und die Korrelation dieser Ergebnisse mit dem Ermüdungs- und Versagensverhalten der verschiedenen Legierungen. Als Messmethode wurde die Positronenzerstrahlung genutzt, welche ein etabliertes Verfahren zum zerstörungsfreien Detektieren von Gitterfehlern darstellt [WHHM98, Zam02]. Die Dichte von Leerstellen kann mittels Positronenzerstrahlung in einem weiten Konzentrationsbereich ($(10^{-6} - 10^{-4})/\text{Atom}$) bestimmt werden (s. Kapitel 3.3.2). Andere Gitterfehler wie Versetzungen (Konzentrationsbereich: $(5 \cdot 10^8 - 2 \cdot 10^{11}) \text{ cm}^{-2}$) oder Korn- und Phasengrenzen werden indirekt über assoziierte Leerstellen bzw. leerstellenähnliche Defekte nachgewiesen (Kapitel 3.3.2). In den Experimenten zu dieser Arbeit wurde mittels Positronenspektroskopie die Änderung der Fehlstellendichte zu verschiedenen Stadien der Ermüdung im Umlaufbiegeversuch ($R = -1$) untersucht. Eine Abschätzung der werkstoffspezifischen Empfindlichkeit des untersuchten Zerstrahlungsparameters (S-Parameter) auf Änderungen der Fehlstellendichte bei plastischer Verformung ermöglichen Zugversuche. An CT-Proben aus TiAl6V4 wurde die plastische Zone vor einem Ermüdungsriss mittels orts aufgelöster Positronenzerstrahlung abgebildet und mit bisherigen Ergebnissen an rostfreiem Stahl (AISI 321) [HBB⁺99] verglichen.

Kapitel 2

Kristallbaufehler und Plastizität

Die mechanischen Eigenschaften kristalliner Festkörper werden durch Unregelmäßigkeiten im periodischen Aufbau des Kristallgitters entscheidend beeinflusst. In den folgenden Kapiteln soll kurz auf die Eigenschaften und die Entstehung der mittels Positronenzerstrahlung nachweisbaren Fehlstellentypen und deren Einfluss auf das plastische Verhalten eingegangen werden. Für eine ausführliche Darstellung sei auf die Fachliteratur verwiesen [Got98, HB84, Ber89].

2.1 Kristallbaufehler

Die verschiedenen Arten von Kristallbaufehlern lassen sich entsprechend ihrer Dimension klassifizieren. In der Reihenfolge ihrer räumlichen Ausdehnung werden die für die Ergebnisse dieser Arbeit relevanten Fehlstellentypen vorgestellt.

2.1.1 Punktdefekte

Unbesetzte Gitterplätze (Einfachleerstellen), mit Fremdatomen besetzte Gitterplätze und Zwischengitteratome (Fremd- und Matrixatome) stellen als Punktfehler die einfachsten Kristallfehler dar (Abbildung 2.1). Leerstellen können durch plastische Verformung, Bestrahlen mit energiereichen Elementarteilchen [Män00] oder durch thermische Anregung erzeugt werden. Mittels Positronenzerstrahlung kann die Leerstellendichte direkt bestimmt werden, wohingegen andere Gitterfehler wie Versetzungen oder Korn- und Phasengrenzen nur indirekt über assoziierte Leerstellen bzw. leerstellenähnliche Defekte nachgewiesen werden können. Da diese Defekte experimentell oft nicht von Leerstellen zu unterscheiden sind, spielen bei Werkstoffuntersuchungen mit Positronen die Bildungsmechanismen für Leerstellen eine entscheidende Rolle.

Das thermische Erzeugen von Leerstellen ist bereits ausführlich, auch mit der Methode der Positronenzerstrahlung, untersucht worden [Sch81]. Dilatometermessungen in Kombination mit Röntgenbeugungsuntersuchungen ergaben, dass durch thermische Anregung Leerstellen bevorzugt gegenüber Zwischengitteratomen generiert werden [SB]. Die

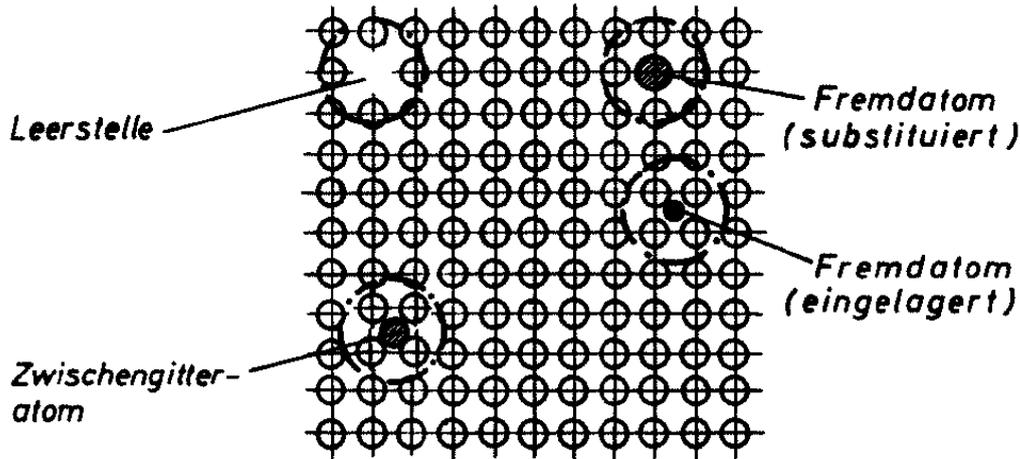


Abbildung 2.1: Null-Dimensionale Gitterfehler, nach [Ber89]. Eine Leerstelle, die durch den Sprung eines Atoms von einem Gitterplatz auf einen benachbarten Zwischengitterplatz entsteht, und das zugehörige Zwischengitteratom werden Frenkelpaar genannt. Fremdatome können, abhängig von ihrer Größe, auf Gitterplätzen (Substitutionsmischkristall) oder auf Zwischengitterplätzen (Einlagerungsmischkristall) eingebaut werden.

Gleichgewichts-Konzentration thermisch angeregter Leerstellen wird durch

$$c_{1V}(T) = \exp\left(-\frac{G_{1V}^F}{k_B T}\right) \quad (2.1)$$

mit $c_{1V}(T)$: Konzentration von Einfach Leerstellen
 k_B : Boltzmannkonstante
 T : absolute Temperatur [K]
 G_{1V}^F : freie Leerstellenbildungsenergie

gegeben. Die freie Energie für die Leerstellenbildung $G_{1V}^F = H_{1V}^F - S_{1V}^F \cdot T$ wird durch die Enthalpie H_{1V}^F und die Entropie S_{1V}^F bestimmt.

Die Leerstellenbildungsenthalpie H_{1V}^F ist für viele Metalle bekannt, den Wert für die Entropie S_{1V}^F gewinnt man aus theoretischen Überlegungen. Typische Werte von H_{1V}^F in Metallen reichen von $\approx 0,4$ eV (Cadmium) bis $\approx 3,6$ eV (Wolfram) [Got98]. Die Leerstellenbildungsenthalpie von α -Eisen beträgt 1,6 eV [Sch81], so dass die Gleichgewichtskonzentration thermisch erzeugter Leerstellen bei Raumtemperatur $c_{1V}(293\text{K}) \approx 1 \cdot 10^{-18}/\text{Atom}$ beträgt und somit weit unterhalb der Nachweisgrenze für Messungen mittels Positronenzerstrahlung ($10^{-6}/\text{Atom}$, siehe Kapitel 3.3.2) liegt.

Durch plastische Deformation entstandene Leerstellen (siehe auch Kapitel 2.2.4) können bei ausreichend hohen Temperaturen über Platzwechselforgänge durch den Kristall diffundieren und mit Zwischengitteratomen oder an den Kristallrändern (Korngrenzen, Phasengrenzen, Oberfläche) annihilieren. Dieser thermisch aktivierte Prozess hängt von der Leerstellenwanderungsenthalpie H_{1V}^M des entsprechenden Materials ab. Sie liegt für α -Eisen bei $H_{1V,Fe}^M \approx 1,3$ eV [Sch81]. Bei Raumtemperatur sind Leerstellen in Eisen daher nahezu unbeweglich.

Diffusionsvorgänge über Leerstellen, die bei Selbstdiffusion und Diffusion von substitutionell eingebauten Fremdatomen bevorzugt stattfinden, werden von der Summe der Leerstellenbildungs- und der Leerstellenwanderungsenthalpie bestimmt. Die so genannte Aktivierungsenthalpie für Selbstdiffusion korreliert bei nahezu allen Metallen mit der Schmelztemperatur und ist bei diffusionsgesteuerten Ausheilvorgängen von Bedeutung.

2.1.2 Versetzungen

Geometrie

Versetzungen sind eindimensionale, linienhafte Fehler der Kristallstruktur. Sie können nicht im Inneren des ungestörten Gitters enden und sind daher in geschlossenen Ringen angeordnet oder münden in Grenzflächen oder Knotenpunkten. In der Umgebung einer Versetzungslinie entspricht die Anordnung der Atome nicht der Gleichgewichtslage im perfekten Kristall. Es ergeben sich weitreichende Spannungsfelder, die umgekehrt proportional dem Abstand zur Versetzungslinie abfallen. Durch diese Spannungsfelder kommt es zu komplexen Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander und mit anderen Gitterfehlern.

Eine Versetzung wird durch die Richtung der Versetzungslinie \vec{s} und den Burgersvektor \vec{b} beschrieben. Es existieren zwei fundamentale Typen von Versetzungen, Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen (siehe Abbildung 2.2). Sie unterscheiden sich in der Anordnung des Burgersvektors \vec{b} relativ zur Versetzungslinie \vec{s} , die bei der Stufenversetzung orthogonal

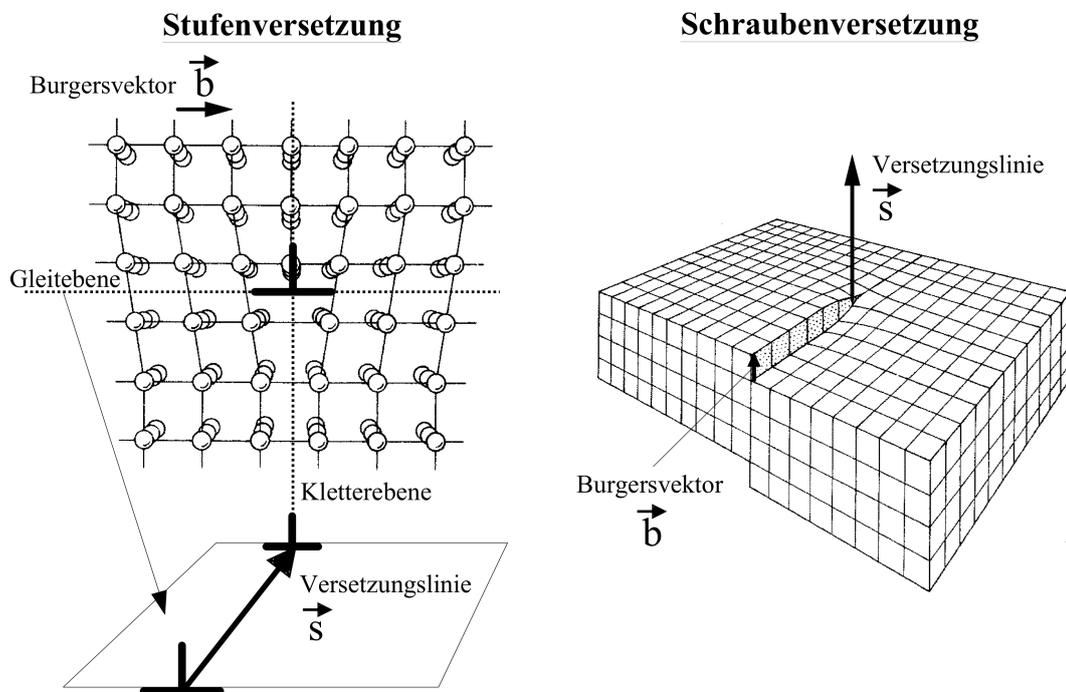


Abbildung 2.2: Aufbau von Versetzungen. Die beiden fundamentalen Versetzungstypen Stufenversetzung (links) und Schraubenversetzung (rechts) werden durch die Anordnung von Burgersvektor \vec{b} und Richtung der Versetzungslinie \vec{s} beschrieben.

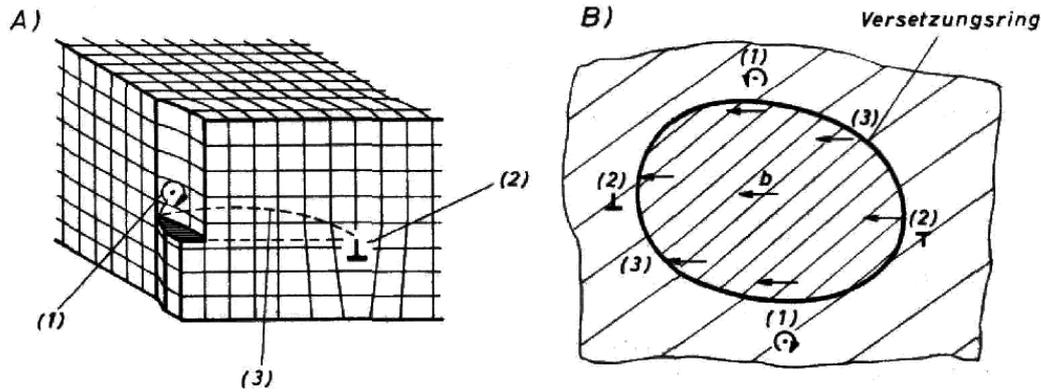


Abbildung 2.3: *Versetzungsbogen (A) und Versetzungsring (B)*. Ändert die Versetzungslinie ihre Richtung, kann sich der Charakter der Versetzung von reiner Schraubenversetzung (1) zur reinen Stufenversetzung (2) wandeln. Dazwischen besitzt sie gemischten Charakter (3).

zueinander sind. Man kann sich die Stufenversetzung als eingeschobene Halbebene in das Kristallgitter vorstellen (Abb.2.2 links). Bei einer Schraubenversetzung ist der Burgersvektor \vec{b} parallel zur Versetzungslinie angeordnet. Die Gitterebenen senkrecht zur Versetzungslinie sind wie eine kontinuierliche Schraubenfläche angeordnet (Abb. 2.2 rechts).

In realen kristallinen Festkörpern überlagern sich meist beide Versetzungstypen und bilden so genannte Mischversetzungen. Verändert sich bei konstantem Burgersvektor die Richtung der Versetzungslinie \vec{s} , ändert sich der Charakter der Versetzung beispielsweise von einer reinen Schrauben- in eine Stufenversetzung (siehe Abbildung 2.3). Der Burgersvektor einer gemischten Versetzung ist dann die Summe aus Stufen- und Schraubenanteil.

Bewegung von Versetzungen

Die gute plastische Verformbarkeit von Metallen beruht auf der *Gleiten* genannten Bewegung von Versetzungen durch den Kristall (siehe Abbildung 2.4). Diese Bewegung findet auf den so genannten Gleitebenen statt. Die gleitende Versetzungslinie bewegt sich dabei in einem periodischen Potential, dem Peierls-Potential (Abbildung 2.5). Zur Bewegung muss die Peierls-Spannung τ_p überwunden werden, welche nach

$$\tau_p \sim G \exp\left(-\frac{d}{b}\right) \quad (2.2)$$

proportional dem Schubmodul G ist und exponentiell vom Gleitebenenabstand d und dem Betrag des Burgersvektors b abhängig ist [Got98]. Mit zunehmendem d und abnehmendem b wird τ_p kleiner. Daher werden die niedrig indizierten, dichtest gepackten Ebenen des Gitters als Gleitebenen bevorzugt. In der kubisch flächenzentrierten Struktur von γ -Eisen oder Kupfer sind dies die $\{111\}$ - Ebenen, im hexagonal dichtest gepackten Magnesium die $\{0001\}$ - Basalebenen.

Die Gleitebene wird für Stufenversetzungen durch \vec{b} und \vec{s} aufgespannt. Schraubenver-

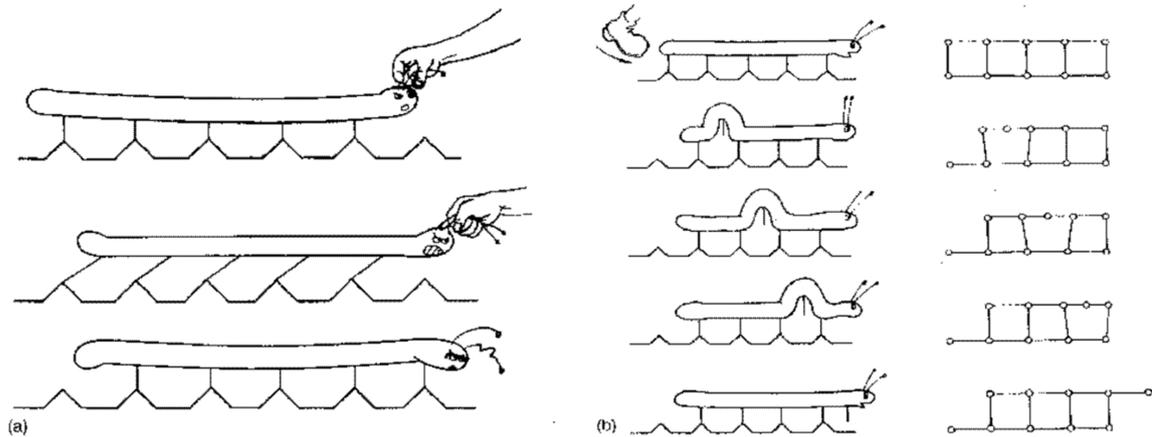


Abbildung 2.4: *Analogie zwischen Raupenbewegung und Versetzungsbewegung.* [Got98]
 Um zwei Kristallbereiche um einen Atomabstand gegeneinander zu verschieben, ist für das gleichzeitige Verschieben aller Atome (links, (a)) im Vergleich zum sukzessiven Verschieben einer eingeschobenen Halbebene (Versetzung, (b)) eine deutlich höhere Schubspannung nötig. Erst die Versetzungsbewegung ermöglicht die gute Duktilität vieler Metalle.

setzungen besitzen keine festgelegte Gleitebene, da \vec{b} und \vec{s} parallel verlaufen. In Kombination mit einer Gleitrichtung bildet jede Gleitebene ein sogenanntes Gleitsystem. Gemäß der Anzahl der aktiven Gleitsysteme wird bei plastischen Verformungen zwischen Ein- und Mehrfachgleitung differenziert.

Neben der Bewegung innerhalb der Gleitebene können sich Versetzungen auch quer dazu bewegen. Diese Prozesse werden Klettern und Quergleitung genannt. Das Klettern von Stufenversetzungen (Abbildung 2.5) erfordert je nach Orientierung die Emission oder Absorption von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen an der Versetzungslinie.

Defekte entlang der Versetzungslinie

Bei der Bewegung einer Versetzung auf ihrer Gleitebene müssen kreuzende Versetzungen auf anderen, nicht parallelen Gleitsystemen geschnitten werden. Beim Schneidprozess werden in den schneidenden und den geschnittenen Versetzungen Stufen erzeugt, entsprechend der Richtung und Länge des Burgersvektors der jeweils anderen Versetzung [HB84]. Hierbei unterscheidet man zwischen Stufen, die in der Gleitebene liegen, so genannte Kinken (Abbildung 2.5 links), die wieder beseitigt werden können und solchen, die nicht in der Gleitebene liegen, so genannten Sprüngen oder Jogs, an denen die Versetzung die Gleitebene wechselt (Abbildung 2.5 rechts)[Ber89]. Je nach Orientierung von Stufe und Burgersvektor der Versetzung zueinander wechselt die Versetzung an der Stufe ihren Charakter von Schrauben- zu Stufenversetzung und umgekehrt. So führt das Schneiden von Schraubenversetzungen zu nicht gleitfähigen Sprüngen, die den Charakter einer Stufenversetzung haben.

Weitere mögliche Fehler entlang der Versetzungslinie sind Stapelfehler. Um die elastische Energie des Verzerrungsfeldes zu minimieren, tendieren Versetzungen dazu, in Teilversetzun-

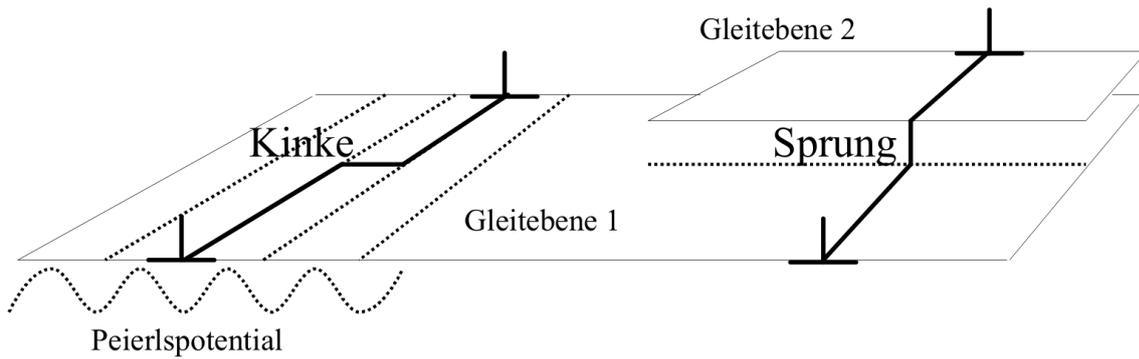


Abbildung 2.5: *Stufen in der Versetzungslinie*. Wechselt ein Stück der Versetzungslinie von einer Gleichgewichtslage in eine benachbarte, so spricht man von einer Kinke. Sprung oder Jog wird der Wechsel der Gleitebene genannt.

gen aufzuspalten. Zwischen den Teilversetzungen entsteht ein Stapelfehler. Ob und wie weit die Versetzung aufspaltet, hängt von der Stapelfehlerenergie des entsprechenden Materials ab, die notwendig ist, um die Gitterfehlanspassungen zu ermöglichen.

Stapelfehler verändern, ähnlich wie Stufen auf der Versetzungslinie, den Charakter der Versetzung. Durch die Existenz eines Stapelfehlers an einer reinen Schraubenversetzung wird deren Gleitebene festgelegt und das Quergleiten in andere Gleitebenen erschwert. Festigkeit und Duktilität eines Materials werden daher auch durch die Stapelfehlerenergie beeinflusst. Aluminium weist beispielsweise eine sehr große Stapelfehlerenergie auf ($180 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$ [Got98]) und so ist das Aufspalten von Versetzungen unwahrscheinlicher als beispielsweise bei Silber, das eine sehr kleine Stapelfehlerenergie besitzt ($20 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}$ [Got98]). Silber hat bei sehr ähnlichen Werten von Gitterparameter und Schubmodul im Vergleich zu Aluminium eine deutlich höhere Festigkeit infolge des erschwerten Quergleitens von Schraubenversetzungen.

Die Stapelfehlerenergien der in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe α -Titan und γ -Eisen zeigt die Tabelle 2.1. Für die kubisch raumzentrierten Werkstoffe α -Eisen und β -Titan ist wegen der zum Teil räumlich nicht linearen Anordnung der Stapelfehler im Gitter eine experimentelle Bestimmung der Stapelfehlerenergien problematisch und es wurden in der Literatur keine Werte gefunden. Aus den Werten in Tabelle 2.1 ist ersichtlich, dass die Stapelfehlerenergie von α -Titan etwa eine Größenordnung über der von γ -Eisen liegt. Die Aufspaltungsweite der Versetzungen ist im Titan daher geringer und bei plastischer Verformung werden weniger leerstellenartige Defekte generiert, die mittels Positronenannihilation nachgewiesen werden können (siehe auch Kapitel 2.2.4).

Tabelle 2.1: Stapelfehlerenergien von Reintitan und austenitischem Stahl.

Material	Stapelfehlerenergie $\gamma_{\text{SF}} [\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2}]$	Quelle
α -Titan	155 ± 25	[CBNL83]
γ -Eisen	18-25	[Car84]

2.1.3 Mehrdimensionale Gitterfehler

Neben Leerstellen und Versetzungen kommen weitere Fehlstellen in der atomaren Struktur von Metallen vor, die zwei- oder dreidimensional sind und meistens keine einheitliche Struktur besitzen.

Korngrenzen

Eine Korngrenze trennt Bereiche gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung voneinander. Bei geringen Orientierungsunterschieden der angrenzenden Körner (Kleinwinkelkorngrenze) ist die Korngrenze aus einer stabilen Konfiguration von Versetzungen aufgebaut. Korngrenzen mit einem Drehwinkel größer als 15° werden Großwinkelkorngrenzen genannt und sind weniger einfach zu beschreiben. Korngrenzen stellen aufgrund der Diskontinuität der Kristallstruktur für Versetzungen im allgemeinen unüberwindbare Hindernisse dar und so kommt es während plastischer Verformung zum Versetzungsaufstau an den Korngrenzen.

Phasengrenzen

Einige der untersuchten Titan- und Eisenlegierungen bestehen aus mehreren, nebeneinander vorliegenden Phasen. Die Struktur der Phasengrenzflächen unterscheidet sich gegenüber Korngrenzen dadurch, dass die angrenzenden Kristallite nicht nur anders orientiert sein können, sondern auch noch eine andere Gitterstruktur haben. Je nach Kompatibilität der beiden Gitterkonstanten unterscheidet man kohärente (stark ähnliche Gitterkonstanten), teilkohärente (ähnliche Gitterkonstanten, Differenzen können durch einzelne Versetzungen kompensiert werden) und inkohärente (völlig inkompatible Gitterkonstanten) Phasengrenzen (Abbildung 2.6). Ähnlich wie Korngrenzen behindern Phasengrenzen die Versetzungsbewegung. Durch feine Ausscheidungen von Fremdphasen in der Matrix kann die Festigkeit eines Werkstoffes deutlich erhöht werden.

Stapelfehler und Leerstellencluster

Neben den im vorangegangenen Abschnitt vorgestellten Stapelfehlern durch Aufspalten einer Versetzung kann es auch durch Kondensation mehrerer Leerstellen in einer Ebene zu Fehlern in der Abfolge der kristallographischen Ebenen kommen. Diese Stapelfehler werden durch einen prismatischen Ring von Stufenversetzungen begrenzt, deren Gleitebene orthogonal zur Ebene der kondensierten Leerstellen ist. Durch Quergleiten infolge Absorption oder Emission von Leerstellen oder Zwischengitteratomen kann der Stapelfehler vergrößert bzw. verkleinert werden.

Findet die Kondensation der Leerstellen nicht nur in einer Ebene statt, so bilden sich Hohlräume, die als Leerstellencluster bezeichnet werden. Sie können in der Größe je nach vorhandener Leerstellenkonzentration zwischen wenigen Angström und einigen Nanometern variieren.

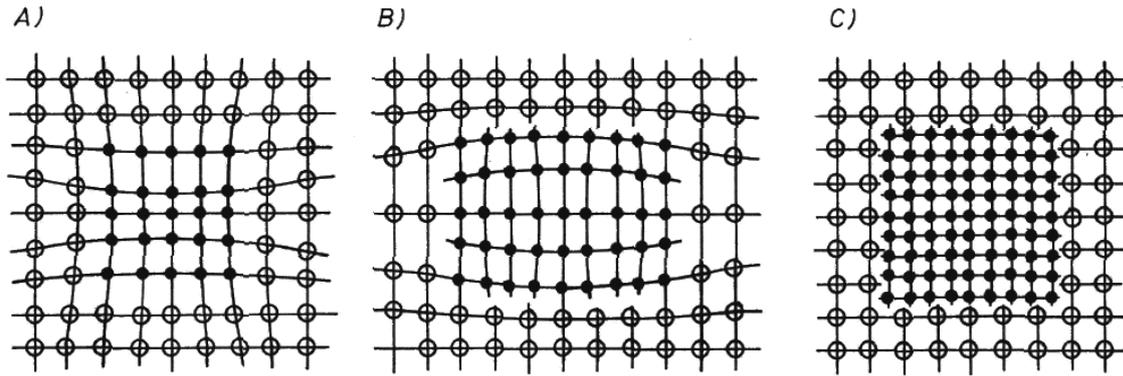


Abbildung 2.6: *Phasengrenzen*. Abhängig vom Unterschied der Gitterkonstanten werden Fremdphasen kohärent (A), durchgehende Netzebenen), semikohärent (B), einzelne Versetzungen zum Ausgleich der unterschiedlichen Gitterkonstanten) oder inkohärent (C) in das Wirtsgitter eingebaut.

2.2 Plastizität

Die Verformung von Metallen ist im allgemeinen aus einem reversiblen, elastischen bzw. anelastischen Anteil und einem irreversiblen plastischen Anteil zusammengesetzt. Die plastische Verformung beruht auf der Bewegung von Versetzungen und verändert dauerhaft die Kristallstruktur, was neben einer Gestaltänderung auch zum Bruch des Bauteils oder der Probe führen kann.

Entsprechend den vielfältigen Anforderungen an Konstruktionen aus metallischen Werkstoffen existieren eine Reihe von Prüfverfahren, um das Verhalten von Werkstoffen unter den verschiedensten Einsatzbedingungen zu charakterisieren. In dieser Arbeit wurde das quasistatische Verhalten im Zugversuch, die dynamische Belastbarkeit im Umlaufbiegeversuch sowie das Rissausbreitungsverhalten an CT-Proben untersucht. Am Ende dieses Kapitels werden die hierbei stattfindenden Vorgänge beschrieben, die für die Positronenannihilation relevant sind: Verfestigung durch Versetzungsmultiplikation und Leerstellenentstehung infolge plastischer Verformung.

2.2.1 Zugversuch

Die grundlegende Beschreibung von Materialeigenschaften erfolgt vielfach zunächst durch den Zugversuch, bei dem eine Probe einachsrig und kontinuierlich unter ständiger Dokumentation von Kraft F und Verlängerung Δl gedehnt wird. Die Dehnrage $\dot{\varepsilon} = \frac{d}{dt}(\frac{\Delta l}{l})$ wird hierbei so gering gewählt, dass die Belastung quasistatisch erfolgt. Bei kleinen Spannungen erfolgt die Dehnung linear und reversibel, was durch das Hooksche Gesetz

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2.3)$$

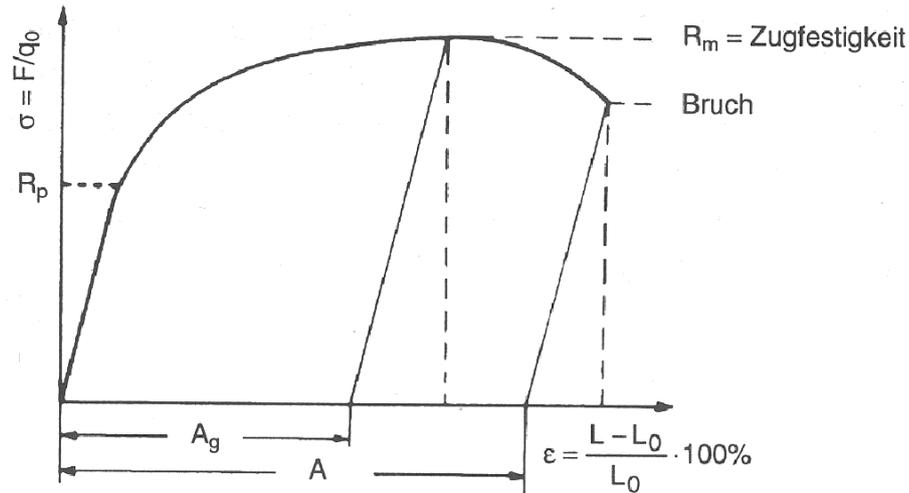


Abbildung 2.7: *Spannungs-Dehnungs-Diagramm für duktile Werkstoffe, schematisch.* Bei kleinen Spannungen, bis zum Erreichen der Dehn- bzw. Streckgrenze R_P , verformt sich die Probe reversibel und nahezu linear im Verhältnis zur wirksamen Spannung (linear-elastischer Bereich). Bei Überschreiten von R_P beginnt die irreversible, plastische Verformung. Bei zunehmender plastischer Verformung schnürt sich die Probe nach einem mehr oder weniger ausgeprägten Bereich der Gleichmaßdehnung (A_G) lokal ein und die auf den Ausgangsquerschnitt bezogene Nennspannung erreicht ihr Maximum R_M (Zugfestigkeit). Bei weiter steigender Dehnung bricht die Probe danach im Bereich der lokalen Einschnürung. Die Bruchdehnung A kennzeichnet die Duktilität eines Werkstoffes.

von Spannung σ und Dehnung ϵ mit dem Proportionalitätsfaktor E (Elastizitätsmodul) wiedergegeben wird. Die (technische) Dehnung

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.4)$$

ist gegeben durch die Längenänderung Δl im Verhältnis zur ursprünglichen Länge l_0 der Probe. Die für die Verformung aufzubringende (technische) Spannung

$$\sigma = \frac{F}{q_0}$$

wird aus der angelegten Kraft F und dem Probenquerschnitt q_0 im Ausgangszustand berechnet. Den typischen Verlauf einer Spannungs-Dehnungs-Kurve im Zugversuch zeigt Abbildung 2.7. Der Charakter ist für viele Metalle einheitlich. Nach Überschreiten einer Streckgrenze R_P , dem Ende des elastischen Bereichs (Hookscher Bereich), steigt die Spannung mit der Dehnung zunächst an (Verfestigung), erreicht bei einer Dehnung A_G (Gleichmaßdehnung) ein Maximum R_M (Zugfestigkeit) und fällt danach bis zum Erreichen der Bruchdehnung A ab. Die in der Probe wirkende wahre Spannung steigt, anders als die technische Spannung, bis zum Bruch kontinuierlich an. Bei der plastischen Verformung verringert sich der Probenquerschnitt mit zunehmender Dehnung (Querkontraktion), und die wahre Spannung σ_w lässt sich nach

$$\sigma_w = \frac{F}{q} = \frac{F}{q_0} \cdot \frac{q_0}{q} \approx \sigma \cdot (1 + \epsilon) \quad (2.5)$$

berechnen, sofern Volumenkonstanz während der plastischen Verformung vorausgesetzt werden kann. Gleichung 2.5 ist allerdings nur für den Bereich der Gleichmaßdehnung (ohne lokale Einschnürung) gültig.

Die angelegte Spannung erzeugt in den kristallographischen Ebenen eine auf die Versetzungen wirkende Schubspannung τ . Wird die für das jeweilige Gleitsystem charakteristische, kritische Schubspannung überschritten, setzt Versetzungsgleiten und somit plastische Verformung ein. Bei Verformungsexperimenten an Polykristallen (ohne Textur) ist dabei schon bei sehr kleinen plastischen Dehnungen in den einzelnen Körnern Mehrfachgleitung in fünf voneinander unabhängigen Gleitsystemen erforderlich, um die geometrische Kompatibilität zu gewährleisten [Ber89]. Kontinuumsmechanische Überlegungen von KRÖNER lassen den Übergang von Einfach- zu Mehrfachgleitung im Bereich der plastischen Verformung $10^{-4} < \varepsilon_{pl} < 10^{-3}$ erwarten [Krö61].

2.2.2 Wechselverformung

Da die Beanspruchung realer Bauteile in technischen Anwendungen nicht nur statisch, sondern auch wechselnd periodisch erfolgt, lässt sich diese als zyklische Verformung bezeichnete Beanspruchung nicht mehr mit den Kennwerten des Zugversuches beschreiben. Seit den ersten Schwingfestigkeitsuntersuchungen von WÖHLER an Eisenbahnachsen [Wöh58] sind eine Vielzahl von Experimenten zur Bestimmung des Ermüdungsverhaltens von Werkstoffen entwickelt worden. Bei diesen Versuchen erfolgt die Belastung häufig sinusförmig mit konstanter Spannungsamplitude σ_a (spannungskontrolliert) oder mit konstanter Dehnungsamplitude ε_a (dehnungskontrolliert) um eine Mittellast σ_m bzw. ε_m (siehe Abbildung 2.8).

Der R-Wert

$$R \equiv \frac{\sigma_u}{\sigma_o} \text{ bzw. } \frac{\varepsilon_u}{\varepsilon_o} \quad (2.6)$$

mit σ_u, ε_u : Untere Lastamplitude
 σ_o, ε_o : Obere Lastamplitude
 R : R-Wert

gibt die Art der Beanspruchung (Schwellbeanspruchung / Wechselbeanspruchung) wieder und ist ein Maß für das Abweichen von der symmetrischen Verteilung zwischen Ober- und Unterlast.

Trägt man den Verlauf der Spannung σ gegen die Dehnung ε während eines oder mehrerer Lastspiele auf, so ergeben sich auch bei Belastungen unterhalb der Elastizitätsgrenze Hystereseschleifen, die auf die irreversiblen Prozesse der plastischen bzw. mikroplastischen Anteile an der Gesamtverformung zurückzuführen sind (Abbildung 2.9).

Die meisten Metalle zeigen bei Beginn der Wechselbelastung, abhängig von ihrer Vorgeschichte, zunächst zyklische Ver- bzw. Entfestigung, während bei größeren Lastwechselzahlen oft ein Sättigungszustand erreicht wird. Bei dehnungskontrollierter Versuchsführung bedeutet dies, dass die σ - ε -Verläufe nach anfänglicher Unsymmetrie mit steigender bzw. sinkender Amplitude in einen geschlossenen Kurvenverlauf übergehen (siehe Abbildung 2.9) und einen zyklischen Sättigungszustand erreichen [Chr91]. In der Regel bleibt die Form der Hysterese

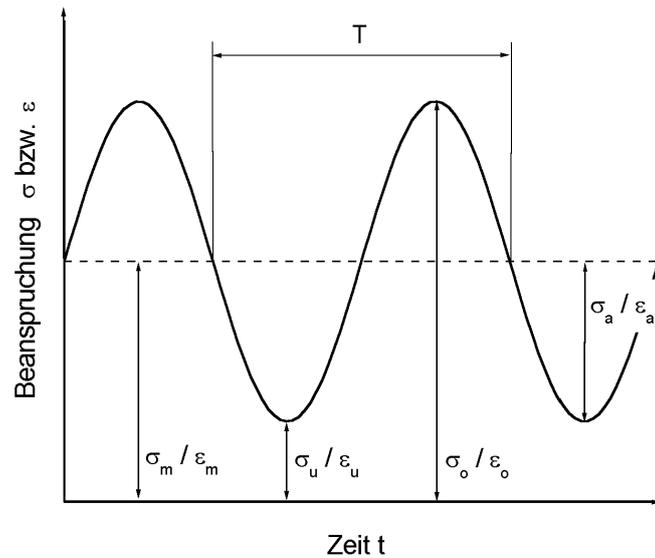
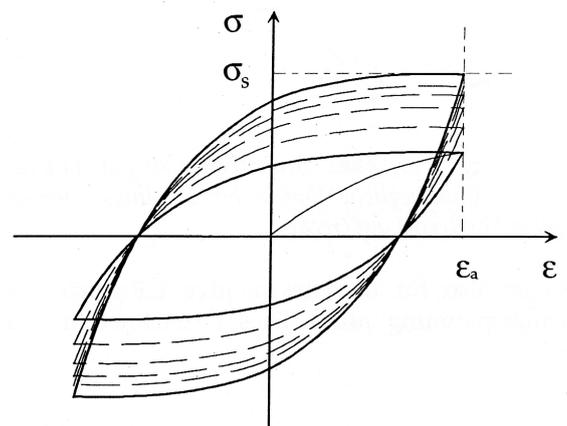


Abbildung 2.8: *Spannungs- bzw. Verformungsverlauf bei Schwingbeanspruchung. Zur Definition des R-Wertes (siehe Text).*

dann für einen großen Teil der Lebensdauer in ihrer Form konstant. Dieser quasistabile Zustand wird oft nur durch einsetzende Rissbildung mit anschließendem Bruch der Probe beendet.

Bauschingereffekt

BAUSCHINGER entdeckte 1886, dass die Fließgrenze eines einsinnig beanspruchten Probekörpers bei Umkehr der Belastungsrichtung deutlich erniedrigt wird [Bau86]. Abbildung 2.10 zeigt schematisch den Bauschingereffekt: Bei Zugverformung wird bei der Spannung $\sigma = \sigma_{fZ}$ die Elastizitätsgrenze überschritten. Analog zu den Ergebnissen eines bei einer Dehnung ε_{max} unterbrochenen Zugversuches wird die maximale Spannung σ_{max} erreicht. Entlasten auf $\sigma = 0$ und eine nachfolgende, erneute Zugbelastung führt nun zu einer Fließspannung $\sigma_{fZ_{neu}} \approx \sigma_{max} (> \sigma_{fZ})$. Eine Druckbelastung dagegen führt schon bei einer Spannung $|\sigma_{fD}| < |\sigma_{fZ}|$ zum Einsetzen des plastischen Fließens.



Dieser Effekt lässt sich mit einem Modell, das von der Entstehung innerer Spannungen ausgeht, erklären [AM72]: Neben den Reibungskräften im Gitter σ_{Fi} baut sich mit zunehmender Verformung eine elastische Rückspannung σ_B im Material auf. Dies führt dazu, dass ein Teil der aufgewendeten

Abbildung 2.9: *Idealisierte Hystereseschleife bei der Wechselverformung mit zyklischer Verfestigung. Bei dehnungskontrollierten Versuchen steigt die Spannung bis zu einem Sättigungswert σ_s an. (nach [Haa97]).*

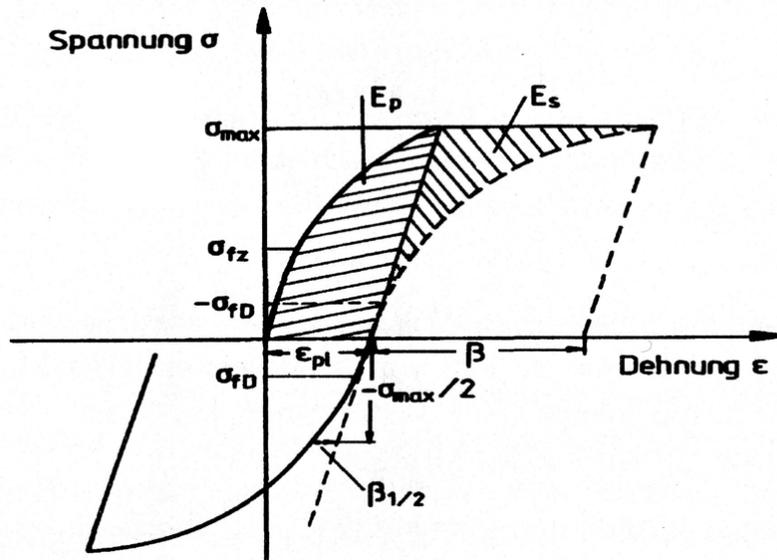


Abbildung 2.10: *Bauschingereffekt und Bauschinger Parameter, nach [AM72].* Bei der plastischen Erstverformung wird die plastische Energie E_P nicht vollständig in Wärme dissipiert, sondern teilweise als mechanische Energie E_S gespeichert.

plastischen Verformungsarbeit nicht in Wärme dissipiert wird. Sie wird elastisch als mechanische Energie E_S gespeichert und eine Verformung in die entgegengesetzte Richtung lässt diese Energie dann wieder frei werden. Somit wird zum Erreichen einer bestimmten Dehnung weniger Arbeit benötigt als es bei einer einsinnigen Erstbelastung der Fall wäre. Die Überlagerung von anliegender Spannung und innerer Spannung σ_B führt dann zu einer erniedrigten Streckgrenze. Der Bauschingereffekt beeinflusst bei einer Wechselverformung die Form der Hysteresekurve. Da das plastische Fließen bei einer niedrigeren Spannung einsetzt, ist der plastische Anteil an der Gesamtverformung höher als aufgrund der Fließkurve bei monotoner Belastungsrichtung zu erwarten wäre.

Bauschinger nahm bei seinen grundlegenden Versuchen an, dass ein Bauteil nur dann eine unbegrenzte Anzahl von Lastwechseln ertragen kann, wenn dabei die plastische Dehnungsamplitude ε_{pl} gleich null ist [Bau86]. Heute ist bekannt, dass eine plastische Dehnungsermüdungsgrenze existiert, die für die meisten Metalle im Bereich $\Delta\varepsilon_{pl} \approx 10^{-5} - 10^{-4}$ liegt. Diese Grenze darf jedoch in den ersten Zyklen nicht überschritten werden, d.h. die Spannung bzw. Dehnung muss allmählich auf den Endwert erhöht werden [Mug86].

Wöhlerversuch

Zur Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens wird auch heute noch vielfach das Wöhlerverfahren [Wöh58] angewandt. Danach werden gleichartige Proben in Schwingfestigkeitsversuchen bei verschiedenen, aber jeweils über die Prüfdauer konstanten Lastamplituden ohne Pause bis zum Bruch zyklisch beansprucht und die jeweiligen Bruchlastspielzahlen ermittelt. Die Ergebnisse werden graphisch in so genannten Wöhlerdiagrammen unter Angabe der Spannung der jeweiligen Proben auf der Ordinate und der Zahl der Lastwech-

sel bis zum Bruch auf der Abszisse aufgetragen (siehe Abbildung 2.11). Tritt bis zu einer Grenzwahrscheinlichkeit N_G der Bruch der Probe nicht ein, wird diese Probe als so genannter *Durchläufer* gesondert gekennzeichnet. Die Wöhlerkurven werden in linearen, halblogarithmischen oder doppelt logarithmischen Koordinatensystemen dargestellt. Der Auftrag der Lastwechsel (Abszisse) erfolgt aufgrund der großen Bandbreite der Ergebnisse meistens logarithmisch [Ber89].

In Abbildung 2.11 ist zu erkennen, dass selbst bei gleichartigen Proben bei der gleichen Lastamplitude relativ große Streuungen in der Bruchlastspielzahl auftreten. Häufig werden aus den Ergebnissen eine 10%- und eine 90%-Überlebenswahrscheinlichkeit berechnet und diese Werte zusätzlich in das Wöhlerdiagramm eingetragen. Der prinzipielle Verlauf von Wöhlerkurven ist für viele Metalle ähnlich. Mit abnehmender Spannung steigt im Bereich der *Zeitfestigkeit* (bei höheren Lastamplituden) die Lastspielzahl bis zum Bruch der Proben an, bis in einem *Übergangsbereich* nicht mehr alle Proben bei einer bestimmten Last brechen. Wird die Spannung weiter verringert, brechen schließlich keine Proben mehr, und die Wöhlerlinie nimmt im Bereich der *Dauerfestigkeit* einen horizontalen Verlauf an. Die Grenzwahrscheinlichkeit N_G , oberhalb derer keine Proben mehr brechen, hängt von den untersuchten Werkstoffen ab. Einige Metalle wie beispielsweise Aluminium besitzen überhaupt keine ausgeprägte Dauerfestigkeit. Hier fällt die Wöhlerkurve mit steigender Lastwechselzahl

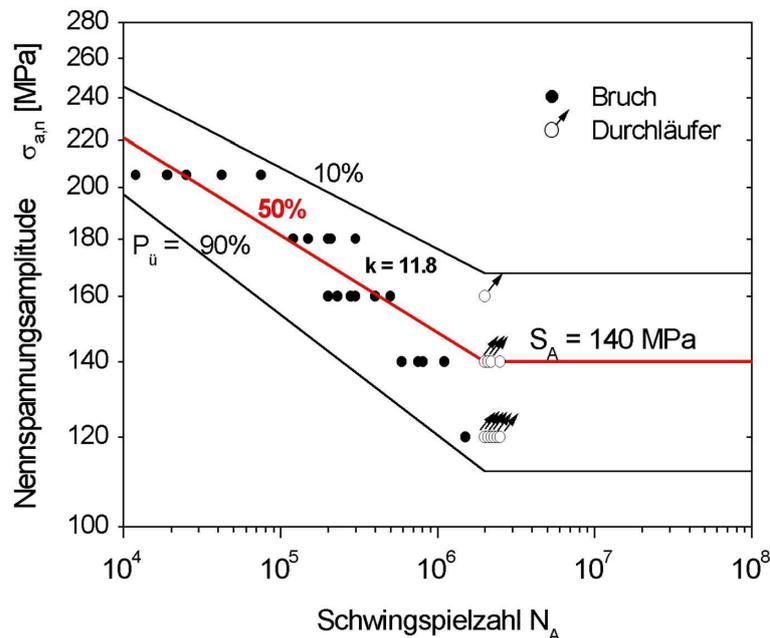


Abbildung 2.11: *Wöhlerdiagramm, schematisch*. Dargestellt sind die Ergebnisse von Wöhlerversuchen an Schweißnähten in S355 [Lac02]. Die Differenz zwischen 10% und 90% Überlebenswahrscheinlichkeit ist ein Maß für die Streubreite der dynamischen Belastbarkeit eines Werkstoffes. Zur Definition von Zeit- und Dauerfestigkeit siehe Text.

auch bei sehr hohen Lastspielzahlen ($> 10^8$) stetig ab. Bei Stählen liegt N_G etwa bei 10^7 Lastwechseln.

Mikrostrukturelles Verhalten bei Wechselverformung

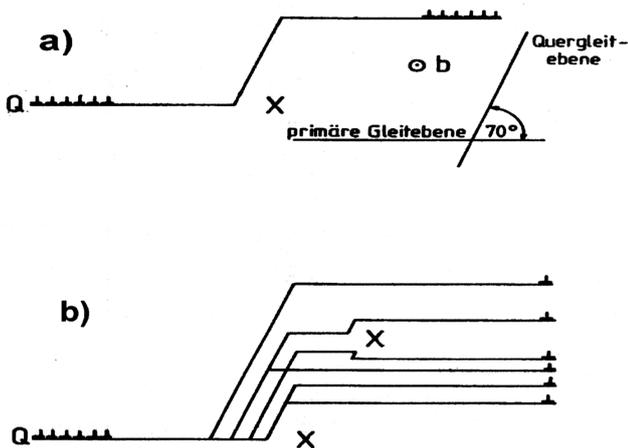


Abbildung 2.12: *Planares (a) und welliges (b) Gleitverhalten [GK89].* Schematische Darstellung des Quergleitprozesses mehrerer Versetzungen um ein Hindernis.

Bei niedrigen Verformungsamplituden entwickelt sich eine gleichmäßige Anordnung einzelner geradliniger Versetzungsbündel, deren Dichte mit steigender Beanspruchungsamplitude größer wird. Bei hohen Belastungsamplituden oder hohen Zyklenzahlen können sich Versetzungsdickichte oder Multipolbündel bilden. Erst in einem weiteren Schritt können sich daraus komplexe Versetzungszellstrukturen entwickeln. Gleiten die Versetzungen quer, um Hindernisse zu umgehen, ist es für die nachfolgenden Versetzungen energetisch günstiger, der ersten quergeglittenen Versetzung auf ihrem Weg zu folgen und es kommt zum Versetzungsaufstau vor einem weiteren Hindernis. Planares Gleitverhalten wird durch niedrige Amplituden, tiefe Temperaturen und eine niedrige Stapelfehlerenergie begünstigt.

Von welligem Gleitverhalten spricht man, wenn die Versetzungen ihre Gleitebenen mit geringem energetischen Aufwand verlassen können. Dies erlaubt den Versetzungen, Hindernisse durch Quergleiten zu umgehen. Hinter dem Hindernis verteilen sich die Versetzungen auf mehrere parallele Gleitebenen desselben Typs. Aufgrund des leichten Versetzungsquergleitens bildet sich schon bei vergleichsweise niedrigen Verformungsamplituden eine komplexe Versetzungsstruktur aus Zellen mit hoher Versetzungsdichte und einem versetzungsarmen Zellinneren. Höhere Beanspruchungen ergeben eine geringere Zellgröße als niedrigere. Bei sehr niedrigen Amplituden wird keine Zellstruktur, sondern nur noch eine Anordnung von Strängen und Bändern gebildet,

Anders als beim Zugversuch bedingt eine zyklische Beanspruchung eine Versetzungsbeziehung in wechselnden Richtungen. Infolge der Wechselwirkung zwischen den Versetzungen verläuft diese Bewegung mit zunehmender Lastspielzahl bzw. Lastamplitude in stärkerem Maße irreversibel und es bauen sich Versetzungsstrukturen auf. Hinsichtlich der Art und Weise, mit der solche Strukturen aufgebaut werden, können zwei Grenzfälle unterschieden werden, das planare und das wellige Gleitverhalten (siehe Abbildung 2.12).

Von planarem Gleitverhalten spricht man, wenn die Versetzungen aufgrund einer erschwerten Quergleitung ihre Gleitebenen nur unter großem energetischen Aufwand verlassen können, wie das zum Beispiel bei austenitischen Stählen oder Kupferlegierungen der Fall ist [GK89].

die Versetzungsdipole in hoher Dichte enthalten [Ber89] (vgl. auch Abbildung 2.13). Legierungen, die wellige Gleitung zeigen, wie zum Beispiel ferritische Stähle, besitzen im allgemeinen ein niedrigeres Verfestigungspotential als planar gleitende Werkstoffe. Hohe Temperaturen, große Verformungsamplituden und eine hohe Stapelfehlerenergie begünstigen die wellige Gleitung.

Das Gleitverhalten und damit die Verteilung der Fehlstellen im Gitter beeinflusst die Ergebnisse der Positronenspektroskopie. Stark inhomogene Versetzungsstrukturen mit hoher Versetzungsdichte in den Zellwänden und versetzungsarmen Zellinnen spiegeln sich in anderen Zerstrahlungsparametern wieder als eine homogene Verteilung der gleichen Anzahl von Versetzungen. Wechselt das Gleitverhalten eines Werkstoffes im Laufe einer Ermüdung zum Beispiel von planarem zu welligem Gleiten, so hat dies mit großer Wahrscheinlichkeit auch Auswirkungen auf die Ergebnisse der Positronenannihilation.

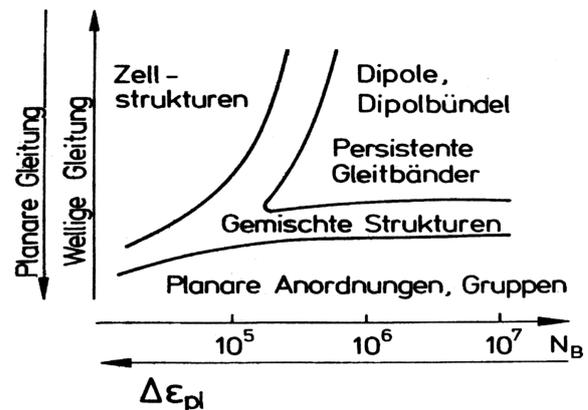


Abbildung 2.13: Versetzungsstrukturen bei zyklischer Verformung. Dargestellt sind mögliche Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit von Gleitcharakter, Lastspielzahl und Lastamplitude [FL68].

2.2.3 Rissbildung und -ausbreitung

Bei genügend großer Belastung kommt es im Endstadium der Ermüdung zum Bruch des Bauteils oder der Probe. Dem Bruch gehen die Stadien der Rissbildung und Rissausbreitung voran. Obwohl Risse in Bauteilen während der Lebensdauer meist vermieden werden, spielt die Rissausbreitung für die Art des Bauteilversagens eine entscheidende Rolle (siehe auch Kapitel 1).

Rissbildung

Sofern der Werkstoff keiner besonderen Randschichtbehandlung wie beispielsweise Kugelstrahlen oder Nitrieren unterzogen wurde, beginnt die Rissbildung vorzugsweise an der Oberfläche des Bauteils oder der Probe. Die durch zyklische Beanspruchung entstandenen Ermüdungsgleitbänder führen zu einer unregelmäßigen Oberflächenstruktur, aus der sich durch Ex- und Intrusionen Mikroanrisse herausbilden. Die Oberfläche kommt als Ausgangspunkt für ein Lokalisieren der plastischen Verformung deshalb in Frage, weil sie den Versetzungen keinen Austrittswiderstand bietet und zudem gegenüber dem Werkstoffinneren meist aufgrund von geringen Unebenheiten oder Kerben (Oberflächenrauigkeit) lokale Spannungsspitzen aufweist [Ber89]. Nach einem Modell von WOOD ist ein Zurückgleiten von aus der Oberfläche heraustretenden Stufen einer Gleitebene durch Oberflächenoxidation und/oder Verfestigung behindert, so dass die Abgleitung bei Lastumkehr auf einer parallelen Gleitebene stattfindet. Aus den so entstandenen Ex- und Intrusionen können während den

nachfolgenden Zyklen Risse anwachsen [Woo58].

Rissausbreitung

Die Ausbreitung von Ermüdungsrissen wird in drei Stadien unterteilt. Im Stadium I breiten sich einzelne Mikrorisse unter 45° zur äußeren Normalbeanspruchung entsprechend der Richtung der maximalen Schubspannung aus. Die zur Rissausbreitung führenden Vorgänge an der Rissspitze hängen empfindlich von strukturellen Einflussgrößen ab und so können die Mikrorisse durch Korngrenzen oder Teilchen an ihrer weiteren Ausbreitung gehindert werden [Ber89].

Hat der Riss eine bestimmte Länge erreicht, verändert sich der Spannungszustand an der Rissspitze von einem Schubspannungs- in einen Normalspannungszustand und der Riss schwenkt in eine zur äußeren Beanspruchung senkrecht liegende Ausbreitungsrichtung ein. In diesem Stadium II genannten Bereich der Rissausbreitung verläuft das Risswachstum ebenso wie im Stadium I stabil, dass heißt zur Vergrößerung eines vorhandenen Risses ist eine Zunahme der wahren Spannung notwendig. Die Rissfortschrittgeschwindigkeit wird in diesem Stadium der Ermüdung weniger durch den strukturellen Aufbau des Gefüges, sondern wesentlich vom Spannungsfeld vor der Rissspitze beeinflusst.

Durch diese stabile Rissausbreitung wird der tragende Querschnitt des Bauteils oder der Probe so lange stetig vermindert, bis im Restquerschnitt die Zugfestigkeit erreicht bzw. überschritten wird und der Bruch ohne weitere Zunahme der wahren Spannung im Stadium III der instabilen Rissausbreitung eintritt. Nach dem Bruchmodell von GRIFFITH (linear elastische Bruchmechanik), welches auf einem Energieansatz beruht, erfolgt der Übergang von stabilem zu instabilem Risswachstum bei einem kritischen Spannungsintensitätsfaktor von

$$k_c = \sqrt{2\gamma_S \cdot E} \quad (2.7)$$

mit k_c : Spannungsintensitätsfaktor
 γ_S : spezifische Oberflächenenergie
 E : Elastizitätsmodul

wobei der Spannungsintensitätsfaktor k nach

$$k = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot f$$

aus der Spannung σ , der Risslänge a und einem probenabhängigen Geometriefaktor f berechnet werden kann. Bedingung für instabiles Risswachstum ist demnach, dass durch ein Vergrößern der Risslänge mehr Energie aus der gespeicherten elastischen Verformungsenergie freigesetzt wird, als zur Bildung der neuen Rissoberflächen erforderlich ist [RS97a].

Die linear elastische Bruchmechanik ist allerdings nur für ideal spröde Werkstoffe gültig, die keinerlei plastische Verformung zeigen. Bei den meisten Metallen bildet sich vor der Rissspitze eine plastische Zone aus, in der der Werkstoff verfestigt. Durch die plastische Zone verändert sich die Spannungsintensität und die kritische Spannung steigt aufgrund der Verfestigung an. Eine Erweiterung der linear elastischen Bruchmechanik stellen die linear elastische Bruchmechanik mit Kleinbereichsfließen und die elastisch plastische Bruchmechanik dar [RS97a]. Hier wird die plastische Verformung vor der Rissspitze mit in die Berechnungen einbezogen.

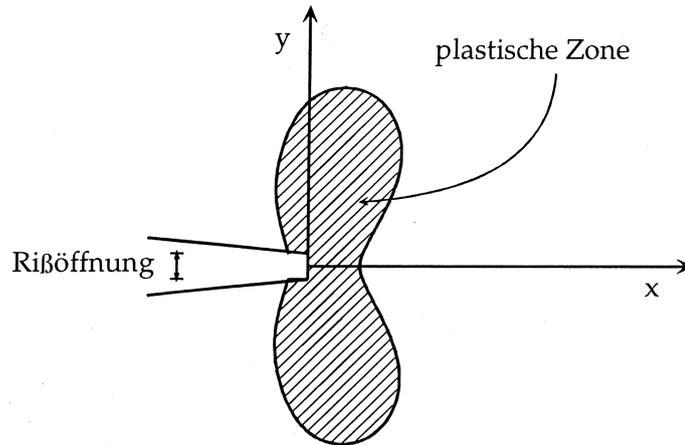


Abbildung 2.14: *Prinzipielle Form der plastischen Zone vor einem Ermüdungsriß, nach DUGDALE.*

Modelle von IRWIN und BROEK gehen von einer zylindrischen plastischen Zone aus [Irw58, Bro78]. Wird die Winkelabhängigkeit des Spannungsfeldes zusätzlich berücksichtigt, ergibt sich die in Abbildung 2.14 dargestellte, typische Form der plastischen Zone [Dug60]. Durch die Verfestigung in der plastischen Zone ist eine erhöhte Versetzungs- und Fehlstellenkonzentration zu erwarten, welche mittels Positronenzerstrahlung abgebildet werden kann.

2.2.4 Plastizität und Positronenzerstrahlung

Mittels Positronenannihilation werden im wesentlichen Leerstellen und innere, offene Volumina, welche oft auch an Versetzungen assoziiert sind, nachgewiesen (Kapitel 3.3.2). In den folgenden Abschnitten wird die Entstehung von Versetzungen und Leerstellen bei plastischer Verformung beschrieben.

Versetzungsmultiplikation und Verfestigung

Plastisches Verformen von Metallen bedingt, wie bereits erwähnt, die Bewegung von Versetzungen und daher hängt das Verformungsverhalten empfindlich von der Beweglichkeit dieser linienartigen Kristallfehler ab. Aus den weitreichenden Spannungsfeldern einer Versetzung resultiert eine Wechselwirkung der Versetzungen untereinander, und im Laufe der Verformung entstehen stabile Versetzungsanordnungen wie z.B. Versetzungsdipole, die unbeweglich in der Gleitebene liegen und die Bewegung anderer Versetzungen behindern. Weitere Hindernisse für die Versetzungsbewegung stellen die Korngrenzen dar, da die Gleitrichtungen im Nachbarkorn gewöhnlich anders orientiert sind. Vor den Hindernissen kommt es zum Aufstauen von Versetzungen und die Versetzungsdichte ist hier lokal erhöht. Sowohl Schneidprozesse, die zur Bildung von Sprüngen führen, als auch ein Aufspalten in Teilversetzungen (Stapelfehler) schränken die Bewegungsmöglichkeiten der Versetzungen ebenfalls ein, da die Sprünge bzw. die aufgespaltenen Bereiche eine andere Gleitebene besitzen können.

Mit fortschreitender plastischer Verformung nimmt die Versetzungsdichte stark zu. Versetzungsanordnungen wie z.B. FRANK-READ-Quellen emittieren Versetzungsringe unter Einwirken einer Schubspannung τ in der Gleitebene [FR50]. Die Versetzungsdichte $\rho = L/V$ ist definiert als die Länge der Versetzungslinien L in einem Volumen V . In Metallen variiert die Versetzungsdichte zwischen 10^{10} m^{-2} in ausgeheilten Einkristallen und $\geq 10^{15} \text{ m}^{-2}$ in plastisch stark verformten Proben.

Mit steigender Versetzungsdichte wird die kritische Schubspannung, oberhalb derer plastisches Fließen möglich ist, erhöht. Dieses Phänomen wird als *Verfestigung durch plastische Verformung* bezeichnet. Nach TAYLOR besteht zwischen der Versetzungsdichte ρ und der kritischen Schubspannung τ_{krit} folgender Zusammenhang [Sev93]:

$$\rho = \left(\frac{\tau_{\text{krit}}}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2 \quad (2.8)$$

mit α : geometrische Konstante 0,3...0,5
 G : Schubmodul
 b : Betrag des Burgersvektors

Die zu Gleichung 2.8 führenden Ansätze beruhen auf der Annahme einer homogenen Versetzungsverteilung, so dass für den mittleren Abstand d zwischen den Versetzungen $d = 1/\sqrt{\rho}$ gilt. Bei zyklischer Verformung wird aufgrund des Ausbildens von Zellstrukturen diese Forderung nicht mehr erfüllt. Für den Zugversuch an polykristallinen Werkstoffen kann die Zunahme der Fließgrenze ΔR_V (Verfestigung) nach

$$\Delta R_V \sim \sqrt{\rho} \quad (2.9)$$

abgeschätzt werden, sofern keine Verformungstextur auftritt und ein linearer Zusammenhang zwischen Schubspannung τ und Zugspannung σ (TAYLOR-Faktor) erhalten bleibt.

Leerstellenentstehung infolge plastischer Verformung

Plastisches Verformen von Metallen erhöht nicht nur die Versetzungsdichte, sondern ermöglicht auch die Entstehung von Leerstellen, deren thermische Erzeugung in Eisen und Titan bei Raumtemperatur nach Gleichung 2.1 praktisch vernachlässigt werden kann. Die wichtigsten Mechanismen der Leerstellengeneration infolge plastischer Deformation sind das Anihilieren von Stufenversetzungen und das Ziehen von unbeweglichen Sprüngen auf Schraubenversetzungen [Saa61].

Stufenversetzungen können annihilieren, wenn sich zwei Versetzungen mit unterschiedlichem Vorzeichen auf eng benachbarten Gleitebenen bewegen. Es entsteht dann eine ganze Perlenkette von Leerstellen oder Zwischengitteratomen, die sich entsprechend ihrer Beweglichkeit und Bindungsenergie entweder zu Agglomeraten zusammenlagern oder einzeln ins Gitter diffundieren können. Die Wahrscheinlichkeit für das Anihilieren ist bei hohen Verformungsgraden, das heißt hohen Versetzungsdichten erwartungsgemäß höher.

Ein Sprung auf einer Schraubenversetzung entspricht einem Stück Stufenversetzung, welches nicht gleitfähig in der Gleitebene der Schraubenversetzung ist (Abbildung 2.15). Der Bewegung der Schraubenversetzung kann der Sprung nur durch Klettern folgen, also durch Emittieren oder Absorbieren von Leerstellen respektive Zwischengitteratomen. Die Energie

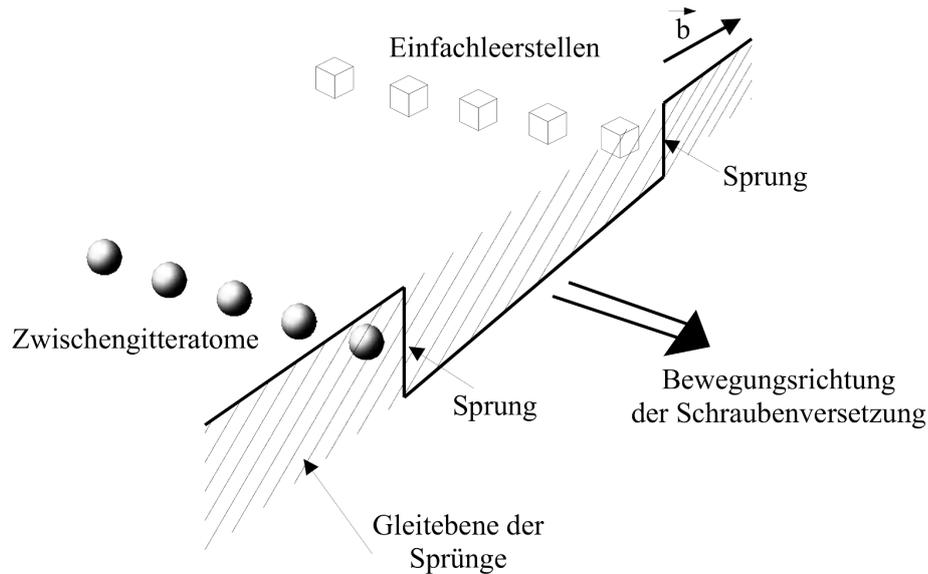


Abbildung 2.15: Ziehen von Sprüngen auf einer Schraubenversetzung, nach [Wid99]. Ein Sprung auf einer Schraubenversetzung (Jog) hat eine festgelegte Gleitebene. Gleitet die Versetzung auf einer dazu nichtparallelen Ebene, kann der Sprung nur durch Klettern folgen, wodurch Leerstellen und Zwischengitteratome emittiert werden.

zur Erzeugung der Leerstellen stammt aus der plastischen Verformungsenergie. Die Absorption von Leerstellen oder Zwischengitteratomen erfordert eine Diffusion, welche thermisch aktiviert erfolgt.

Zwischen Leerstellen und Versetzungen besteht eine elastische Wechselwirkung durch ein mechanisches Spannungsfeld. Einzelne Leerstellen können daher durch eine passierende Versetzung eingesammelt werden, wodurch atomare Sprünge entlang der Versetzungslinie entstehen. Solche Defekte werden aufgrund ihres leerstellenartigen Charakters auch offene bzw. freie Volumina genannt. Die Bildungs- und Wanderungsenthalpie von atomaren Leerstellen ist in den Bereichen vergrößerter Atomabstände um die Versetzungslinie kleiner als im ungestörten Gitter. Das lokale thermische Gleichgewicht führt daher im Dilatationsbereich um eine Versetzung zu einer höheren Konzentration an Leerstellen [Sch92].

Kapitel 3

Das Positron als Fehlstellen-sonde

Das Positron wurde 1928 von DIRAC als Antiteilchen des Elektrons postuliert [Dir28]. ANDERSON entdeckte vier Jahre später bei Untersuchungen der kosmischen Höhenstrahlung erstmals „positiv geladene Elektronen“ [And32], welche aus dem Zerfall des Myons stammen: $\mu^+ \rightarrow e^+ + \bar{\nu}_\mu + \nu_e$.

In kondensierter Materie annihilieren Positronen nach kurzer Zeit (i.a. 100-300 ps) mit Elektronen zu Gammastrahlung. Die Zeitdauer bis zum Zerstrahlen sowie die Impulsverteilung der entstehenden Lichtquanten werden durch die elektronische Umgebung des Positrons am Zerstrahlungsort beeinflusst und können als Messsignal für Werkstoffuntersuchungen genutzt werden. Seit Ende der 60er Jahre wird die so genannte Positronenannihilationsspektroskopie für den Nachweis von Gitterfehlstellen in Festkörpern genutzt [MKMM67].

3.1 Erzeugen von Positronen

Positronen sind zwar stabile Teilchen ($t_{1/2} \geq 2 \cdot 10^{22}$ Jahre [SL88]), sie können aber mit Elektronen zerstrahlen. Für Werkstoffuntersuchungen müssen die Positronen direkt erzeugt werden. Folgende Methoden sind denkbar:

- Paarerzeugung: Hochenergetische Gammastrahlung ($E_\gamma > 1,022 \text{ MeV}$) kann im Wechselwirken mit einem massiven Teilchen ein Elektron-Positron-Paar erzeugen.
- Teilchenbeschuss: Massive Teilchen hoher Energie erzeugen bei der Kollision mit Materie Teilchenschauer, die unter anderem auch Positronen enthalten.
- Radioaktiver Zerfall: Neutronenarme Kerne können unter Emission eines Positrons zerfallen. Hierbei wandelt sich ein Proton unter Aussenden eines Positrons und eines Elektronenneutrinos in ein Neutron um: $p \rightarrow e^+ + n + \nu_e$

Für das Erzeugen von Positronen durch Paarbildung oder Teilchenbeschuss sind Beschleuniger oder Kernreaktoren in der Nähe des Experimentes erforderlich. Daher werden auch aus ökonomischen Gesichtspunkten häufig radioaktive Isotope als Positronenquelle verwendet.

Tabelle 3.1: Einige häufig verwendete Positronenquellen [Sch81]. Angegeben sind maximale kinetische Energie der Positronen aus dem β^+ -Zerfall, Anteil von simultan mit dem Positron emittierten γ -Quanten und Halbwertszeit der Radionuklide.

Isotop	max β^+ -Energie [MeV]	γ -Koinzidenz zu β^+ [%]	Halbwertszeit
^{22}Na	0,54	100	2,6 a
^{58}Co	0,48	100	71 d
^{48}V	0,70	100	16 d
$^{44}\text{Ti}/\text{Sc}$	1,47	100	48 a
^{68}Ge	1,88	1,5	270 d
^{90}Nb	1,50	0	14,7 h

Geeignete Präparate sollten neben einer ausreichend langen Halbwertszeit eine hohe Zerfallswahrscheinlichkeit für den β^+ -Zerfallskanal im Vergleich zum konkurrierenden Elektreneinfang aufweisen. Von der Vielzahl möglicher Isotope werden nur einige wenige experimentell eingesetzt, deren Eigenschaften in Tabelle 3.1 aufgeführt sind.

Das preisgünstigste und am häufigsten genutzte Quellenmaterial für Positronen ist ^{22}Na , welches auch für die meisten Untersuchungen dieser Arbeit verwendet wurde. Neben dem Vorteil der vergleichsweise langen Halbwertszeit (2,6 a) kann das mit jedem Positron emittierte prompte γ -Quant ($E_\gamma = 1275 \text{ keV}$) als Startsignal für die Messmethode der Lebensdauerspektroskopie (s. Kap.3.3.1) genutzt werden. ^{22}Na wird meistens als $^{22}\text{NaCl}$ verwendet. Diese Verbindung ist chemisch sehr stabil und kann aus wässriger Lösung in kleinste Quelldurchmesser eingetrocknet werden.

Die Eindringtiefe in die zu untersuchende Materie (siehe auch Gleichung 3.2) hängt bei Verwenden von Radionukliden als Quelle von der kinetischen Energie der Positronen des β^+ -Spektrums und von der Dichte des untersuchten Werkstoffes ab. Neben ^{22}Na wurde im Rahmen dieser Arbeit auch ^{68}Ge als Quellmaterial verwendet, um die Defekte tiefenabhängig zu untersuchen.

Das simultan emittierte 1275 keV γ -Quant des ^{22}Na verschlechtert die Energieauflösung des Detektors, sofern keine Quelle-Moderator Kombination wie beispielsweise bei der Bonner Positronenmikrosonde verwendet wird und der Detektor gegenüber der direkten Gammastrahlung der Quelle abgeschirmt werden kann. Bei der Analyse der Zerstrahlungsspektren mit der Methode der Dopplerverbreiterung (s. Kap. 3.3.1) beeinflusst die Energieauflösung des Detektors das Messergebnis. Die Zerfallsschemata der beiden verwendeten Quellmaterialien sind in Abbildung 3.1 dargestellt.

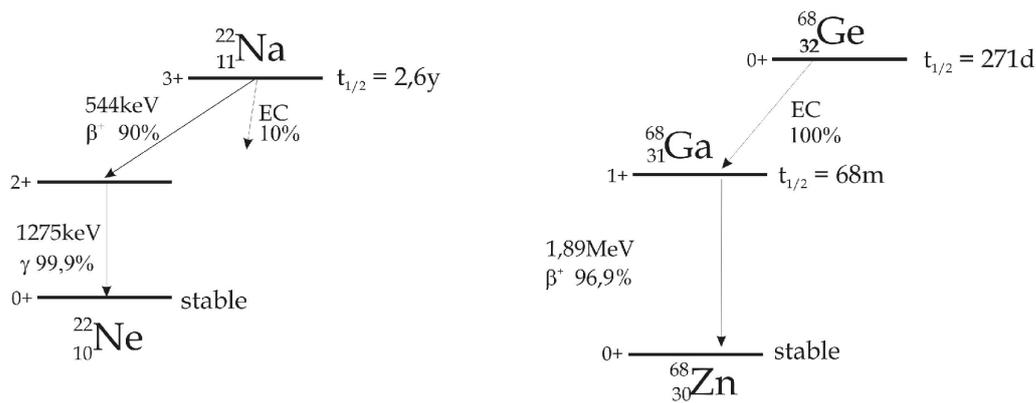


Abbildung 3.1: Zerfallsschemata von ^{22}Na (li) und ^{68}Ge (re): Das Germaniumisotop zerfällt über Elektroneneinfang in ^{68}Ga . Das Tochternuklid besitzt eine um vier Größenordnungen kleinere Halbwertszeit und ist der „eigentliche“ Positronenemitter.

3.2 Positronen im Festkörper

3.2.1 Thermalisieren

In kondensierter Materie werden Positronen innerhalb weniger Pikosekunden bis auf thermische Energie $E_{th} = \frac{3}{2}k_bT$ ($\approx 1/25\text{eV}$ bei Raumtemperatur) abgebremst [NO80, Pau83]. Die Zeit für diese Thermalisierung beträgt nur einen Bruchteil der gesamten Positronenlebensdauer in Festkörpern [PN94, Pau83, Nie83]. Die wichtigsten Mechanismen für den Energieverlust in Metallen sind hierbei:

- Inelastische Stöße mit Rumpf- und Leitungselektronen. Dieser Prozess ist bei höheren Energien ($>10\text{keV}$) dominierend
- Anregung von Plasmonenschwingungen
- Phononenanregung

3.2.2 Eindringtiefe

Das Implantationsprofil der Positronen wird durch die verschiedenen Streuprozesse während des Thermalisierens bestimmt. Für monoenergetische Quellen sind hierzu umfangreiche Simulationsrechnungen durchgeführt und an Experimenten verifiziert worden [Gho95]. Die aus den simulierten Implantationsprofilen resultierende mittlere Eindringtiefe kann mittels Gleichung 3.1 abgeschätzt werden [Gho95]. Die Breite der Verteilung entspricht dabei ungefähr dem doppelten Wert der mittleren Eindringtiefe.

$$\langle z(E) \rangle = \frac{A}{\rho} E^n \quad (3.1)$$

mit $\langle z(E) \rangle$: mittlere Implantationstiefe [Å]
 E : Positronenenergie [keV]
 ρ : Dichte [g/cm³]
 A, n : Fitparameter

Bei Verwenden von radioaktiven Präparaten als Quelle ist die breite Energieverteilung des β^+ -Spektrums zu berücksichtigen. Empirische Untersuchungen [PN94] führten zu dem Ergebnis, dass die Positronenintensität mit zunehmender Eindringtiefe exponentiell abnimmt. Für das Implantationsprofil ergibt sich folgender Ausdruck:

$$I(z) = I_0 \exp(-\alpha_+ z), \text{ wobei } \alpha_+ [\text{cm}^{-1}] = 17 \frac{\rho [\text{gcm}^{-3}]}{E_{\text{max}}^{1.43} [\text{MeV}]} \quad (3.2)$$

mit $I(z)$: Positronenintensität
 $1/\alpha_+$: charakteristische Eindringtiefe
 ρ : Dichte [g/cm³]
 E_{max} : maximale Positronenenergie

Die charakteristischen Reichweiten \bar{z} , definiert als $I(\bar{z}) = I(0)/e$, von Positronen aus den Isotopen ^{68}Ge und ^{22}Na sowie für monoenergetische Quellen mit 30 keV in den untersuchten Titan- und Eisenlegierungen sind in Tabelle 3.2 aufgeführt.

Tabelle 3.2: Mittlere Eindringtiefe von Positronen aus ^{68}Ge und ^{22}Na Präparaten ($E_{\text{kin,max}} = 540$ bzw. 1880 keV) und von monoenergetischen Positronen ($E_{\text{kin}} = 30$ keV) in Titan und Stahl.

Werkstoff	$\rho [\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}]$	$\bar{z}_{^{22}\text{Na}} [\mu\text{m}]$	$\bar{z}_{^{68}\text{Ge}} [\mu\text{m}]$	$\bar{z}_{30\text{keV}} [\mu\text{m}]$
Ti	4,5	55	316	2,1
Fe	7,8	32	183	1,2

3.2.3 Diffusion

Nach dem Thermalisieren diffundiert das Positron den weitaus längsten Teil seiner Lebensdauer vergleichbar einem „random walk“ durch den Festkörper [NO80, Nie83]. Die typische Diffusionslänge L_+ wird durch die mittlere Lebensdauer τ_{e+} gemäß

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau_{e+}} \quad (3.3)$$

bestimmt. Die Diffusionskonstante D_+ ist nur ungenau bekannt und liegt in vielen Materialien bei etwa $1 \text{ cm}^2/\text{s}$ [SL88]. Mit einer mittleren Lebensdauer τ_{e+} von 100 - 300 ps in defektarmen Metallen [PN94] ergeben sich somit Diffusionslängen von $0,1$ - $0,4 \mu\text{m}$. Diese große Beweglichkeit im thermalisierten Zustand erklärt die hohe Empfindlichkeit von Positronen gegenüber Defekten der kristallinen Struktur. Punktdefekte können ab Defektkonzentrationen größer als $10^{-7} \dots 10^{-6}$ Defekte/Atom experimentell nachgewiesen werden. Abbildung 3.2

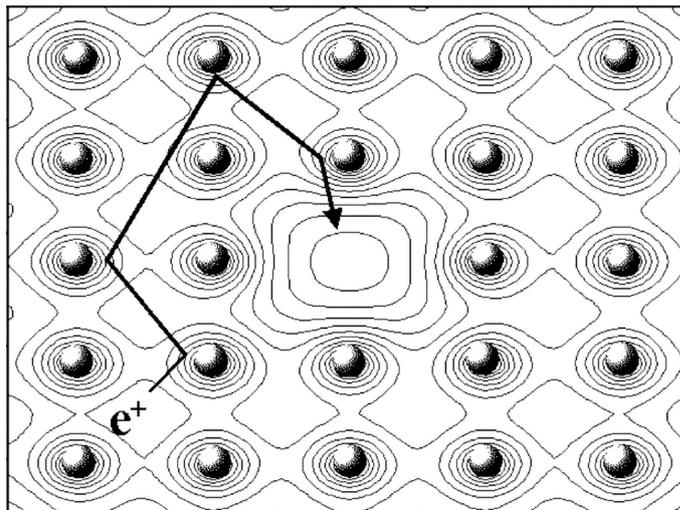


Abbildung 3.2: *Diffusionsweg eines Positrons im Kristallgitter, schematisch.* Atomare Leerstellen können aufgrund ihres attraktiven Potentials Positronen einfangen. Die Equipotentiallinien des abstoßenden Coulombpotentials der Ionenrümpfe sind schematisch eingezeichnet. [Wid99]

zeigt schematisch den Weg eines Positrons durch den Festkörper nach dem Thermalisieren. Es wird an den positiv geladenen Kernen gestreut und kann von Fehlstellen eingefangen werden. Der Diffusionsweg bis zum Zerstrahlen entspricht ohne Einfang etwa dem 1000-fachen der Gitterkonstanten in Metallen.

3.3 Annihilieren von Positronen und Elektronen

Der wahrscheinlichste Prozess für das Zerstrahlen von Elektron - Positron Paaren ist die Emission zweier γ -Quanten mit einer der jeweiligen Ruhemasse entsprechenden Energie von je 511 keV . Der Zerfall in ein bzw. drei Photonen bedingt weitere vertices in den entsprechenden Feynman-Graphen und die zugehörigen Wirkungsquerschnitte sind um den Faktor $^1\alpha^3$ bzw. α kleiner [Wes73].

3.3.1 Experimentell zugängliche Größen des Zerstrahlens

Durch Analyse der emittierten Gammastrahlung können auf unterschiedlichem Wege Informationen über den Aufbau der untersuchten Materie gewonnen werden. Die verschiedenen Verfahren sind schematisch in Abbildung 3.3 erläutert.

¹ $\alpha \approx \frac{1}{137}$, Feinstrukturkonstante

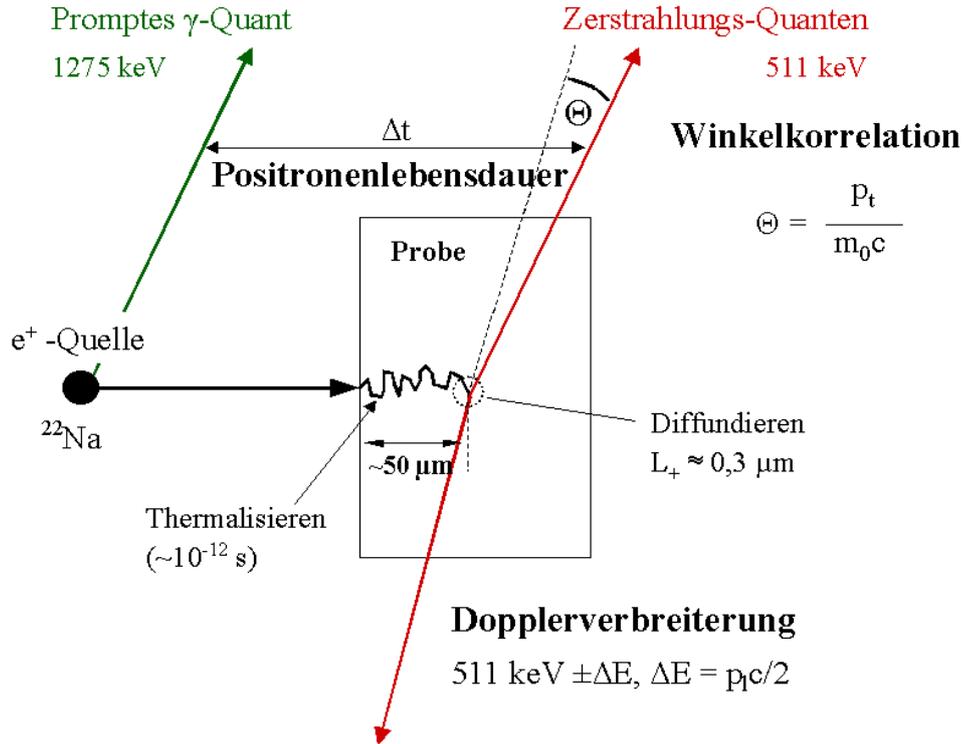


Abbildung 3.3: *Verschiedene Analysemethoden der Positronenzerstrahlung, schematisch:* Positronen aus einer radioaktiven Quelle dringen in die Probe ein, thermalisieren, diffundieren und zerstrahlen schließlich mit Elektronen der Probe. Die Zeitdauer zwischen der Emission des Positrons und dessen Annihilation wird bei **Positronenlebensdauer**messungen bestimmt. Die durch den transversalen Impuls p_t des Elektron-Positron-Paares verursachte Abweichung von der Antiparallelität wird bei Experimenten zur **gestörten Winkelkorrelation** genutzt. Die longitudinale Impulskomponente p_l verursacht eine **Dopplerverbreiterung** der Annihilationslinie, nach [KRL99].

Positronenlebensdauerspektroskopie

Für langsame Positronen ergibt sich für das Annihilieren in zwei γ -Quanten ein Wirkungsquerschnitt von $\sigma = \pi r_0^2 c / v$ ($r_0 = e^2 / m_0 c^2$, klassischer Elektronenradius), der umgekehrt proportional der Geschwindigkeit v ist. Daraus folgt für die Zerstrahlungsrate Γ [Wes73]:

$$\Gamma = \sigma v n_e \sim n_e \quad (3.4)$$

Die Positronenlebensdauer $\tau_e \equiv 1/\Gamma$ ist somit unabhängig von der Geschwindigkeit und umgekehrt proportional der Elektronendichte n_e am Zerstrahlungsort. Die experimentell zugängliche Messgröße Positronenlebensdauer ändert sich dementsprechend mit der elektronischen Umgebung am Ort der Zerstrahlung. Unterschiedliche Fehlstellentypen wie Leerstellen, Leerstellencluster oder Versetzungen führen zu einer unterschiedlichen Positronenlebensdauer. Die Sensitivität auf unterschiedliche Fehlstellentypen ist einer der großen Vorteile der Positronenlebensdauerspektroskopie [Sta96]. Allerdings ist für eine Differenzierung der Ergebnisse nach einzelnen Fehlstellentypen eine hohe Anzahl detektierter Ereignisse notwendig, um zuverlässige Anpassungen zu ermöglichen. Ferner benötigt man ein Startsignal für

die Zeitmessung, was bei unmoderierten Quellen ein promptes γ -Quant und bei monoenergetischen Strahlen ein Pulsen des Strahls erfordert. Die Positronenlebensdauer hängt nur von der Elektronendichte, nicht aber von der Impulsverteilung der Elektronen am Zerstrahlungsort ab. Beispielsweise kann der Einfluss von Fremdatomen in Legierungen, welche sich durch einen unterschiedlichen Impuls ihrer Kernelektronen auszeichnen, mittels Positronenlebensdauerspektroskopie nicht nachgewiesen werden.

Impuls des Elektron-Positron-Paares

Neben der Positronenlebensdauer geben zwei weitere Charakteristika der Zerstrahlung Auskunft über den Zustand des Elektron-Positron Paares zum Zeitpunkt des Annihilierens. Die Energie der beiden γ -Quanten sowie deren Winkelkorrelation werden durch den Gesamtimpuls des Zerstrahlungspaares beeinflusst. Das thermalisierte Positron besitzt im Vergleich zum Elektron einen deutlich kleineren Impuls, so dass der Elektronenimpuls den wesentlichen Beitrag zum Messsignal liefert.

Im Schwerpunktsystem (Abbildung 3.4) werden beide Photonen mit jeweils der halben Gesamtenergie $E_0 = E_{total}/2$ des Systems antiparallel zueinander emittiert, wobei $E_{total} = 2m_0c^2 + E_b$. Die Bindungsenergie E_b des Elektrons und des Positrons an den Festkörper verringert geringfügig die Energie der Annihilationsquanten. Die Transformation in das Laborsystem führt nun zu zwei experimentell zugänglichen Observablen, welche im wesentlichen vom Impuls des Elektrons bei der Zerstrahlung anhängig sind.

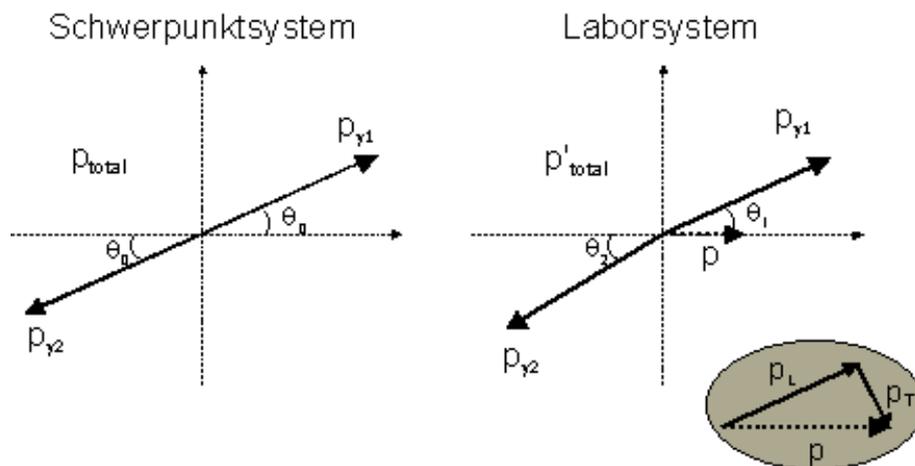


Abbildung 3.4: Im Schwerpunktsystem (links) werden beide Photonen antiparallel emittiert. Beim Transformieren in das Laborsystem ist zusätzlich der Impuls p des Elektron-Positron-Paares zu berücksichtigen, welcher die Winkelkorrelation der γ -Quanten stört und die Energie der Annihilationsquanten verändert.

(Gestörte) Winkelkorrelation

Die transversale Impulskomponente p_T des Elektron-Positron-Paares führt zu einer Störung der Antiparallelität der γ -Quanten:

$$\delta\theta = \Theta_1 - \Theta_2 \approx \frac{p_T}{m_0c} \quad (3.5)$$

Die Methode der Winkelkorrelation nutzt diesen Effekt für detaillierte Messungen der Impulsverteilung der Elektronen in Materie. Der Messaufbau besteht aus zwei Detektoren, welche in Koinzidenz geschaltet die Abweichung von der Antiparallelität der Zerstrahlungsquanten registrieren. Die Auflösung wird bei diesem Messverfahren durch die geometrische Anordnung von Kollimatoren und Detektoren gegeben und kann zu Ungunsten der Zählrate nahezu beliebig hoch gewählt werden.

Der Vorteil von Winkelkorrelationsmessungen ist das hohe Winkel- ($\Delta\Theta \approx 0,5 - 1$ mrad) und damit Impuls- und Energieauflösungsvermögen $\frac{\Delta E}{\delta\Theta} \approx 255,5 \frac{\text{eV}}{\text{mrad}}$ [Sch81]. Im Vergleich zu Lebensdauerspektroskopie- oder Dopplerverbreiterungsmessungen ergeben sich jedoch auch bei bis zu 100 mal größeren Quellstärken sehr lange Messzeiten aufgrund geringer Zählraten.

Dopplerverbreiterung

Der longitudinale Anteil des Paarimpulses p_L verändert im Laborsystem aufgrund des Doppereffektes die Energie $E_{1,2}$ der beiden Photonen:

$$E_{1,2} = \frac{1}{2} E'_{total} (1 \pm \frac{p_L}{2m_0c}) \quad (3.6)$$

Die Gesamtenergie im Laborsystem E'_{total} ergibt sich aus der relativistischen Transformation $E'_{total} = E_{total} / \sqrt{1 - v^2/c^2}$, wobei v die Geschwindigkeit des Schwerpunktes des Elektron-Positron-Paares bezeichnet.

Der Longitudinalimpuls p_L sorgt also für eine Verbreiterung der Annihilationslinie symmetrisch um E'_{total} . Änderungen in E'_{total} führen zu einer Verschiebung der Annihilationslinie, welche aufgrund der relativistischen Transformation in den meisten Fällen jedoch vernachlässigbar klein ist. Der Impuls eines Elektrons mit einer kinetischen Energie von nur 10 eV ($p_L = 6,3 \cdot 10^{-3} m_0c$) verändert dagegen die γ -Quantenenergie um maximal $1,6 \text{ keV}$. Germaniumdetektoren mit Energieauflösungen von $\approx 1,2 \text{ keV}$ bei 511 keV können diese Verbreiterung nachweisen.

Der Vorteil von Dopplerverbreiterungsmessungen ist die hohe Zählrate bei relativ geringer Quellstärke, da prinzipiell keine Koinzidenzmessung erforderlich ist². In kurzer Zeit können Haftstellenkonzentrationen bestimmt werden. Allerdings können diese Haftstellenkonzentrationen nicht ohne weiteres nach verschiedenen Haftstellentypen differenziert werden. Ein weiterer Vorteil der Dopplerverbreiterungsmessungen ist die Möglichkeit des Differenzierens nach den Elementen, mit denen das Positron zerstrahlt. Bei ausreichend hoher Ereignissanzahl im Zerstrahlungsspektrum kann durch Auswerten des Hochimpulsteiles der Zerstrahlungslinie der Einfluss von Ausscheidungen an der Werkstoffschädigung bestimmt werden [Zam02].

²Durch eine zusätzliche Koinzidenzschaltung kann der Untergrund reduziert werden

Für die Untersuchungen zu dieser Arbeit wurde das Messverfahren der Dopplerverbreiterung genutzt. Messungen an einer Vielzahl von Wöhlerproben erforderten viele Einzelmessungen mit geringerer Ortsauflösung. Der Vorteil der kurzen Messzeit konnte hier genutzt werden. Für Messungen mit hoher Ortsauflösung stand mit der Bonner Positronenmikrosonde ein weltweit einzigartiger kontinuierlicher, monoenergetischer Positronenstrahl mit extrem kleinem Strahldurchmesser $d \leq 10 \mu\text{m}$ zur Verfügung. Aufgrund der gegebenen experimentellen Voraussetzungen (Zählrate, kontinuierlicher Strahl) ist hier nur die Analyse der Spektren mittels der Methode der Dopplerverbreiterung möglich.

3.3.2 Wechselwirken von Positronen mit Fehlstellen

Im ungestörten Metallgitter erreicht die potentielle Energie des Positrons auf Zwischengitterplätzen ein Minimum, und ein Zerstrahlen ist hier am wahrscheinlichsten. Während der Diffusion durch das Gitter kann das Positron allerdings von Haftstellen eingefangen werden. Das Diffundieren des Positrons durch den Festkörper kann als delokalisierte Zustand gedeutet werden, welcher quantenmechanisch durch eine über mehrere Gitterkonstanten ausgedehnte Wellenfunktion beschrieben wird. An Defekten des kristallinen Aufbaus unterscheidet sich die potentielle Energie der Positronen zum Teil deutlich von der defektfreien Umgebung und das Positron kann hier in einen lokalisierten Zustand übergehen. Je nach Art der Fehlstelle, charakterisiert durch die Tiefe des Potentials und abhängig von der Proben temperatur kann das thermalisierte Positron bis zu seiner Zerstrahlung gebunden bleiben oder aus der Haftstelle reemittiert werden. Soweit experimentell bestimmbar, wird neben Elektronendichte und -impuls auch die Bindungsenergie E_B für Positronen zur Charakterisierung von Haftstellen genutzt. Das Einfangen in eine Haftstelle wird „trapping“, das Reemittieren „detrapping“ genannt.

Ein Trapping-Modell

Das Einfangen von Positronen in verschiedene Haftstellen lässt sich durch so genannte Trapping Modelle beschreiben (vgl. Abbildung 3.5). Die im allgemeinen temperaturabhängige Rate κ , mit der die Positronen pro Zeiteinheit in einen bestimmten Haftstellentyp eingefangen werden, ergibt sich nach

$$\kappa(T) = \nu(T) \cdot c_d \quad (3.7)$$

aus der spezifischen Einfangrate ν , die den Defekttyp beschreibt, und der Konzentration c_d des Defektes. Sofern die Haftstelle ausreichend tief in Relation zur thermischen Energie der Positronen ist, können diese nicht mehr entkommen und zerstrahlen mit der Rate λ_d aus der Haftstelle.

Bei flachen Haftstellen ist, abhängig von der Proben temperatur, ein Verlassen aufgrund der thermischen Energie des Positrons sehr wahrscheinlich. Das Positron kann dann entweder in den ungebunden delokalisierten Zustand oder in eine assoziierte, tiefere Haftstelle reemittiert werden.

Für das zuverlässige Detektieren eines Defekttyps sollte die Zerstrahlungsrate λ_d der an den Defekt gebundenen Positronen mindestens in der Größenordnung der Zerstrahlungsrate

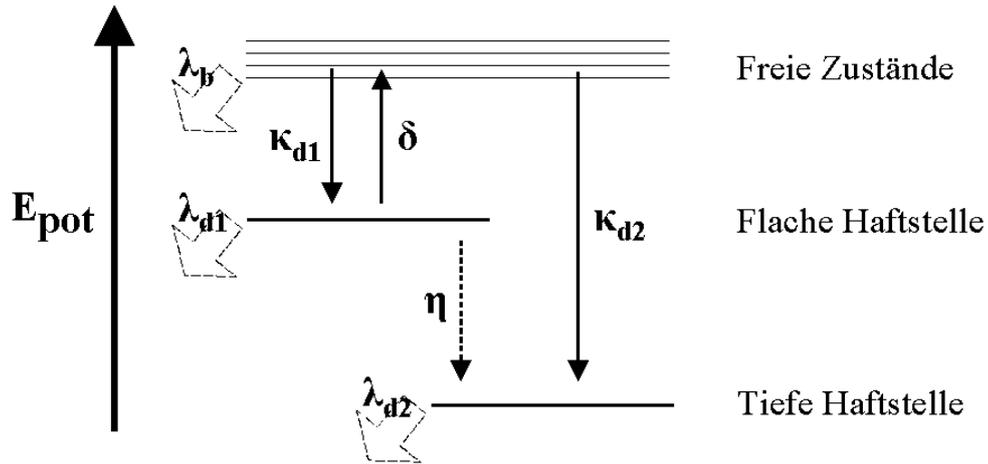


Abbildung 3.5: *Ein Trapping Modell*: Freie, delokalisierte Positronen werden von flachen und tiefen Haftstellen mit den Einfangraten κ_1 und κ_2 eingefangen. Während Positronen mit thermischer Energie tiefe Haftstellen bis zum Zerstrahlen nicht mehr verlassen können, werden sie aus flachen Haftstellen mit der Detrapping-Rate δ zurück in den freien Zustand oder mit der Übergangsrate η in tiefe Haftstellen reemittiert. Die Zerstrahlungsraten aus den verschiedenen Zuständen sind mit λ_i gekennzeichnet.

λ_b aus dem delokalisierten Zustand liegen.

Leerstellen

Einfachleerstellen besitzen aufgrund der fehlenden abstoßenden Komponente durch einen positiv geladenen Atomrumpf ein attraktives Potential für Positronen. Abbildung 3.6 zeigt schematisch den Verlauf der potentiellen Energie von Positronen im Bereich einer Einfachleerstelle.

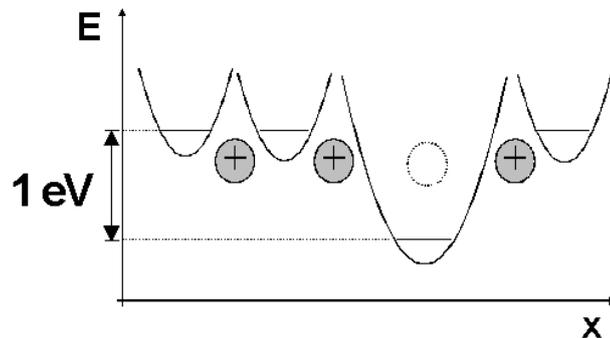


Abbildung 3.6: *Skizzierter Verlauf der potentiellen Energie von Positronen im Einflussbereich einer Einfachleerstelle*. Aufgrund der fehlenden abstoßenden Komponente der Atomrümpfe bildet sich ein attraktives Potential mit einer Bindungsenergie $E_B \geq 1 \text{ eV}$ aus. Lokalisierte Positronen mit thermischer Energie können diese Haftstelle bis zum Zerstrahlen nicht mehr verlassen.

Die Tiefe des Potentialtopfes, charakterisiert durch die Bindungsenergie E_B , wird mit $E_B \geq 1 \text{ eV}$ angegeben [Sch81]. Selbst bei Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt vieler Metalle ist daher kein Entweichen aus dem Haftstellenpotential einer Einzelleerstelle möglich. Im Trappingmodell (Abbildung 3.5) können Leerstellen daher als tiefe Haftstelle (Defekttyp 2 in Abb.3.5) gedeutet werden. Die spezifische Einfangrate für diesen Fehlertyp liegt bei $\nu \approx 10^{14} - 10^{15} \text{ s}^{-1}$ [Wes73]. In Verbindung mit einer Zerstrahlungsrate von $\lambda_b \approx 10^9 \text{ s}^{-1}$ aus dem freien Zustand ergibt sich eine Nachweisgrenze von ca. $10^{-6}/\text{Atom}$ für Einfach-leerstellen. Oberhalb einer Leerstellenkonzentration von etwa $10^{-4}/\text{Atom}$ wird nahezu jedes Positron von einer Leerstelle eingefangen und ein weiteres Differenzieren von noch höheren Fehlerkonzentrationen daher unmöglich [PN94].

Versetzungen

Der Versetzungskern einer idealen Stufen- bzw. Schraubenversetzung ist gemäß Theorie und Experiment eine flache Haftstelle für Positronen mit einer Bindungsenergie von $E_B \leq 100 \text{ meV}$ [HMM90, HMM89, WMH99, DDDVS74]. Sie entsprechen dem Defekttyp 1 aus

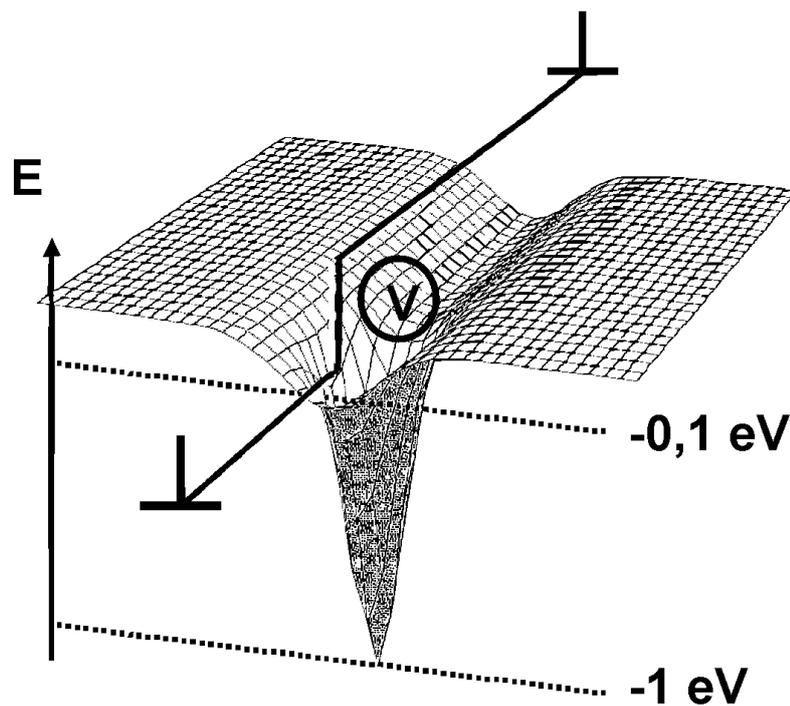


Abbildung 3.7: *Skizzierter Verlauf der potentiellen Energie von Positronen im Einflussbereich einer Stufenversetzung* Entlang der Versetzungslinie liegt das Potential geringfügig unter dem des ungestörten Gitters. Eine Leerstelle, welche an die Versetzung angelagert ist, bildet einen monoatomaren Sprung. Der schematisch dargestellte Potentialverlauf zeigt an dieser Stelle ein tiefes, leerstellenartiges Potential. Das flache Potential der Versetzungslinie kann die Übergangsrate der Positronen in derartige Fehlerstellen vergrößern. [Wid99]

Abbildung 3.5 (Trapping-Modell), und ein Detrapping von lokalisierten Positronen aufgrund der thermischen Energie ist sehr wahrscheinlich. Theoretische Überlegungen ergeben, dass die Annihilationsrate λ_{d1} aus einer flachen Haftstelle derer des freien Zustandes sehr ähnlich ist. Flache Haftstellen sind daher experimentell nicht direkt nachweisbar.

Experimentell nachgewiesene Positronenlebensdauern, die für Versetzungen charakteristisch sind, unterscheiden sich jedoch deutlich vom freien Zustand und sind entweder gleich oder nur geringfügig kürzer als die von Einzelleerstellen. Dies kann dadurch erklärt werden, dass die Versetzungslinie eine Art Übergangszustand für Positronen bildet, bevor diese in assoziierten, tieferen Haftstellen eingefangen werden (siehe auch Abbildung 3.7). Sprünge auf der Versetzungslinie oder im Spannungsfeld der Versetzung gebundene Leerstellen stellen innere offene Volumina dar („open volume defects“) und besitzen eine den Einfachleerstellen entsprechende hohe Positronenaffinität [See55, HW61]. Diese Defekte werden oft als leerstellenartig bezeichnet [MSSS74]. Die Anwesenheit der Versetzung erhöht die Einfangrate in solche assoziierten Defekte um die Übergangsrate η . Versetzungen stellen ebenfalls „schnelle Diffusionswege“ für Positronen dar und ermöglichen größere Diffusionslängen bis zum Zerstrahlen [WMH99]. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit des Einfangens durch eine assoziierte Haftstelle oder eine weitere Fehlstelle im Gitter.

Die mittels Positronenannihilation bestimmten Versetzungsdichten stimmen gut mit den Ergebnissen von Restwiderstandsmessungen überein. Nicht das temporäre Lokalisieren im flachen Potential von einigen 100 meV, sondern die schnelle Diffusion entlang der Versetzungslinie und das Einfangen an assoziierten Haftstellen sind die Ursache für die gute Übereinstimmung.

Ausscheidungen und Fremdphasen

Ausscheidungen und andere Phasen mit von dem Grundwerkstoff abweichender chemischer Zusammensetzung können auf verschiedene Art und Weise als Haftstellen für Positronen wirken. Entscheidend sind die räumliche Anordnung im Kristallgitter und die chemische Zusammensetzung.

Die Positronenaffinität der verschiedenen Elemente des Periodensystems unterscheidet sich zum Teil erheblich [PN94]. Ausscheidungen oder Einschlüsse, die aus Elementen mit höherer Positronenaffinität als der Grundwerkstoff aufgebaut sind, können als Haftstellen für Positronen wirken. Die Zerstrahlungsparameter werden dann im wesentlichen durch die Eigenschaften des ausgeschiedenen Materials beeinflusst. Anders als bei Leerstellen kann das Lokalisieren des diffundierenden Positrons hier beispielsweise den S-Parameter (siehe Kap. 4.4) herabsetzen.

Die räumliche Anordnung von Ausscheidungen hat großen Einfluss auf den Positroneneinfang. Je nach Art des Einbaus der Fremdatome in das Wirtsgitter können weiterhin zusätzliche Haftstellen entstehen. Abbildung 3.8 zeigt schematisch den Verlauf von potentieller Energie und Aufenthaltswahrscheinlichkeit für Positronen im Einflussbereich von kohärenten und inkohärenten Ausscheidungen. Kohärente Ausscheidungen stellen ein flaches, räumlich ausgedehntes Potential für Positronen dar. Die Tiefe des Potentialtopfes hängt von der Differenz der Positronenaffinitäten zwischen Ausscheidungselement und Wirts-

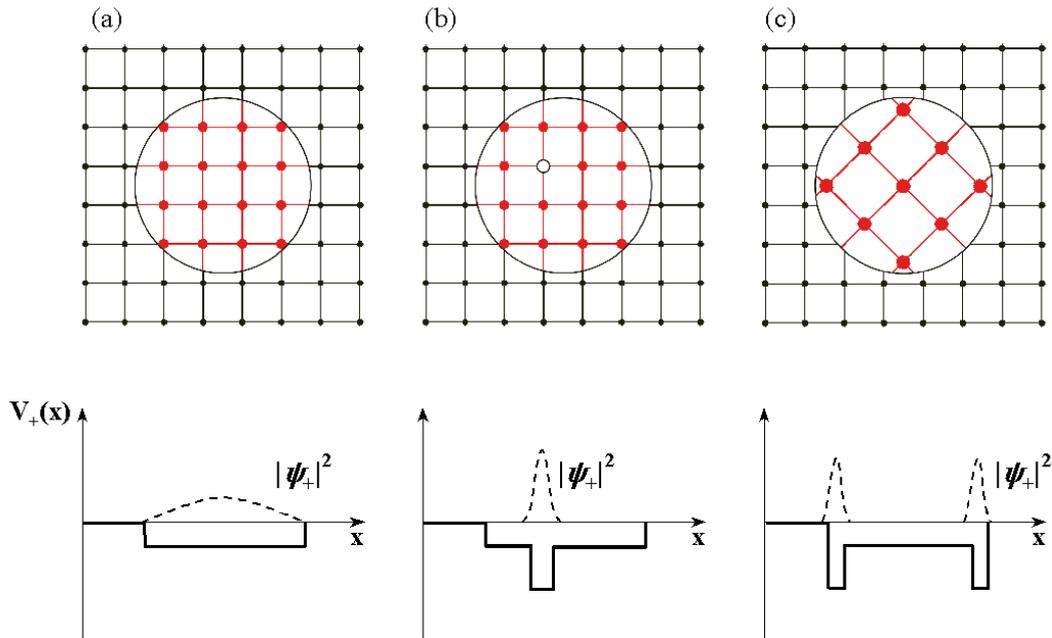


Abbildung 3.8: *Skizzierter Verlauf der potentiellen Energie von Positronen im Einflussbereich von Ausscheidungen* (a) kohärent (b) kohärent mit einer inneren Leerstelle (c) teilkohärent oder inkohärent; Ψ_+ ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit am Ort x . [KRL99]

gitter ab. In der Ausscheidung gebundene Leerstellen stellen für Positronen eine tiefe Haftstelle dar. Die Ausscheidung erhöht, ähnlich wie bei Versetzungen, den Einfang in assoziierte Defekte. Weitere tiefe Haftstellen treten an den Phasengrenzen von teil- oder inkohärenten Ausscheidungen auf. Durch die zum Grundgitter inkompatible Gitterkonstante der Ausscheidung treten an der Phasengrenze gehäuft Leerstellen oder leerstellenartige Defekte auf. Das Lokalisieren von Positronen erfolgt daher bei inkohärenten Ausscheidungen bevorzugt an den Phasengrenzen.

Bei Untersuchungen von mehrphasigen Materialien ist der konkurrierende Einfang durch die verschiedenen Phasen und Phasengrenzen zu berücksichtigen. Die Nachweisschwelle von Gitterdefekten kann dadurch zu stark erhöhten Defektkonzentrationen verschoben werden. Bei denen in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffen sind der ferritische Stahl C45E und die Titanlegierung Ti Al6 V4 aus mehreren Phasen aufgebaut (siehe auch Kapitel 4.1).

Weitere Haftstellen

Neben Leerstellen, Versetzungen und Ausscheidungen sind noch weitere Haftstellentypen für Positronen in Metallen bekannt. Korn- und Phasengrenzen bilden ebenso wie Leerstellencluster attraktive Potentiale für Positronen. Das experimentelle Untersuchen solcher Defekte ist bislang jedoch schwierig. So ist es praktisch unmöglich, Leerstellencluster nur einer speziellen Größe zu präparieren. Für das Auflösen von Korngrenzen ist der Strahldurchmesser der meisten Positronenspektrometer zu groß.

Durch theoretische Berechnungen der Einfangrate verschiedener Haftstellen können trotz der experimentellen Schwierigkeiten die unterschiedlichen Haftstellentypen bewertet werden. So ergeben Monte-Carlo-Simulationen der Positronenannihilation in feinkörnigem Material, dass in Materialien mit Korngrößen kleiner als $1\ \mu\text{m}$ der Einfang von Positronen an Korngrenzen einen Anteil von bis zu 30 % haben kann. Mit zunehmender Fehlstellenkonzentration im Korninneren nimmt dieser Anteil jedoch ab. Insbesondere bei bimodalen Mikrostrukturen mit zum Teil sehr fein strukturierter zweiter Phase (siehe auch Kapitel 4.1.1) ist dieser Einfluss der Korngrenzen zu berücksichtigen [SKK99].

Experimentelle Fortschritte beim Charakterisieren von Korngrenzen sind vor allem durch den Einsatz fein fokussierter Positronenstrahlen zu erwarten. Der mit Abstand geringste Strahldurchmesser eines kontinuierlichen Positronenstrahles liegt derzeit bei $7\ \mu\text{m}$ (Bonner Positronenmikrosonde, Sommer 1998). Dieser Strahldurchmesser liegt in einer ähnlichen Größenordnung wie der doppelte Diffusionsradius von Positronen von etwa $1\ \mu\text{m}$, welcher die untere Grenze der Ortsauflösung für Experimente mit Positronen darstellt.

Kapitel 4

Experimentelle Methoden

Die Experimente zur Bestimmung der Fehlstellendichte mittels Positronenannihilation wurden an kubisch raumzentrierten, kubisch flächenzentrierten und hexagonalen Kristallsystemen durchgeführt. Im Vordergrund stand dabei die Anwendungsnähe der verwendeten Werkstoffe, das heißt die Untersuchungen sollten explizit nicht an „exotischen“ Modellwerkstoffen erfolgen, welche in der Praxis kaum verwendet werden. Deshalb wurden Titanlegierungen und Stähle untersucht, welche in der Luftfahrt und im Automobilbau häufig eingesetzt werden.

4.1 Probenmaterial

4.1.1 Titanlegierungen

Titan stellt etwa 0,6 % der Erdkruste und ist das vierthäufigste Metall in der Erdkruste. Seine geringe Verbreitung in Massensegmenten wie beispielsweise dem Serienfahrzeugbau ist in erster Linie auf den hohen Werkstoffpreis zurückzuführen. Titan kommt in der Natur meist in Form oxidischer Erze wie Rutil und Anatas (TiO_2) vor, deren Reduktion zu metallischem Titan aufgrund der hohen Affinität zu Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff sehr energieaufwendig und folglich kostenintensiv ist. Titanlegierungen besitzen eine hohe spezifische Festigkeit und somit eine hervorragende Eignung für den stofflichen Leichtbau. Aufgrund des hohen Werkstoffpreises werden Titanlegierungen vorwiegend für Anwendungen eingesetzt, bei denen neben der Gewichtsreduktion weitere positive Eigenschaften wie beispielsweise die exzellente Korrosionsbeständigkeit, welche auf einer Deckschichtbildung in oxidierenden Medien beruht, genutzt werden (siehe zum Beispiel Titan-Achsfeder des Volkswagen Lupo FSI [SMK⁺01]). Bei bewegten Bauteilen wie dem Pleuel in einem Verbrennungsmotor oder Turbinenschaufeln in Flugzeugtriebwerken rechtfertigt die Verringerung der oszillierenden Massen den Einsatz von Titan. Hier ist die Kenntnis der dynamischen Belastbarkeit von besonderer Bedeutung. Titanlegierungen besitzen jedoch, ähnlich wie Aluminiumwerkstoffe, keine ausgeprägte Dauerfestigkeit und dadurch wird das Abschätzen von Ausfallwahrscheinlichkeiten, besonders bei sehr großen Lastspielzahlen ($\geq 10^8$ Lastwechsel) erschwert.

Reines Titan kommt in zwei Gittermodifikationen vor. Oberhalb von 882°C ist die

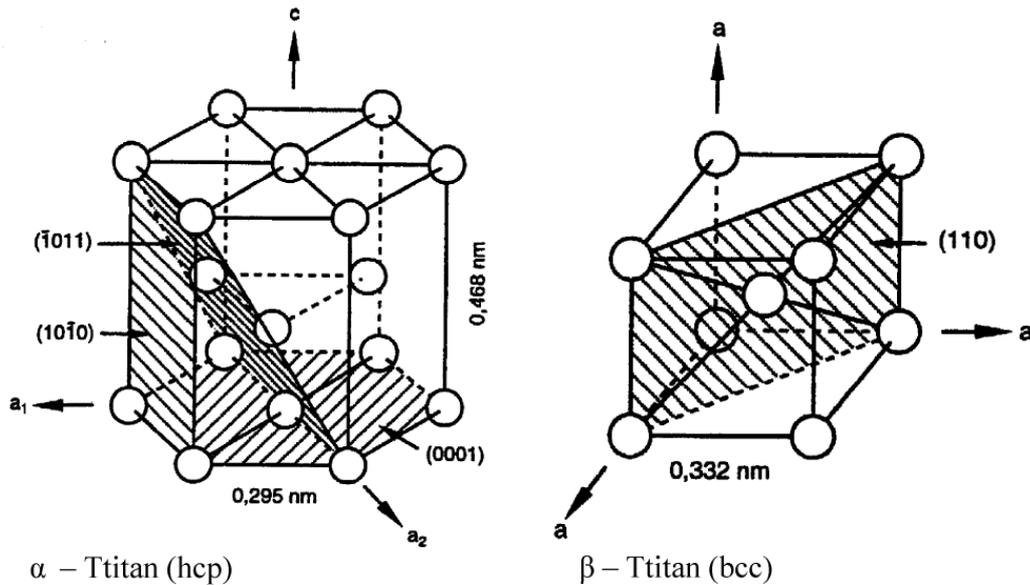


Abbildung 4.1: Gitterstrukturen von Titan. Im hcp-Gitter des Titans sind die $\{10\bar{1}0\}$ bzw. $\{10\bar{1}1\}$ -Ebenen gegenüber den $\{0001\}$ -Basisebenen als Gleitebenen bevorzugt.

kubisch raumzentrierte β -Phase beständig, die unterhalb dieser Temperatur (so genannte β -Transustemperatur) allotrop in die hexagonale α -Phase umwandelt. Abbildung 4.1 zeigt die Gitterstrukturen von α - und β -Titan mit den wichtigsten Ebenen und Gleitsystemen. α -Titan besitzt ein relativ kleines c/a -Verhältnis von 1,58 und daher wird die Prismen- und Pyramidengleitung auf den $\{10\bar{1}0\}$ bzw. $\{10\bar{1}1\}$ -Ebenen gegenüber der Basisleitung auf den nicht ganz dichtest gepackten $\{0001\}$ -Ebenen bevorzugt („Titan-Mechanismus“ [Ber89, Got98]). Allerdings befinden sich bei Titan nicht alle Atome exakt in den Pyramiden- und Prismenebenen, so dass von „welligen“ Gleitebenen gesprochen wird, die eine höhere kritische Schubspannung aufweisen als glatte Gleitebenen.

Die Legierungselemente in Titanlegierungen werden in Abhängigkeit von ihrem Einfluss auf die β -Transustemperatur in neutrale, α -stabilisierende und β -stabilisierende Elemente eingeteilt (siehe auch Abbildung A.1). Gemäß ihrem Anteil an β -stabilisierenden Elementen und β -Phasengehalt bei Raumtemperatur werden Titanlegierungen in fünf Obergruppen zusammengefasst: α -, Near- α -, ($\alpha + \beta$)-, metastabile β - und β -Legierungen¹.

Unlegiertes (α -) Titan (Ti2)

Da vor allem die mechanischen Eigenschaften von Titan bereits durch geringe Gehalte an Begleitelementen erheblich beeinflusst werden, wird zwischen reinem Titan und Titan technischer Reinheit unterschieden. Titan technischer Reinheit wird weiterhin, mit zunehmendem Gehalt an Begleitelementen wie Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff und Kohlenstoff in vier Stufen von „Grade 1“ bis „Grade 4“ unterschieden. Mit steigendem Gehalt dieser Verunreinigungen nimmt die Festigkeit zu, die Duktilität wird geringer. Im Rahmen dieser Arbeit

¹Zur Bezeichnung von Titanlegierungen siehe auch Kapitel A im Anhang

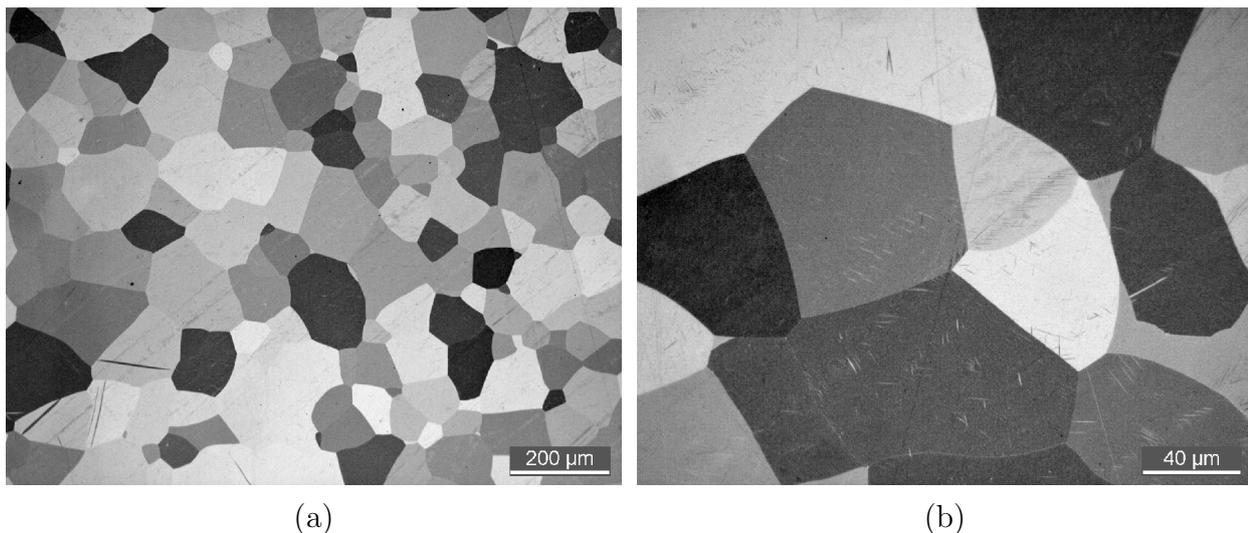


Abbildung 4.2: Unlegiertes Titan Ti_2 , nach Weck [Pet94] (Farbätzung, wässrige $(NH_4)HF_2$ -Lösung) geätzter Querschliff, Lichtmikroskop: (a): 100x (b): 500x. Die Körner werden ihrer Orientierung entsprechend unterschiedlich angeätzt und erscheinen daher in verschiedenen Helligkeiten. Das Gefüge besteht zu 100 % aus α -Titan.

wurde Titan Grade2 (Ti_2 , W.Nr. 3.7035) untersucht, das zum Beispiel für Abgasanlagen in Kraftfahrzeugen verwendet wird.

Die mittels optischer Emissions Spektroskopie (OES) bestimmte chemische Zusammensetzung des verwendeten Titan Grade2-Materials zeigt Tabelle 4.1. Bei Raumtemperatur besteht das Gefüge zu 100 % aus α -Phase, wie der geätzte Querschliff in Abbildung 4.2 zeigt. Die globular angeordnete, hexagonale α -Phase besitzt eine ausgeprägte Anisotropie, die eine Reihe von physikalischen Eigenschaften beeinflusst. So beträgt bei Raumtemperatur der E-Modul parallel zur c -Achse 145 GPa, senkrecht dazu entlang der $\{0001\}$ -Basisebene aber nur 100 GPa [Don88]. Beim Umformen stellt sich eine ausgeprägte Textur ein, welche sich durch Rekristallisationsglühen nicht wesentlich verändert [Zwi74].

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des Titan Grade2-Probenmaterials (Ti_2) nach eigener Analyse (OES) und Spezifikation nach DIN 17850 [DIN850] (alle Angaben Masse-%).

Element	Fe	O	N	C	andere	Ti
DIN 17850	$\leq 0,20$	$\leq 0,18$	$\leq 0,05$	$\leq 0,06$	$\leq 0,40$	Rest
OES Proben	0,06	n.b.	0,02	0,01	$< 0,15$	99,76

Die $(\alpha + \beta)$ -Titanlegierung Ti Al6 V4

Die mit Abstand am weitesten verbreitete Titanlegierung Ti Al6 V4 ² (W.Nr. 3.7165), welche überwiegend in der Luftfahrt und im Rennsport bei hochbeanspruchten Bauteilen eingesetzt wird, zählt zur Gruppe der $(\alpha + \beta)$ -Legierungen. Abbildung 4.3 zeigt einen quasibinären

²Nominelle Zusammensetzung: 6 Gew.-% Al, 4 Gew.-% V. Einzelheiten in Tabelle 4.2 und Kapitel A

Schnitt durch das Dreistoffsystem Ti6Al-V. Durch verschiedene thermische und thermo-mechanische Behandlungen kann die Mikrostruktur den Anforderungen entsprechend angepasst werden. Es können, je nach gewünschtem Eigenschaftsspektrum, vier Grundtypen von Mikrostrukturen eingestellt werden und zwar lamellare, globulare, bi-modale und martensitische. Bi-modale Gefüge vereinigen die positiven Eigenschaften von globularen und lamellaren Gefügen. Martensitische Gefüge verhalten sich in etwa wie extrem feine, lamellare Strukturen.

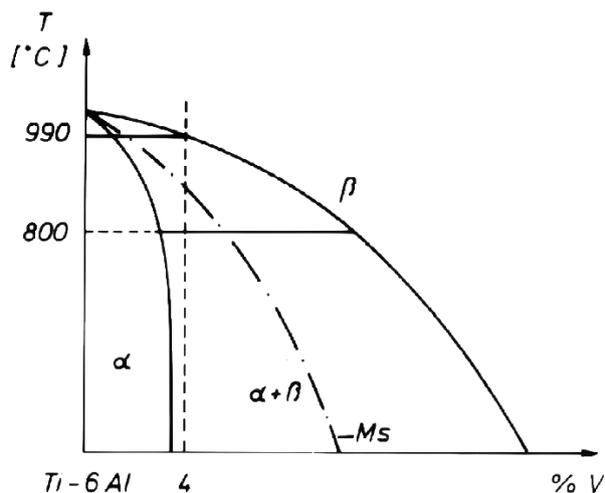


Abbildung 4.3: Quasibinärer Schnitt durch das System Ti 6Al - V. (alle Angaben Gewichts-%) Die β -Transustemperatur von Ti Al6 V4 liegt bei 990°C .

α -Phase (α_p) zu schaffen. Üblicherweise erfolgt die Umformung im $(\alpha + \beta)$ -Gebiet, da bei Überschreiten der β -Transustemperatur starkes Kornwachstum einsetzt. Nach der Umformung wird die Rekristallisationsglühung ebenfalls im $(\alpha + \beta)$ -Gebiet durchgeführt. Die Höhe der Glühstemperatur bestimmt entsprechend den Hebelverhältnissen in Abbildung 4.3 den Anteil der primären α -Phase α_p . Während der Rekristallisationsglühung tritt durch Kornwachstum eine Vergrößerung der α_p -Körner auf, so dass über die Glühdauer die α_p -Korngröße eingestellt werden kann. Die Parameter α_p -Korngröße und α_p -Volumenanteil haben zusätzlich im Zusammenspiel Einfluss auf die β -Korngröße, da das Kornwachstum der β -Phase beim Glühen durch die α -Phase behindert wird. Bei den bimodalen Gefügen können daher deutlich kleinere β -Korngrößen als bei den rein lamellaren Gefügen eingestellt werden. Während der Abkühlung von der Rekristallisationstemperatur wird die β -Phase analog zu den lamellaren Gefügen in α -Lamellen bzw. in α' -Martensit umgewandelt.

In einer abschließenden Wärmebehandlung können die mechanischen Eigenschaften durch Ausscheidungshärtung variiert werden. In der α -Phase bildet sich eine kohärente Ti_3Al -Phase (α_2), in der verbliebenen, übersättigten β -Phase scheidet sich fein verteilt α -Phase aus oder ganze Bereiche wandeln sich in fein verteiltes α - β -Mischgefüge um [Don88]. Dies

Lamellare Gefüge entstehen bei langsamem Abkühlen aus dem β -Gebiet. Während der Abkühlung wandelt die β -Phase allotrop und nahezu vollständig in die α -Phase um. Die Breite und die Länge der dabei entstehenden α -Lamellen werden durch die Abkühlgeschwindigkeit aus dem β -Gebiet kontrolliert. Erhöhen der Abkühlrate führt zu einer Reduktion der Lamellenabmessungen. Bei ausreichend hohen Abkühlraten bis zu Temperaturen unter die Martensitstart-Temperatur (siehe auch Abbildung 4.3) erfolgt ein Umwandeln der β -Phase in den hexagonal verzerrten Martensit α' .

Für das Einstellen globularer und bimodaler Gefüge ist eine plastische Vorverformung notwendig, um eine genügend hohe Versetzungsdichte für die anschließende Rekristallisation der primären globularen

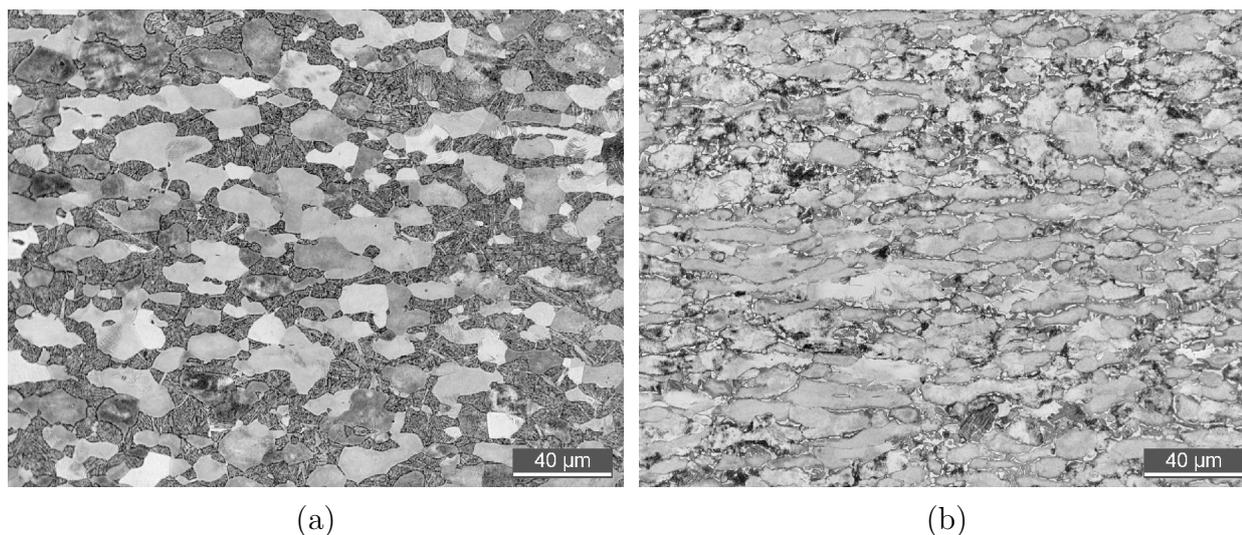


Abbildung 4.4: *TiAl6V4*, Mikroätzung nach [Pet94] (wässrige 2% HF, 5% H₂O₂-Lösung), Querschliff, Lichtmikroskop, 500x: (a): bi-modal (b): globular. Das bi-modale Gefüge besitzt einen deutlich größeren Anteil an nadeligem ($\alpha + \beta$)-Mischgefüge (dunkelgrau).

beeinflusst die mechanischen Eigenschaften und erhöht zum Beispiel die Streckgrenze, ohne die Duktilität deutlich herabzusetzen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde hauptsächlich die bi-modale Gefügestruktur, welche aufgrund der günstigen Eigenschaftskombination oft verwendet wird, untersucht. Um den Einfluss der sehr fein verteilten Korn- und Phasengrenzen des bi-modalen Gefüges auf die Positronenzerstrahlung (siehe Kapitel 3.3.2) abzuschätzen, wurden zusätzlich Umlaufbiegeproben mit globularem Gefüge untersucht. Die globulare Struktur besitzt eine deutlich homogenere Korngrößenverteilung und nur einen geringen Anteil von ($\alpha + \beta$)-Phase. Einen geätzten Schliff der untersuchten Gefügestände zeigen die Abbildungen 4.4 a und b. Die chemische Analyse (OES) des verwendeten Stangenmaterials ist in Tabelle 4.2 angegeben.

Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzung des *TiAl6V4*-Probenmaterials nach eigener Analyse (OES) und Spezifikation nach DIN 17851 [DIN851] (alle Angaben Masse-%).

Element	Al	V	Fe	O	N	C	H	Rest	Ti
DIN 17850	5,50-6,75	3,5-4,5	≤0,30	≤0,20	≤0,05	≤0,08	0,015	≤0,40	Rest
OES Proben	6,70	3,78	0,13	n.b.	0,04	0,009	n.b.	<0,11	89,27

4.1.2 Eisenlegierungen

Eisenwerkstoffe stellen mit Abstand die am meisten verwendeten metallischen Werkstoffe dar. Dies liegt zum einen daran, dass an abbauwürdigen Eisenerzvorkommen kaum ein Mangel besteht und die Verarbeitung dieser Erze zu Eisen und Stahl in großem Maße relativ

billig erfolgt, zum anderen an den besonderen mechanischen und magnetischen Eigenschaften des Eisens [Ber89].

Reineisen liegt bei Raumtemperatur in der kubisch raumzentrierten α -Phase (Ferrit) vor, welche bei 910°C allotrop in die kubisch-flächenzentrierte γ -Phase (Austenit) umwandelt. Oberhalb von 1390°C wandelt die γ -Phase wieder in eine kubisch-raumzentrierte Struktur, die δ -Phase um, was jedoch für technische Anwendungen im Gegensatz zur α - γ -Umwandlung nicht genutzt wird. Der Existenzbereich der verschiedenen Phasen kann durch Legierungselemente, insbesondere Kohlenstoff stark verändert werden.

Eisenlegierungen werden gemäß ihres Kohlenstoffgehaltes in Stähle und Gusseisen unterteilt, wobei Stähle einen Kohlenstoffanteil von 0,02 % bis 2,06 % und technische Gusseisensorten von 2 bis 4,8 % (alle Angaben Masse-%) enthalten. Stähle können weiterhin grob in ferritische und austenitische Stähle unterteilt werden. In dieser Arbeit wurde der ferritische Kohlenstoffstahl C45E (W.Nr. 1.0503) und der austenitische Stahl X6CrNiTi 18-10 (W.Nr.1.4541) untersucht.

Der Kohlenstoffstahl C45E

Der ferritische Stahl C45E³ enthält als wichtigstes Legierungselement $\approx 0,45\%$ C und zählt zu der Gruppe der unlegierten Vergütungsstähle [EN083]. Tabelle 4.3 zeigt die chemische Zusammensetzung des untersuchten Probenmaterials. Durch unterschiedliche Wärmebehandlungen können verschiedene Gefügestände eingestellt werden, welche die mechanischen Eigenschaften entscheidend beeinflussen.

Tabelle 4.3: Chemische Zusammensetzung des ferritischen Probenmaterials nach eigener Analyse (OES) und Spezifikation nach EN 10083-1 [EN083] (alle Angaben Masse-%).

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
EN 10088	0,42-0,50	$\leq 0,40$	0,50-0,80	$\leq 0,035$	$\leq 0,035$	$\leq 0,40$	$\leq 0,10$	$\leq 0,40$
OES Proben	0,49	0,26	0,67	0,017	0,004	0,10	0,02	0,09

Abbildung 4.5 zeigt das Eisen-Kohlenstoff-Diagramm mit dem metastabilen System $\text{Fe-Fe}_3\text{C}$ Teilsystem und einem Teil des stabilen Fe-C -Zustandsdiagrammes. Für das Einstellen der verschiedenen Gefügestände ist die allotrope Umwandlung des γ -Eisens in α -Eisen von besonderer Bedeutung. Die γ -Phase wandelt sich bei einem Kohlenstoffgehalt von 0,8 % während des Abkühlens bei 723°C eutektoid in Perlit um. Perlit besteht aus dicht nebeneinander liegenden Ferrit- (α -Eisen) und Zementitlamellen (Fe_3C)(siehe auch Abbildung 4.6 b).

C45E liegt über 780°C vollständig in der γ -Phase vor. Beim Abschrecken auf Raumtemperatur wird die Perlitbildung unterdrückt und der Austenit wandelt in tetragonal verformten Martensit um. Bei langsamerem Abkühlen ($< 1\text{ K/min}$), wie zum Beispiel beim Normalglühen (siehe Kapitel 4.2.2), bildet sich unterhalb von 780°C zunächst Ferrit mit 0,02 %C an den Korngrenzen der Austenitkörner und der Austenit wird an Kohlenstoff an-

³Die Kurznamen von Stählen sind in Kapitel B im Anhang beschrieben

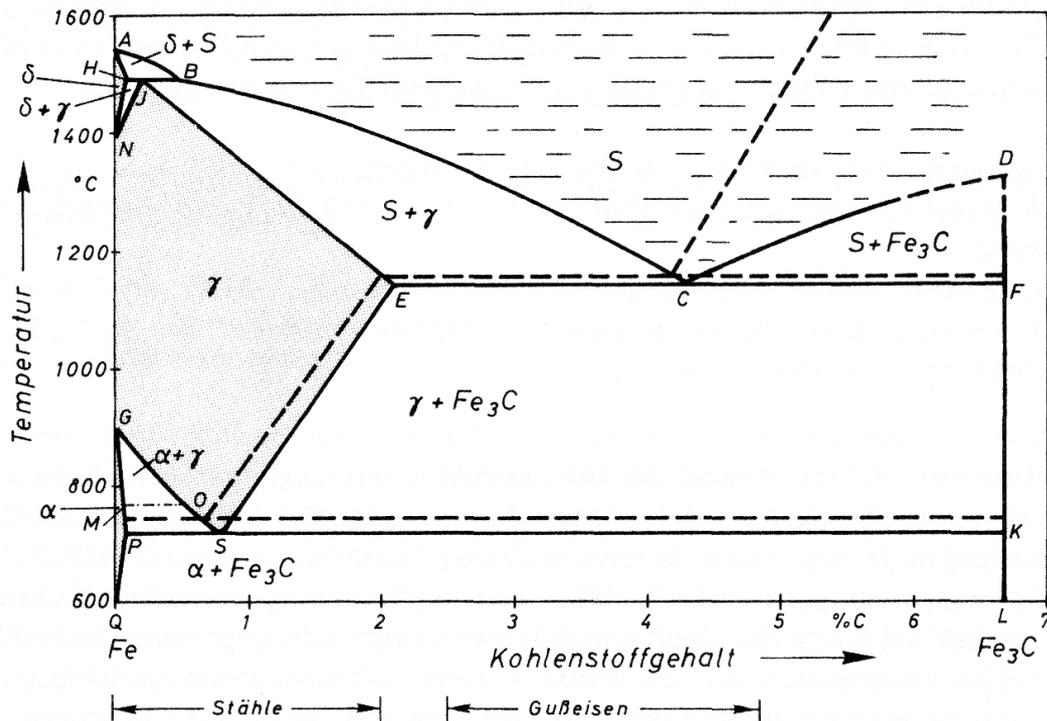


Abbildung 4.5: Zustandsdiagramm Fe-Fe₃C [Ber89]. Die gestrichelten Diagrammlinien entsprechen dem stabilen System Fe-C.

gereichert. Unterhalb von 723 °C zerfällt der verbleibende Austenit (mit 0,8 %C) in Perlit. Bei sehr langsamer Abkühlung ($\sim 0,5$ K/min) besteht das Gefüge von C45E bei Raumtemperatur aus 60 % α -Fe (Ferrit) und 40 % Perlit. Wird schneller als 1 K/min abgekühlt, wird die voreutektoide Ferritausscheidung unterdrückt und der Anteil von Perlit am Gefüge nimmt entsprechend zu [RS97b]. Die Abbildungen 4.6 a und b zeigen das ferritisch perlitische Gefüge der untersuchten Proben. Der Ferritanteil beträgt etwa 55 %. In Abbildung 4.6 a ist deutlich die Walzstruktur zu erkennen. Die Probenlängsachse liegt jeweils in Walzrichtung.

Die Fließkurve von ferritischen Stählen weist gegenüber der von austenitischen Stählen oder Titanlegierungen eine Besonderheit auf. Nach Überschreiten der (oberen) Streckgrenze (R_{eH} in Abbildung 4.7 a) fällt die Fließspannung zunächst leicht ab und bleibt dann für einen gewissen Bereich der plastischen Dehnung nahezu konstant, bevor die Verfestigung einsetzt. Der Bereich konstanter Fließspannung wird Lüdersdehnung, das Streckgrenzenphänomen ausgeprägte Streckgrenze genannt. An der Probenoberfläche bilden sich so genannte Lüdersbänder aus. Erst wenn die Lüdersbänder den gesamten minimalen Probenquerschnitt durchsetzt haben, beginnt die Verfestigung. Dieses Phänomen beruht auf der Anordnung der C-Atome im kubisch raumzentrierten Gitter von α -Fe. Die C-Atome befinden sich bei kubischen Strukturen auf Zwischengitterplätzen in Oktaederlücken. Beim kubisch raumzentrierten α -Eisen sind die Oktaederlücken kleiner als beim kubisch-flächenzentrierten γ -Eisen. Dadurch wird das bcc-Gitter durch C-Atome elastisch verspannt. In der Umgebung einer Versetzung sind die Oktaederlücken jedoch etwas größer und die Anordnung von C-Atomen ist daher hier energetisch günstiger. Durch Diffusion, welche bereits bei Raum-

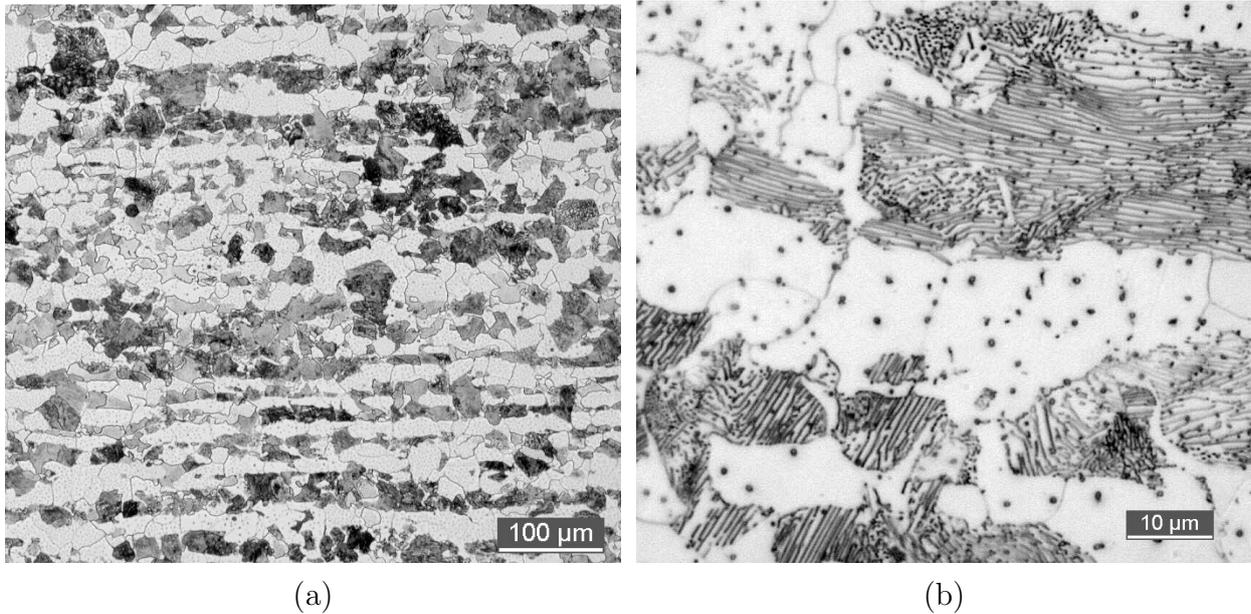


Abbildung 4.6: *Ferritischer Stahl C45E, mit Nital (2% HNO₃) geätzter Querschliff, Lichtmikroskop: (a): 100x (b): 1000x. Es sind deutlich der zeilige Aufbau des Gefüges (a) und die ausgeprägten Zementitlamellen des Perlits (b) zu erkennen. Der Perlitanteil des Gefüges beträgt etwa 45%.*

temperatur oder leicht erhöhten Temperaturen ($\sim 150^\circ\text{C}$) abläuft, ordnen sich die C-Atome in so genannten Cottrellwolken um die Versetzung, die dadurch elastisch an die Cottrellwolke gebunden wird (Abbildung 4.7 b) [Ber89].

Die Versetzungsblockierung erhöht im Zugversuch die kritische Spannung, bei der das plastische Fließen einsetzt. Für das Losreißen der Versetzungen aus den Verankerungen ist eine höhere Spannung notwendig als für ihre Weiterbewegung. Eine losgerissene Versetzung gleitet daher infolge der äußeren Spannung durch den Kristall, bis sie auf ein Hindernis wie z.B. eine Korngrenze, die Kristalloberfläche oder andere Versetzungen trifft. Dieses in einem lawinenartigen Vorgang von Versetzungslosreißen und -erzeugen ablaufende, hoch lokalisierte Gleiten verfestigt den abgeglittenen Bereich. Bei Weiterbeanspruchung starten aufgrund der lokalen Spannungserhöhung nun die Losreißprozesse in den Nachbarbereichen. Dieser Prozess setzt sich durch die ganze Probe oder das Werkstück fort und es kommt an der Abgleitungsfront zum Ausbilden eines Lüdersbandes. Erst wenn das Lüdersband das gesamte beanspruchte Werkstoffvolumen durchsetzt hat, liegt ein einheitlicher Verformungs- und Verfestigungszustand vor [Ber89].

Der austenitische Stahl X6CrNiTi 18-10

Der Stahl X6CrNiTi 18-10⁴ (W.-Nr. 1.4541) zählt zur Gruppe der rostfreien Edelstähle. Durch einen ausreichenden Gehalt an austenitstabilisierenden Elementen - in erster Linie Ni - bleibt das Matrixgitter auch bei langsamem Abkühlen aus dem Austenitgebiet bis

⁴Die Werkstoffbezeichnung wird in Kapitel B näher erläutert.

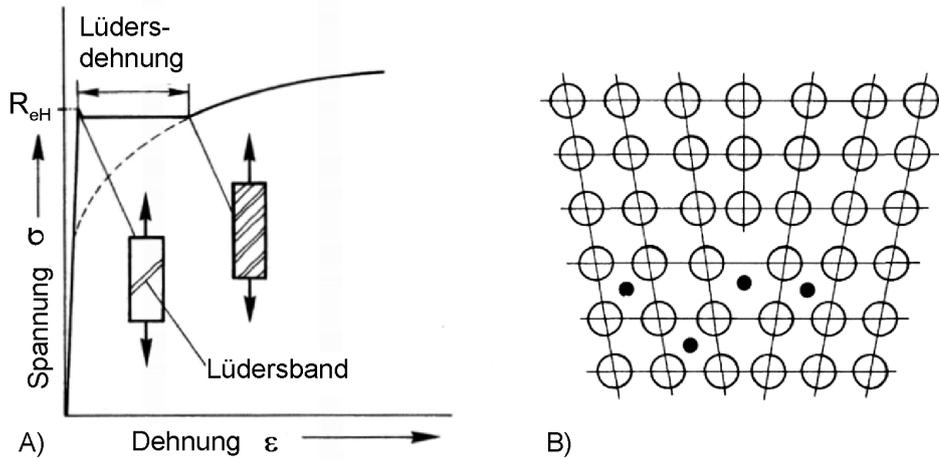


Abbildung 4.7: *Ausgeprägte Streckgrenze* [Ber89]. A) Lüdersdehnung im Bereich der Streckgrenze [Hon81]. Durch Blockieren der Versetzungen setzt das plastische Fließen erst bei einer höheren Spannung R_{eH} ein, als ohne Blockierung zu erwarten wäre. Die Verfestigung beginnt, nachdem Lüdersbänder das gesamte Probenvolumen durchzogen haben. B) Versetzungsblockierung durch bevorzugte Ausscheidung von Einlagerungsatomen an Versetzungen (COTRELL-Wolke).

unter Raumtemperatur metastabil austenitisch (siehe auch Abbildung B.1, S. 103). Eine martensitische Umwandlung beeinflusst wegen der anderen Kristallstruktur des Martensits und der erhöhten Dichte an Korngrenzen auch die Ergebnisse der Positronenannihilation.

Die Austenitstabilität kann nach der Martensitstarttemperatur klassifiziert werden. Die Martensitstarttemperatur M_S lässt sich nach EICHELMANN und HULL [EH53] durch die Legierungszusammensetzung abschätzen (siehe Gleichung B.1). Bei plastischer Verformung kann die Martensitbildung allerdings auch oberhalb der Martensitstarttemperatur M_S spannungs- bzw. verformungsinduziert eingeleitet werden [Lag64, PC53]. Als Maß für die Austenitstabilität bei plastischer Verformung kann die M_{D30} -Temperatur angesehen werden, welche als Temperatur, bei der sich bei 30 % wahrer Dehnung 50 % des Gefüges in Martensit umwandeln, definiert ist (Elemente in Maassen-%) [Ang54] (Gleichung B.2). Bei dem verwendeten Probenmaterial liegt die Martensitstarttemperatur bei $M_S = -200^\circ\text{C}$, M_{D30} bei 30°C . Bei ausreichend hoher Verformung sollte sich also verformungsinduzierter Martensit bilden.

Die chemische Zusammensetzung des Probenmaterials ist in Tabelle 4.4 aufgeführt. Cr sorgt durch passivierende Effekte an der Oberfläche für eine Korrosionsbeständigkeit gegenüber oxidierenden wässrigen Lösungen. Durch Zugabe von Titan wird überschüssiger Kohlenstoff als Titancarbid (TiC) abgebunden (Titan-Stabilisierung) und so eine Verschlechterung der Korrosionsbeständigkeit durch Bildung von Chromcarbiden (CrC) verringert. X6CrNiTi 18-10 besitzt daher eine höhere Beständigkeit gegenüber interkristalliner Korrosion als X5CrNi 18-10 (W.-Nr. 1.4301).

Abbildung 4.8 zeigt das Gefüge der untersuchten Proben im ausgeheilten Zustand. Das Mikrogefüge weist die für austenitische Strukturen charakteristische Zwillingsbildung auf.

Tabelle 4.4: Chemische Zusammensetzung des austenitischen Probenmaterials nach eigener Analyse (OES) und Spezifikation nach EN 10088-3 [EN088] (alle Angaben Masse-%).

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Ti
EN 10088	≤0,08	≤1,00	≤2,00	≤0,045	≤0,030	17,00-19,00	9,00-12,00	≤0,70
OES Proben	0,061	0,50	1,05	0,024	0,026	17,43	10,44	0,31

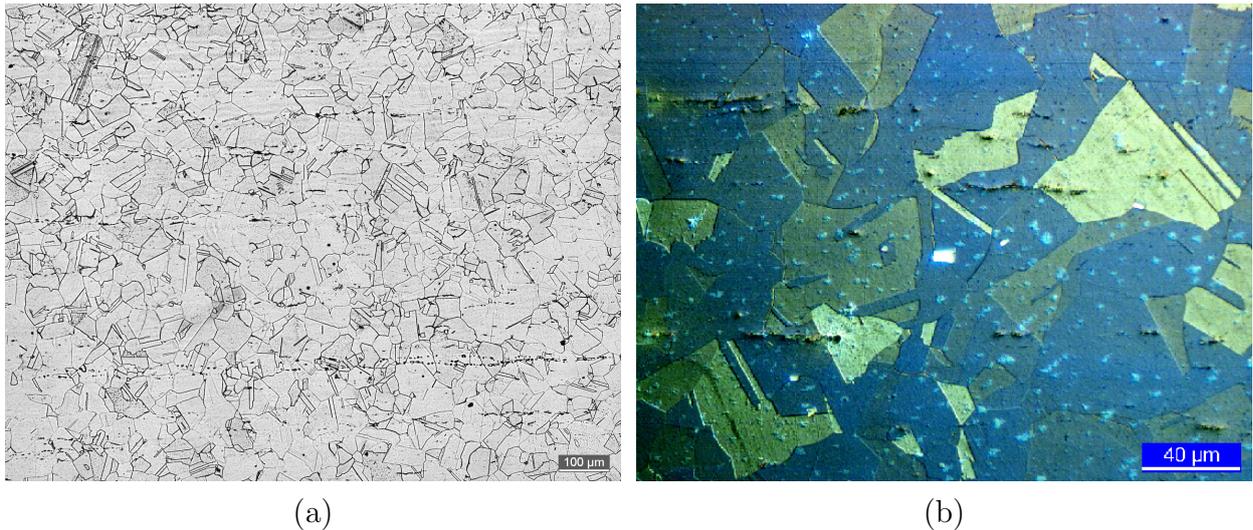


Abbildung 4.8: *Austenitischer Stahl X6CrNiTi 18-10*, mit V_2A -Beize geätzter Querschliff, Lichtmikroskop: (a): 100x (b): 500x, Interferenzkontrast. Es sind deutlich die Rekristallisationszwillinge zu erkennen.

Weiterhin sind einzelne Mangansulfidzeilen zu erkennen.

4.2 Probenvorbereitung

Da die Eindringtiefe der Positronen bei den verwendeten Positronenquellen nur wenige μm beträgt (siehe auch Kapitel 3.2.2), hat der Oberflächenzustand der Proben einen entscheidenden Einfluss auf die Messergebnisse. Die durch die mechanische Bearbeitung bedingten Fehler im Kristallgitter müssen vor dem Experiment weitestgehend eliminiert werden. Weiterhin wird ein möglichst homogener Zustand der Fehlstellendichte bei den verschiedenen Proben angestrebt, um eine Vergleichbarkeit der Proben untereinander im Ausgangszustand zu gewährleisten. Die Herstellung und das anschließende Ausheilen der Proben werden in den folgenden Abschnitten beschrieben.

4.2.1 Probenformen und -herstellung

Als Ausgangsmaterial für nahezu alle Proben (mit Ausnahme der CT-Proben) wurde Stangenmaterial mit einem Durchmesser von 14 mm verwendet.

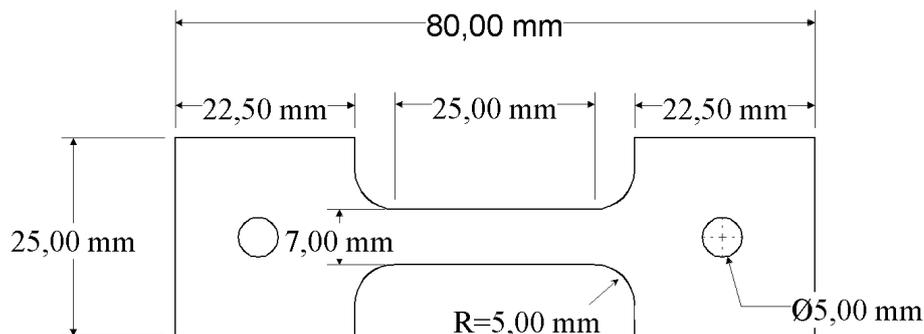


Abbildung 4.9: *Flachzugprobe*: Die Probendicke beträgt bei den Titanproben 1,5 mm bei Stahl 1,2 mm.

Für die Zugversuche wurden Flachzugproben mit den in Abbildung 4.9 aufgeführten Dimensionen hergestellt. Die größere Reichweite der Positronen in Titan im Vergleich zu Stahl erforderte ein Anpassen der Probendicke (Fe:1,2 mm; Ti:1,5 mm), um sicherzustellen, dass nahezu alle (>99 %) Positronen in der Probe zerstrahlen. Um die Maximalkraft der Zugprüfeinrichtung nicht zu überschreiten, wurde die Probenbreite bei den Titanproben entsprechend von 7 auf 6 mm verringert.

Das Stangenmaterial wurde zunächst unter Zwischenglühen in mehreren Stichen auf doppelte Endmaßdicke kaltgewalzt. Anschließend wurden die Proben aus den Walzrohlingen herausgefräst. Die Probenlängsachse der Zugproben liegt in Walzrichtung. Bei dem unlegierten Titan Ti2 stellte sich eine ausgeprägte Walztextur ein.

Die Form der Umlaufbiegeproben zeigt Abbildung 4.10. Das Rundmaterial wurde auf einer CNC-Drehmaschine (Gildemeister CTX 500) auf Endkontur abgedreht. Durch Variation der Parameter Schneidwerkzeug und Schnittdaten (Schnittgeschwindigkeit, Vorschub, Zustellung) konnte bei den Titanproben eine hinreichend glatte Probenoberfläche (${}^5R_Z < 1,5 \mu\text{m}$) erzielt werden [Alt00, Bis01], so dass auf ein Polieren verzichtet werden konnte. Die Stahlproben wurden nach dem Drehen mechanisch poliert. Hierdurch verringerte sich der Durchmesser im eingeschnürten Bereich um etwa $100 \mu\text{m}$. Die durch das Polieren

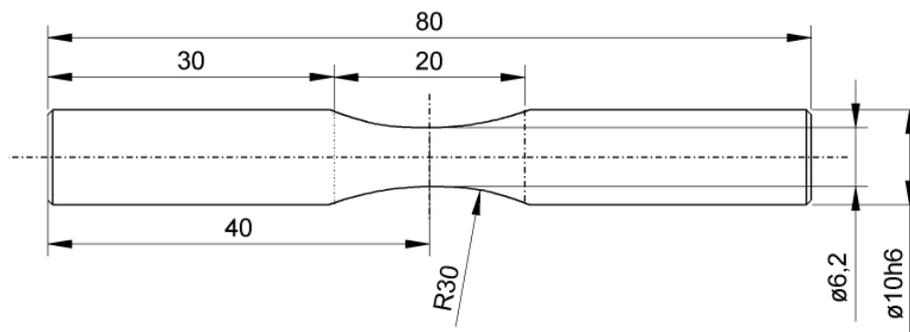


Abbildung 4.10: *Umlaufbiegeprobe*: Alle Angaben in mm. Der Durchmesser der polierten Stahlproben beträgt im Bereich der Einschnürung 6,1 mm.

erzielte mittlere Rauhtiefe R_Z ist kleiner $0,5 \mu\text{m}$.

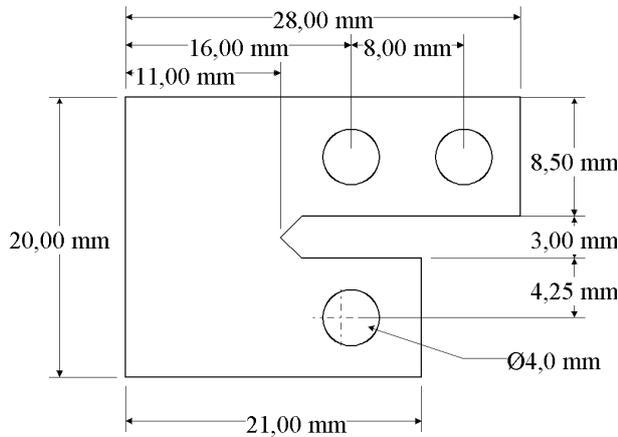


Abbildung 4.11: *Geometrie der CT-Proben:* Die Probendicke beträgt 1,5 mm. Die von Normproben abweichende Verlängerung mit der zweiten Bohrung (obere Bildhälfte) dient als Aufnahme für die Positronenmikrosonde.

abgesichert.

4.2.2 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung von Werkstoffen dient in erster Linie dem Einstellen des gewünschten Gefügestandes, welcher beispielsweise eine günstige Kombination aus Festigkeit und Duktilität darstellt. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurde die Wärmebehandlung weiterhin dazu genutzt, die durch die mechanische Bearbeitung in die Randschicht der Probe eingebrachten Fehler auszuheilen und vor den Untersuchungen einen Ausgangszustand vergleichbarer Fehlstellendichte bei den unterschiedlichen Probe einzustellen.

Da alle verwendeten Werkstoffe bei den hierfür notwendigen Temperaturen an Luft eine Zunderschicht bilden, welche anschließend wieder mechanisch entfernt werden müsste, wurde die abschließende Wärmebehandlung in einem Rohrvakuumofen bei einem Vakuum besser $5 \cdot 10^{-6}$ hPa durchgeführt⁶. Der Wärmeübertrag im Vakuumofen erfolgt im wesentlichen durch Strahlung und zu einem geringen Anteil durch Wärmeleitung, deshalb sind nur kleine Aufheiz- und Abkühlgradienten in der Probe realisierbar. In Vorversuchen wurde eine maximale Aufheiz- und Abkühlrate von 1 K/min oberhalb etwa 500°C ermittelt.

Die Proben aus C45E wurden 1 h bei 860°C lösungsgeglüht und anschließend mit $0,5 \text{ K/min}$ abgekühlt, was dem Normalglühen nach EN 10083-1 entspricht [EN083]. Durch das Normalglühen werden Gefügeungleichmäßigkeiten beseitigt und es stellt sich ein

⁵ R_Z : gemittelte Rauhtiefe nach DIN4768

⁶Wegen der hohen Affinität von Titan zu atmosphärischen Gasen bei Temperaturen oberhalb 300°C werden an die Reinheit der verbleibenden Ofenatmosphäre besondere Anforderungen gestellt.

feinkörniges, ferritisch-perlitisches Gefüge (Abbildung 4.6) ein. Wie die Ergebnisse der Ausheilversuche zeigen (Kapitel 5.4), werden zudem sämtliche Fehler, welche durch plastisches Verformen induziert wurden, beseitigt.

Ein einstündiges Lösungsglühen bei 1000°C sorgte beim austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 für das Homogenisieren des Gefüges. Eventuell noch vorhandene Chromcarbide und spröde σ - bzw. χ -Phasen werden bei dieser Temperatur ebenfalls aufgelöst. Die Ausheilversuche bestätigten auch hier, dass alle Einflüsse der mechanischen Bearbeitung bei der gewählten Lösungsglühtemperatur beseitigt werden konnten.

Bei der Wärmebehandlung der Titanproben darf die β -Transustemperatur nicht überschritten werden, da im β -Gebiet starkes Kornwachstum einsetzt. Eine Kornfeinung kann nur durch weitere Umformschritte erzielt werden. Dadurch ist die maximale Glüh Temperatur zusätzlich begrenzt. Die Proben aus unlegiertem Titan wurden 1 h bei 700°C geglüht.

Der Gefügestand der zweiphasigen ($\alpha + \beta$)-Legierung TiAl6V4 wird durch thermo-mechanische Behandlungen variiert (siehe Abschnitt 4.1.1). Das bi-modale Gefüge der Proben wurde durch die Prozessschritte Schmieden bei 900°C , 1 h Rekristallisationsglühen bei 900°C , Wasserabschrecken und abschließendes, zweistündiges Auslagern bei 590°C (langsame Abkühlung) eingestellt. Die mechanische Bearbeitung erfolgte im rekristallisierten, abgeschreckten Zustand, so dass die Ausscheidungshärtung für das Ausheilen der oberflächennahen Defekte genutzt werden konnte. Ein globulares Gefüge wird durch Rekristallisationsglühen nahe dem α -Gebiet bei 700°C erzeugt. Da bei dieser Temperatur der α -Mischkristall nicht so stark übersättigt ist, ist eine Ausscheidungshärtung analog zu dem bimodalen Gefüge unmöglich. Zum Ausheilen wurden die Proben mit globularem Gefüge nach der Bearbeitung nochmals 1 h bei 700°C geglüht.

4.3 Experimenteller Aufbau

In den folgenden Abschnitten werden Aufbau und Durchführung der einzelnen Experimente vorgestellt.

4.3.1 Zugversuch

Anhand von Zugversuchen wurde zunächst untersucht, wie stark sich der untersuchte Parameter der Positronenzerstrahlung bei einsinniger plastischer Verformung ändert. Die Ergebnisse geben Hinweise darauf, wie sensitiv die Positronenexperimente bei den einzelnen Werkstoffen auf plastisches Verformen reagieren und in welcher Art und Weise Zusammenhänge zwischen Fehlstellendichte und dem gemessenen Positronenparameter existieren.

Die Versuche wurden ex-situ durchgeführt, das heißt die Proben wurden um einen bestimmten Betrag plastisch gedehnt, danach entlastet und in einem Positronenspektrometer untersucht. Diese Abfolge wurde bis zum Bruch der Probe wiederholt. Ergebnisse früherer Arbeiten zeigen, dass es bei Auswertung der Dopplerverbreiterung der Positronenannihilati-

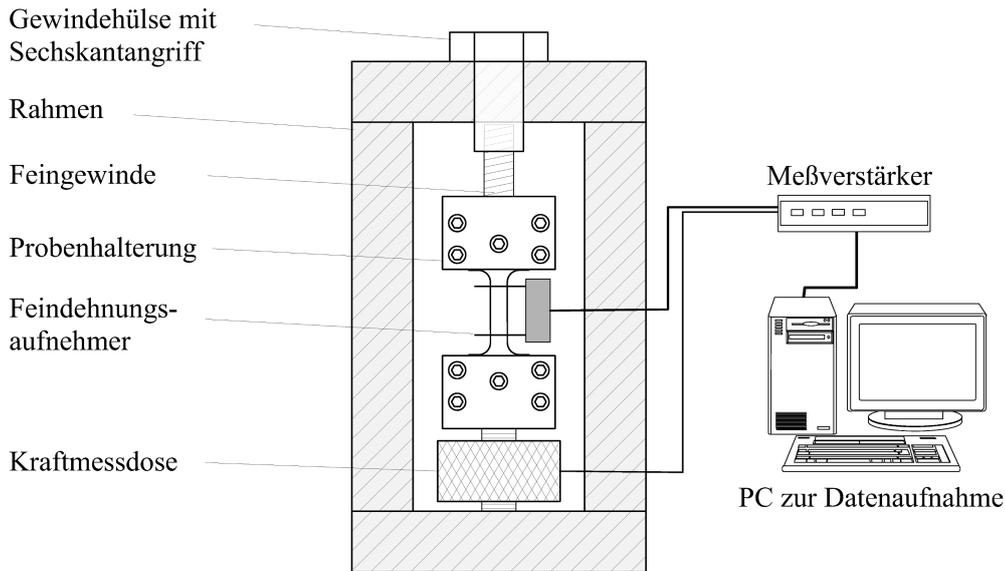


Abbildung 4.12: *Schematischer Aufbau der Zugprüfeinrichtung*: Durch Verdrehen der Gewindehülse (obere Bildhälfte) wird die Zugkraft erzeugt. Kraft und Dehnung werden in einem PC kontinuierlich dokumentiert.

online unerheblich ist, ob die Proben im belasteten oder im entlasteten Zustand gemessen werden. Der elastische Anteil an der Verformung hat keinen signifikanten Einfluss auf das Ergebnis [Wid99]. Das Zerstrahlungsspektrum wurde in Probenmitte, bei lokaler Einschnürung zusätzlich in diesem Bereich aufgenommen.

Streng genommen handelt es sich bei der gewählten Vorgehensweise nicht um einen Zugversuch sondern um eine Wechselverformung mit einem R-Wert von $R=0$, steigender Spannungsamplitude (Mehrstufenversuch) und kleinen Lastspielzahlen ($N \leq 15$).

Den Aufbau der Zugprüfeinrichtung zeigt Abbildung 4.12. Durch Verdrehen einer Schraube wird die Zugkraft aufgebracht, welche mit einer Kraftmessdose (Fa. HBM, 5 bzw. 10 kN Messbereich) kontinuierlich aufgenommen und in einem PC dokumentiert wurde. Für die Dehnungsmessung wurde ein Feindehnungsaufnehmer (Fa. HBM) verwendet, dessen Anfangsmesslänge l_0 20 mm, der maximal nutzbare Messbereich ± 2 mm beträgt. Dadurch ist die Gesamtdehnung während eines Messzyklusses auf 10 % beschränkt. Beim Fortführen des Zugversuches nach Aufnehmen eines Zerstrahlungsspektrums wurde der Dehnungsaufnehmer wieder mit seiner Anfangsmesslänge von 20 mm auf die Probe aufgesetzt, so dass die akkumulierte Dehnung nicht der technischen Dehnung $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ entspricht, da sich diese immer auf die ursprüngliche Probenlänge l_0 bezieht. Der durch Aufsummieren der einzelnen Dehnungen erhaltene Wert entspricht eher der wahren Dehnung ε_w (Umformgrad φ), welche über

$$\varepsilon_w = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon) \quad (4.1)$$

definiert ist [Got98].

4.3.2 Umlaufbiegeversuch

Das Ermüdungsverhalten wurde in Umlaufbiegeversuchen untersucht, wobei die Umlaufbiegung zu verschiedenen Stadien der Ermüdung unterbrochen und ein Zerstrahlungsspektrum aufgenommen wurde. Die Proben wurden, wie bei den Zugversuchen, im unbelasteten Zustand analysiert.

Zur Durchführung der Versuche stand eine Umlaufbiegemaschine der Fa. Schenck vom Typ Rapid (Baujahr 1955) zur Verfügung. Den prinzipiellen Aufbau der Umlaufbiegemaschine zeigt Abbildung 4.13. Durch Verschieben des Gewichtes G auf dem Waagenbalken wird die auf die Probe übertragene Kraft \vec{F} variiert. Bei der verwendeten Anordnung bewirkt diese Kraft ein vom Loslager (rechts in Abbildung 4.13) zum Festlager linear ansteigendes Biegemoment. Die Spannung in der Randfaser der Probe entlang der Probenlängsachse x ergibt sich nach

$$\sigma(x) = \frac{M_B(x)}{W_b(x)} = \frac{F \cdot b(x)}{\pi \cdot d(x)^3/32} \quad (4.2)$$

aus dem Biegemoment M_B und dem Widerstandsmoment W_B am Ort x der Probe, wobei $W_B(x)$ vom Durchmesser $d(x)$ der Probe und $M_B(x)$ vom Abstand $b(x)$ zur Krafteinleitung

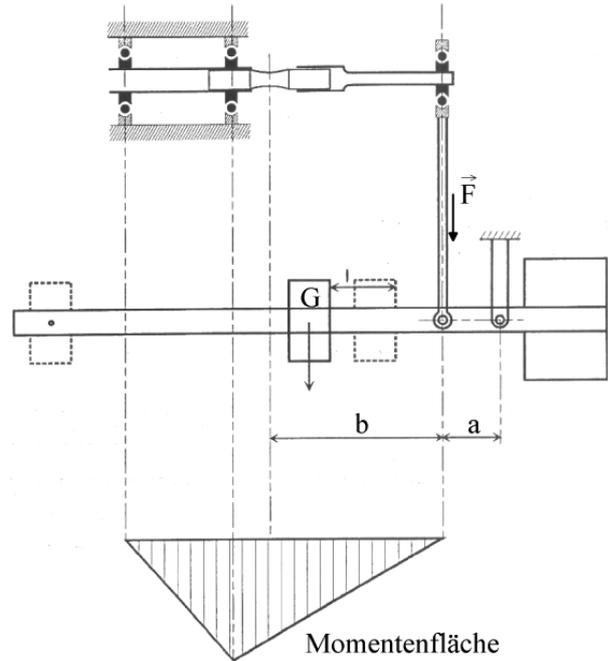


Abbildung 4.13: Umlaufbiegeprüfung, schematisch: Durch Verschieben des Gewichtes G auf dem Waagenbalken kann die Zugkraft \vec{F} verändert werden. Das Biegemoment steigt mit zunehmendem Abstand von der Krafteinleitung linear an.

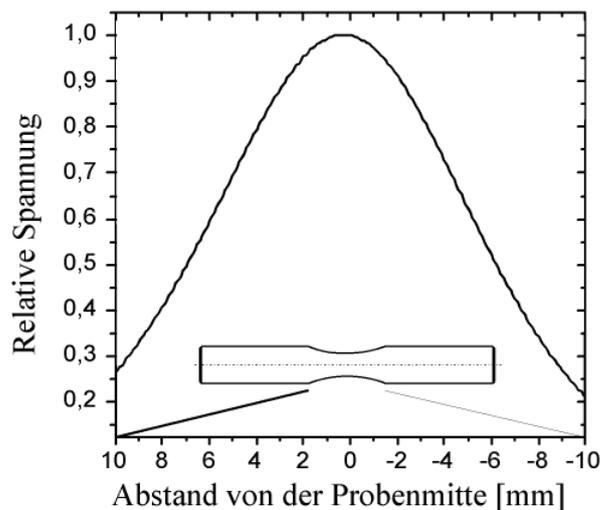


Abbildung 4.14: Spannung in der Probenrandfaser: Aus dem Biegemoment auf die Probe und dem Widerstandsmoment ergibt sich der dargestellte, unsymmetrische Spannungsverlauf in der Randfaser der Probe.

abhängig sind. Den qualitativen Verlauf der Spannung in der Randfaser innerhalb des eingeschnürten Bereiches zeigt Abbildung 4.14. An der Probenoberseite werden in der Randfaser dabei die maximalen Zugspannungen induziert, welche linear über den Probenquerschnitt in umgekehrt gleich große Druckspannungen an der Probenunterseite übergehen. Bei rotierender Probe ergibt sich an einem festen Probenort auf der Oberfläche der in Abbildung 2.8 dargestellte, sinusförmige Verlauf von alternierenden Zug- und Druckspannungen. Die Prüffrequenz bei den Versuchen betrug 100 Hz bei eingeschaltetem Antriebsmotor. Für das Prüfen kleiner Lastwechselzahlen (≤ 100 LW) wurde die Maschine von Hand durchgedreht.

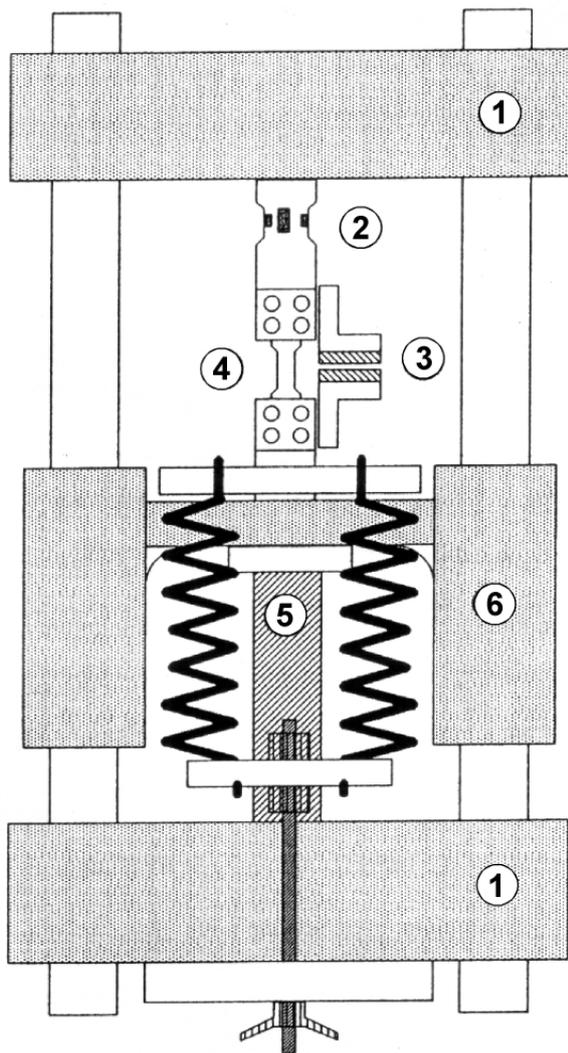


Abbildung 4.15: Schematischer Aufbau der Verformungsapparatur: (1) oberes und unteres Joch, (2) Kraftmessdose, (3) kapazitiver Wegaufnehmer, (4) Probe, (5) Piezo-Stapeltranslator, (6) bewegliches Mitteljoch mit Federvorspannung [Wid97]

Um eventuelle Ver- und Entfestigungsvorgänge während der Materialermüdung detektieren zu können, wurde die Umlaufbiegemaschine zusätzlich mit einer Kraftmessdose und einem induktiven Wegaufnehmer ausgerüstet. Vorversuche ergaben, dass die Kraft deutlich genauer und mit besserer zeitlicher Auflösung gemessen werden konnte als die Durchbiegung. Deshalb wurden die Versuche, anders als beim klassischen, spannungskontrollierten Wöhlerversuch, totaldehnungskontrolliert durchgeführt. Durch Auflegen einer entsprechend großen Last wurde der Waagebalken der Umlaufbiegemaschine an einer einstellbaren Endposition arretiert, was durch den induktiven Wegaufnehmer dokumentiert wurde. Die Kraft (Spannung in der Probe) ist bei dieser Versuchsführung die variable Größe und gibt Ver- und Entfestigungsvorgänge wieder. Die Versuche wurden abgebrochen, wenn die Spannung während eines Versuches aufgrund eines Ermüdungsrisse auf etwa $\frac{1}{4}$ des Ausgangswertes abgefallen war.

4.3.3 Versuche zur Rissausbreitung

Die Untersuchungen zur Rissausbreitung wurden auf einer piezoelektrischen Verformungsapparatur durchgeführt. Abbildung 4.15 zeigt den schematischen Aufbau. Der maximale Verfahrweg des Piezotranslators beträgt $80 \mu\text{m}$, die maximale Kraft, welche auf die Probe dabei übertragen werden kann, liegt bei $4,5 \text{ kN}$. Weitere Einzelheiten sind in [Wid97] aufgeführt.

Die CT-Proben wurden mit einer Frequenz von 1 Hz im Zug-Druck-Modus belastet ($R=-1$). Die Versuche wurden, wie die Umlaufbiegeprüfungen, totaldehnungskontrolliert durchgeführt. Aus der Hysterese im Spannungs-Dehnungsdiagramm (vergleiche Abbildung 2.9) kann der plastische Anteil an der Gesamtverformung abgeleitet werden. Der Versuch wurde abgebrochen, wenn sich in der Probe ein etwa 10 mm langer Ermüdungsriß ausgebildet hatte.

4.3.4 Ausheilen der Defekte

Bei isochronen Wärmebehandlungen im Vakuum wurde das Ausheilverhalten von ermüdeten Proben untersucht. Dazu wurden die Proben in der Vakuumkammer der Positronenmikrosonde (Kap. 4.5.2) mittels eines Elektronenstrahls für 20 Minuten auf die gewünschte Temperatur erwärmt und anschließend schnell auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Kühlung erfolgte durch eine Kupferkapillare, welche mit flüssigem Stickstoff durchspült wurde. Die Temperatur der Proben wurde hierbei mittels eines Thermoelementes bestimmt. Nach jedem Ausheizschritt wurde ein Zerstrahlungsspektrum mit der Positronenmikrosonde aufgenommen.

Verschiedene Defekte wie Leerstellen oder Versetzungen heilen bei unterschiedlichen, homologen Temperaturen⁷ aus, so dass aus den Messungen Rückschlüsse auf die durch die Ermüdung hervorgerufene Defektstruktur gezogen werden können. Zusätzlich konnten die Ergebnisse für die Wahl einer geeigneten Wärmebehandlung zum Ausheilen der durch die Probenbearbeitung erzeugten Defekte genutzt werden.

4.4 Aufnehmen und Analysieren der Zerstrahlungsspektren

Für die Analyse der Dopplerverbreiterung ($\sim 1,5$ keV) der Annihilationslinie (s. auch Kap. 3.3.1) wird eine höhere Energieauflösung als beispielsweise für Positronenlebensdauermessungen benötigt.

Die Zerstrahlungsspektren wurden mit einem hochauflösenden Germaniumdetektor (gekühlter Ge-Einkristall, $\sim 60 \times 60 \times 60$ mm³) aufgenommen. Die Amplitudensignale des Germaniumdetektors wurden in einem Vor- und Hauptverstärker verstärkt und in einem ADC (Analog-Digital-Converter) digitalisiert. Der ADC wurde auf einer gleichzeitig aufgenommenen Monitorlinie (478 keV, ⁷Be) stabilisiert⁸. Neben dem Stabilisieren der Messelektronik kann das Spektrum der Monitorlinie dazu genutzt werden, mit dem S-Parameter (s. unten) der Monitorlinie als Referenzwert Artefakte in den Messergebnissen zu eliminieren, welche durch Schwankungen der Detektorauflösung (Elektronik, Zählrate, Erschütterungen,...) entstehen können.

Zur Charakterisierung der Energieverteilung der γ -Quanten, welche beispielhaft in den

⁷Homologe Temperatur $T^* = \frac{T}{T_M}$; T_M =Schmelztemperatur in K

⁸Das Isotop ⁷Be ($t_{1/2}=53,3$ d) besitzt nur eine γ -Linie bei 478 keV

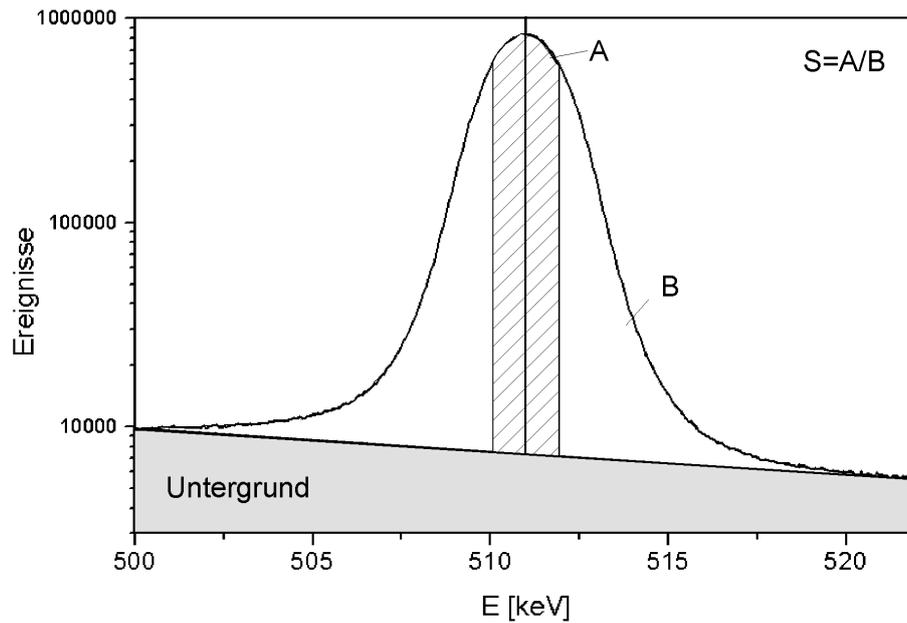


Abbildung 4.16: Zur Definition des *S*-Parameters: Der *S*-Parameter ergibt sich aus dem Flächenverhältnis des zentralen, schraffierten Bereiches zur Gesamtfläche des Peaks nach Untergrundsubtraktion.

Abbildungen 4.16 und 4.17 zeigt ist, wird nach Untergrundsubtraktion der so genannte *S*-Parameter (*S*hape- bzw. *L*inienformparameter) ausgewertet. Er ist definiert als Quotient

$$S \equiv \frac{A}{B} \quad (4.3)$$

zweier Flächeninhalte *A* und *B*. *A* ist der Inhalt eines symmetrisch in der Mitte des Zerstrahlungspeaks gelegenen Bereiches und *B* die Fläche unter der gesamten Linie. Die Grenzen der Fläche *A* werden zu Beginn der Experimente so gewählt, dass $S \approx 0,5$ ist und anschließend konstant gehalten. Der relative Fehler $\frac{\Delta S}{S}$ ist dann minimal [Col79], die Sensitivität für Änderungen maximal. In der Ergebnissdarstellung wird in dieser Arbeit nur die relative Änderung des *S*-Parameters, normiert auf den ausgeheilten Ausgangszustand, angegeben.

Physikalisch kann der *S*-Parameter als Maß für den Anteil der Positronen interpretiert werden, die mit Elektronen geringerer Impulse zerstrahlen (typischerweise Valenzelektronen), während die Anteile links und rechts vom Peak Annihilationsereignissen höherer Impulse (typischerweise Rumpfelektronen) zuzuordnen sind. Der Impuls des thermalisierten Positrons kann gegenüber dem Elektronenimpuls vernachlässigt werden, und so wird die Dopplerverbreiterung hauptsächlich durch die kinetische Energie des Elektrons verursacht. Beim Zerstrahlen in Haftstellen, wie z.B. Leerstellen oder an Versetzungen assoziierte, offene Volumina, verändert sich diese Dopplerverbreiterung gegenüber dem ungestörten Gitter signifikant (siehe Abbildung 4.17), da der Anteil der energiereichen, kernnahen Elektronen an der Zerstrahlung gegenüber den energieärmeren Hüllenelektronen abnimmt. Dies spiegelt sich in einer schmalen Linie und damit in einem größeren *S*-Parameter wieder.

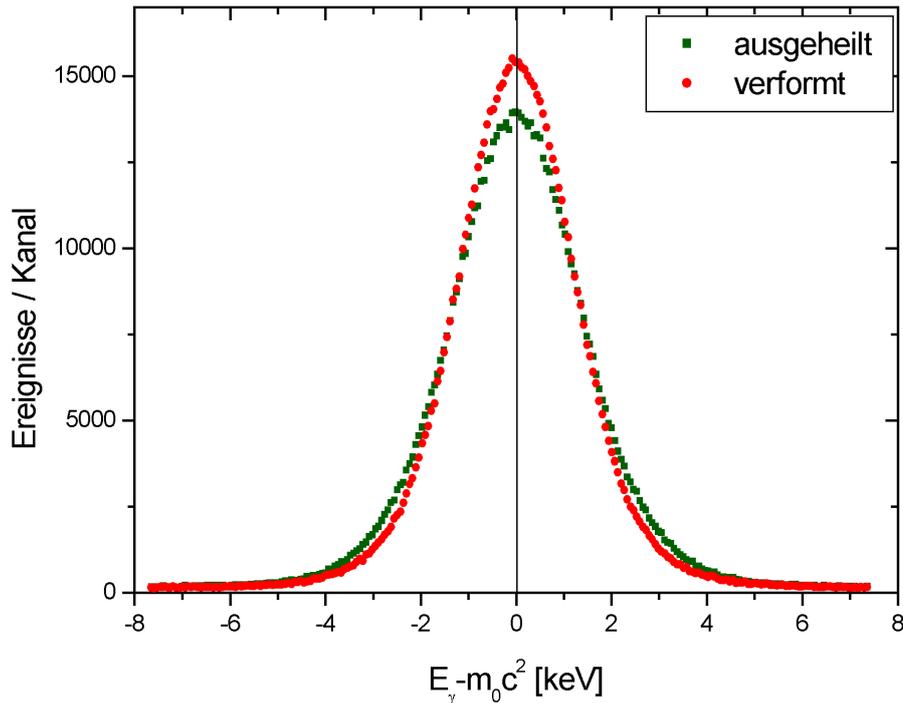


Abbildung 4.17: Vergleich zweier Spektren des austenitischen Stahls: Die Annihilationslinien von ausgeheiltem und 40 % plastisch verformtem γ -Fe unterscheiden sich deutlich. Ursache ist der Positroneneinfang in Leerstellen und leerstellenähnliche Defekte (innere, offene Volumina) infolge plastischer Deformation.

4.5 Verwendete Positronenspektrometer

Die Messungen wurden an zwei verschiedenen Positronenspektrometern durchgeführt. Zur Bestimmung von Durchschnittswerten (Bulkmessungen) mit einer Ortsauflösung im mm-Bereich (für Zugversuch und Umlaubiegeprüfung) stand ein evakuiertes Vakuumgefäß zur Verfügung. Messungen mit höherer Ortsauflösung (einige μm , für CT-Untersuchungen, Rissspitzen an Umlaubiegeproben und Ausheilversuche) wurden an der Bonner Positronenmikrosonde (BPM) durchgeführt.

Der Vorteil des Bulkspektrometers ist eine höhere Zählrate im Germaniumdetektor, was die Messzeit pro Messpunkt deutlich verkürzt. Zudem ist die Abpumpzeit für das erforderliche Vorvakuum ($\sim 10^{-2}\text{hPa}$) ebenfalls deutlich geringer. Der von den Positronen bestrahlte Werkstoffbereich erstreckt sich über einige mm, was einerseits für eine (erwünschte) Mittelung über mehrere Kristallbereiche sorgt, andererseits können stark lokalisierte Effekte wie beispielsweise die plastische Zone vor einer Rissspitze mit einer Ausdehnung unterhalb eines Millimeters nicht mehr aufgelöst werden.

Die Vorteile der Positronenmikrosonde sind die hohe Ortsauflösung und das gute Vakuum ($\sim 10^{-5}\text{hPa}$) am Probenort, was für das Ausheilen erforderlich ist (siehe Kap. 4.2.2) und in situ Ausheilversuche ermöglicht.

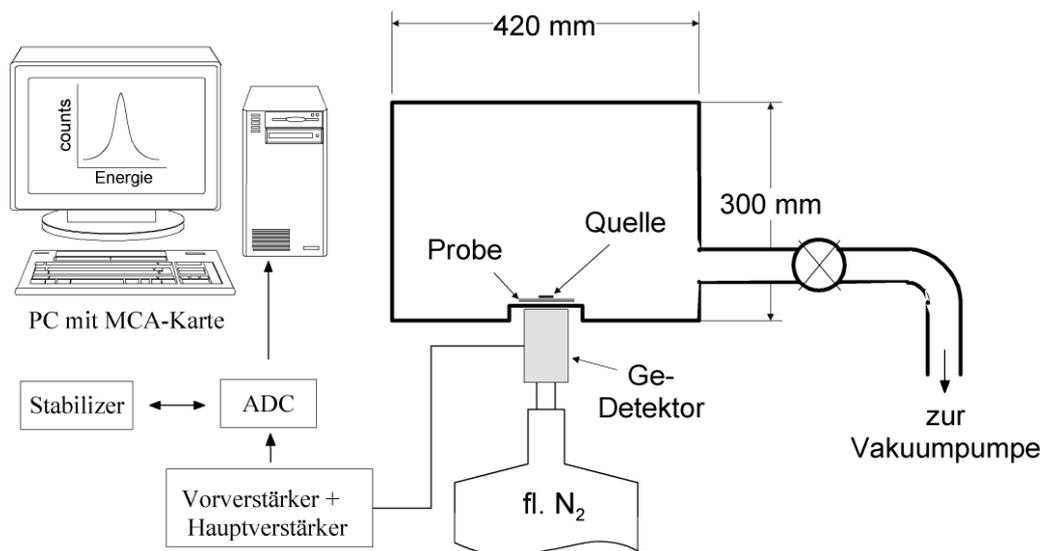


Abbildung 4.18: Schematischer Aufbau des Positronen-Bulkspektrometers: Die Quelle liegt direkt auf der Probe in einem evakuierbaren Edelstahlbehälter. Die rückwärtig emittierten Positronen zerstrahlen in etwa 25 cm Entfernung in der Behälterwand. Der störende Untergrund kann aufgrund des geringen Raumwinkels im Germaniumdetektor vernachlässigt werden.

4.5.1 Bulkmessungen

Den Aufbau des Positronen-Bulkspektrometers zeigt Abbildung 4.18. Die Probe befindet sich in einem Vakuumrezipienten ($\varnothing = 420$ mm; $h = 300$ mm) in 5 mm Entfernung zum Detektor und die Quelle wird direkt auf die Probe gelegt. Etwa die Hälfte der von der Quelle emittierten Positronen zerstrahlen in der Probe. Da nahezu jedes Positron in zwei γ -Quanten mit entgegengesetzter Ausbreitungsrichtung zerstrahlt und der Germaniumdetektor fast die komplette untere Hälfte des Raumwinkels der Probe abdeckt, ist die Nachweiswahrscheinlichkeit für in der Probe annihilierende Positronen sehr hoch.

Die von der Quelle rückwärtig nicht in die Probe emittierten Positronen zerstrahlen in der Kammerwand in etwa 25 cm Entfernung. Damit ist der Raumwinkel, den der Germaniumdetektor für die in der Behälterwand entstehenden Gammaquanten abdeckt, etwa um den Faktor 10^3 geringer, und der Untergrund durch nicht in der Probe zerstrahlende Positronen kann vernachlässigt werden. Gegenüber der häufig verbreiteten Sandwich-Anordnung [Sch81], bei der die Quelle zwischen zwei identischen Proben platziert wird, kann die Probenanzahl reduziert werden, und es müssen zudem nicht zwei Proben um einen identischen Betrag plastisch verformt werden, was technisch nie exakt realisiert werden kann.

Als Quellmaterial für die Bulkmessungen wurden ^{22}Na ($E_{\text{kin,max}} = 0,54$ MeV) und ^{68}Ge ($E_{\text{kin,max}} = 1,80$ MeV) verwendet. Durch die unterschiedlichen Eindringtiefen der Positronen (s. Kap. 3.2.2) konnte die Fehlstellendichte im Zugversuch in verschiedenen Abständen von der Probenoberfläche bestimmt werden. Allerdings verändert sich bei Messungen mit den unterschiedlichen Quellmaterialien auch die Detektorauflösung, was Auswirkungen auf den S-Parameter hat. Bei der Natriumquelle wird zusätzlich zu jedem Positron ein γ -Quant

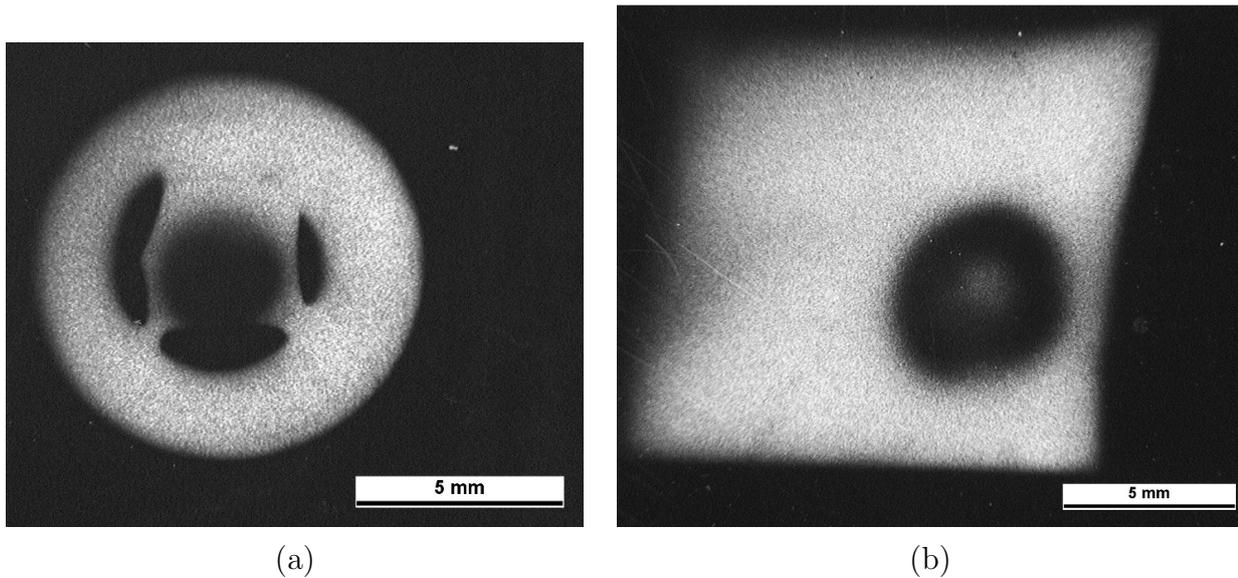


Abbildung 4.19: Autoradiographische Aufnahmen der Quellen für die Zugversuche. (a): ^{68}Ge -Quelle (b): ^{22}Na -Quelle

mit einer Energie von 1278 keV emittiert. Dadurch verschlechtert sich die Energieauflösung des Germaniumdetektors und die γ -Linien (478 und 511 keV) werden mit einer größeren Halbwertsbreite detektiert. So betrug die Halbwertsbreite (FWHM) der 478 keV Monitorlinie bei den Messungen mit der Germaniumquelle 1,13 keV bei 4 % Totzeit des Detektors. Durch die zusätzlichen 1278 keV γ -Quanten bei der Natriumquelle vergrößerte sich die Totzeit auf 8 % und die Halbwertsbreite (478 keV) stieg auf 1,30 keV.

Die Geometrie der Quellen wird durch die autoradiographischen Aufnahmen in den Abbildungen 4.19 und 4.20 wiedergegeben. Die Bilder sind durch Belichten eines röntgenempfindlichen Films mit aufgelegten, radioaktiven Quellen (~ 60 s Belichtungsdauer) entstanden. Die inaktive Quellhalterung konnte durch zusätzliches, kurzes Belichten mit einer Blitzlampe abgebildet werden. Die Germaniumquelle wurde durch Bestrahlen eines GaP-Wafers am Zyklotron des ISKP über die Reaktion $^{69}\text{Ga}({}^3\text{He}, p xn)^{68}\text{Ge}$ hergestellt. Der aktive Quelldurchmesser beträgt etwa 3 mm. Ein Aluminiumring ($\emptyset \approx 10$ mm, Dicke ≈ 1 mm) um den spröden GaP-Wafer dient einer besseren mechanischen Handhabung.

Die Natriumquellen wurden durch Eintrocknen von wässriger NaCl-Lösung auf einer $2 \mu\text{m}$ dünnen Aluminiumfolie hergestellt. In der Folie werden nach Gleichung 3.2 etwa 2 % aller Positronen einer ^{22}Na -Quelle absorbiert. Ein störender Untergrund durch Absorption von Positronen in der Aluminiumfolie kann daher vernachlässigt werden [SL88]. Der Durchmesser der Na-Quelle für die Zugversuche beträgt etwa 5 mm. Für die Umlaufbiegeversuche ist wegen des Spannungsgradienten in Probenlängsachse (Abbildung 4.2) eine höhere Ortsauflösung notwendig. Es musste zudem sichergestellt werden, dass die Quelle reproduzierbar mittig auf der rund-konkaven Probenoberfläche platziert werden konnte. Ein Bügel aus 1 mm Wolframdraht, welcher mittels einer Schablone auf die Probe aufgesetzt wurde, diente als Halter für die Aluminiumfolie, auf der das Quellmaterial eingetrocknet war. Der aktive Bereich dieser Quelle ist etwa $1,5 \cdot 2 \text{ mm}^2$ groß. Im untersuchten Probenvolumen (Probenmitte,

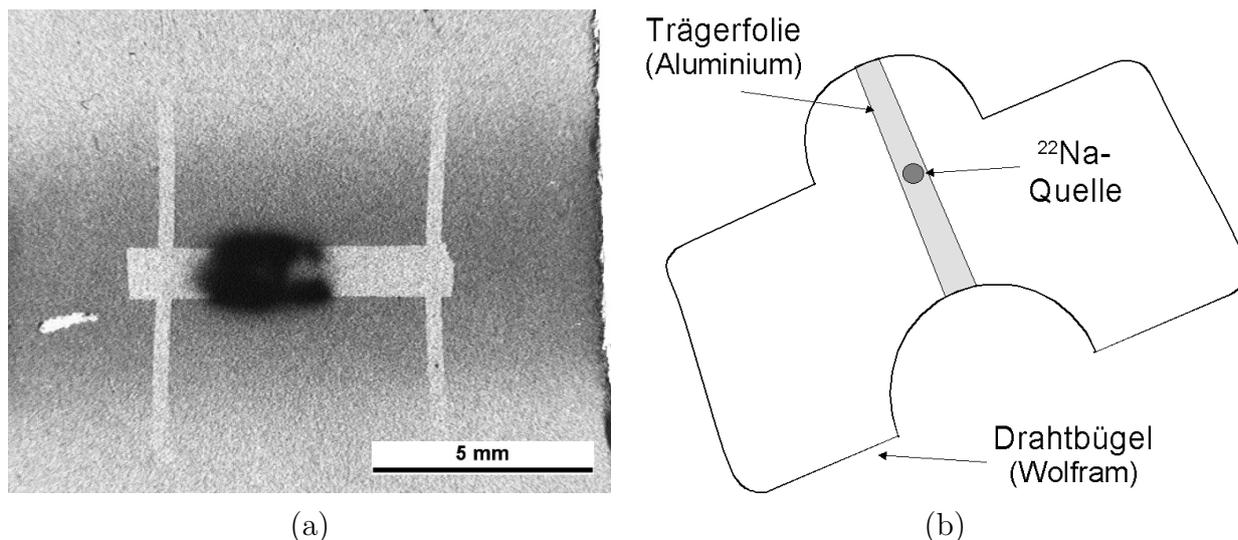


Abbildung 4.20: *Aufbau der Quelle für Umlaufbiegeversuche*: (a): Autoradiographieaufnahme (b): Schematischer Aufbau. Die Quelle wurde auf einer Aluminiumfolie eingetrocknet. Für eine reproduzierbare Positionierung auf den Umlaufbiegeproben dient ein Wolframbügel, welcher in eine Schablone eingelegt wird.

Randfaser) schwankte damit die Spannung bei den Umlaufbiegeprüfungen um weniger als 2,5% des Maximalwertes.

4.5.2 Positronenmikrosonde

Die Bonner Positronenmikrosonde stellt ein weltweit einzigartiges Gerät für monochromatische Positronenuntersuchungen mit durchstimmbarer Energie (5-30 keV) bei einer Ortsauflösung im μm Bereich dar. Der geringe Strahldurchmesser kann durch die Kombination eines konventionellen Rasterelektronenmikroskops (REM) mit einer zusätzlichen Positronenapplikation realisiert werden. Im REM-Modus können die Proben vermessen und der zu untersuchende Probenbereich ausgewählt werden. Im Positronenmodus wird der Probenbereich dann bei nahezu identischem Strahlengang untersucht. Für einen einer Glühkathode ähnlichen Phasenraum wird eine Quelle-Moderator-Kombination als Positronenquelle verwendet (Quellmaterial: ^{22}Na), bei der die Positronen mit thermischer Energie aus einem kleinen Bereich ($\sim 0,3 \text{ mm } \emptyset$) eines Wolframmoderators emittiert werden. Der schematische Aufbau ist in Abbildung 4.21 gezeigt, weitere Einzelheiten sind in [GHH⁺97, Haa97, Män00] veröffentlicht.

Für die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Positronenenergie von 30 keV und ein Strahldurchmesser von $30 \mu\text{m}$ gewählt. Aufgrund der höheren Energie haben Oberflächeneffekte wie kleine Kratzer oder andere Unebenheiten einen geringeren Einfluss auf das Messergebnis, der Durchmesser des Strahles erfasst mehrere Körner bzw. Kornbereiche. Die Energieauflösung des Germaniumdetektors beträgt 1,25 keV (FWHM 478 keV Monitorlinie) bei 2% Totzeit. Da die 1278 keV γ -Quanten der Natriumquelle hier gegenüber dem Detektor abgeschirmt werden können, sollte die Detektorauflösung mit der des Positronen-

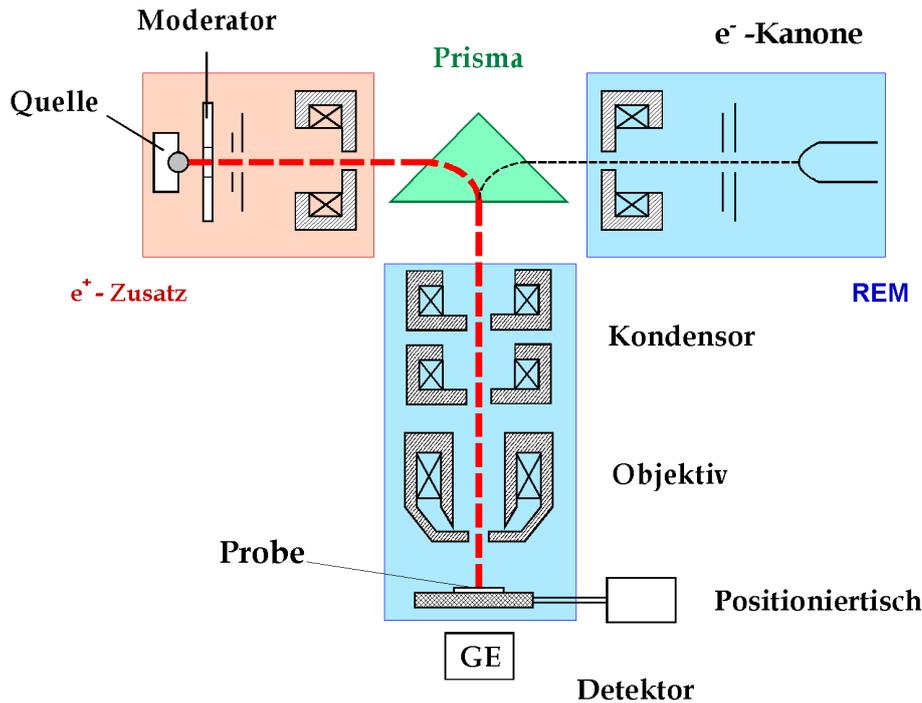


Abbildung 4.21: *Schematischer Aufbau der Positronenmikrosonde*: In ein konventionelles Rasterelektronenmikroskop (blau) wurde zwischen Strahlerzeugung und Strahlfokussierung ein elektromagnetisches Prisma (grün) eingefügt. Gegenüber vom Elektronenteil befindet sich die Positronenquelle. Der Positronenstrahl wird über das Prisma in die Strahlfokussierung des Elektronenteils umgelenkt.

Bulkspektrometers bei Einsatz der ^{68}Ge -Quelle vergleichbar sein. Allerdings wird hier ein anderer Detektorkristall mit einer anderen Messelektronik unter anderen Umgebungsbedingungen (Vibrationen, Körperschall) verwendet, so dass die Auflösung des Bulkspektrometers nicht ganz erreicht wird.

Kapitel 5

Ergebnisse

Nachfolgend sind die Ergebnisse der verschiedenen Messungen aufgeführt. Die Interpretation der Ergebnisse wird durch eine ganzheitliche Betrachtung aller Messreihen erleichtert. Daher folgt eine ausführliche Diskussion, welche auch einen Bezug zwischen den einzelnen Messungen herstellt, erst im nächsten Kapitel (Kap. 6). Das Ausheilen der Defekte wird unabhängig von den anderen Messergebnissen in diesem Kapitel diskutiert.

5.1 Zugversuche

Tabelle 5.1 zeigt die ermittelten mechanischen Kennwerte im Vergleich zu Literaturwerten. Die zugehörigen Spannungs-Dehnungs-Kurven der verschiedenen Werkstoffe zeigen die Abbildungen 5.2-5.6.

Die Werte für Dehn- bzw. Streckgrenze (R_{eH} bzw. R_p), Zugfestigkeit (R_m) und Bruchdehnung (A) stimmen innerhalb der Messunsicherheiten gut mit den Literaturwerten überein und dokumentieren die Genauigkeit der verwendeten, eigens für die Versuche konstruierten Zugprüfeinrichtung. Ziel der Untersuchungen war jedoch nicht eine möglichst exakte Reproduktion der Literaturwerte, sondern es sollte die Änderung des S-Parameters in Abhängigkeit von der plastischen Verformung bei den verschiedenen Werkstoffen bestimmt werden.

Tabelle 5.1: Ergebnisse aus den Zugversuchen (Exp.) im Vergleich zu den Werten aus den entsprechenden Normen (Lit.) [EN088, EN083, DIN862]. Der Messfehler der Festigkeitswerte beträgt jeweils $\Delta R = \pm 10$ MPa, die Bruchdehnung A konnte auf 0,5 % genau bestimmt werden.

	$R_{p0,2}$ [MPa]		R_m [MPa]		A [%]		$\frac{R_p}{R_m}$
	Exp.	Lit.	Exp.	Lit.	Exp.	Lit.	Exp.
C45E	343	≥ 340	620	≥ 620	15	≥ 14	0,55
X6 CrNiTi 18-10	210	≥ 190	610	500-700	40,5	≥ 40	0,34
Ti2	262	≥ 250	408	390-540	24,5	≥ 22	0,64
Ti Al6 V4	940	≥ 830	1050	≥ 900	10	≥ 10	0,90

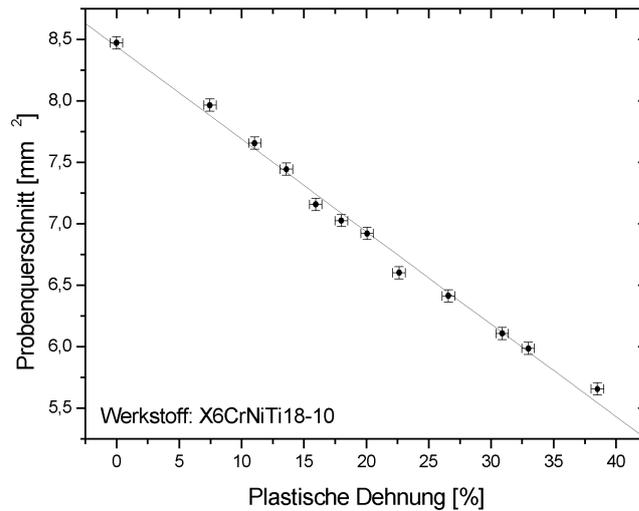


Abbildung 5.1: Zur Berechnung der wahren Spannung σ_w : Abnahme des Probenquerschnittes bei steigender Dehnung im Zugversuch am Beispiel des austenitischen Stahls X6CrNiTi18-10.

Der S-Parameter ist ein Maß für die Fehlstellendichte, welche wiederum von der im Probenquerschnitt wirksamen, wahren Spannung abhängig ist (s. a. Gleichung 2.9, Seite 20). Daher ist bei den Abbildungen 5.2-5.6, anders als bei technischen Spannungs-Dehnungs-Diagrammen üblich, die wahre Spannung σ_w gegen die Dehnung aufgetragen. Bei den Dehnwerten handelt es sich aus den in Kapitel 4.3.1 dargelegten Gründen nicht um die technische Dehnung ε (siehe auch Gleichung 2.4), sondern um die aufsummierte Dehnung der Einzelmessungen. Die wahre Spannung wurde nach Gleichung 2.5 (Seite 11) aus der Kraft und dem wirksamen Probenquerschnitt berechnet. Abbildung 5.1 zeigt exemplarisch für den austenitischen Stahl die Abnahme des Probenquerschnittes mit zunehmender Dehnung.

Nach Überschreiten der Gleichmaßdehnung schnürt die Probe lokal ein und die wahre Spannung, welche unter der Annahme einer über den Messquerschnitt gleichmäßigen Einschnürung aus den Dehnwerten berechnet wird, gibt die Verhältnisse im kleinsten Probenquerschnitt nicht exakt wieder. Durch die lokale Einschnürung steigt die Gesamtdehnung stärker an als bei Gleichmaßdehnung, und die Verringerung des Messquerschnittes, welche entsprechend Abbildung 5.1 nahezu linear von der Dehnung abhängig ist (Querkontraktion), wird überschätzt. Demnach ist die wahre Spannung bei lokal eingeschnürter Probe stark fehlerbehaftet. Nach Überschreiten der Gleichmaßdehnung wird daher häufig nur noch die auf den Ausgangsquerschnitt bezogene, technische Spannung angegeben. Um die Diagramme übersichtlicher zu gestalten, wurde hierauf in dieser Arbeit verzichtet.

Die Ergebnisse des Zugversuchs am austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 zeigt Abbildung 5.2. Die Unregelmäßigkeiten („Zacken“) im Spannungsverlauf sind auf „stick-slip-Effekte“¹ im Schraubengewinde, das zur Krafterzeugung in der Zugprüfeinrichtung dient,

¹Stick-slip-Effekt: Schrittweise Bewegung infolge hoher Haftreibung und niedrigerer Gleitreibung. Nach Überschreiten der Haftreibungskraft ist für die Weiterbewegung eine deutlich niedrigere Gleitreibungskraft nötig. Die Weiterbewegung erfolgt beschleunigt, und die Spannung sinkt ab. Schließlich wird die Bewegung gestoppt und startet dann erst wieder bei erhöhter Spannung zur Überwindung der Haftreibung.

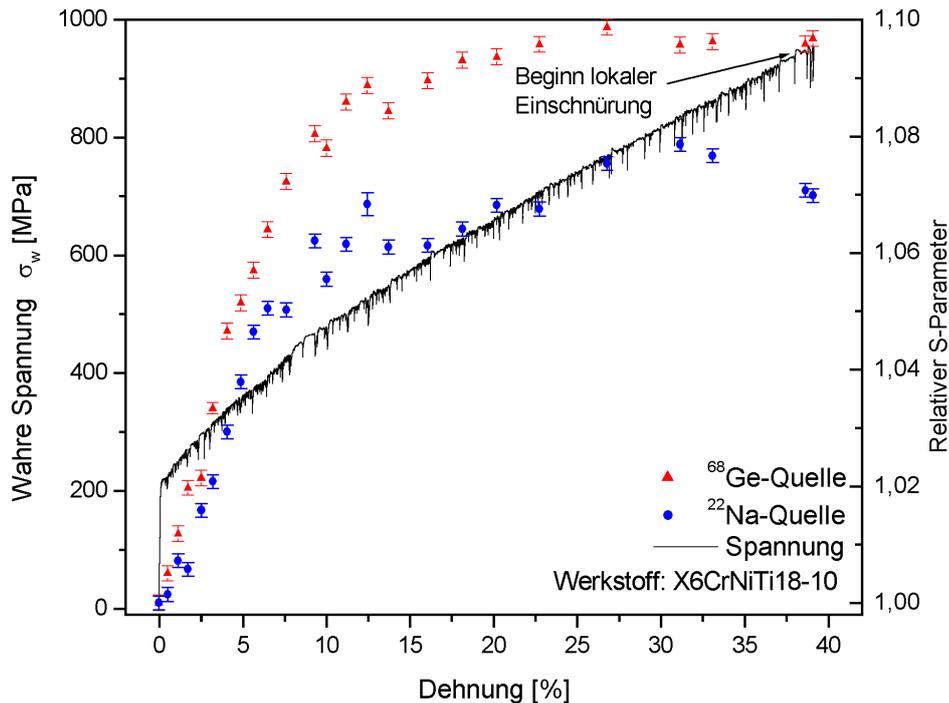


Abbildung 5.2: *Fließkurve des austenitischen Stahls X6CrNiTi18-10* : Verlauf von wahrer Spannung σ_w (linke Ordinate) und relativem S-Parameter (rechte Ordinate) bei steigender Dehnung im Zugversuch.

zurückzuführen.

Im geglühten Zustand besitzt der austenitische Stahl X6CrNiTi18-10 ein großes Verfestigungspotential, was durch ein sehr niedriges Streckgrenzenverhältnis von $\frac{R_p}{R_m} = 0,34$ wiedergegeben wird. Die Verfestigung ist auf eine Erhöhung der Versetzungsdichte infolge der plastischen Verformung zurückzuführen.

Auf der zweiten Achse ist zusätzlich der relative S-Parameter über der Dehnung aufgetragen. Die zugehörigen Dehnwerte (x-Koordinaten) entsprechen der jeweils größten, unter Last eingestellten Dehnung, obwohl die Proben im entlasteten Zustand, das heißt bei einer um den elastischen Anteil verringerten Dehnung gemessen wurden. Die gewählte Form der Darstellung ermöglicht jedoch eine bessere Zuordnung der zuletzt maximal wirksamen wahren Spannung vor Aufnahme des Zerstrahlungsspektrums. Daher wurde auf die Subtraktion des elastischen Anteils bei der x-Koordinate der S-Parameterwerte verzichtet.

Der S-Parameter steigt zunächst (bei beginnender Verfestigung) stark mit steigender Dehnung an. Bei mehr als 10 % Dehnung verflacht die Kurve und mündet bei etwa 20 % in eine Sättigung ein ($S_{rel} \approx 1,095$ (^{68}Ge) bzw. $1,075$ (^{22}Na)). Im Bereich der Brucheinschnürung unterscheidet sich der Sättigungswert nicht von der Probenmitte. Bei Eisenwerkstoffen entspricht die Sättigung etwa einer Versetzungsdichte von $\rho_{disl} \approx 1 * 10^{11} \text{ cm}^{-2}$. Eine untere Ansprechschwelle ($\rho_{disl} \approx 1,5 * 10^8 \text{ cm}^{-2}$), das heißt eine (geringe) plastische Verformung ohne Erhöhung des S-Parameters, konnte bei diesem Versuch nicht beobachtet werden. Dies kann auf eine zu große plastische Amplitude vor Aufnahme des ersten Messpunktes oder auf eine entsprechend hohe Versetzungsdichte im geglühten Zustand zurückzuführen sein.

Der Vergleich der Ergebnisse der verschiedenen Positronenquellen in Abbildung 5.2 zeigt, dass die Änderung des S-Parameters infolge plastischer Verformung bei Messungen mit der Germaniumquelle stets größer ist als bei der Natriumquelle. Dies ist auf zwei unterschiedliche Effekte zurückzuführen:

- Die Energieauflösung des Germaniumdetektors und damit die Empfindlichkeit für Änderungen der Linienform des Zerstrahlungspeaks ist aufgrund der zusätzlich emittierten 1275 keV γ -Quanten bei der ^{22}Na -Quelle geringer (s. Kap. 4.5.1), und eine Verringerung der Linienbreite im 511 keV Photopeak führt somit zu einem geringeren Anstieg des S-Parameters.
- Durch die unterschiedliche kinetische Energie der Positronen aus den beiden Quellmaterialien beträgt die mittlere Eindringtiefe der Positronen in Stahl $183\ \mu\text{m}$ für ^{68}Ge und $32\ \mu\text{m}$ für ^{22}Na . Die Informationen über die Fehlstellendichte stammen somit aus einem unterschiedlichen Abstand zur Probenoberfläche. Untersuchungen von MUGHRABI an zugverformtem Kupfer zeigen, dass die Probenoberfläche eine „Senke“ für Versetzungen darstellt und die Versetzungsdichte vom Probeninneren zur Oberfläche hin abnimmt [Mug70].

Der ferritische Stahl C45E besitzt im Unterschied zu X6CrNiTi18-10 eine ausgeprägte Streckgrenze (s. Abbildung 5.3). Im Bereich der Streckgrenze (Lüdersdehnung) führt plastisches Verformen nicht zum Verfestigen des Werkstoffes, das heißt die notwendige Spannung

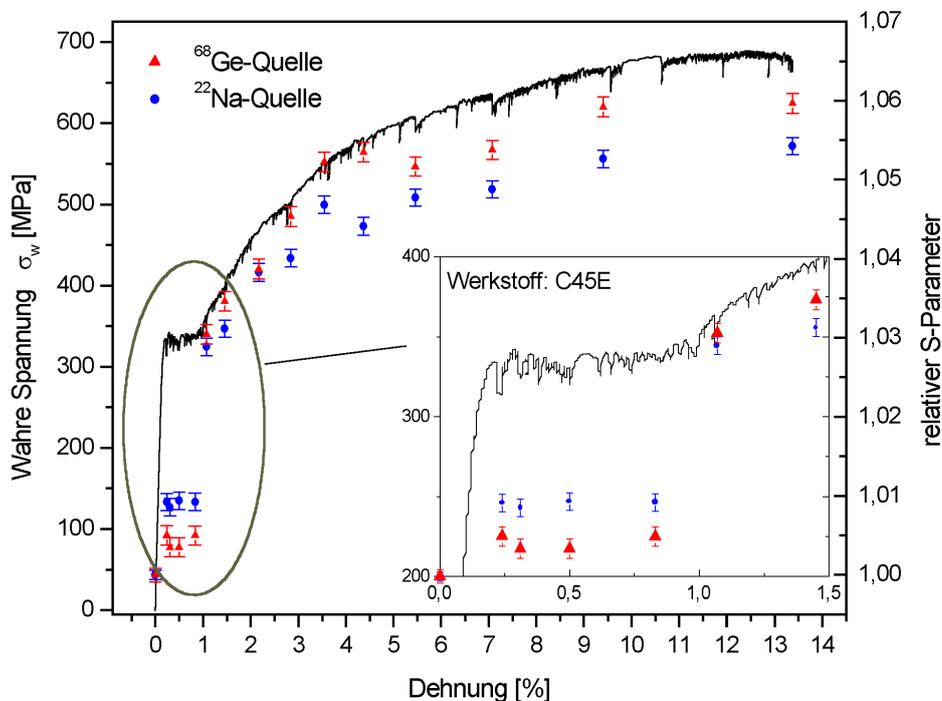


Abbildung 5.3: Fließkurve des ferritischen Stahls C45E: Verlauf von wahrer Spannung σ_w (linke Ordinate) und relativem S-Parameter (rechte Ordinate) bei steigender Dehnung im Zugversuch. Das Inlet zeigt vergrößert den Bereich der Lüdersdehnung.

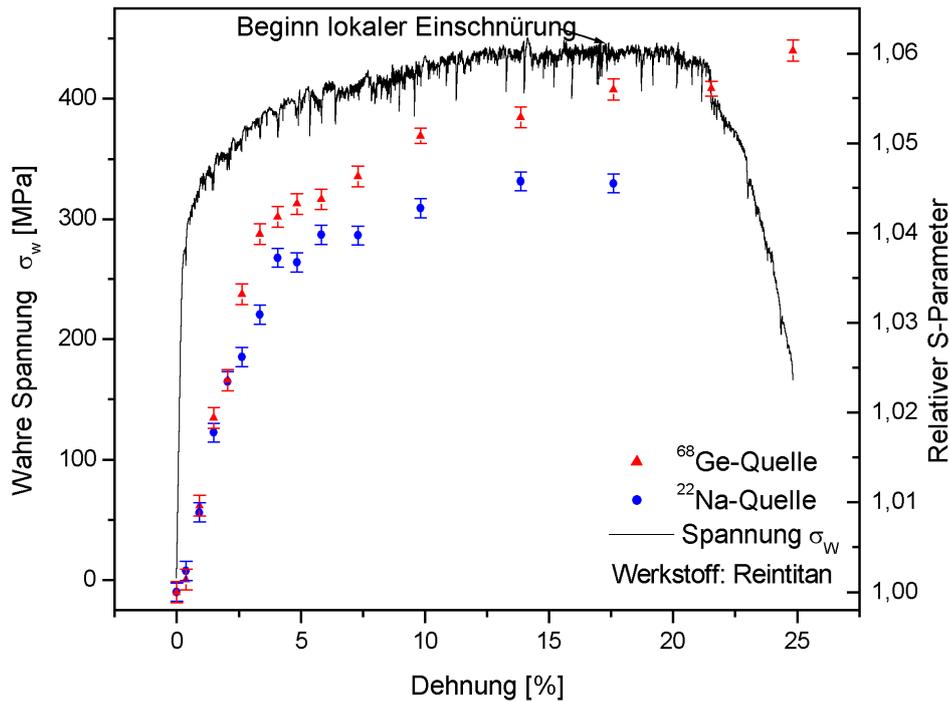


Abbildung 5.4: Fließkurve von unlegiertem Titan Ti2: Verlauf von wahrer Spannung σ_w (linke Ordinate) und relativem S-Parameter (rechte Ordinate) bei steigender Dehnung im Zugversuch.

für eine weitere Verformung bleibt konstant oder sinkt sogar leicht ab. Durch die energetische Bindung von Versetzungen an interstitiell gelösten Kohlenstoffatomen (Cottrellwolken) im Ausgangszustand ist für das Abgleiten von Versetzungen zunächst eine erhöhte Spannung notwendig (siehe auch Kapitel 4.1.2). Nach Losreißen von den Cottrellwolken gleiten die Versetzungen nahezu ungehindert durch den Kristall. Dieser Vorgang setzt sich lawinenartig durch die Probe fort und an der Probenoberfläche bilden sich so genannte Lüdersbänder aus (s. a. Kap.4.1.2).

Der S-Parameter steigt zu Beginn der Lüdersdehnung nur leicht an und bleibt dann bis zu Beginn der Verfestigung auf einem konstanten Niveau. Der leichte Anstieg des S-Parameters gegenüber dem Ausgangszustand zu Beginn der Lüdersdehnung deutet auf eine geringe Versetzungsmultiplikation hin. Der Vergleich der Ergebnisse beider Quellmaterialien zeigt, dass hier, anders als bei größeren Dehnungen, die Fehlstellendichte in Oberflächennähe größer ist als im Probeninneren.

Mit einsetzender Verfestigung steigt der S-Parameter zunächst sprunghaft an und geht ab etwa 9% Dehnung allmählich in eine Sättigung über. Das Sättigungsniveau liegt für die Messungen mit der Germaniumquelle ca. 6%, bei der Natriumquelle ca. 5,5% über dem geglähten Ausgangszustand. Die im Vergleich zum austenitischen Stahl geringere Differenz des S-Parameters zwischen gebrochener Probe und Ausgangszustand ist auf das kleinere Verfestigungspotential (höheres Streckgrenzenverhältnis, $\frac{R_p}{R_m} = 0,55$) und auf die andere Mikrostruktur des ferritischen Stahls C45E zurückzuführen (siehe auch Kapitel 6.1).

Die Ergebnisse des Zugversuchs an unlegiertem Titan Ti2 zeigt Abbildung 5.4. Nach Überschreiten des elastischen Bereichs steigt der S-Parameter zunächst nahezu linear mit größer werdender Dehnung an. Ab etwa 4% Dehnung flacht die Kurve ab, steigt danach aber bis zum Bruch der Probe kontinuierlich an. Eine deutliche Sättigung, vergleichbar zu den Ergebnissen von X6CrNiTi18-10 ist nicht erkennbar. Die maximale Änderung des S-Parameters gegenüber dem ausgeheilten Ausgangszustand beträgt knapp 6% bzw. mehr als 4,5% für die Germanium- bzw. die Natriumquelle. Dies ist vergleichbar mit den Ergebnissen des ferritischen Stahls C45E. Das Verfestigungspotential des unlegierten Titans ($\frac{R_p}{R_m} = 0,64$) ist noch etwas geringer als das des C45E.

Der Einfluss der Textur wird in der Abnahme des Probenquerschnittes mit zunehmender plastischer Dehnung deutlich. Abbildung 5.5 zeigt die Veränderungen der Probenabmessungen im Zugversuch im Vergleich zu TiAl6V4. Durch die Walztextur verringert sich bei der Probe aus unlegiertem Titan nur die Probenbreite, wogegen die Probendicke während des Zugversuchs konstant bleibt bzw. aufgrund der Oberflächenrauigkeit sogar steigt (erhöhte Messungenauigkeit). Wegen einer zu geringen Probenbreite konnte ab einer Dehnung von 17,6% nicht mehr mit der Natriumquelle gemessen werden, da die Probenbreite kleiner als der Quelldurchmesser wurde. Eine erhöhte Oberflächenrauigkeit auf der breiten Seite der Probe (Messoberfläche) trat ab einer Dehnung von etwa 3% auf.

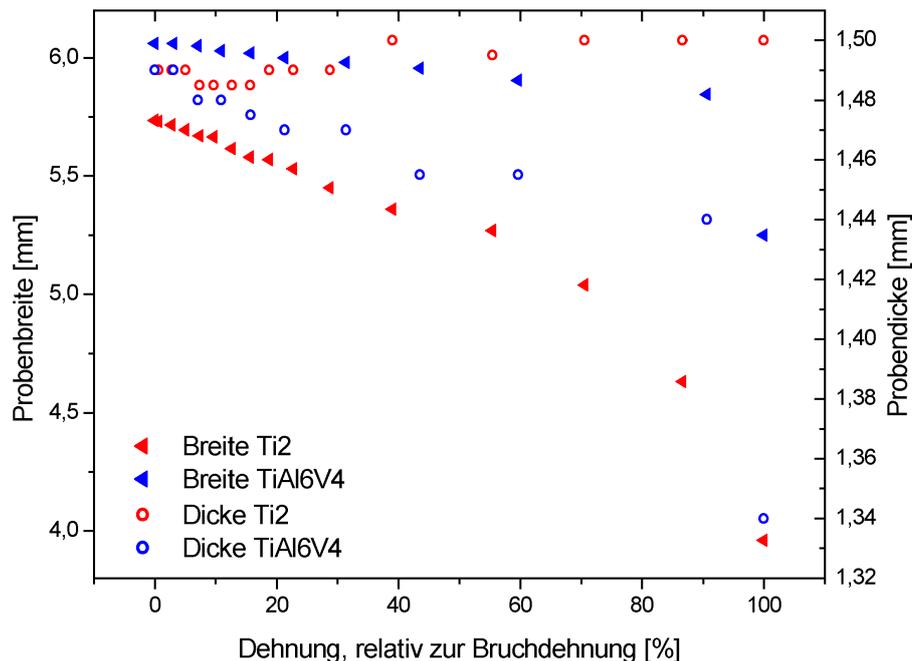


Abbildung 5.5: Einfluss der Textur beim Zugversuch von unlegiertem Titan Ti2: Dargestellt sind die Probenabmessungen im Verlauf des Zugversuchs von Ti2 und TiAl6V4. Während bei der Legierung TiAl6V4 Probendicke und -Breite mit steigender plastischer Dehnung gleichmäßig abnehmen, bleibt die Probendicke beim unlegierten Titan konstant. Der jeweils letzte Messpunkt entspricht der gebrochenen Probe, der Messfehler beträgt jeweils $\pm 0,03$ mm.

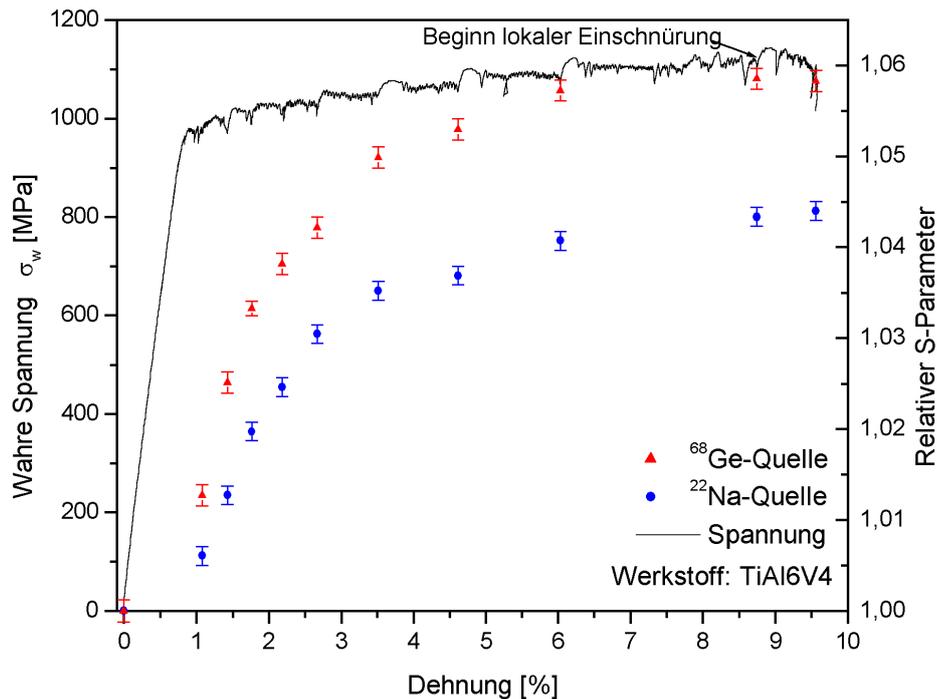


Abbildung 5.6: *Fließkurve der Titanlegierung TiAl6V4* : Verlauf von wahrer Spannung σ_w (linke Ordinate) und relativem S-Parameter (rechte Ordinate) bei steigender Dehnung im Zugversuch.

Die Unterschiede zwischen den beiden Quellmaterialien spiegeln den Einfluss der Textur wieder. Bis 2,5 % Dehnung ist die Änderung des S-Parameters bei beiden Quellen gleich, erst danach steigen die Werte der ^{68}Ge -Messungen stärker an. Bedingt durch die gerichtete Orientierung der Körner gleiten Versetzungen zunächst bevorzugt in einer Richtung und die Probenbreite nimmt ab, während die Dicke konstant bleibt. Da zunächst aus der Messoberfläche keine Versetzungen herausgleiten, entsteht auch kein Gradient senkrecht zu dieser Oberfläche und der relative S-Parameter ist bei Messungen mit ^{68}Ge - und ^{22}Na -Quelle gleich. Erst nachdem weitere Gleitsysteme senkrecht zur Messoberfläche aktiviert werden (die Oberflächenrauigkeit steigt hierdurch an), können Versetzungen in diese Richtung abgleiten und an der Oberfläche annihilieren. Hierdurch bildet sich ein Gradient der Versetzungsdichte senkrecht zur Messoberfläche. Mit zunehmender Verformung steigt der S-Parameter bei Messungen mit der ^{68}Ge -Quelle von nun an stärker.

Die Spannungs-Dehnungskurve von TiAl6V4 zeigt Abbildung 5.6. Auffällig ist die hohe Zugfestigkeit bei einem hohen Streckgrenzenverhältnis von $\frac{R_p}{R_m} = 0,90$. Obwohl die relative Verfestigung im Vergleich zu unlegiertem Titan geringer ausfällt, ist der maximale Anstieg des S-Parameters bei Bruch der Probe in etwa identisch.

Der elastische Anteil an der Gesamtverformung ist aufgrund des geringen E-Moduls und der hohen Streckgrenze bei TiAl6V4 besonders hoch ($\geq 0,8\%$). Die Nachteile der gewählten Darstellungsweise (s.o.) werden hier besonders deutlich. Eigentlich müssten alle S-Parameterwerte um einen entsprechenden Betrag nach links verschoben werden, der Bezug zur maximal wirksamen Spannung ginge dann allerdings verloren.

Der S-Parameter steigt, wie bei den anderen Werkstoffen auch, mit Beginn der plastischen Verformung zunächst stark an und verflacht dann bis zum Bruch der Probe. Eine Sättigung ist im Gegensatz zum unlegierten Titan deutlicher ausgeprägt. Der S-Parameter der Messungen mit der ^{68}Ge -Quelle steigt durchweg stärker als bei Verwenden der Natriumquelle, was auf keine ausgeprägte Textur hindeutet.

5.2 Umlaufbiegeversuche

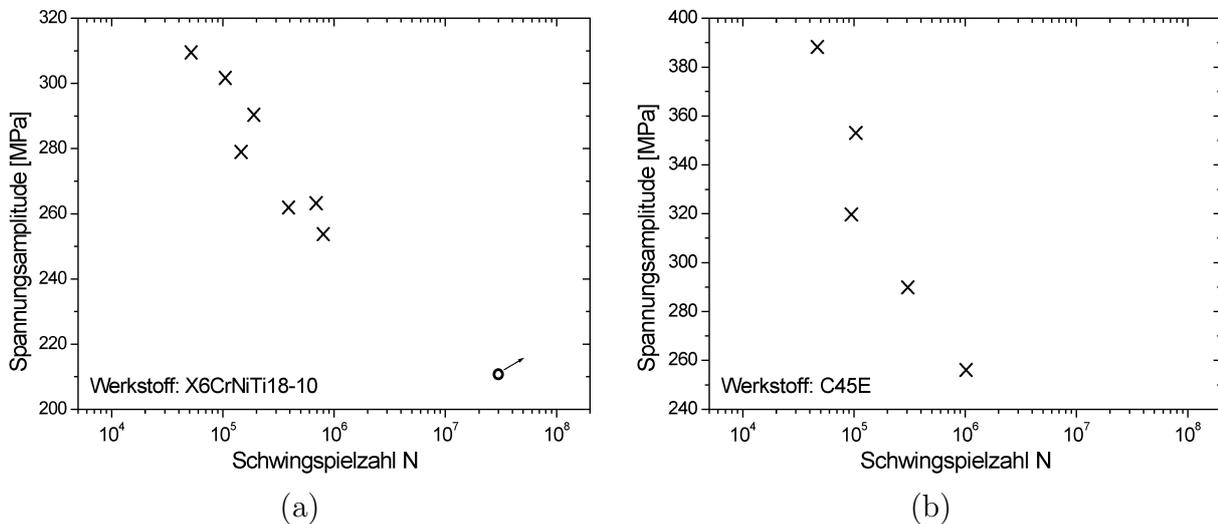


Abbildung 5.7: *Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche an den Stählen im Wöhlerauftrag:* (a): Austenitischer Stahl X6CrNiTi 18-10 (b): Ferritischer Stahl C45E. Die Symbolgröße entspricht den Fehlerbalken, Durchläufer sind durch offene Symbole gekennzeichnet.

Die Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche im Wöhlerschaubild zeigen die Abbildungen 5.7 und 5.8. Streng genommen darf der Auftrag nicht in einem Wöhlerdiagramm mit Angabe der Spannung auf der Ordinate erfolgen, da die Versuche unter konstanter Dehnung (Durchbiegung) durchgeführt wurden. Die Durchbiegung konnte jedoch bei der verwendeten Umlaufbiegemaschine nicht reproduzierbar genau bestimmt werden. Im Laufe eines Versuches veränderte sich die Spannung nach anfänglicher Ver- bzw. Entfestigung nur noch gering und in den Diagrammen ist der Sättigungswert vor Anreißen der Probe angegeben. In den Diagrammen 5.7 und 5.8 sind keine Bruch- bzw. Überlebenswahrscheinlichkeiten eingezeichnet. Für eine statistisch abgesicherte Aussage sind mindestens 5 Proben pro Lasthorizont erforderlich. Im Rahmen dieser Arbeit sollten jedoch nicht exakte Ausfallwahrscheinlichkeiten berechnet werden. Die Änderung des S-Parameters und damit der Fehlstellendichte im Laufe der Lebensdauer einer Probe zeigen die Abbildungen 5.9 - 5.12.

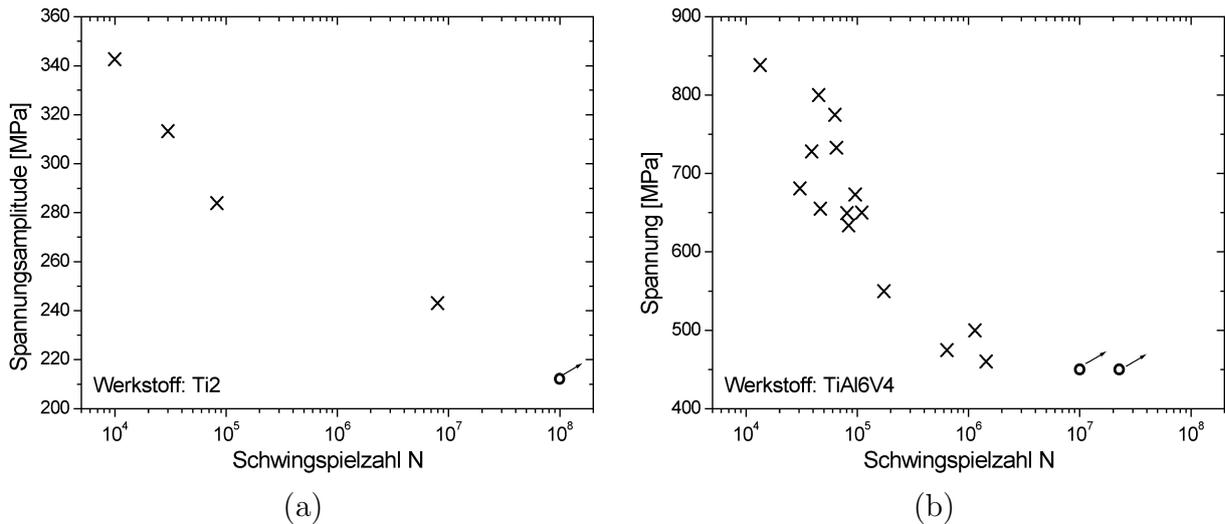


Abbildung 5.8: Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche an den Titanlegierungen im Wöhlerauftrag: (a): Unlegiertes Titan Ti2 (b): $(\alpha + \beta)$ -Titan TiAl6V4. Die Symbolgröße entspricht den Fehlerbalken, Durchläufer sind durch offene Symbole gekennzeichnet.

Austenitischer Stahl X6CrNiTi 18-10

Beim austenitischen Stahl X6CrNiTi 18-10 (Abbildung 5.9) steigt der S-Parameter (abschnittsweise) linear zum Logarithmus der Lastwechselzahl an. Dieses Verhalten ist bereits bei sehr kleinen Lastspielzahlen (~ 10 LW) zu beobachten. Die Änderung des S-Parameters im Vergleich zum Ausgangszustand liegt bei Bruch der Probe bei allen Proben im Bereich von 8-9%, und daher kann bereits nach wenigen Lastspielen die Restlebensdauer der jeweiligen Probe abgeschätzt werden. Bei mehr als 300 MPa Spannung in der Randfaser (Abbildung 5.9 a) ist vor Bruch der Probe beginnender Sättigungseinfang der Positronen an den Haftstellen zu erkennen, hier verflacht der bis dahin lineare Anstieg des S-Parameters vor Bruch der Proben. Daher ist die Lebensdauerabschätzung oberhalb von 300 MPa mit einem gewissen Fehler behaftet. Die Änderung des S-Parameters (Steigung der Geraden in Abbildung 5.9 a) korreliert im Bereich kleinerer Lastspielzahlen ($\leq 10^3$ LW) vor Beginn der Sättigung mit der angelegten Spannung in der Randfaser. Der Sättigungswert bei Bruch der Umlaufbiegeproben liegt auf dem Niveau der ^{22}Na -Ergebnisse an den gebrochenen Zugproben.

Bei niedrigeren Spannungen in der Randfaser (250-280 MPa, Abbildung 5.9 b) ändert sich die Steigung im Bereich um 1000 Lastwechsel und eine lineare Korrelation von S-Parameter und Logarithmus der Lastspielzahl ist nur abschnittsweise zu erkennen. Nach flacherem, von der Spannung abhängigem Anstieg innerhalb der ersten 1000 Lastwechsel vergrößert sich der S-Parameter danach stärker mit dem Logarithmus der Lastwechselzahl und die Steigung ist nun nicht mehr von der Spannung abhängig. Bei Bruch der Proben liegt der S-Parameter auch bei den niedrigeren Spannungen auf dem Niveau der gebrochenen Zugproben. Im Bereich der Dauerfestigkeit steigt der S-Parameter auch bis zu sehr großen Lastspielzahlen linear an. Falls der S-Parameter bei Fortführen der Umlaufbiegung an der bis $5 \cdot 10^7$ Lastwechseln nicht gebrochenen Probe (211 MPa Spannung) weiter linear ansteigen und die Probe bei einer S-Parameteränderung von 8% brechen würde, ist das Versagen der Probe nach 10^{15}

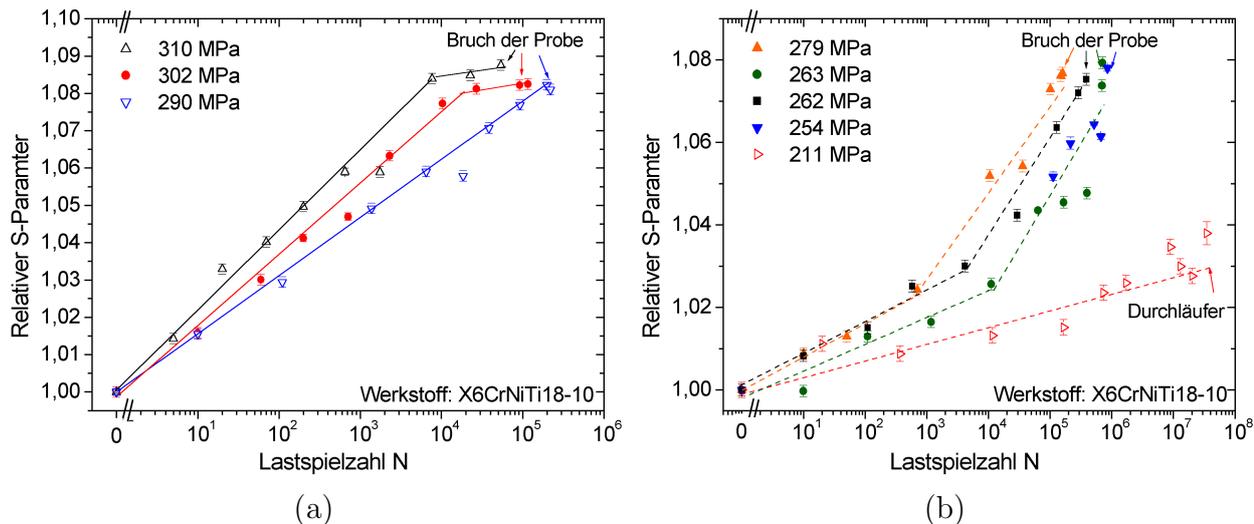


Abbildung 5.9: Positronenspektroskopie an Umlaufbiegeproben aus austenitischem Stahl X6CrNiTi18-10 : (a): Hohes Spannungsniveau (lcf-hcf) (b): Niedriges Spannungsniveau (hcf-uhcf).

Dargestellt sind die relativen Änderungen des S-Parameters im Verlauf der Ermüdung, bezogen auf den ausgeheilten Ausgangszustand. Es besteht bei allen Proben zumindest abschnittsweise ein linearer Zusammenhang zwischen S-Parameter und Logarithmus der Lastspielzahl.

bis 10^{17} Lastspielen zu erwarten. Hierbei wird allerdings vorausgesetzt, dass kein Abknicken nach oben, vergleichbar zu den Spannungen von 250-280 MPa, auftritt.

Ferritischer Stahl C45E

Ein (abschnittsweiser) linearer Zusammenhang zwischen S-Parameter und Logarithmus der Lastspielzahl zeigt sich auch bei den Umlaufbiegeversuchen am ferritischen Stahl C45E. Im Bereich kleinerer Lastwechselzahlen ($<500-1000$ LW) korreliert die Steigung der Geraden, allerdings nur in grober Näherung, mit der angelegten Last: Bei der größten und der kleinsten Last (388 MPa/256 MPa) ist ein deutlicher Unterschied zu den mittleren Lasten erkennbar, bei denen kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Steigerung des S-Parameters und Spannung besteht.

Im Bereich zwischen 500 und 5000 Lastwechseln verflacht der Anstieg des S-Parameter bei allen untersuchten Lastniveaus und steigt innerhalb der letzten ein bis zwei Zehnerpotenzen der Lastwechselzahl bis zum Bruch der Probe nur noch wenig an ($\Delta S \leq 0,5\%$). Bei Bruch der Proben ist der S-Parameter nicht, wie bei dem austenitischen Stahl, für alle Lastniveaus identisch. Daher kann die Restlebensdauer nur sehr ungenau abgeschätzt werden. Bei Bruch der Probe ist der S-Parameter, abgesehen von dem Versuch mit der höchsten Last (388 MPa), durchweg niedriger als der Wert, welcher mit der Natriumquelle bei Bruch der Zugproben gemessen wurde und korreliert zudem mit der angelegten Last.

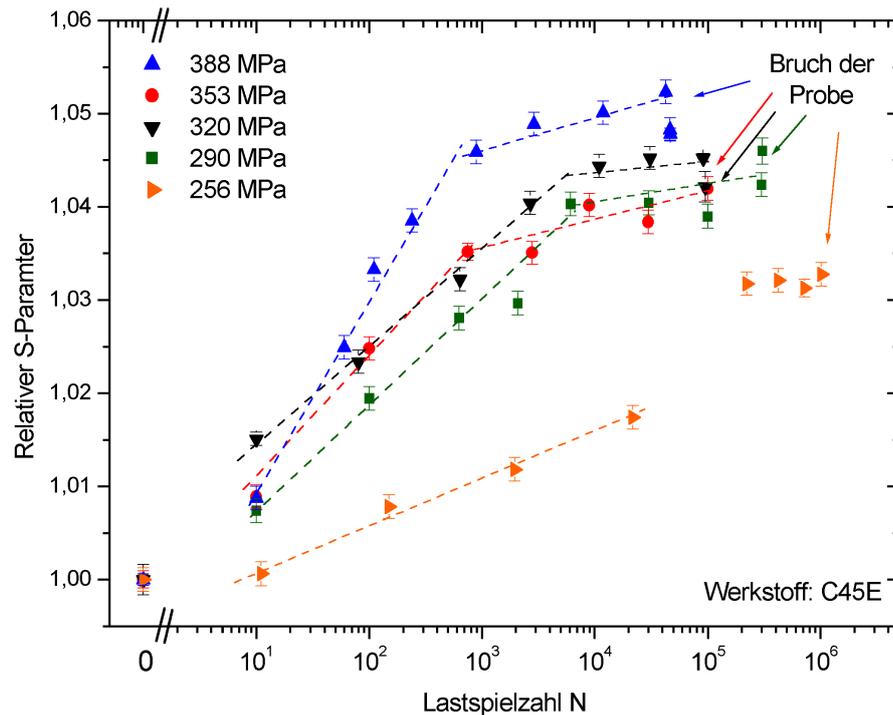


Abbildung 5.10: *Positronenspektroskopie an Umlaufbiegeproben aus C45E*: Dargestellt sind die relativen Änderungen des S-Parameters im Verlauf der Ermüdung, bezogen auf den ausgeheilten Ausgangszustand. Die Linearität des S-Parameters tritt nicht so deutlich wie bei X6 CrNiTi 18-10 in Erscheinung. Der Wert des S-Parameters bei Bruch der Probe hängt von der angelegten Last ab.

Unlegiertes Titan Ti2

Bei den Umlaufbiegeversuchen an unlegiertem Titan Ti2 existiert eine lastabhängige Schwingspielzahl, unterhalb derer der S-Parameter nahezu konstant bleibt. Im Bereich kleinerer Lasten (212 und 243 MPa) fällt der S-Parameter bis 10^4 Lastwechseln sogar zunächst leicht, allerdings nicht signifikant über die Fehlergrenzen hinaus, ab. Erst nach Überschreiten einer Grenzschwingspielzahl steigt der S-Parameter mit größer werdender Anzahl von Lastwechseln an. Der bei den anderen Werkstoffen beobachtete, lineare Zusammenhang tritt bei allen Proben nach Überschreiten der Grenzschwingspielzahl auf, allerdings ist kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der angelegten Last und der Steigung erkennbar. Die Steigung ist für alle Lastniveaus ähnlich. Die Proben brechen alle bei einem einheitlichen S-Parameterwert, der dem der gebrochenen Zugproben entspricht. Eine Lebensdauervorhersage ist daher nach Ermitteln der unteren Ansprechschwelle in Kombination mit dem darauf folgenden, linearen Anstieg des S-Parameters bedingt möglich.

Auch bei der Probe, welche nach 10^8 Lastwechseln noch nicht gebrochen war, zeigt sich nach Überschreiten der Ansprechschwelle eine lineare Abhängigkeit. Die Lebensdauer dieser Probe kann nach dem von den anderen Ti2-Proben bekannten Verhalten mit einigen 10^9 Lastwechseln abgeschätzt werden. Da die Prüfdauer für 10^9 Lastspiele im Bereich von 10000 h liegt, wurde auf eine Verifikation dieser Hypothese jedoch verzichtet.

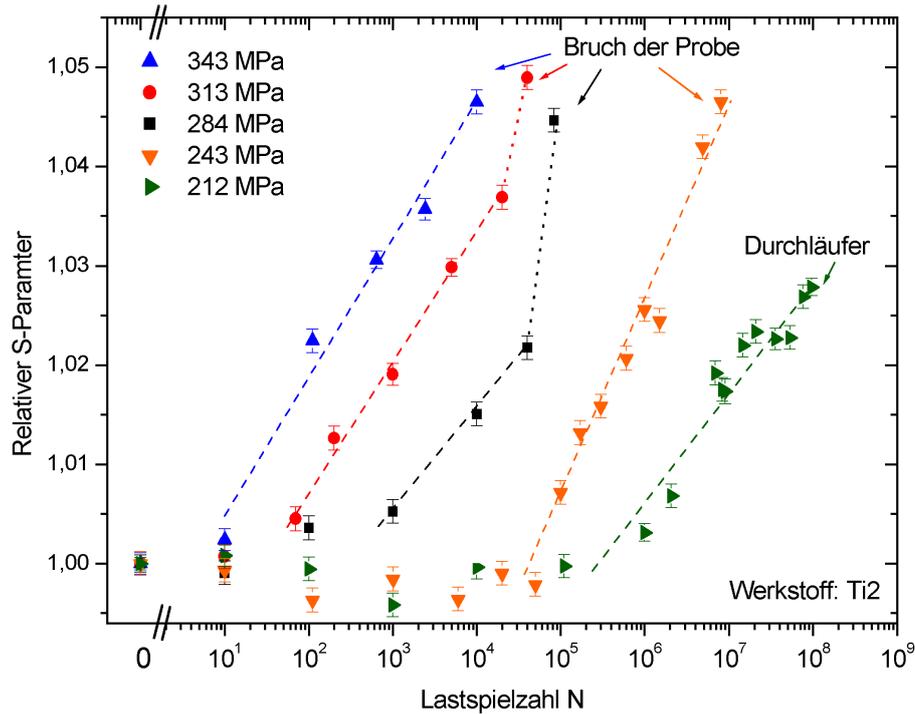


Abbildung 5.11: Positronenspektroskopie an Umlaufbiegeproben aus unlegiertem Titan: Dargestellt sind die relativen Änderungen des S-Parameters im Verlauf der Ermüdung, bezogen auf den ausgeheilten Ausgangszustand. Eine lastabhängige Ansprechschwelle ist deutlich zu erkennen.

$(\alpha + \beta)$ -Titan Ti Al6 V4

Bei Ti Al6 V4 (bi-modales Gefüge) ändert sich der S-Parameter im Laufe der Ermüdung nicht signifikant (Abbildung 5.12). Lediglich bei der höchst belasteten Probe (930 MPa) ist eine über die Messunsicherheit hinausgehende Veränderung vor Bruch der Probe erkennbar. Aufgrund der gewählten Probenform wurde die Umlaufbiegemaschine hier allerdings im Bereich ihrer Belastungsgrenze eingesetzt und die Probe konnte nur von Hand durchgedreht werden. Nach Erreichen von 500 Lastspielen wurde daher der Versuch abgebrochen. Die nach dem Wöhlerfeld in Abbildung 5.8 b zu erwartende Lebensdauer beträgt bei dieser Spannung einige 1000 Lastwechsel.

Bei den anderen Belastungen verändert sich der S-Parameter erst nach Bildung eines Oberflächenanrisses. Dieses Verhalten ist unabhängig von dem Gefügestand der Titanlegierungen. Auch bei dem globularen Gefüge (siehe Abbildung 4.4 b) veränderte sich der S-Parameter nicht vor Anreißen der Probe.

Im Bereich der Rissspitze ist die Änderung gegenüber dem Ausgangszustand maximal, auf der gegenüberliegenden Seite wurde auch bei angerissener Probe keine Änderung des S-Parameters gegenüber dem ausgeheilten Ausgangszustand festgestellt. Durch den verwendeten Quelldurchmesser von 2 mm wurde bei den Messungen über einen größeren Werkstoffbereich gemittelt. Im Bereich der Rissspitze ist ein deutlich erhöhter S-Parameter zu erwarten, daher wurden Messungen mit höherer Ortsauflösung an gerissenen Ti Al6 V4 -

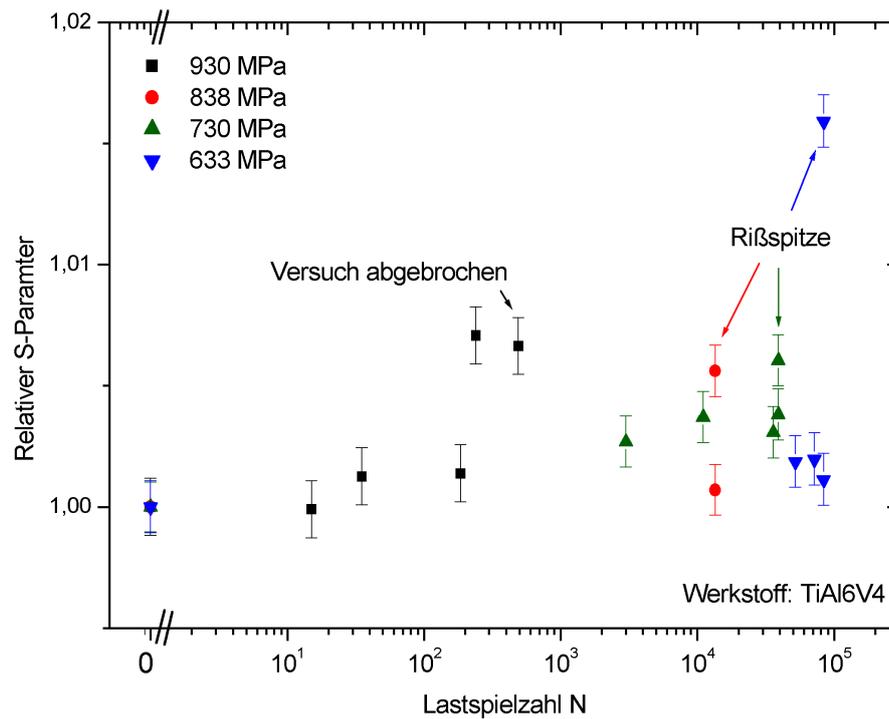


Abbildung 5.12: Positronenspektroskopie an Umlaufbiegeproben aus $TiAl6V4$ (bimodales Gefüge): Dargestellt sind die relativen Änderungen des S-Parameters im Verlauf der Ermüdung, bezogen auf den ausgeheilten Ausgangszustand. Vor Bruch der Proben ist, abgesehen vom Versuch bei 930 MPa Spannung, keine signifikante Änderung des S-Parameters erkennbar.

Umlaufbiegeproben durchgeführt.

5.2.1 Messungen mit hoher Ortsauflösung

Aus der verwendeten Probenform resultiert in Verbindung mit dem Biegemoment nach Gleichung 4.2 (Seite 50) ein Gradient der Spannung in der Randfaser in Probenlängsachse (siehe auch Abbildung 4.14). Bei den Umlaufbiegeprüfungen wird eine einzige Probe demnach an verschiedenen Stellen mit unterschiedlichen Spannungsamplituden belastet. Mittels ortsaufgelöster Positronenspektroskopie können daher mehrere Lastniveaus gleichzeitig an einer Probe untersucht werden. Ferner kann bei Bruch der Probe das Verhalten im Bereich einer Risspitze untersucht werden, sofern die plastische Zone nicht durch einen grundsätzlich erhöhten S-Parameter im hoch belasteten Probenbereich überdeckt wird.

Mit der Bonner Positronenmikrosonde wurde an einer Umlaufbiegeprobe aus dem austenitischen Stahl zu verschiedenen Stadien der Ermüdung ein Linienscan in Probenlängsachse aufgenommen. Der Strahldurchmesser lag dabei im Bereich von $20\ \mu\text{m}$, die maximale Spannung in der Randfaser bei 260 MPa. Abbildung 5.13 zeigt den Verlauf des S-Parameters entlang der Probenlängsachse nach verschiedenen Lastspielzahlen. Oberhalb einer bestimmten Spannung (Ansprechschwelle) in der Randfaser folgt der S-Parameter qualitativ dem Span-

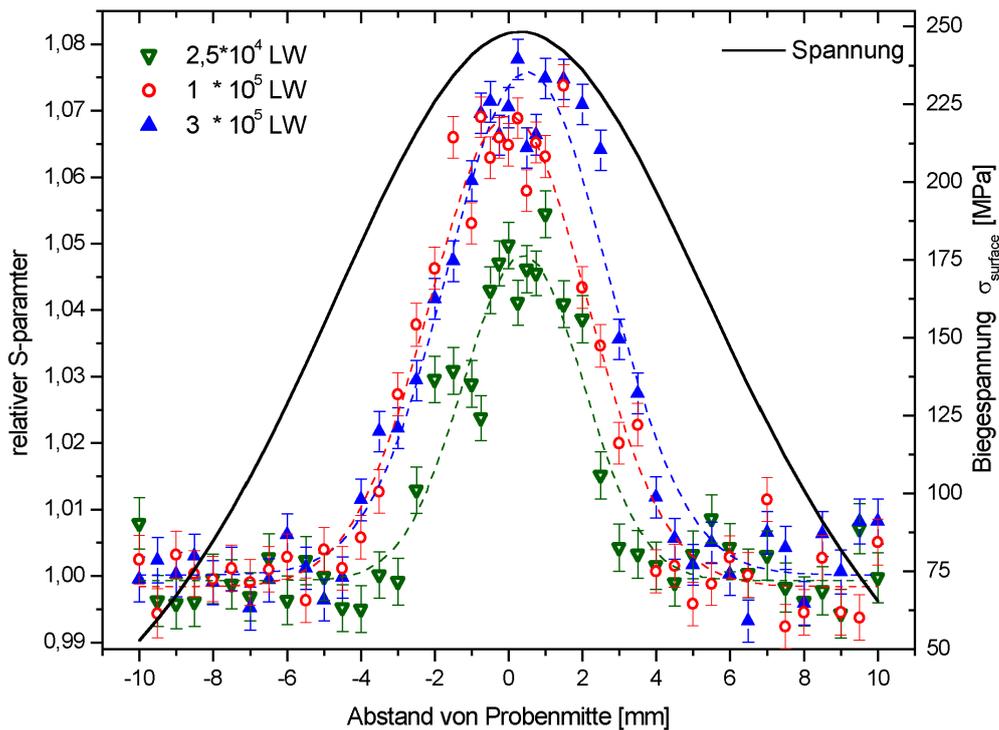


Abbildung 5.13: Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an einer Umlaufbiegeprobe aus $X6CrNiTi18-10$: Zu verschiedenen Stadien der Ermüdung wurde ein Linienscan in Probenlängsachse aufgenommen. Zusätzlich ist (auf der zweiten Ordinate) der Spannungsverlauf in Probenlängsachse dargestellt.

nungsverlauf. Die Ansprechschwelle ist hierbei von der Lastspielzahl abhängig und nimmt zu größer werdenden Lastwechseln hin ab. Bei mehr als 100.000 Lastwechseln beträgt diese etwa 140 MPa (siehe auch Kapitel 6.3) und liegt deutlich unterhalb der Elastizitätsgrenze im Zugversuch (210 MPa).

An einem festen Ort der Probe (in erster Näherung konstante Spannung) wird mit steigender Lastspielzahl der S-Parameter größer, was nach den Ergebnissen aus dem voranstehenden Kapitel auch zu erwarten war. Nimmt man zu verschiedenen Lastspielzahlen einen Linienscan auf und besitzt der untersuchte Werkstoff bis zum Ende der Ermüdung einen definierten Zusammenhang zwischen S-Parameter und Lastwechselzahl, so kann durch Ermüden einer einzigen Probe die Lebensdauer für alle Lasten, die oberhalb der Ansprechschwelle liegen und kleiner gleich der Maximallast sind, abgeschätzt werden. Diese Vorgehensweise wird am Beispiel der untersuchten Probe in Kapitel 6.3 näher diskutiert. Aus den Ergebnissen des letzten Kapitels im hcf-Bereich ist ersichtlich, dass diese Ansprechschwelle bei ausreichend großer Lastspielzahl zumindest bei den Eisenwerkstoffen unterhalb der Dauerfestigkeit liegt und somit ein weiterer Spannungsbereich an einer einzigen Probe untersucht werden kann.

Neben den Linienscans in Probenlängsachse wurde mit der Positronenmikrosonde der Bereich um die Risspitze einer angebrochenen Umlaufbiegeprobe aus $TiAl6V4$ untersucht. Da sich der S-Parameter bei diesem Werkstoff bis zum Anreißen der Probe gegenüber dem Ausgangszustand nahezu nicht verändert, entsteht kein störender „Untergrund“ durch den

ermüdeten Grundwerkstoff neben dem Riss.

Die untersuchte Umlaufbiegeprobe war zuvor 46500 Umdrehungen bei einer Last von 655 MPa gelaufen. Der Schwingungsanriss erstreckt sich etwa über $1/3$ des gesamten Probenquerschnittes. Die Risspitze befindet sich in Abbildung 5.14 bei den Koordinaten ($x=0/y=0$), die Maschenweite des Messpunktgitters beträgt $50 \mu\text{m}$. Der Durchmesser des Positronenstrahls lag wie bei den Linienscans an den Umlaufbiegeproben im Bereich von $20 \mu\text{m}$.

Abbildung 5.14 zeigt die Verteilung des S-Parameters um die Risspitze. Es ist deutlich der erhöhte S-Parameter im Bereich der plastischen Zone vor der Risspitze und an den Rissflanken zu erkennen. Vor dem Riss beträgt die Ausdehnung der Zone erhöhten S-Parameters etwa $500 \times 1000 \mu\text{m}^2$ und die Form entspricht der Modellvorstellung nach DUGDALE (siehe auch Abbildung 2.14). Die Ausdehnung ist senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung größer und in der Mitte, etwa $300 \mu\text{m}$ vor der Risspitze ist ein eingeschnürter Bereich mit verringerter Fehlstellendichte erkennbar. Die maximale Änderung des S-Parameters gegenüber dem unverformten Material liegt bei über 7% und ist damit größer als an gebrochenen Zugproben aus TiAl6V4.

Ein Vergleich der durch den erhöhten S-Parameter gekennzeichneten Zone mit entsprechenden Simulationen ist durch die Probenform und der daraus resultierenden inhomogenen

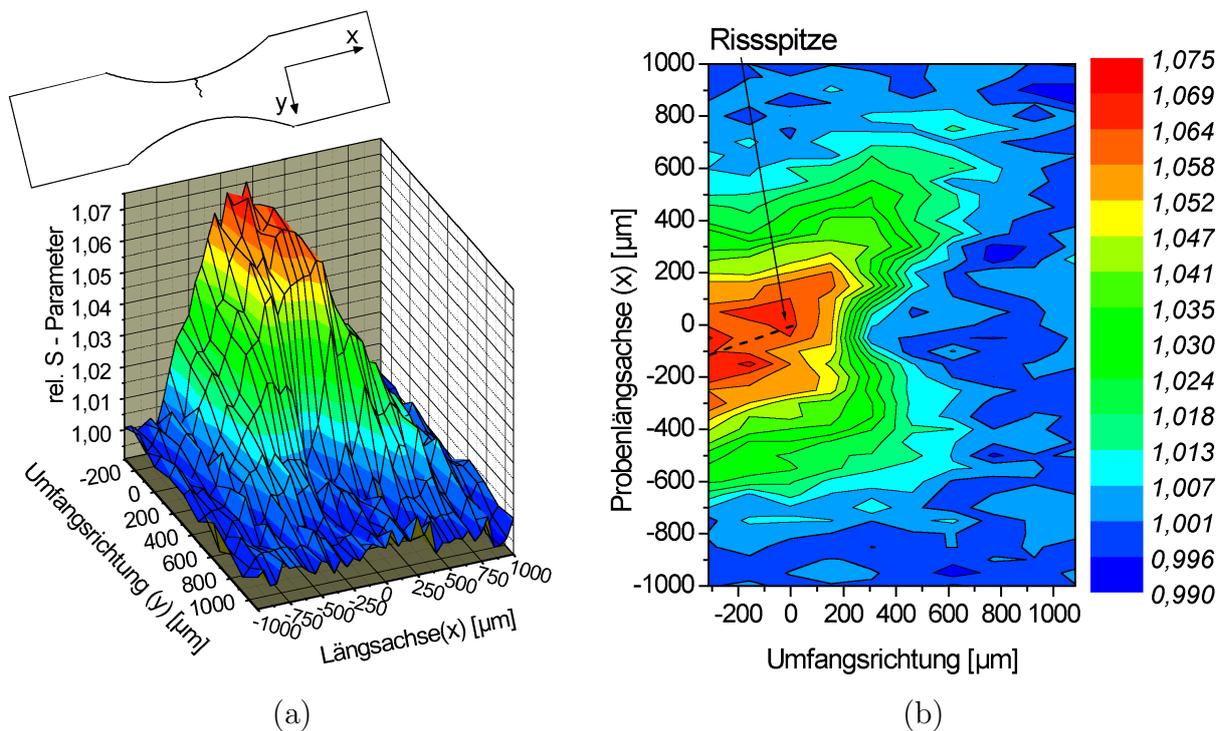


Abbildung 5.14: Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an einer angerissenen Umlaufbiegeprobe aus TiAl6V4 ([Haa02], verzerrte x,y -Darstellung!): (a): dreidimensionale Darstellung (b): zweidimensionale Projektion in Falschfarbendarstellung. Dargestellt ist der S-Parameter im Bereich der Risspitze, welche sich im Bild bei den Koordinaten ($x=0/y=0$) befindet. Es ist deutlich die plastische Zone mit einem eingeschnürten Bereich in Probenmitte ($x=0$) $300 \mu\text{m}$ vor der Risspitze zu erkennen.

Spannungsverteilung nicht möglich. Auch das Berechnen eines Spannungsintensitätsfaktors ist bei angerissenen Umlaufbiegeproben bei der gegebenen Geometrie äußerst schwierig. Um die Ausdehnung der plastischen Zone mit früheren Messungen am rostfreien Stahl AISI 321 [HBB⁺99] vergleichen zu können, wurde zusätzlich ein Ermüdungsriss in einer CT-Probe aus TiAl6V4 untersucht (siehe Abbildung 5.15).

5.3 Rissausbreitung

Abbildung 5.15 zeigt den relativen S-Parameter im Bereich der Rissspitze einer angerissenen Compact Tension (CT) - Probe. Der zugehörige Ermüdungsriss ist 10,5 mm lang und wurde während 10000 Lastwechseln unter totaldehnungskontrollierter Wechselverformung ($R=-1$) mit einer Wegamplitude von $60 \mu\text{m}$ erzeugt. Die resultierende Kraftamplitude lag bei 500 N.

Analog zu den Ergebnissen an der gerissenen Umlaufbiegeprobe kann eine plastische Zone vor der Rissspitze abgebildet werden. Der Bereich des erhöhten S-Parameters vor dem Riss ist etwa $400 * 250 \mu\text{m}^2$ groß, wobei die größere Ausdehnung, anders als bei der Umlaufbiegeprobe, in Rissfortschrittsrichtung liegt (Die Abbildungen 5.14 und 5.15 haben unterschiedliche Maßstäbe!). Das bei der Umlaufbiegeprobe deutlich sichtbare Einschnüren der plastischen Zone in Ausbreitungsrichtung ist nicht erkennbar. Bei der CT-Probe ist der plastische Bereich auch an den Rissflanken deutlich kleiner als bei der Umlaufbiegeprobe.

Der maximale S-Parameter in der plastischen Zone ist etwa 0,5 % geringer als bei der

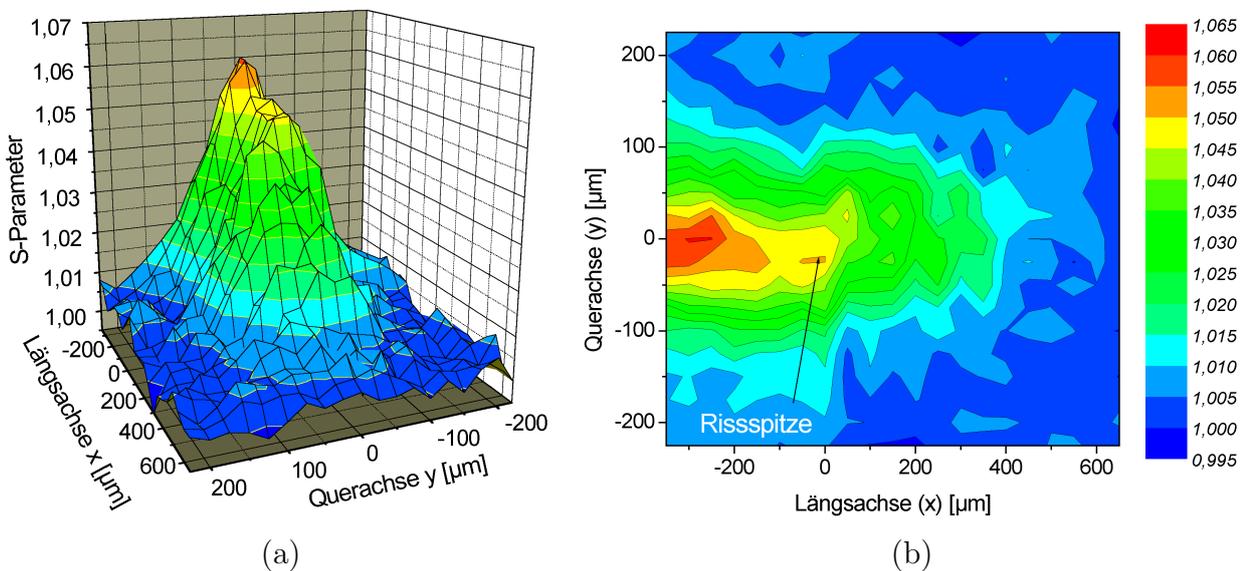


Abbildung 5.15: Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an einer CT-Probe aus TiAl6V4 (verzerrte x,y -Darstellung!): (a): 3-dimensionale Darstellung (b): 2-dimensionale Projektion in Falschfarbendarstellung. Dargestellt ist der S-Parameter im Bereich der Rissspitze, welche sich im Bild bei den Koordinaten ($x=0/y=0$) befindet. Die plastische Zone ist gut zu erkennen, allerdings ist deren Ausdehnung deutlich geringer im Vergleich zur angerissenen Umlaufbiegeprobe.

Umlaufbiegeprobe, liegt aber immer noch über dem Maximalwert der Zugproben. Auffällig ist, dass das Maximum nicht direkt an der Riss Spitze, sondern etwa $250\ \mu\text{m}$ entfernt im Bereich der Rissmitte erreicht wird. Untersuchungen der Risslänge auf beiden Seiten der Probe zeigten, dass sich die Rissfront nicht senkrecht zur Probenoberfläche ausgebreitet hat und die Risse auf beiden Oberflächen unterschiedlich lang sind. Die Messungen mit der Positronenmikrosonde wurden auf der Seite mit der größeren Risslänge durchgeführt, d.h. in der Probenmitte liegt die Rissfront hinter der oberflächlich sichtbaren Riss Spitze. Das Maximum der plastischen Deformation liegt daher ebenfalls hinter der Riss Spitze.

5.4 Thermisches Ausheilen der Defekte

Mit isochronen Wärmebehandlungsschritten wurde das Ausheilen der Defekte untersucht. Die Ausheiltemperatur wurde in Schritten von 20 K erhöht, die Haltedauer betrug 20 min. Für die Versuche wurden angerissene Umlaufbiegeproben gewählt. Die Messwerte von den Stählen C45E und X6CrNiTi 18-10 wurden im Bereich des geringsten Probenquerschnittes, jedoch nicht im Einflussbereich des Risses aufgenommen. Der S-Parameter unterscheidet sich bei diesen Legierungen im stark zyklisch verformten, jedoch nicht gerissenen Material nicht vom plastischen Bereich der Riss Spitze. Bei TiAl6V4 verändert sich der Bulkwert bis zum Bruch der Probe nur sehr wenig und so wurde die Erholung in der plastischen Zone vor der Riss Spitze einer Umlaufbiegeprobe untersucht.

Abbildung 5.16 zeigt die Ausheilkurven der verschiedenen Werkstoffe im Vergleich. Der S-Parameter wurde jeweils auf den ausgeheilten Ausgangszustand normiert. Die Positronenstrahlungsspektren wurden bei Raumtemperatur aufgenommen. Die Abkühlung von der Ausheiltemperatur erfolgte mit etwa $100\ \frac{\text{K}}{\text{min}}$ (im Temperaturbereich oberhalb 300°C), wodurch die Ausheilung als isochron betrachtet werden kann.

Die beiden Stähle weisen bis 600°C ($873\ \text{K}$) ein ähnliches Ausheilverhalten auf. Bei 280°C beginnt das Ausheilen, was sich in einem fallenden S-Parameter äußert. Im Bereich zwischen 320 und 360°C ist ein erstes Plateau zu erkennen. Der S-Parameter bleibt trotz fortschreitender Wärmebehandlung zunächst konstant und liegt hier etwa ein Drittel unter seinem Maximalwert im deformierten Zustand. Im Bereich von 400 - 440°C ist ein weiteres Plateau sichtbar, diesmal zwei Drittel unterhalb des maximalen S-Parameters. Danach fällt der S-Parameter kontinuierlich bis auf den Wert des ausgeheilten Materials. Der ferritische Stahl erreicht diesen Zustand bereits bei etwa 500°C , der S-Parameter des austenitischen Stahls erreicht erst bei 700°C den Wert des Ausgangszustandes.

Oberhalb 600°C unterscheidet sich das Verhalten beider Stähle deutlich. Beim ferritischen Stahl steigt der S-Parameter bei weiterer Temperaturerhöhung wieder um bis zu ein Drittel des Maximalwertes an, wogegen der S-Parameter des austenitischen Probenmaterials zunächst weiter fällt und nur einen geringen Anstieg oberhalb $1000\ \text{K}$ (720°C) zeigt.

Bei der Titanlegierung TiAl6V4 fällt der S-Parameter bereits bei 100°C ab, bleibt dann allerdings bis 280°C nahezu konstant. Mit zwei weiteren kleinen Stufen fällt er schließlich bis 500°C auf ein Niveau knapp oberhalb des ausgeheilten Ausgangszustandes und erreicht diesen bei 700°C . Bis 780°C steigt er dann, vergleichbar zum austenitischen Stahl wieder

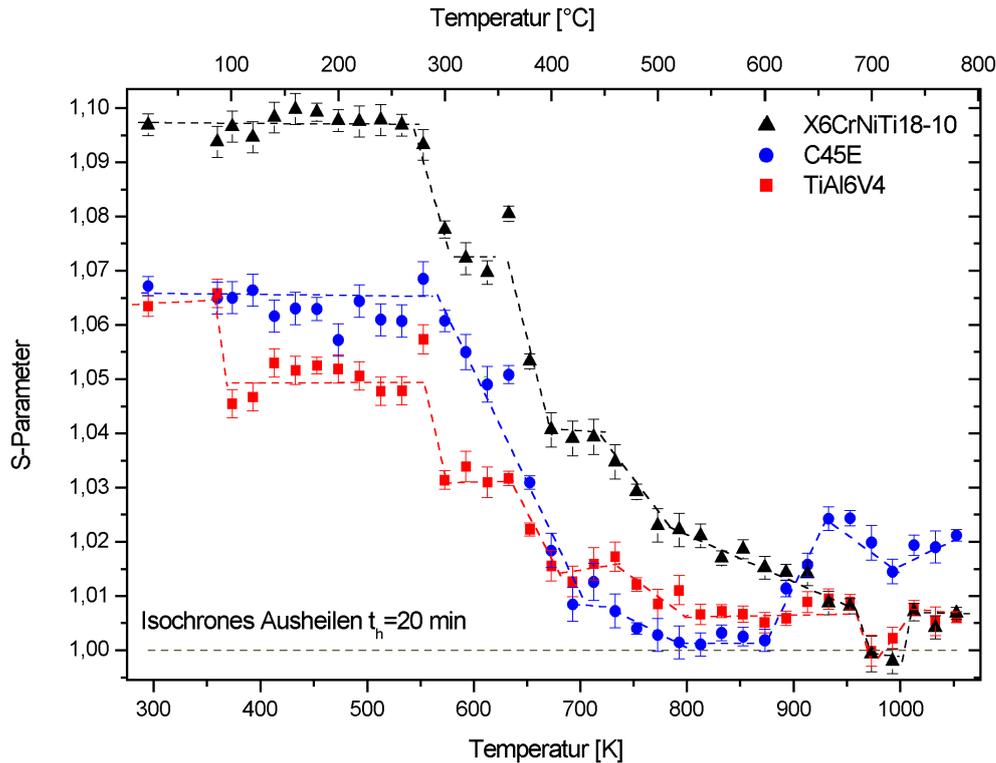


Abbildung 5.16: *Isochrones Ausheilen der Defekte*(nach [Haa02]): Dargestellt ist die Änderung des S-Parameters im Laufe einer isochronen Ausheilung. Die Haltedauer bei der jeweiligen Temperatur betrug 20 min, die Temperatur wurde in Schritten von 20 K erhöht.

geringfügig an.

Die Ergebnisse zeigen, dass die untersuchten Metalle ein prinzipiell ähnliches Ausheilverhalten besitzen. Das Abfallen des S-Parameters auf den Ausgangszustand findet über mehrere (kleine) Zwischenstufen statt und zu höheren Temperaturen steigt der S-Parameter wieder leicht an. Weiterhin wird deutlich, dass durch die gewählte Glühbehandlung bei der Probenvorbereitung (C45E: 860°C, X6CrNiTi18-10: 1000°C, Ti2: 700°C, TiAl6V4 : 600°C) alle für die Positronenannihilation relevanten Einflüsse der Probenherstellung beseitigt wurden.

Interpretation der Ausheilerggebnisse

Das Ausheilverhalten wird in grober Näherung durch den Schmelzpunkt einer Legierung bestimmt. Bei niedrigen homologen Temperaturen² heilen zunächst Frenkelpaare aus, danach weiter voneinander entfernt liegende Zwischengitteratome und Leerstellen. Wird die Temperatur weiter erhöht, beginnen einzelne Leerstellen zu wandern und ordnen sich energetisch günstiger an Versetzungen oder Kornoberflächen an, Leerstellencluster können wachsen

²Homologe Temperatur $T_H \equiv \frac{T}{T_m}$, mit T_m = Schmelztemperatur (alle Temperaturen in K)

oder neu gebildet werden. Bei $T_H \equiv 0,25^3$ beginnen die Leerstellencluster auszuheilen. Bei noch höheren Temperaturen startet die Erholung, d.h. das Umordnen von Versetzungen durch Quergleit- und Kletterprozesse. Antiparallele Versetzungen auf der selben Gleitebene können sich hierbei auslöschen (Annihilation), liegen sie auf benachbarten Ebenen, bilden sich Versetzungsdipole. Die Erholung hängt stark von der Beweglichkeit der Versetzungen und damit auch von der Stapelfehlerenergie eines Materials ab. Im Temperaturbereich von $0,4 \leq T_H \leq 0,5$ beginnt (bei reinen Metallen) die Gefügebildung durch Rekristallisation [Got98].

Das ähnliche Verhalten von C45E und X6CrNiTi 18-10 bis 600°C ist auf den ähnlichen Schmelzpunkt beider Stähle zurückzuführen. Im Unterschied zum austenitischen Stahl durchläuft C45E jedoch oberhalb von 723°C eine Phasenumwandlung von α -Eisen in γ -Eisen. Die durch die Verformung induzierte Rekristallisation und die Phasenumwandlung beeinflussen sich wechselseitig und daher beginnt das Rekristallisieren bei C45E früher als beim austenitischen Stahl. Die höhere Stapelfehlerenergie des α -Eisens trägt ebenfalls zu einer früheren Rekristallisation bei, daher erreicht der S-Parameter beim ferritischen Stahl C45E bei tieferen Temperaturen den Wert des ausgeheilten Ausgangszustandes.

Die Phasenumwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$ -Eisen dürfte auch die Ursache für den Anstieg des S-Parameters oberhalb 600°C bei C45E sein. Durch die gewählte Abkühlgeschwindigkeit hat das Gefüge nach dem Tempern im γ -Gebiet eine andere Phasenzusammensetzung, der Perlitanteil wird erhöht. Die Ursache für den schwachen Anstieg des S-Parameters oberhalb 740°C beim austenitischen Stahl und bei der Titanlegierung TiAl6V4 konnte nicht eindeutig geklärt werden.

Bei tieferen Ausheiltemperaturen liegt die Schwelle, oberhalb derer sich der S-Parameter verringert, bei der Titanlegierung TiAl6V4 knapp 200°C unter der von den Stählen, obwohl Titan einen höheren Schmelzpunkt besitzt (Ti: 1668°C ; Fe: 1539°C). Die höhere Stapelfehlerenergie des Titans im Vergleich zum Eisen führt dazu, dass die Versetzungen weniger stark aufspalten und daher leichter quergleiten bzw. klettern können. Die Erholung setzt deshalb früher und stärker ausgeprägt ein. Das weitere Temperverhalten entspricht dann qualitativ dem der Stähle.

Ob und welchen Stadien des Ausheilens die Stufen in den Ausheilkurven zuzuordnen sind, konnte bei diesen Untersuchungen nicht geklärt werden, da die gewählte Messanordnung nicht das Differenzieren nach einzelnen Defekttypen ermöglicht. Eine Zuordnung der Zerstrahlungssignale zu einzelnen Defekttypen wie z.B. Leerstellenclustern oder Versetzungen ist bei Positronenlebensdauerspektren möglich.

Ausheiluntersuchungen mit einem Positronenlebensdauerspektrometer an zug- bzw. walzverformten Proben aus Reineisen, dem ferritischen Stahl C15 und dem austenitischen Stahl X5CrNiTi18-8 zeigen, dass bei Reineisen und C15 oberhalb von 300°C die mittlere Positronenlebensdauer abfällt und bei etwa 500°C das Niveau des ausgeheilten Ausgangszustandes erreicht [Som96]. Dies bestätigt die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse am ferritischen Stahl. Eine Komponentenzerlegung der Lebensdauerspektren ergibt, dass unter

³Die Temperaturangaben beziehen sich auf reine Metalle und dienen bei den untersuchten Legierungen nur als Anhaltswerte.

300°C der Anteil und die Größe von Leerstellenclustern steigt, und diese Lebensdauerkomponente oberhalb 300°C verschwindet.

Die Ergebnisse am austenitischen Stahl X5CrNiTi18-8 von SOMIESKI zeigen bereits ab 200°C eine Abnahme der mittleren Positronenlebensdauer, der ausgeheilte Ausgangszustand wird oberhalb von 700°C erreicht. Der Beginn des Ausheilens liegt demnach im Vergleich zu dieser Arbeit bei einer tieferen Temperatur. Das vollständige Ausheilen stimmt mit den im letzten Kapitel vorgestellten Ergebnissen überein.

Kapitel 6

Diskussion

In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der einzelnen Messreihen unter Berücksichtigung der Besonderheiten der verschiedenen Werkstoffe diskutiert. Zudem wird ein Zusammenhang zwischen den verschiedenen Experimenten hergestellt.

6.1 Zugversuche

Die Änderung des S-Parameters infolge plastischer Verformung im Zugversuch fällt bei den einzelnen Werkstoffen unterschiedlich aus. In den Abbildungen 6.1 und 6.2 ist die Änderung des S-Parameters in Abhängigkeit von der Verfestigung ΔR_v , der Spannung oberhalb der Streck- bzw. Dehngrenze, dargestellt.

Austenitischer Stahl (X6CrNiTi 18-10)

Beim austenitischen Stahl X6CrNiTi 18-10 ist auch bei dieser Darstellungsform (Abbildung 6.1 a) keine deutliche Ansprechschwelle erkennbar, wie sie z.B. von WIDER bei Untersuchungen an reinem Aluminium und Kupfer nachgewiesen wurde [Wid99]. Zum Nachweis einer eventuell vorhandenen Ansprechschwelle müssten in situ-Experimente auf einer Zugprüfeinrichtung, die eine deutlich bessere Auflösung der Spannung und der Dehnung ermöglicht, bei sehr kleinen plastischen Dehnungen durchgeführt werden. Ein ähnlich starker Effekt wie bei Aluminium oder Kupfer ist hier allerdings nicht zu erwarten.

Bei geringer Verfestigung steigt der S-Parameter zunächst linear an und geht ab etwa 250 MPa in eine Sättigung über. Obwohl die Spannung im Probenquerschnitt noch über 500 MPa steigt, beträgt die Änderung des S-Parameters nur noch etwa 1%. Offensichtlich werden oberhalb von 250 MPa nahezu alle Positronen in Haftstellen, die an Versetzungen assoziiert sind, eingefangen, so dass ein weiteres Erhöhen der Versetzungsdichte zu keiner signifikanten Änderung des S-Parameters führt. Diese Sättigung wurde auch bei Positronenlebensdauermessungen an den zugverformten austenitischen Stählen X5CrNi18-8 und X12CrNi18-8 beobachtet [Som96].

Der im Vergleich zu den anderen untersuchten Werkstoffen große Unterschied des S-Parameters zwischen Sättigungsniveau und geglühtem Ausgangszustand beruht auf der

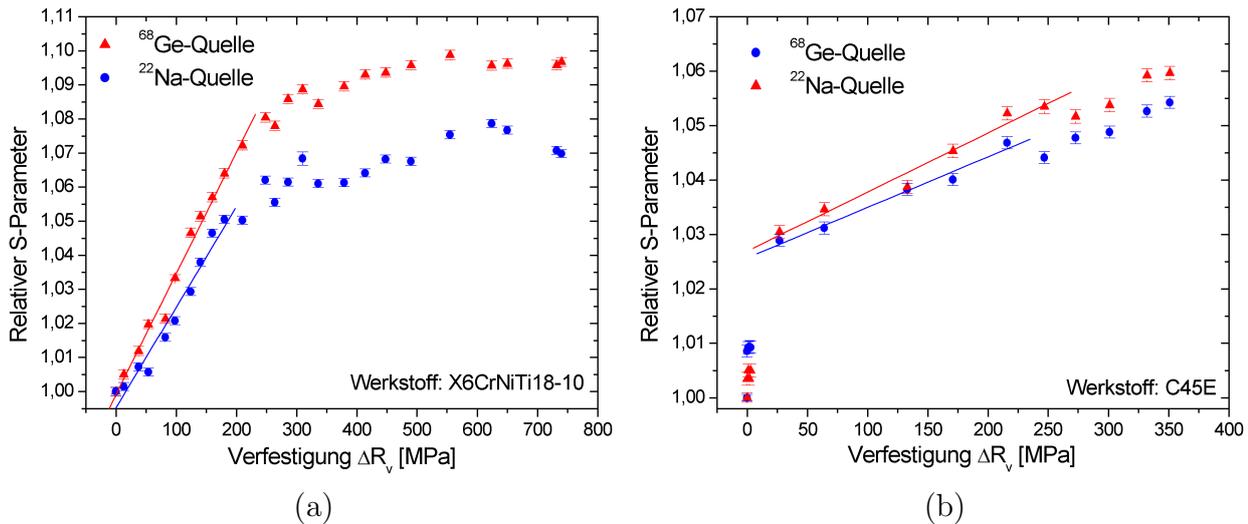


Abbildung 6.1: Änderung des S-Parameters in Abhängigkeit von der Verfestigung im Zugversuch bei den Eisenwerkstoffen: (a): Austenitischer Stahl X6CrNiTi18-10 (b): Ferritischer Stahl C45E. Die Ergebnisse der linearen Regression sind in Tabelle 6.1 aufgeführt.

großen Anzahl aktiver Gleitsysteme und der geringen Stapelfehlerenergie des kubisch-flächenzentrierten Austenitgitters. Hieraus resultiert die gute Duktilität und die Tendenz zu starker Verfestigung bei plastischer Verformung. Die geringe Stapelfehlerenergie begünstigt das Aufspalten von Versetzungen. Beim Quergleiten von aufgespaltenen Schraubenversetzungen oder dem Klettern von Stufenversetzungen werden so genannte innere „offene Volumina“ (open volume defects) an der Versetzungslinie erzeugt, welche als Haftstellen für die Positronen wirken und bei der Zerstrahlung des Positrons in dieser Haftstelle zu einem höheren S-Parameter führen (s. a. Kap. 2.2.4).

Ferritischer Stahl (C45E)

Beim ferritischen Stahl C45E ist der Anstieg des S-Parameters vom Ausgangszustand bis zum Bruch der Probe deutlich geringer (Abbildung 6.1 b). Die Ursache dafür ist die andere Kristallstruktur und die andere Phasenzusammensetzung im Vergleich zu austenitischen Stählen. Während X6CrNiTi18-10 nur kubisch-flächenzentriertes γ -Eisen (Austenit) enthält, besteht C45E zu etwa gleichen Teilen aus kubisch raumzentriertem α -Eisen (Ferrit) und Perlit. Perlit ist wiederum aus lamellar nebeneinander angeordnetem α -Eisen und Fe_3C zusammengesetzt (siehe Abbildung 4.6). Senkrecht zur Ausrichtung der Lamellen liegen die Phasengrenzen so dicht nebeneinander ($< 1 \mu\text{m}$), dass ein konkurrierender Einfang der Positronen an den Phasengrenzen nicht mehr vernachlässigt werden kann ($> 30\%$ im ausgeheilten Zustand, [SKK99]) und damit die Empfindlichkeit für andere Defekte herabgesetzt wird. Der Anteil der an den Phasengrenzen eingefangenen Positronen erhöht aufgrund leerstellenartiger Defekte entlang der Phasengrenze zudem den S-Parameter im ausgeheilten Zustand.

Die kubisch-raumzentrierte Struktur von α -Eisen besitzt, anders als der kubisch-

flächenzentrierte Aufbau des Austenits, keine dichtest gepackte Ebene, die sich als Gleitebene auszeichnet und damit liegt nach Gleichung 2.2 die Peierlsspannung, welche zur Aktivierung der Versetzungsbewegung überwunden werden muss, entsprechend höher. Dies führt zu der schlechteren Duktilität im Vergleich zu austenitischen Stählen, da der Unterschied zwischen der Spannung, welche für die Aktivierung neuer Gleitsysteme benötigt wird, und der Zerreißspannung des Gitters geringer ist. Durch die höhere Stapelfehlerenergie des α -Eisens können Versetzungen Hindernisse leichter durch Quergleiten umgehen und es werden weniger Fehlstellen bei plastischer Verformung erzeugt. Diese Fehlstellen wirken einerseits als Haftstellen für Positronen und führen andererseits zu einer steigenden Verfestigung im Bereich größerer Verformungsgrade. Eine Sättigung des Positroneneinfanges an Haftstellen tritt nicht so ausgeprägt wie bei dem austenitischen Stahl in Erscheinung.

Bemerkenswert ist der sprunghafte Anstieg des S-Parameters nach Überschreiten der Lüdersdehnung, welcher auf die lokal begrenzte Verfestigung im Bereich der Lüdersdehnung zurückzuführen ist (siehe auch Kapitel 4.1.2). Erst mit dem Ende der ausgeprägten Streckgrenze liegt ein einheitlicher Verformungs- und Verfestigungszustand im gesamten Messquerschnitt vor. Die Probenmitte, an der die Spektren aufgenommen wurden, verfestigte hierbei vermutlich erst gegen Ende der ausgeprägten Streckgrenze. Die nicht an Cottrellwolken gebundenen Versetzungen sorgen für eine geringe Verformungsmultiplikation und den beobachteten Anstieg des S-Parameters um 0,5 bzw. 1 % (^{68}Ge bzw. ^{22}Na -Quelle). Durch eine Randentkohlung während des Glühens im Hochvakuum ist dabei der Anteil der nicht an Kohlenstoffatomen gebundenen Versetzungen nahe der Probenoberfläche größer als im Probeninneren. SOMIESKI hat bei Lebensdauermessungen an zugverformtem ferritischem Stahl C15 ebenfalls einen starken Anstieg der Versetzungsdichte im Bereich kleiner Dehnungen beobachtet, konnte diesen Effekt jedoch nicht eindeutig klären [Som96]. C15 besitzt in dem untersuchten Wärmebehandlungszustand ebenso wie C45E ein ferritisch perlitisches Gefüge, allerdings ist der Perlitanteil deutlich geringer ($\sim 20\%$ Perlit).

Bei der Verfestigungsamplitude in Abbildung 6.1 b ist zu berücksichtigen, dass ohne die Versetzungsblokkierung durch die Cottrellwolken die Dehngrenze deutlich niedriger liegt (siehe auch Abbildung 4.7 a, Seite 44, gestrichelte Linie des Spannungs-Dehnungs-Diagrammes). Untersuchungen an bake-hardening Stählen zeigen, dass durch die Versetzungsblokkierung die Streckgrenze um bis zu 100 MPa angehoben wird. Der relativen Änderung des S-Parameters von 3% würde demnach nicht eine Verfestigung von 25 MPa sondern eine von mehr als 100 MPa entsprechen, was in etwa vergleichbar mit den Ergebnissen der Titanlegierungen und des austenitischen Stahls ist.

Titanlegierungen (Ti2 und Ti Al6 V4)

Die untersuchten Titanwerkstoffe zeigen beide eine ähnliche Abhängigkeit des S-Parameters von der Verfestigung (Abbildung 6.2). Bei beiden ist eine untere Ansprechschwelle der Positronen im Bereich einer Verfestigung von etwa 30 MPa erkennbar. Danach steigt der S-Parameter linear mit steigender Verfestigung. Während bei Ti Al6 V4 die Kurve im Bereich großer Verfestigung flacher wird, ist bei unlegiertem Titan keine Sättigung sichtbar. Die maximale Änderung des S-Parameters im Vergleich zum Ausgangszustand bei Bruch

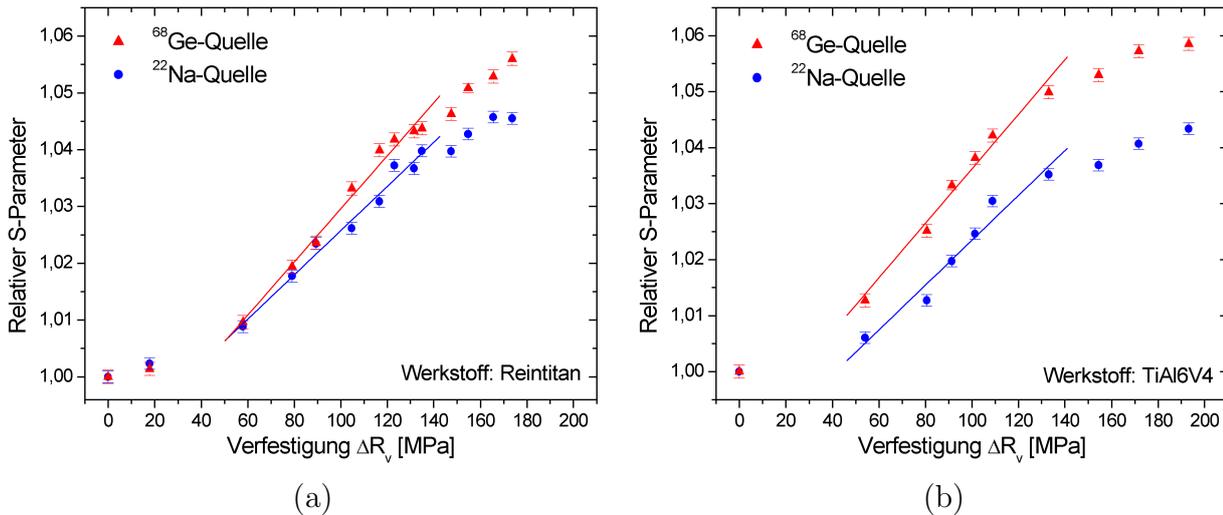


Abbildung 6.2: Änderung des S-Parameters in Abhängigkeit von der Verfestigung im Zugversuch bei den Titanlegierungen: (a): Unlegiertes Titan Ti2 (b): TiAl6V4. Die Ergebnisse der linearen Regression sind in Tabelle 6.1 aufgeführt.

der Proben ist deutlich geringer als beim austenitischen Stahl. Das hexagonale Gitter von Titan besitzt eine geringere Anzahl von unabhängigen Gleitsystemen. Durch das geringe Achsenverhältnis der Elementarzelle ($c/a=1,58$) wird die Prismen- und Pyramidengleitung bevorzugt (siehe Kapitel 4.1.1), was für die gute Duktilität im Vergleich zu Magnesiumwerkstoffen (hcp-Gitter, $c/a=1,62$ [Got98]) sorgt. Da die Gleitebenen nicht dichtest gepackt sind, gelten für die Verfestigung und die Änderung der Fehlstellendichte die gleichen Überlegungen wie für den ferritischen Stahl C45E.

Der ähnliche Verlauf beider Kurven in Abbildung 6.2 deutet auf ein ähnliches Verfestigungsverhalten unter einachsiger, monotoner Belastung und auf eine vergleichbare Defektempfindlichkeit der Positronen in beiden Titanlegierungen hin, obwohl unlegiertes Titan einphasig aus hexagonalem α -Titan aufgebaut ist und TiAl6V4 aus α -Titan und kubisch-raumzentriertem β -Titan besteht. Das in den Zugversuchen untersuchte, bimodale Gefüge ist ähnlich wie das ferritisch perlitische Gefüge von C45E aufgebaut. Zu etwa 50% besteht es aus α -Titan, und die andere Hälfte enthält lamellar nebeneinander liegendes α - und β -Titan. Der Anteil des β -Titans ist allerdings geringer als der des Zementits bei C45E und der Phasenübergang zwischen α - und β -Phase ist kohärent bzw. semikohärent. Der zu den Fehlstellen konkurrierende Einfang an Phasengrenzen ist bei kohärentem bzw. semikohärentem Phasenübergang geringer als bei inkohärentem und der S-Parameter der eingefangenen Positronen unterscheidet sich aufgrund der geringeren Haftstellendichte nicht so stark vom Bulkwert wie bei inkohärenten Phasengrenzen. Daher ist der Einfluss der zweiten Phase bei TiAl6V4 vermutlich geringer als bei C45E.

Vergleich aller untersuchten Werkstoffe

Die Verfestigung im Zugversuch ist auf die Versetzungsmultiplikation zurückzuführen, und daher kann hieraus indirekt eine Korrelation zwischen Versetzungsdichte und S-Parameter

Tabelle 6.1: Änderung des S-Parameters infolge plastischer Verformung: Ergebnisse der linearen Regressionen aus den Abbildungen 6.1 und 6.2 für die beiden Positronenquellen ^{68}Ge und ^{22}Na . Beim ferritischen Stahl (C45E) ist die Empfindlichkeit des S-Parameters deutlich geringer als bei den anderen Werkstoffen.

	C45E		X6CrNiTi18-10		Ti2		TiAl6V4	
	^{22}Na	^{68}Ge	^{22}Na	^{68}Ge	^{22}Na	^{68}Ge	^{22}Na	^{68}Ge
$\frac{\Delta S}{\Delta R_v} \left[\frac{\%}{100 \text{ MPa}} \right]$	0,9±0,1	1,1±0,1	3,0±0,2	3,6±0,1	3,9±0,2	4,7±0,2	4,0±0,4	4,9±0,3

abgeleitet werden. Bei allen Werkstoffen besteht zumindest abschnittsweise ein linearer Zusammenhang zwischen S-Parameter und Verfestigung. Die Ergebnisse der Regressionsrechnungen sind in Tabelle 6.1 aufgeführt.

Die höchste Empfindlichkeit des S-Parameters auf die Verfestigung zeigen die Titanwerkstoffe, nahezu unabhängig von der untersuchten Legierung. Allerdings tritt hier gleichzeitig die größte Ansprechschwelle auf. Der lineare Zusammenhang bei Titan besteht im Bereich einer Verfestigung von ungefähr 100 MPa bei einer Änderung des S-Parameters von 5 %. Der austenitische Stahl besitzt eine etwas geringere Empfindlichkeit. Hier ist die Verfestigung bis zum Bruch der Probe aber auch deutlich größer und der lineare Bereich erstreckt sich über eine S-Parameteränderung von 7-8 %, entsprechend 200 MPa Verfestigung.

Einen deutlichen Unterschied zu den anderen Werkstoffen zeigt der ferritische Stahl. Der sprunghafte Anstieg des S-Parameters im Bereich der ausgeprägten Streckgrenze und das ferritisch perlitische Gefüge mit inkohärenten Phasengrenzen sind hierfür verantwortlich.

Bei allen Werkstoffen ändert sich S-Parameter infolge plastischer Verformung bei den Messungen mit der ^{68}Ge -Quelle stärker als bei der ^{22}Na -Quelle. Die Ursachen hierfür sind, wie bereits bei der Darstellung der Ergebnisse diskutiert, die unterschiedliche Auflösung des Detektors bei den verschiedenen Quellen und der Gradient der Fehlstellendichte vom Probeninneren zur Oberfläche.

Der Zusammenhang zwischen S-Parameter und Verfestigung ermöglicht nun Rückschlüsse auf eine Korrelation von Versetzungsdichte und S-Parameter. Nach Gleichung 2.9 (Seite 20) ist bei geringer plastischer Verformung die Verfestigung ΔR_v proportional der Quadratwurzel der Versetzungsdichte ρ_{disl} . Die lineare Abhängigkeit des S-Parameters von der Verfestigung ΔR_v in den Abbildungen 6.1 und 6.2, welche von WIDER für Aluminium und Kupfer im Bereich kleiner plastischer Verformungen ebenfalls nachgewiesen wurde [Wid99], lässt nun vermuten, dass

$$S \sim \sqrt{\rho_{\text{disl}}}$$

ist. Allerdings konnte im Rahmen dieser Versuche die Versetzungsdichte nicht bestimmt (z.B. durch TEM-Untersuchungen) und somit der vermutete Zusammenhang nicht quantitativ belegt werden.

6.2 Umlaufbiegeversuche

Der Anstieg des S-Parameters im Verlauf eines Umlaufbiegeversuches ist auf die Werkstoffermüdung und den damit verbundenen Anstieg der Fehlstellendichte zurückzuführen. Träger der zyklischen Verformung ist eine zyklische Versetzungsbewegung, die in einer Versetzungsmultiplikation und der Bildung von Versetzungsnetzwerken resultiert. Oberhalb einer kritischen Versetzungsdichte, die homogen über die Probe verteilt oder auf einzelne Zellen bzw. Körner konzentriert sein kann, bricht die Probe. Bei den austenitischen Stählen liegt die Fehlstellenkonzentration dabei im Bereich des Sättigungseinfanges für Positronen oder sogar darüber, wie die Ergebnisse unter hohen Lastamplituden zeigen.

Der S-Parameter ist bei allen gebrochenen Umlaufbiegeproben nahezu identisch, unabhängig von der Lastamplitude und der Lastspielzahl bis zum Bruch, und liegt auf dem Niveau von gerissenen Zugproben. Demnach ist die Fehlstellendichte, die mittels Positronenzerstrahlung bei Versagen unter den verschiedenen Beanspruchungen (Zugversuch, lcf-, hcf-Ermüdung) bestimmt wird, vergleichbar. Untersuchungen von Schwingbruchflächen von Aluminium [Hol02] und Reineisen [Som96] bestätigen diese Ergebnisse. Bei diesen Experimenten wurde die mittlere Positronenlebensdauer bestimmt, die in guter Näherung mit dem S-Parameter korreliert.

Die Untersuchungen wurden an gerissenen Aluminium-Proben, welche bei verschiedenen Lasten gepulst worden waren, durchgeführt. Es zeigt sich, dass die mittlere Positronenlebensdauer gegenüber dem ausgeheilten Ausgangszustand zwar erhöht, das Maß der Veränderung jedoch unabhängig von der Lastspielzahl oder dem Lastniveau bis zum Bruch ist [Hol02]. Die Messungen an Reineisen wurden im Bereich eines Schwingbruches und der Restbruchfläche vorgenommen und zeigen keine Unterschiede in der mittleren Positronenlebensdauer zwischen Schwingbruch- und Gewaltbruchbereich [Som96].

Der konstante S-Parameter bei Bruch der Probe ermöglicht in Kombination mit der bemerkenswerten, linearen Abhängigkeit des S-Parameters vom Logarithmus der Lastspielzahl eine Lebensdauervorhersage im Umlaufbiegeversuch. Der Logarithmische Zusammenhang kann durch die kleiner werdende plastische Amplitude mit steigender Lastspielzahl erklärt werden. Abbildung 6.3 zeigt schematisch das Verhalten bei großen Belastungsamplituden im Bereich bzw. oberhalb der Dehngrenze des Werkstoffes für die ersten Lastwechsel. Übersteigt die Spannung die Dehngrenze, erfolgt die weitere Verformung plastisch und der Werkstoff verfestigt. Bei der nachfolgenden Belastung liegt nun die Dehngrenze um den Betrag der Verfestigung höher. Da die Versuche totaldehnungskontrolliert durchgeführt wurden, wird bei einer höheren Dehngrenze der plastische Anteil an der Gesamtverformung geringer und somit auch die Verfestigung pro Lastwechsel. Wie aus den Auswertungen der Zugversuche ersichtlich (s. a. Abbildung 6.1 und 6.2), ist der S-Parameter bei geringen bis mittleren Verformungen direkt proportional zur Verfestigung. Damit ist bei fortschreitender Verfestigung, entsprechend größer werdenden Lastspielzahlen, eine steigende Anzahl von Lastwechseln notwendig, um die Fehlstellendichte um einen bestimmten Betrag zu erhöhen und damit den S-Parameter entsprechend zu vergrößern.

Zum Verständnis des logarithmischen Verhaltens wurde ein einfaches Modell entwickelt,

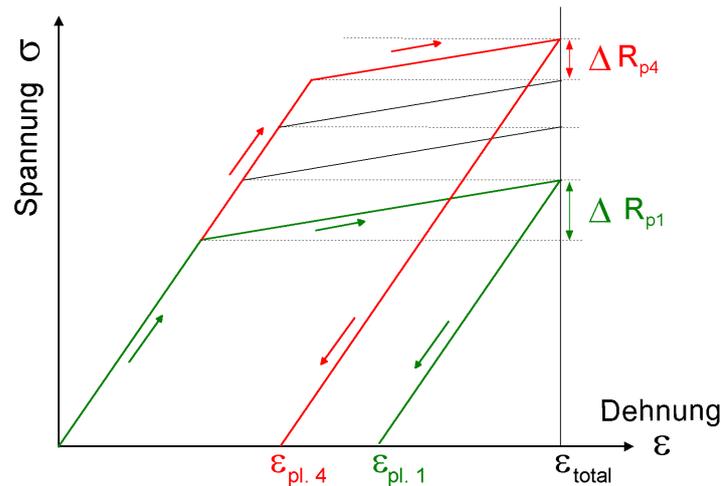


Abbildung 6.3: Einfluss der Verfestigung auf die plastische Amplitude bei dehnungskontrollierter Versuchsführung, schematisch: Mit steigender Verfestigung wird die plastische Amplitude und damit die weitere Verfestigung pro Lastwechsel kleiner.

mit dem die plastische Amplitude und die Verfestigung pro Lastwechsel grob abgeschätzt werden können und das auf folgenden Annahmen basiert:

- Die (Zug-Druck-) Versuche werden totaldehnungskontrolliert mit einer Dehnungsamplitude von $\varepsilon_{\text{ges}} = 2\Delta\varepsilon$ durchgeführt (Amplitudenverhältnis $R = -1$).
- Der Ablauf entspricht einer Aneinanderreihung einzelner Zug-Druckversuche mit jeweils linear-elastischen und linear-plastischen Anteilen.
- Der Werkstoff verhält sich bei der Erstbelastung bis zum Erreichen der Streckgrenze ideal linear-elastisch und verfestigt bei der folgenden plastischen Verformung bis zum Erreichen der maximalen Dehnung (Zugversuch).
- Die Verfestigung hängt bei plastischer Verformung linear von der plastischen Dehnung ab. Diese Annahme beschreibt das Werkstoffverhalten des austenitischen Stahls bei kleineren plastischen Amplituden ($< 10\%$ Dehnung) recht gut, kann jedoch nicht ohne weiteres auf andere Werkstoffe und größere Amplituden übertragen werden. Diese Vereinfachung dient der mathematischen Beschreibung des Verfestigungsverhaltens.
- Bei Umkehr der Belastungsrichtung verhält sich der Werkstoff bis zum Überschreiten der nun erhöhten Stauch- bzw. Dehngrenze linear-elastisch und verfestigt danach entsprechend obiger Beschreibung bis zur maximalen Dehnung. Anelastizität¹ oder der Bauschingereffekt² wurden hier nicht berücksichtigt. Dies stellt sicherlich die größte Einschränkung dar, und der plastische Anteil an der Verformung wird überschätzt. Bei einer größeren Zahl von Lastwechseln und größeren Dehnungsamplituden ergeben sich daher schnell unphysikalisch hohe Spannungsamplituden.

¹Anelastizität: zeitabhängige, reversible Verformung im elastischen Bereich, z.B. Snoek-Effekt [Got98].

²siehe auch Kapitel 2.2.2

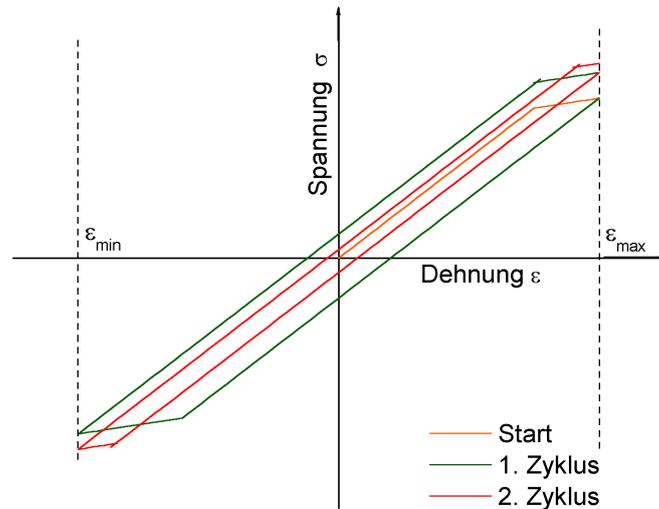


Abbildung 6.4: Schematischer Spannungs-Dehnungsverlauf während der ersten zwei Lastwechsel für ein einfaches Verfestigungsmodell: Anelastisches Verhalten und Bau-schingereffekt sind hier vernachlässigt worden.

Mit obigen Annahmen lässt sich die Verfestigung pro Durchlauf der gesamten Dehnungs-amplitude (halbes Lastspiel, z.B. $\varepsilon_{\min} \rightarrow \varepsilon_{\max}$) berechnen:

$$\Delta\sigma(i) = \eta \cdot (2 \cdot \Delta\varepsilon - \frac{2 \cdot \sigma_{max,(i-1)}}{E}) \quad (6.1)$$

mit $\sigma_{max,i}$: maximale Spannung des i.ten Lastspiels
 η : Verfestigungskoeffizient bei plastischer Verformung
 $\Delta\varepsilon$: Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon = \varepsilon_{max} = |\varepsilon_{min}|$
 E : Elastizitätsmodul

Bei Beginn der Wechselverformung („Nulltes-Lastspiel“) entspricht die (i-1)ste Spannung der Streckgrenze und die Amplitude der Verformung beträgt nur die Hälfte.

Für die Berechnung der Verfestigung wurde die Annahme verwendet, dass der Werkstoff bei plastischer Verformung linear verfestigt. Die Verfestigung pro Lastwechsel beträgt maximal $\Delta\sigma_{max} = \eta \cdot 2\Delta\varepsilon$, falls die gesamte Verformung plastisch erfolgt. Der elastische Anteil an der Gesamtverformung wird durch den rechten Term in der Klammer in Gleichung 6.1 wiedergegeben und ist von der maximalen Spannung des vorangehenden Lastwechsels abhängig. Erst wenn bei Bewegungsumkehr der Betrag der maximalen Spannung der vorangegangenen Belastung überschritten wird, beginnt die plastische Verformung. Mit steigender Maximalspannung nimmt nach 6.1 der elastische Anteil an der Gesamtverformung zu und die Verfestigung pro Lastspiel wird kleiner.

Weiterhin wird für die Abschätzung des Verfestigungsverhaltens angenommen, dass der Werkstoff im Zug- und Druckbereich gleichermaßen verfestigt und das Verformungsverhalten im Druckbereich bis auf das Vorzeichen der Spannung identisch mit der Verformung des Zugbereiches ist. Damit ist der Betrag der maximalen Spannung des i-ten Lastwechsels³

³Lastwechsel steht in diesem Zusammenhang nicht für einen gesamten Zyklus, sondern bezieht sich auf die Umkehr der Belastungsrichtung und entspricht einem halben Zyklus (Lastspiel).

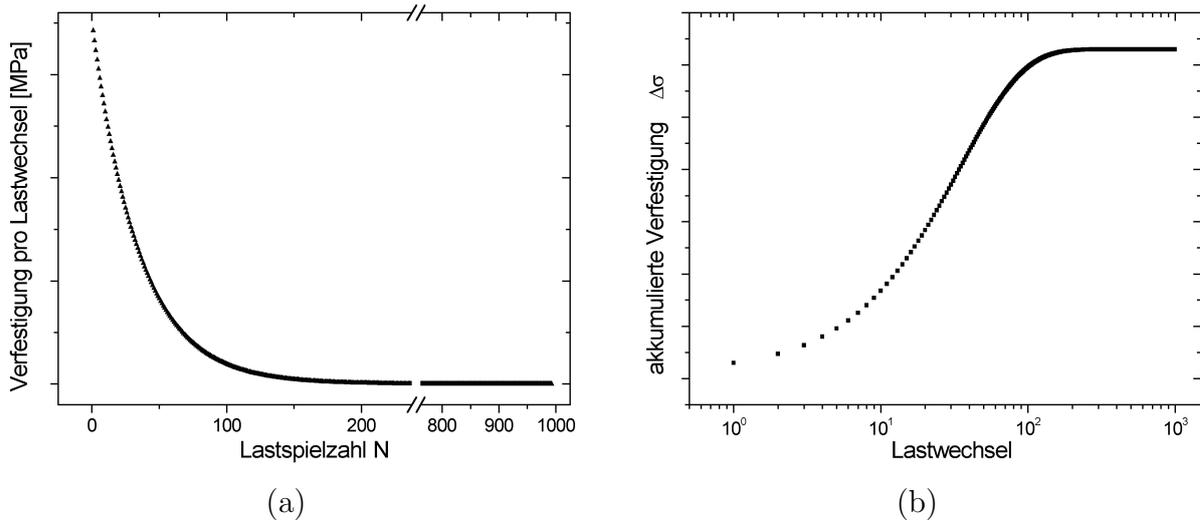


Abbildung 6.5: *Berechnete Verfestigung und Spannung nach obigen Modellannahmen:*
 (a): Verfestigung pro Lastwechsel (b): Erhöhung der Spannungsamplitude durch akkumulierte Verfestigung.

nach

$$\begin{aligned}\sigma_{max,i} &= \sigma_{max,(i-1)} + \Delta\sigma(i) \\ &= \sigma_{max,(i-1)} + \eta \cdot \left(2 \cdot \Delta\varepsilon - \frac{2 \cdot \sigma_{max,(i-1)}}{E}\right)\end{aligned}\quad (6.2)$$

von der maximalen Spannung des (i-1)-ten Lastwechsels abhängig.

Abbildung 6.5 zeigt die nach obigem Modell berechnete Verfestigung pro Lastwechsel und die maximale Spannung im Verlauf der ersten 1000 Lastspiele⁴. Die mit steigender Lastwechselzahl deutlich kleiner werdende Verfestigung pro Lastwechsel (Abb. 6.5 a) führt dazu, dass die maximale Spannung zumindest abschnittsweise linear mit dem Logarithmus der Lastspielzahl steigt (Abb. 6.5 b) und zu großen Schwingspielzahlen in eine Sättigung einmündet.

Mit dem Modell kann demnach qualitativ die beobachtete Abhängigkeit des S-Parameters von der Lastwechselzahl für Spannungen oberhalb der Elastizitätsgrenze erklärt werden. Liegt die Spannungsamplitude im makroskopisch elastischen Bereich, ist die plastische Verformung auf einige hierfür günstig orientierte Körner begrenzt (Mikroplastizität). In diesen Körnern findet dann die zyklische Verformung entsprechend dem makroskopischen Verhalten bei sehr großen Lastamplituden statt. Bei Verfestigung der plastisch verformten Bereiche tragen im Laufe der Ermüdung weitere Bereiche der Probe zur plastischen Verformung bei.

Es sei an dieser Stelle nochmals darauf hingewiesen, dass die Annahmen bei einer quantitativen Analyse zu unphysikalisch hohen Spannungswerten führen, was nicht mit dem realen Werkstoffverhalten übereinstimmt. Neben Bauschinger Effekt und anelastischem Verhalten wird zusätzlich die beim Umlaufbiegeversuch auftretende Stützwirkung auf die Randschicht

⁴Modellannahmen: austenitischer Stahl ($R_{p0,2} = 210$ MPa; $E=210$ GPa; $\eta = 3$ GPa); Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon = \pm 3\%$ ($\sigma \approx 300$ MPa nach 1.LW)

durch die weniger belasteten Schichten in Probenmitte vernachlässigt. Die real auftretende plastische Amplitude und die entsprechende Verfestigung pro Lastwechsel sind deutlich geringer, teilweise wurde auch eine Entfestigung im Umlaufbiegeversuch beobachtet.

Das Generieren von Versetzungen bei zyklischer Beanspruchung führt demnach nicht zwingend zu einer Werkstoffverfestigung. Plastisches Verformen unter schwingender Beanspruchung kann durch Bildung von Versetzungsanordnungen auch in einer Entfestigung oder in einer gleichbleibenden Festigkeit trotz erhöhter Versetzungsdichte resultieren. Entscheidend für die Anzahl an neuen Versetzungen pro Lastspiel ist die Größe der plastischen Amplitude. Eine exakte Analyse der plastischen Amplituden ermöglichen zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven, die im Umlaufbiegeversuch jedoch prinzipiell nicht ermittelt werden können, da die Dehnungsamplitude in dem untersuchten Probenvolumen nicht genau genug ermittelt werden kann.

Abbildung 6.6 zeigt die S-Parameteränderung der verschiedenen Werkstoffe im Umlaufbiegeversuch bei jeweils zwei unterschiedlichen Lastamplituden, die Durchläufern und Probenbrüchen im Bereich von 10^4 - 10^5 Lastwechseln entsprechen. Die Lastamplitude ist in Abbildung 6.6 als Vielfaches der Streckgrenze angegeben. Im hcf- und Dauerfestigkeitsbereich ist die Änderung des S-Parameters bei den unterschiedlichen Werkstoffen ähnlich, was an dem parallelen Verlauf der Ausgleichsgeraden zu erkennen ist. Im hcf-Bereich zeigt die Probe aus C45E (blaue, gestrichelte Linie) bei der geringsten Lastspielzahl die größte Änderung

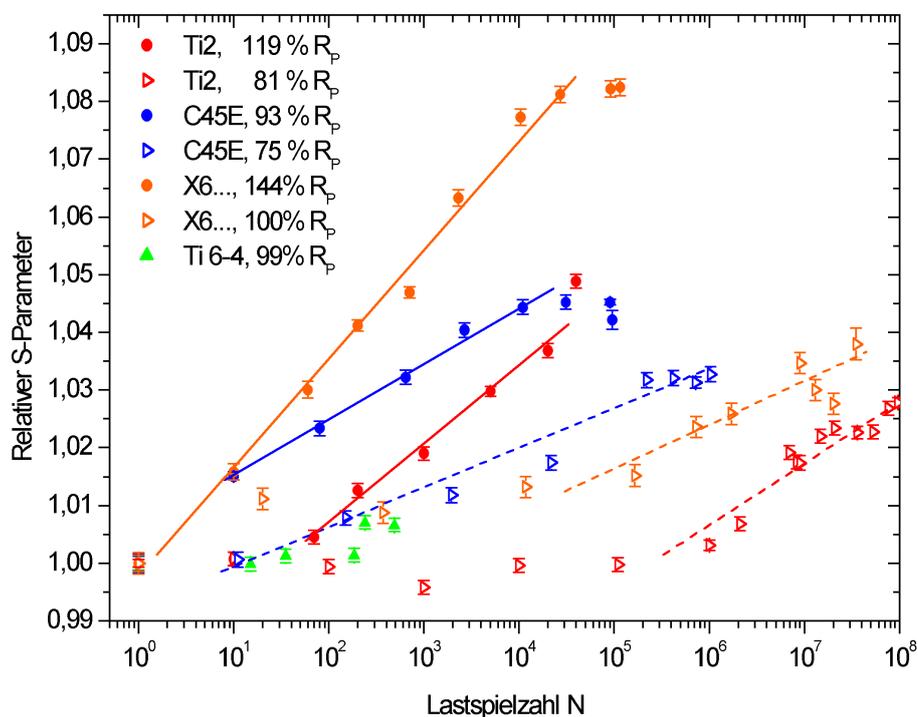


Abbildung 6.6: Änderung des S-Parameters bei den verschiedenen Werkstoffen im Umlaufbiegeversuch: Dargestellt ist der S-Parameter im Umlaufbiegeversuch bei Durchläufern und bei Proben, die zwischen 10^4 und 10^5 Lastspielen gebrochen sind. Zusätzlich ist der Belastungsgrad in % der Streckgrenze angegeben.

des S-Parameters. Sie war jedoch nach $1,2 \cdot 10^6$ Lastwechseln gebrochen und wurde im Vergleich zu den Proben aus X6CrNiTi 18-10 und Ti2, die bis $5 \cdot 10^7$ bzw. 10^8 Lastwechseln nicht gebrochen waren, etwas stärker belastet. Bei der Probe aus unlegiertem Titan Ti2 (rote, gestrichelte Linie) wird die Ansprechwelle des S-Parameters bei Titan deutlich.

Große Unterschiede werden bei den entsprechenden Lastamplituden im Verhältnis zur statischen Dehngrenze deutlich. Während die Dauerfestigkeit des austenitischen Stahls auf dem Spannungsniveau der Streckgrenze liegt, beträgt diese bei unlegiertem Titan nur 80 %, bei C45E weniger als 75 % der Streckgrenze. Dies erklärt die gute Empfindlichkeit der Positronenzerstrahlung auf zyklische Verformung von austenitischen Stählen im Umlaufbiegeversuch. In den folgenden Abschnitten werden die Besonderheiten der einzelnen Werkstoffgruppen diskutiert.

Austenitischer Stahl X6CrNiTi 18-10

Der austenitische Stahl besitzt im weichgeglühten Zustand ein sehr großes Verfestigungspotential, was sich in einem niedrigen Streckgrenzenverhältnis beim Zugversuch äußert (s. a. Tabelle 5.1). Durch die starke Verfestigung liegt bei zyklischer Belastung die Dauerfestigkeit von Umlaufbiegeproben im Bereich der Streckgrenze und im Zeitfestigkeitsbereich übersteigt die Spannung die Streckgrenze zum Teil deutlich. Die Proben werden demnach vom ersten Lastwechsel an nicht nur mikroplastisch, sondern makroskopisch plastisch verformt, was die Fehlstellendichte stark erhöht und zu dem beobachteten, deutlichen Anstieg des S-Parameters führt.

Bei Belastungen größer als 300 MPa tritt dabei nach einem linearen Anstieg vor dem Bruch der Probe ein Sättigungseinfang der Positronen an den Haftstellen auf und der S-Parameter steigt innerhalb der letzten Lastwechsel nicht weiter an. Sättigung korrespondiert dabei nach theoretischen Überlegungen mit einer Versetzungsdichte von $\rho_{\text{disl.}} \approx 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ [SKK99].

Die Änderung der Steigung bei Spannungen zwischen 250 und 280 MPa kann auf eine Änderung von planarem zu welligem Gleiten zurückzuführen sein. TEM-Untersuchungen zum Gleitverhalten der austenitischen Stähle X5CrNi18-10 und X2CrNiMo17-3-2 von HILBERT haben gezeigt, dass die unter reiner Zug-Druck-Wechselbelastung planar gleitenden austenitischen Stähle bei kombinierter Torsions- und Zug-Druck-Wechselbelastung (nicht-proportionale Beanspruchung) unter höheren Spannungsamplituden welliges Gleitverhalten zeigen [Hil00]. Planares Gleiten führt zu ausgerichteten, anisotropen Versetzungsstrukturen, während die Versetzungsnetzwerke bei nichtproportionaler Beanspruchung in einer deutlich isotroperen Labyrinth-Struktur angeordnet sind. Bei isotroper Verteilung sind die Versetzungen nicht so stark in Zellwänden konzentriert und die mittlere Versetzungsdichte sowie deren Steigerung pro Lastwechsel sind größer.

Die Umlaufbiegeprüfung stellt als Überlagerung einer Biege- mit einer geringen Torsionsbelastung eine nichtproportionale Belastung dar. Wie aus Abbildung 2.13 ersichtlich, wird bei niedriger Belastung planares Gleiten bevorzugt und bei hoher welliges. Demnach könnte bei dem Durchläufer in Abbildung 5.9 b bevorzugt planares Gleiten auftreten, was für den konstant linearen Zusammenhang des S-Parameters spricht. Bei den mittleren Belastungs-

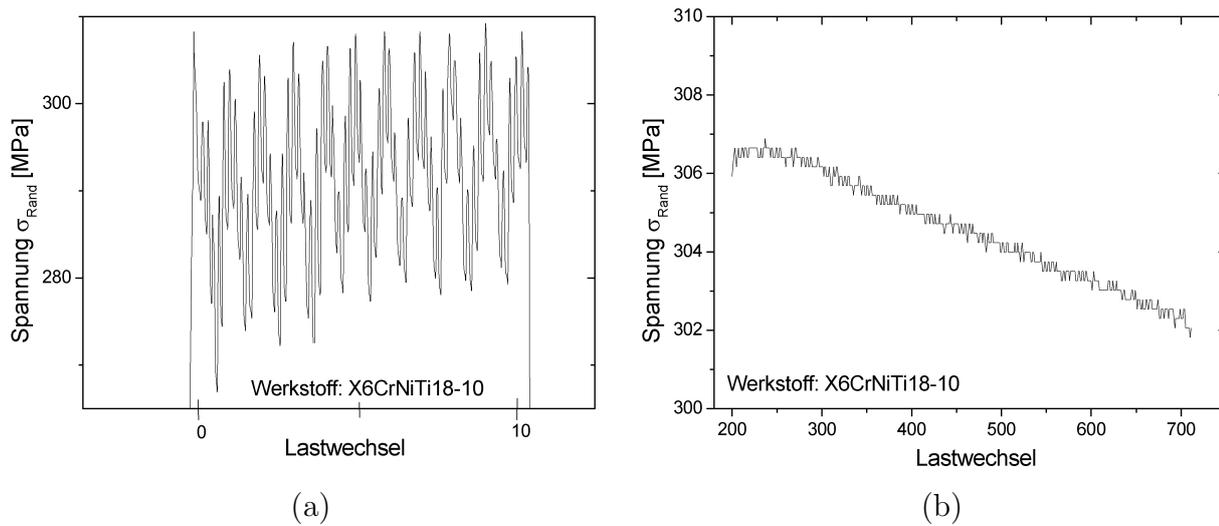


Abbildung 6.7: Spannung im Verlauf der Umlaufbiegung unter hoher Lastamplitude bei austenitischem Stahl: (a): Verfestigung innerhalb der ersten zehn Lastwechsel (b): Entfestigung von Lastwechsel 200-700. Bei kleinen Lastspielzahlen wurde die Probe von Hand gedreht. Der sinusförmige Spannungsverlauf in (a) gibt die Unwucht von Maschine und Probe wieder.

amplituden in Abbildung 5.9 b (250-280 MPa) könnte ein Wechsel von planarem zu welligem Gleitverhalten für den Wechsel der Steigung verantwortlich sein, während die Proben unter hoher Belastung in 5.9 a (290-310 MPa) von Anfang an wellig gleiten und daher kein Wechsel

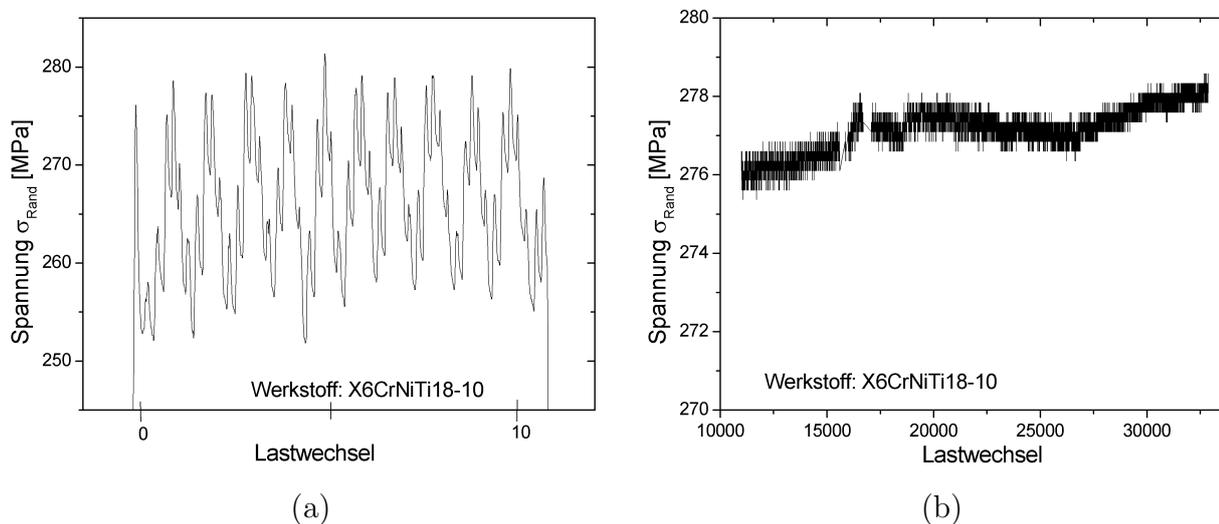


Abbildung 6.8: Spannung im Verlauf der Umlaufbiegung mit mittlerer Lastamplitude bei austenitischem Stahl: (a): Verfestigung innerhalb der ersten 10 Lastwechsel (b): sekundäre Verfestigung von Lastwechsel 11000-30000. Im Vergleich zu den hohen Lastamplituden ist die Verfestigung innerhalb der ersten 10 Lastwechsel deutlich geringer. Die sekundäre Verfestigung setzt dafür früher ein und ist stärker ausgeprägt.

der Steigung des S-Parameters auftritt.

Ein weiterer Hinweis auf das unterschiedliche Ermüdungsverhalten bei hohen und mittleren Lastamplituden ist die Änderung der Spannung in der Randfaser im Verlauf der Umlaufbiegung (Abbildung 6.7). Nach anfänglicher Verfestigung bis zu 20-30 Lastwechseln entfestigt der austenitische Stahl bei den hohen Lastamplituden kontinuierlich, bis kurz vor Bruch der Probe eine sekundäre Verfestigung einsetzt. Ein ähnliches Verhalten wurde auch von HILLERT bei seinen Untersuchungen nachgewiesen [Hil00]. Die sekundäre Verfestigung wird dort durch verformungsinduzierte Martensitbildung erklärt. Verformungsinduzierter Martensit konnte bei metallographischen Querschliffen von hoch belasteten Umlaufbiegeproben (lcf-hcf-Bereich) nachgewiesen werden (siehe Abbildung B.2, 104).

Bei mittleren Lastamplituden hingegen ist die Verfestigung innerhalb der ersten Lastwechsel nicht so stark ausgeprägt und die Entfestigung fällt ebenfalls nicht ganz so deutlich aus (Abbildung 6.8). Die sekundäre Verfestigung vor Bruch der Probe beginnt deutlich früher, bemerkenswerterweise ändert sich danach die Steigung des S-Parameters.

Ferritischer Stahl C45E

Durch die Bindung der Versetzungen an Cottrellwolken zieht plastisches Verformen im Zugversuch nicht direkt eine Spannungserhöhung nach sich, innerhalb der ausgeprägten Streckgrenze nimmt die Spannung sogar leicht ab. In der Literatur wird bei zyklischer Verformung von ferritisch perlitischen Stählen aus demselben Grund auf eine Entfestigung innerhalb der ersten Lastwechsel hingewiesen [Ber89]. Diese Entfestigung zeigt sich auch bei den Umlaufbiegeversuchen, unabhängig davon, ob die Last über oder unter der Elastizitätsgrenze im Zugversuch liegt (Abbildung 6.9). Die Verringerung der Spannungsamplitude ist jedoch nicht auf eine abnehmende Versetzungsdichte, sondern auf die fehlende Bindung der Versetzungen an Cottrellwolken zurückzuführen. Der S-Parameter steigt deshalb trotz der Entfestigung in den ersten Lastwechseln an, da die Fehlstellendichte durch die zyklische Verformung erhöht wird.

Eine Lebensdauervorhersage wird bei C45E dadurch erschwert, dass die Proben nicht bei einem einheitlichen S-Parameterwert brechen (Abbildung 5.10). Eine Hypothese für dieses Verhalten liegt in dem hoch lokalisierten Gleiten, welches bereits bei den Zugversuchen beobachtet wurde. So wurde bei jeder Umlaufbiegeprobe vor deren Bruch die polierte Probenoberfläche im Bereich des geringsten Querschnittes matt. Bei hoch lokalisiertem Gleiten werden je nach Lage und Ausdehnung der Gleitbänder mit der 2 mm breiten Quelle auch Bereiche untersucht, die nicht zur plastischen Verformung beigetragen haben. Dadurch wird der (gemittelte) S-Parameter niedriger als in den Bereichen der maximalen Verformung.

Ein anderer Grund kann im zweiphasigen Gefügebau des normalisierten C45E liegen. Bei unterschiedlichen Lastamplituden können die beiden Phasen in unterschiedlichem Maße zur Ermüdung beitragen und, abhängig von der Empfindlichkeit der Positronen für Defekte in den unterschiedlichen Phasen, resultiert hieraus ein unterschiedlicher S-Parameter bei Bruch der Probe. Das Verhalten von C45E im Umlaufbiegeversuch konnte nicht abschließend geklärt werden.

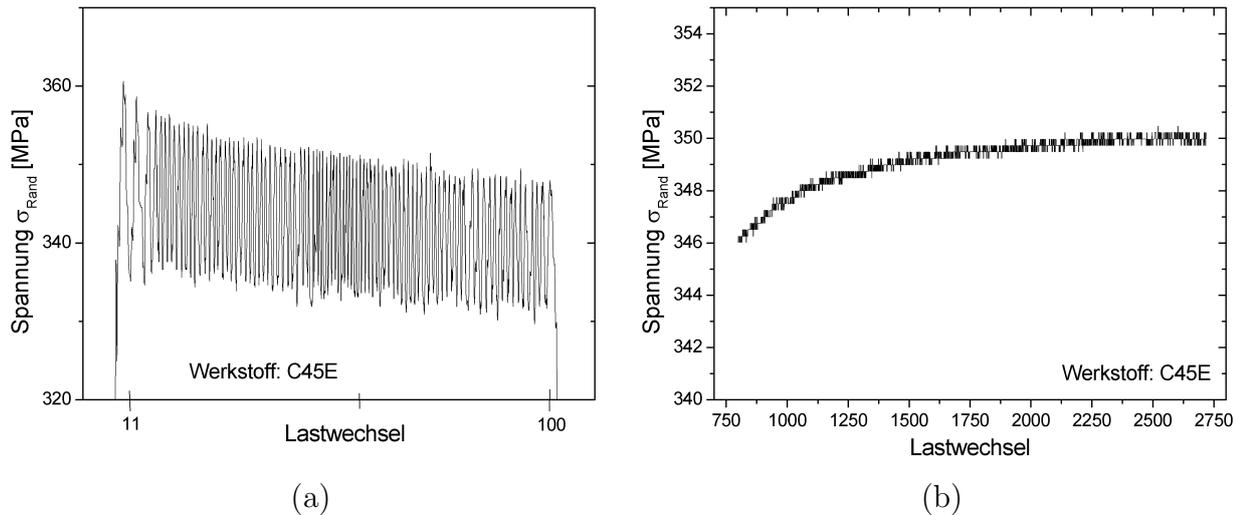


Abbildung 6.9: Spannung im Verlauf der Umlaufbiegung mit mittlerer Lastamplitude bei ferritischem Stahl: (a): Entfestigung innerhalb der ersten 100 Lastwechsel (b): Verfestigung von Lastwechsel 800-3000. Im Gegensatz zu den austenitischen Stählen entfestigen die ferritischen Stähle innerhalb der ersten Lastwechsel. Die darauf folgende Verfestigung ist deutlich ausgeprägter als die sekundäre Verfestigung der austenitischen Stähle.

Unlegiertes Titan Ti2

Die Besonderheit bei unlegiertem Titan ist das „verzögerte“ Ansprechen des S-Parameters auf zyklische Verformung. Die Zugversuche an Ti2 zeigen, dass eine Anschwellenschwelle des S-Parameters für die plastische Verformung existiert. Im ausgeheilten Zustand ist die Versetzungsdichte bei unlegiertem Titan demnach kleiner als $\rho_{\text{disl}} < 5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$, der unteren Grenze für einen Nachweis mittels Positronenannihilation [SKK99]. Bei unterschiedlichen Belastungsamplituden steigt die Versetzungsdichte unterschiedlich schnell an und erreicht nach einer gewissen, lastabhängigen Schwingenspielzahl die Nachweisgrenze. Oberhalb dieser Schwingenspielzahl steigt der S-Parameter mit der bereits bei den Stählen beobachteten linearen Abhängigkeit vom Logarithmus der Lastwechselzahl.

Nicht geklärt werden konnte, warum die Steigung der linearen Regressionsgeraden nahezu unabhängig von der Lastamplitude ist. Nach obiger Modellvorstellung müsste die Gerade für große Lasten steiler verlaufen als für kleine oder ein Wechsel der Steigung nach Erreichen der Anschwellenschwelle auftreten (Abbildung 6.10).

$(\alpha + \beta)$ -Titan Ti Al6 V4

Bei der $(\alpha + \beta)$ -Titanlegierung Ti Al6 V4 konnte der lineare Zusammenhang zwischen S-Parameter und Logarithmus der Lastwechselzahl nicht dokumentiert werden. Die wesentlichen Unterschiede zu den anderen untersuchten Werkstoffen sind eine sehr hohe Festigkeit in Kombination mit einem sehr hohen Streckgrenzenverhältnis und ein im bimodalen Zustand sehr feines, zweiphasiges Gefüge, das durch Ausscheidungshärten die höchsten Festigkeiten

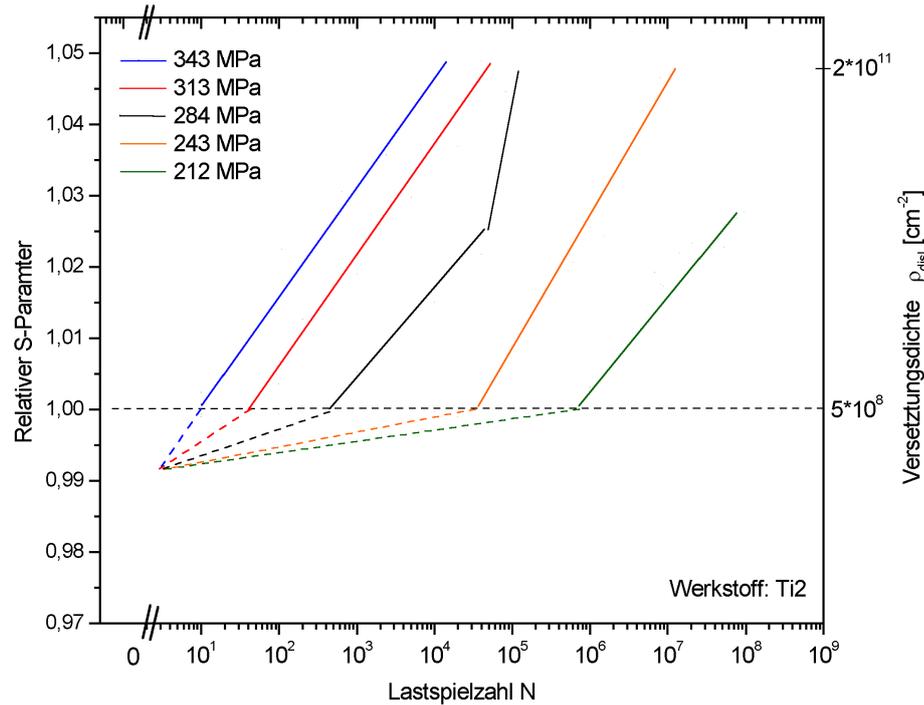


Abbildung 6.10: Modell zur Erklärung der lastabhängigen Ansprechschwelle bei unlegiertem Titan: Dargestellt sind die Geradenanpassungen an den S-Parameter bei den verschiedenen Lastniveaus. Auf der 2. Ordinate ist zusätzlich die nach [SKK99] mit Ansprechschwelle und Sättigung (\approx Bruch) korrespondierende Versetzungsdichte angegeben. Im ausgeheilten Zustand liegt die Versetzungsdichte unter der Nachweisgrenze für Positronenannihilation. Gestrichelt dargestellt ist die Änderung der Versetzungsdichte bis zum Erreichen der Ansprechschwelle.

erreicht.

Der Gefügezustand kann durch die Wärmebehandlung verändert werden. Es wurden daher auch Umlaufbiegeproben mit zum Teil grobkörnigem, globularem Gefüge, das hauptsächlich aus α -Phase aufgebaut ist, untersucht. Auch hier änderte sich der S-Parameter im lc-f-hcf Bereich nicht vor Anreißen der Probe. Der Einfluss des Gefügezustandes ist daher als gering einzustufen.

Der Grund für das schlechte Ansprechen des S-Parameters dürfte die hohe Streckgrenze des Materials sein. Die Dauerfestigkeit beträgt etwa 45 % der Zugfestigkeit und liegt damit relativ zur maximalen Festigkeit auf einem mit den anderen Werkstoffen vergleichbaren Niveau. Allerdings liegen die untersuchten Spannungsniveaus der Umlaufbiegeprüfungen relativ zur Streckgrenze im Zugversuch deutlich niedriger als bei den anderen Werkstoffen. So liegt bei Ti Al6 V4 die Dauerfestigkeit bei knapp 50 % der Streckgrenze, wogegen sie bei C45E 69 %, bei Ti2 84 % und bei X6 CrNiTi 18-10 mehr als 100 % der makroskopischen Elastizitätsgrenze beträgt. Dadurch sind die (mikro-)plastischen Amplituden bei zyklischer Verformung entsprechend geringer und die Anzahl neuer Versetzungen und Fehlstellen, die pro Lastwechsel gebildet werden, entsprechend kleiner.

Die Ergebnisse der Probe bei der extrem hohen Amplitude (99 % $R_{p0,2}$, 930 MPa) lassen erahnen, dass bei entsprechend hohen Lastamplituden der plastische Anteil an der Gesamtverformung entsprechend steigt und mittels Positronenzerstrahlung eine Änderung der Fehlstellendichte vor Anreißen der Probe nachgewiesen werden kann. Liegt die Amplitude relativ zur Streckgrenze in einem ähnlichen Verhältnis wie bei den anderen Werkstoffen, ist eine Änderung des S-Parameters vor Anreißen der Umlaufbiegeprobe erkennbar. Allerdings liegt hier die Probenlebensdauer auf einem deutlich niedrigeren Niveau im Vergleich zu den Stählen und dem unlegierten Titan.

Das ein Nachweis von plastischen Verformungen mittels Positronenzerstrahlung in TiAl6V4 prinzipiell möglich ist, zeigen die Ergebnisse der CT- und Zugversuche. Offen bleibt, warum die Vorgänge, die bei niedrigen bis mittleren Lastamplituden (im Bereich der Zeit- und Dauerfestigkeit) zur Materialermüdung führen, nicht abgebildet werden können. Mögliche Erklärungen sind eine Ermüdung durch Umordnen von Versetzungen oder durch Bildung und Abgleiten von nicht aufgespaltenen Schraubenversetzungen. Beide Prozesse erhöhen nicht die Dichte der Leerstellen oder leerstellenartigen Defekte und können daher mittels Positronenzerstrahlung nicht nachgewiesen werden.

6.3 Lebensdauervorhersage für mehrere Lastniveaus an einer Probe

Durch die Probenform ergibt sich bei den Umlaufbiegeprüfungen der in Abbildung 4.14 dargestellte Spannungsverlauf in Probenlängsachse. Mittels orts aufgelöster Positronenspektroskopie können, wie in Abbildung 5.13 dargestellt, mehrere Lastniveaus gleichzeitig an einer Probe zerstörungsfrei untersucht werden. Sofern wie bei dem austenitischen Stahl eine feste Korrelation von S-Parameter, Lastspielzahl und Lebensdauer der Proben existiert, ist durch mehrere, orts aufgelöste Linienscans prinzipiell eine Lebensdauervorhersage für mehrere Spannungen kleiner gleich der Maximalspannung an einer Probe möglich.

Anhand der Ergebnisse aus Kapitel 5.2.1 soll die Vorgehensweise skizziert werden. An die Messdaten wurden die in Abbildung 5.13 gestrichelt dargestellten Gaussverteilungen angepasst, was die numerische Beschreibung der S-Parameterwerte in Probenlängsachse ermöglicht. Die Spannung in Probenlängsachse kann nach Gleichung 4.2 berechnet werden und so ergibt sich die in Abbildung 6.11 a dargestellte Abhängigkeit des S-Parameters von der Spannung in der Randfaser für die drei untersuchten Lastniveaus. Die Ansprechschwelle, oberhalb derer sich der S-Parameter bei der Umlaufbiegung ändert, liegt für die kleinste untersuchte Lastwechselzahl bei 180 MPa und sinkt bei weiterer Ermüdung bis auf 140 MPa ab.

Für alle Spannungen zwischen 180 MPa und 260 MPa ist an dieser Probe eine Lebensdauervorhersage möglich. In Abbildung 6.11 b ist exemplarisch die Änderung des S-Parameters bei fortschreitender Ermüdung für sechs Spannungen zwischen 210 MPa und 260 MPa dargestellt. Der bei den Ergebnissen in Kapitel 5.2 nachgewiesene, lineare Zusammenhang wird in dieser Abbildung nicht so deutlich. Dennoch sind Ausgleichsgeraden eingezeichnet, die auf die Restlebensdauer bei den verschiedenen Lastniveaus hindeuten. Der austenitische Stahl

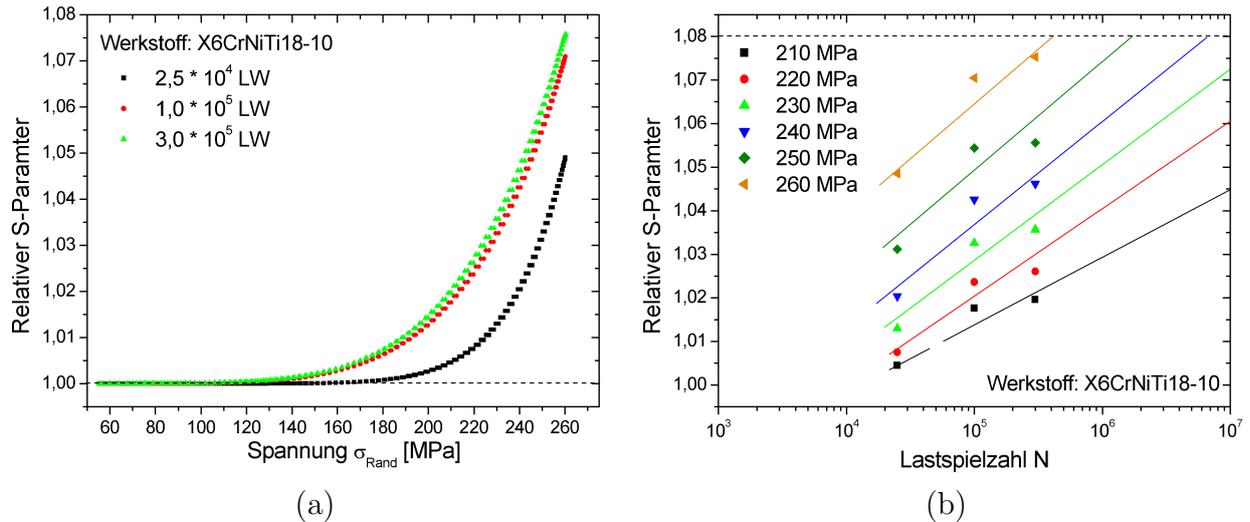


Abbildung 6.11: *Lebensdauervorhersage für mehrere Lastniveaus an einer Probe:* (a): Abhängigkeit des S-Parameters von der Spannung in der Randfaser für drei verschiedene Lastspielzahlen (b): Änderung des S-Parameters für sechs verschiedene Lastniveaus im Laufe der Umlaufbiegung. In (a) ist deutlich die auch von der Lastspielzahl abhängige Ansprechschwelle für Veränderungen des S-Parameters erkennbar.

ist demnach bei Spannungen unter 230 MPa dauerhaft, falls davon ausgegangen werden kann, dass oberhalb von $3 \cdot 10^7$ Lastwechseln keine Probenbrüche mehr auftreten. Dieses Ergebnis wird durch den Wöhlerauftrag der Umlaufbiegeversuche (Abbildung 5.7 a) zumindest nicht widerlegt.

Für genauere Abschätzungen der Restlebensdauer wären weitere Linienscans zu verschiedenen Stadien der Ermüdung notwendig, um mehrere und vor allem weiter auseinander liegende Messpunkte für eine (lineare) Anpassung zu erhalten. Bei dem dargestellten Auftrag streut die Restlebensdauervorhersage um eine Größenordnung oder mehr, abhängig von der Lage der möglichen Ausgleichsgeraden. Die Messunsicherheit der einzelnen S-Parameterwerte ist bei den Positronenmikrosondenmessungen zudem durch eine geringere Anzahl detektierter Ereignisse deutlich größer als bei den Bulkmessungen in Kapitel 5.2. Weiterhin konnte eine eventuelle Änderung des Spannungsverlaufs in Probenlängsachse durch die fortschreitende Verfestigung nicht berücksichtigt werden. Es muss davon ausgegangen werden, dass bei plastischer Verformung der hoch belasteten Bereiche in Probenmitte sich auch die Versetzungsdichte in direkt benachbart liegenden, weniger hoch belasteten Bereichen ändert.

Obige Ausführungen sollen nur die Vorgehensweise einer Abschätzung der Restlebensdauer skizzieren und erheben nicht den Anspruch möglichst großer Exaktheit. Weiterhin wird das Potential von ortsaufgelöster Positronenspektroskopie für Untersuchungen an komplexen Bauteilen, welche dynamisch belastet werden, deutlich.

6.4 Rissausbreitung

Bei Vergleich der Abbildungen 5.14 und 5.15 (Kap. 5.3) wird deutlich, dass die plastische Zone vor der Rissspitze bei der gerissenen Umlaufbiegeprobe stärker ausgeprägt ist als bei der CT-Probe. Der Bereich des gegenüber dem ausgeheilten Ausgangszustandes erhöhten S-Parameters und das Maximum vor der Rissspitze sind bei der Umlaufbiegeprobe größer. Dies resultiert vermutlich aus einer höheren Spannungsintensität der das Material bei Anreißen der Umlaufbiegeprobe ausgesetzt war. Durch deren komplexe Probenform kann jedoch im angerissenen Zustand kein Spannungsintensitätsfaktor berechnet werden, der einen quantitativen Vergleich mit der CT-Probe ermöglichen würde.

Neben der wahrscheinlich höheren Spannungsintensität war die Umlaufbiegeprobe vor der Risseinleitung während 35000 Lastwechseln ermüdet worden. Das Rissfortschrittsstadium bis zum Abbruch der Umlaufbiegeprüfung dauerte danach 11000 Lastwechsel an und ist mit den 10000 Lastwechseln der CT-Probe vergleichbar. Im Gegensatz zur CT-Probe konnte sich bei der Umlaufbiegeprobe vor Beginn des Rissfortschrittes eine Ermüdungsstruktur bilden, die allerdings nicht zu einem erhöhten S-Parameter führt, wie die Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche in Kapitel 5.2 zeigen. Die Zugversuche an den Titanlegierungen haben ergeben, dass der S-Parameter erst ab einer Verfestigung von etwa 40 MPa, die mit einer erhöhten Versetzungsdichte korrespondiert, für weitere Erhöhungen der Fehlstellendichte empfindlich ist. Die Materialermüdung vor dem Stadium der Risseinleitung könnte daher der Grund für die mittels Positronenannihilation detektierte, weiter ausgedehnte und „höhere“ plastische Zone vor der Rissspitze sein.

Abbildung 6.12 zeigt einen Vergleich der Ergebnisse dieser Arbeit mit früheren Mikrosondenuntersuchungen an CT-Proben aus AISI 321 (ähnlich X5CrNi18-8) [HBB⁺99]. Die mit ortsaufgelöster Positronenzerstrahlung abgebildete plastische Zone vor der Rissspitze ist bei dem austenitischen Stahl deutlich größer als bei der Umlaufbiegeprobe oder der CT-Probe aus Titan. Geometrie und Belastungsgrad der CT-Proben aus den beiden Werkstoffen waren weitgehend identisch. Die maximale Änderung des S-Parameters direkt vor dem Riss ist beim austenitischen Stahl ebenfalls höher als bei den Titanproben.

Die Umlaufbiegeergebnisse in Kapitel 5.2 an X6CrNiTi18-10 und TiAl6V4 zeigen, dass sich der S-Parameter bei dem austenitischen Stahl stärker bei zyklischer Verformung verändert als bei der ($\alpha + \beta$)-Titanlegierung. Dies beruht auf einer größeren Fehlstellendichte als Folge der zyklischen Verformung und der nicht vorhandenen Ansprechschwelle der Positronenzerstrahlung bei austenitischem Stahl. Daher ist die plastische Zone beim Austeniten deutlicher ausgeprägt als bei der ($\alpha + \beta$)-Titanlegierung.

Ein weiterer Unterschied in Abbildung 6.12 ist die Form der beiden Bereiche erhöhten S-Parameters. Während die plastische Zone beim rostfreien Stahl vor der Rissspitze ungefähr die Form einer halben Ellipse besitzt, entspricht die plastische Zone bei der angerissenen Umlaufbiegeprobe der Modellvorstellung nach DUGDALE (siehe auch Abbildung 2.14, Seite 19).

Ein Grund hierfür kann die unterschiedliche Geometrie der Abbildung 6.12 zu Grunde liegenden Proben sein. Ein weiterer Grund ist die hohe Empfindlichkeit des S-Parameters beim

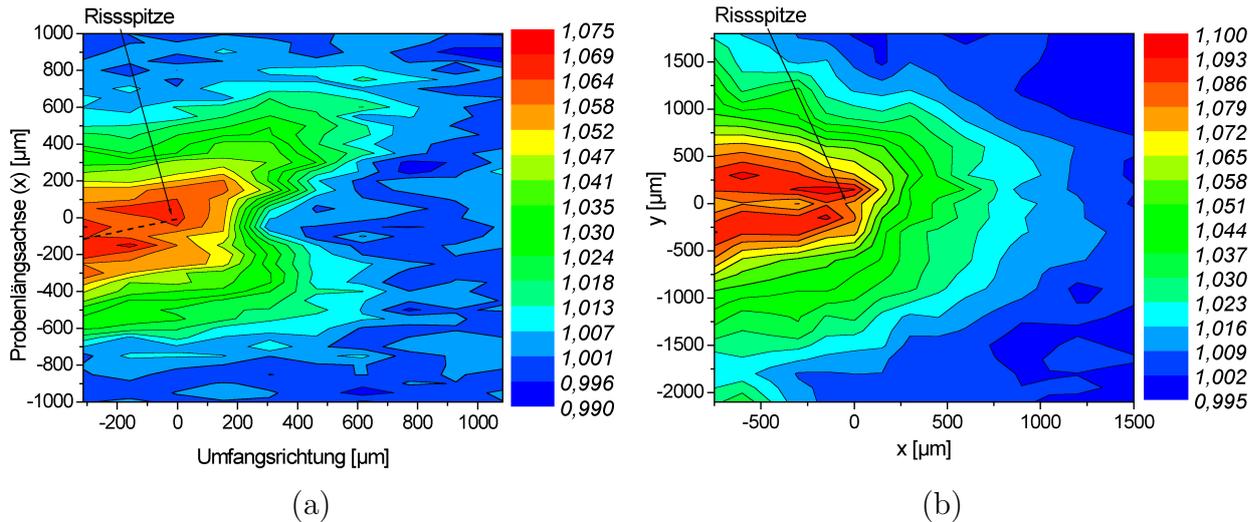


Abbildung 6.12: Vergleich des relativen S-Parameters in der plastischen Zone vor einer Risspitze in $(\alpha + \beta)$ -Titan und austenitischem Stahl: (a): Ortsaufgelöste Messungen an einer Umlaufbiegeprobe aus TiAl6V4 (b): Ergebnisse früherer Mikrosondenuntersuchungen an einer CT-Probe aus AISI 321 (ähnlich X5CrNi18-8) [HBB⁺99]. Bei dem austenitischen Stahl ist die plastische Zone größer als bei TiAl6V4, bei dem die Form der Modellvorstellung nach DUGDALE entspricht.

Austeniten auf zyklische Belastungen schon bei sehr kleinen Lastspielzahlen. Während sich der S-Parameter bei Umlaufbiegeversuchen mit hohen Spannungsamplituden (>220 MPa) schon nach einzelnen Lastwechseln ändert, ist bei den Titanlegierungen hierfür eine deutlich (bis zu einigen Größenordnungen) größere Anzahl von Lastwechseln bzw. plastisches Verformen durch Bruch der Probe notwendig. Durch zyklische Verformung ändert sich der S-Parameter bei austenitischem Stahl bereits bei sehr kleinen Amplituden und Lastwechselzahlen. Der Bereich eines erhöhten S-Parameters ist daher im Vergleich zur Titanlegierung TiAl6V4 weiter ausgedehnt und die Form der plastischen Zone wird eventuell unschärfer wiedergegeben. Untersuchungen der plastischen Zone an gerissenen Umlaufbiegeproben aus X6CrNiTi18-10 waren wegen des hier sehr stark erhöhten S-Parameters des Grundwerkstoffes nicht möglich. Der S-Parameter war im hoch belasteten Probenquerschnitt bereits in der Sättigung und weitere Änderungen der Fehlstellendichte im Bereich der plastischen Zone konnten nicht abgebildet werden. Im Unterschied dazu werden bei TiAl6V4 nur Bereiche, in denen hohe Spannungsamplituden ($\sigma \geq R_p$) wirksam waren, durch einen erhöhten S-Parameter abgebildet.

Kapitel 7

Ausblick

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen das enorme Potential der Positronenzerstrahlung bei dem zerstörungsfreien Nachweis von Gitterfehlern und der Restlebensdauerabschätzung bei zyklischen Werkstoffprüfungen auf. Die Lebensdauervorhersage wurde an kubisch-raumzentrierten, kubisch-flächenzentrierten und hexagonalen Eisen- und Titanwerkstoffen erfolgreich durchgeführt und ermöglicht weiterführende Aussagen über das Werkstoffverhalten im Bereich sehr großer Lastspielzahlen ($> 10^8$ LW, UHCF).

Die Übertragbarkeit der Lebensdauervorhersage auf weitere Werkstoffsysteme bleibt noch zu untersuchen. Die Diskussion des Werkstoffeinflusses auf die Umlaufbiegeergebnisse in Kapitel 6 deutet an, dass bei hoher Stapelfehlerenergie die Ansprechwahrscheinlichkeit des untersuchten Zerstrahlungsparameters auf zyklische Verformung geringer ist als bei niedriger Stapelfehlerenergie. Es wäre daher interessant, die Ermüdung von Aluminium, welches wie der austenitische Stahl einen kubisch-flächenzentrierten Gitteraufbau, aber eine deutlich höhere Stapelfehlerenergie besitzt, zu untersuchen. Positronenlebensdauerermessungen an ermüdetem Aluminium werden derzeit durchgeführt [Hol02].

Die Ermüdungsuntersuchungen bei dieser Arbeit wurden mit einer Umlaufbiegeprüfmaschine durchgeführt, da der Versuchsaufbau recht einfach und die Probeneinspannung nach Unterbrechen der Ermüdung gut reproduzierbar ist. Die möglichen Prüffrequenzen sind bei der Umlaufbiegung höher als z.B. bei einachsigen Zug-Druck-Wechselversuchen, da durch den Spannungsgradient von der Probenoberfläche zur Probenmitte nur an der Oberfläche die höchsten Spannungen wirken und die durch die plastische Verformung entstehende Wärme gut durch die unbelastete neutrale Faser abgeführt werden kann. Bei dieser Prüfanordnung können allerdings prinzipiell keine zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven aufgenommen werden. Eine mögliche Korrelation der plastischen Amplitude im Verlauf der Ermüdung mit der Änderung des S-Parameters konnte daher nicht analysiert werden. Zur Klärung des logarithmischen Zusammenhanges von S-Parameter und Lastspielzahl wären daher Zug-Druck-Wechselversuche mit ständiger Dokumentation von Spannung und Dehnung erforderlich. Eine Diskussion des Einflusses der Versuchsführung (dehnungs-/spannungskontrolliert) auf die Ergebnisse der Positronenuntersuchungen ist ebenfalls nur unter Berücksichtigung der Entwicklung der plastischen Amplitude im Laufe der Ermüdung sinnvoll.

Die Titan- und Eisenwerkstoffe wurden aus den in Kapitel 4.2 dargelegten Gründen im ausgeheilten Zustand untersucht. Ferritische Stähle werden häufig jedoch auch im

vergüteten oder anderen hochfesten Zuständen eingesetzt. Speziell bei den hochfesten Zuständen wird eine Entfestigung im Bereich sehr großer Lastspielzahlen (UHCF) beobachtet [Den02, Mug01, AE90, KH01] und eine Lebensdauervorhersage könnte die aufwendigen Untersuchungen deutlich vereinfachen und zudem zu neuen Erkenntnissen führen.

Die hochfesten Werkstoffzustände enthalten jedoch gegenüber dem normalisierten Zustand eine deutlich größere Fehlstellendichte und daher setzt eine Sättigung des Zerstrahlungsparameters bei plastischer Verformung vermutlich früher ein, was die Bandbreite der Positronenannihilation für diesen Werkstoffzustand einschränkt. Ein weiteres Problem stellt die Präparation von vergüteten Proben dar. Durch das Abschrecken verzündert häufig die Oberfläche und durch mechanisches Entfernen der Zunderschicht werden Fehler in die Randschicht eingebracht, welche das Messergebnis in unzulässigem Maße verfälschen.

Der Oberflächenzustand spielt auch bei der Untersuchung von fertig bearbeiteten Bauteilen eine Rolle. Da mit der Positronenzerstrahlung hauptsächlich der Randbereich bis etwa $200\ \mu\text{m}$ Abstand von der Oberfläche untersucht wird, sind die durch die Herstellung in der Randschicht erzeugten Werkstofffehler äußerst relevant. Eine Möglichkeit zur Verringerung dieses Problems sind monoenergetische Positronenstrahlen hoher Energie ($E_{\text{kin}} \geq$ einige MeV), bei denen ein Großteil der Positronen in einem größeren Abstand von der Probenoberfläche (bis zu einigen mm) implantiert wird.

Gelingt es, den Einfluss der Probenbearbeitung hinreichend zu eliminieren oder entsprechend aus den Messergebnissen zu extrahieren, können mit der Positronenzerstrahlung komplexe Bauteile auf ihre Fehlstellendichte hin untersucht werden. Das „Scannen“ von Bauteilen während deren dynamischer Erprobung ermöglicht einen Vergleich der Ergebnisse von FEM-Simulationen mit der realen Verteilung der Fehlstellendichte zu verschiedenen Stadien der Ermüdung. Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie könnte zur Verifikation bzw. Verfeinerung der FEM-Modelle genutzt werden und weiterhin Schwachstellen an Bauteilen aufzeigen, die durch einen vorzeitigen Ausfall an anderen Stellen nicht aufgedeckt werden können. Somit können bei einer einzigen Bauteilerprobung mehrere Schwachstellen gleichzeitig detektiert und entsprechende Entwicklungsschritte eingespart werden.

Anhang A

Titanwerkstoffe

Werkstoffeigenschaften im Vergleich

Ein Vergleich einiger mechanisch-technologischer Eigenschaften von Titan und Titanlegierungen mit Aluminium und Eisenwerkstoffen ist in Tabelle A.1 aufgeführt.

Werkstoff		Titan	Stahl	Aluminium
Dichte	$\rho \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$	4,5	7,8	2,7
Festigkeit	$R_m \text{ [MPa]}$	300-1800	200-2000	150-750
Elastizitätsmodul	$E \text{ [GPa]}$	105-115	210	75
Schmelzpunkt	$T_m \text{ [}^\circ\text{C]}$	1670	1570	600
Therm. Ausdehnungskoeffizient	$\alpha \left[10^{-6} \frac{1}{\text{K}} \right]$	6-10	11-20	21
Wärmeleitfähigkeit	$\lambda \left[\frac{\text{W}}{\text{m}\cdot\text{K}} \right]$	21	20-100	200

Tabelle A.1: Mechanisch-technologische Eigenschaften von Titanlegierungen im Vergleich zu Stahl und Aluminiumwerkstoffen

Nomenklatur und Klassifizierung

Titanlegierungen werden häufig entsprechend ihrem Gehalt an wichtigen Legierungselementen (in Masse-%) benannt. Beispiel: Ti Al6 V4 enthält als wichtige Legierungselemente nominell 6 % Aluminium und 4 % Vanadium.

Legierungselemente in Titanlegierungen können unterschiedliche Auswirkungen auf die β -Transustemperatur haben und werden in neutrale, α -stabilisierende und β -stabilisierende Elemente eingeteilt (Abbildung A.1). Während Sn und Zr fast keinen Einfluss auf die α/β Phasengrenze ausüben, sind vor allem die interstitiell gelösten Elemente O, N und C α -Stabilisatoren. Auch das am häufigsten verwendete Legierungselement Al wirkt stark α -stabilisierend. Die meisten Elemente bewirken jedoch ein Stabilisieren der β -Phase, wie

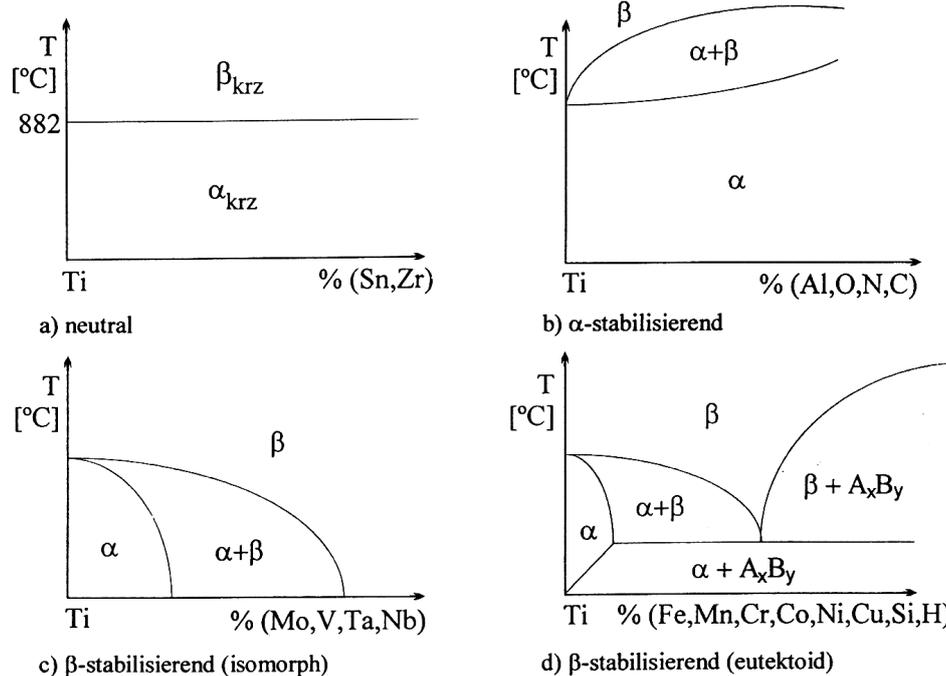


Abbildung A.1: *Legierungselemente in Titan, schematisch*. Dargestellt ist der Einfluss auf die α - β -Umwandlungstemperatur [PLK96].

Abbildung A.1 zeigt [PLK96]. Gemäß ihrem Anteil an β -stabilisierenden Elementen und β -Phasengehalt bei Raumtemperatur werden Titanlegierungen in fünf Obergruppen zusammengefasst: α -, Near- α -, $(\alpha + \beta)$ -, metastabile β - und β - Legierungen.

Unlegiertes Titan und α -Legierungen finden aufgrund ihrer Korrosions- und Tieftemperaturbeständigkeit vor allem in der chemischen Industrie, z.B. als Druckbehälter oder Wärmetauscher, Verwendung. Zudem sind unlegiertes Titan und α -Legierungen die kostengünstigsten Titanlegierungen.

Near α -Legierungen enthalten in sehr geringem Maße β -stabilisierende Elemente und finden vor allem im Hochtemperaturbereich ($400\text{-}500^\circ\text{C}$) Verwendung, da sie die gute Kriechbeständigkeit der α - mit der hohen Festigkeit der $(\alpha + \beta)$ -Legierungen verbinden.

Das ausgewogenste Eigenschaftsspektrum besitzen die $(\alpha + \beta)$ -Legierungen. Diese bieten eine optimale Kombination aus Dichte, Festigkeit, Duktilität und Korrosionsbeständigkeit. Zunehmend an Bedeutung gewinnen die metastabilen β -Legierungen. Sie zeichnen sich durch eine gute Durchhärtbarkeit und extrem hohe Festigkeiten bei gleichzeitig hoher Bruchzähigkeit aus. Allerdings sind diese Legierungen aufgrund der hohen Rohstoffkosten für die β - Stabilisatoren wie z.B. Mo und Cr deutlich teurer als α oder $(\alpha + \beta)$ -Legierungen. Ziel neuerer Werkstoffentwicklungen ist hier ein Substituieren der teuren β -Stabilisatoren durch kostengünstigere Elemente. Bei der metastabilen β -Legierung Timetal LCB[®], welche beim Volkswagen Lupo FSI als Werkstoff für Achsfedern zum Einsatz kommt [SMK⁺01], wurde beispielsweise ein Teil der Legierungselemente durch Fe substituiert.

Anhang B

Eisenwerkstoffe

Nomenklatur und Klassifizierung von Stahl

Die Bezeichnungssysteme für Stähle sind sehr vielfältig und in [EN027] genormt. Die Kurznamen geben Hinweise auf die Verwendung und die mechanischen / physikalischen Eigenschaften oder auf die chemische Zusammensetzung. Bei der chemischen Zusammensetzung werden unlegierte, legierte, hochlegierte und Schnellarbeitsstähle unterschieden.

Bei unlegierten Stählen wird neben dem C (für Kohlenstoffstahl) der mittlere, 100fache Massengehalt an Kohlenstoff angegeben. Zusatzsymbole geben Hinweise auf den Verwendungszweck oder den Schwefelgehalt. C45E hat also einen mittleren Kohlenstoffgehalt von 0,45 Masse-% und wegen des E in der Werkstoffbezeichnung einen enger begrenzten, maximalen Schwefelgehalt.

In der Bezeichnung legierter Stähle folgen dem hundertfachen Kohlenstoffgehalt die Legierungselemente in abnehmendem Anteil. Anschließend werden die Zahlenwerte für den Massegehalt der Legierungselemente, skaliert mit einem elementspezifischen Multiplikator aufgeführt.

Ein hochlegierter Stahl wird durch ein vorangestelltes X, gefolgt von dem hundertfachen Kohlenstoffgehalt, den Legierungselementen in absteigendem Anteil und dem Gehalt an Legierungselementen (in Masse-%) gekennzeichnet. X6CrNiTi18-10 bezeichnet einen hochlegierten Stahl mit 0,06 % Kohlenstoff, 18 % Chrom, 10 % Nickel und geringen Zusätzen von Titan.

Austenitstabilität

Die Stabilität des Austenits (γ -Fe) bei Raumtemperatur hängt von dem Gehalt an austenitstabilisierenden Legierungselementen ab. Abbildung B.1 zeigt den Einfluss von Chrom und Nickel, den wichtigsten Legierungselementen in X6CrNiTi18-10, auf die Austenitstabilität.

Die Martensitstarttemperatur M_S lässt sich nach EICHELMANN und HULL [EH53] durch die Legierungszusammensetzung (in Massen-%) abschätzen:

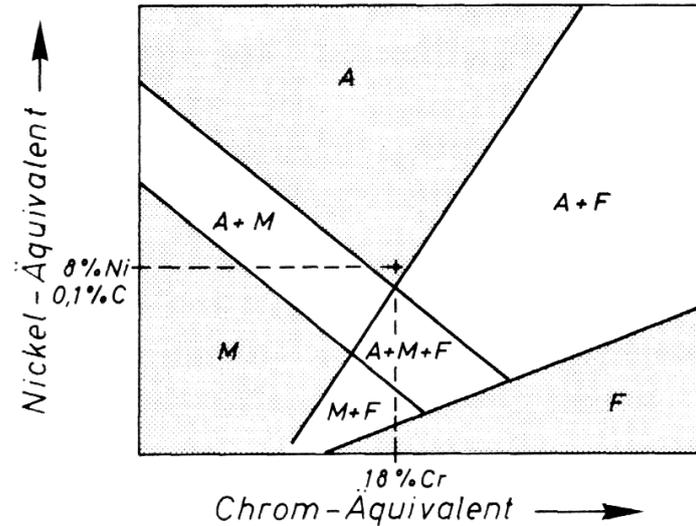


Abbildung B.1: *Schaefflersches Phasendiagramm [Ber89]*. Bei 18% Cr liegt für den Ni-Zusatz gerade ein Minimum, sowohl höhere als auch niedrigere Cr-Gehalte erfordern für das Beibehalten des Austenitgitters (A) höhere Ni-Gehalte.

$$M_S[^\circ C] = 41,7(14,6 - Cr) + 61,1(8,9 - Ni) + 33,1(1,33 - Mn) + 27,8(0,47 - Si) + 1666,7(0,068 - (C + N)) - 17,8 \quad (B.1)$$

Allerdings kann mit Hilfe plastischer Verformungen die Martensitbildung auch oberhalb der Martensitstarttemperatur M_S spannungs- bzw. verformungsinduziert eingeleitet werden [Lag64, PC53]. Als Maß für die Austenitstabilität bei plastischer Verformung kann die M_{D30} -Temperatur angesehen werden, welche als Temperatur, bei der sich bei 30% wahrer Dehnung 50% des Gefüges in Martensit umwandeln, definiert ist (Elemente in Maassen-%) [Ang54]:

$$M_{D30}[^\circ C] = 413 - 462(C + N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn) - 13,7(Cr) - 9,5(Ni) - 18,5(Mo) \quad (B.2)$$

Da die M_{D30} -Temperatur des untersuchten austenitischen Stahls bei $30^\circ C$ liegt, kann sich demnach infolge plastischer Verformung Martensit bilden. Anhand eines metallographischen Querschliffs einer ermüdeten Umlaufbiegeproben (Abbildung B.2) wird dies bestätigt. Das Gefüge besteht zu 90% aus γ -Fe und 10% aus Martensit.

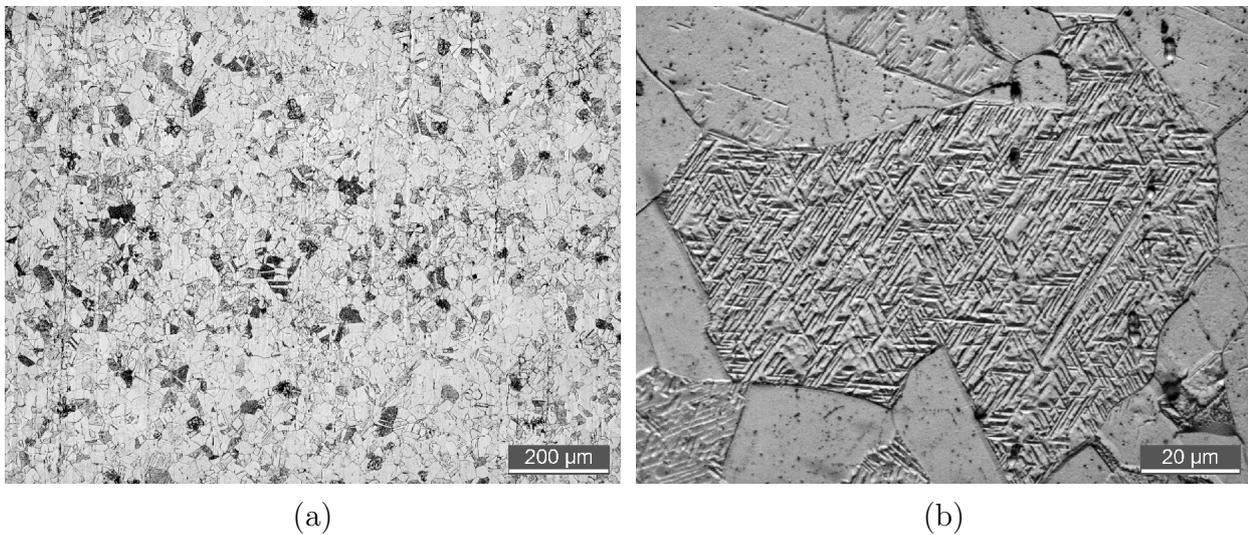


Abbildung B.2: Mit V_2A -Beize geätzter Querschliff einer Umlaufbiegeprobe, Lichtmikroskop: (a): 100x (b): 1000x, schräges Auflicht. Verformungsinduzierte Martensitbildung in einigen, günstig orientierten Körnern. Der verformungsinduzierte Martensit erscheint bei kleinerer Vergrößerung (a) dunkler als das γ -Fe. Die charakteristische Struktur des Martensits wird erst bei starker Vergrößerung sichtbar.

Literaturverzeichnis

- [EN027] DIN EN Norm 10027-1. *Bezeichnungssysteme für Stähle - Teil 1: Kurznamen und Hauptsymbole*. Beuth Verlag (1991)
- [EN088] EN Norm 10088-3. *Nichtrostende Stähle - technische Lieferbedingungen für Halbzeug, Stäbe, Walzdraht und Profile für allgemeine Verwendung*. Beuth (1995)
- [EN083] EN Norm 10083-1. *Vergütungsstähle - technische Lieferbedingungen für Edelstähle*. Beuth (1996)
- [DIN850] DIN Norm 17850. *Titan - chemische Zusammensetzung*. Beuth (1990)
- [DIN851] DIN Norm 17851. *Titanlegierungen - chemische Zusammensetzung*. Beuth (1990)
- [DIN862] DIN Norm 17862. *Stangen aus Titan und Titanlegierungen - technische Lieferbedingungen*. Beuth (1993)
- [AE90] K. Asami und H. Emura. *Fatigue Strength Characteristics of High Strength Steel*. *Jpn.Soc.Met.Eng.*, **33** (1990) 367
- [Alt00] M. Alt. *Technische und wirtschaftliche Aspekte bei drehender Bearbeitung der Titanlegierung Ti6Al4V*. Diplomarbeit, TU Ilmenau / Volkswagen AG (2000)
- [AM72] A. Abel und H. Muir. *The Bauschinger effect and discontinuous yielding*. *Philosophical Magazin*, **26** (Serie 8) (1972) S.489-504
- [And32] C. D. Anders. *Science*, (76) (1932) 238
- [Ang54] T. Angel. *Formation of martensite in austenitic stainless steels. Effects of deformation, temperature and composition*. *Journal of the ISIJ*, **5** (1954) 165
- [Bau86] J. Bauschinger. *Mittheilung XV: Über die Veränderung der Elasticitätsgrenze und die Festigkeit des Eisens und Stahls durch Strecken und Quetschen, durch Erwärmen und Abkühlen und durch oftmal wiederholte Beanspruchung*. *Mitteilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der königlichen Technischen Hochschule in München*, **13** (1886) S.1-116
- [Ber89] W. Bergmann. *Werkstofftechnik*, Band 1 u. 2. Hansen (1989)

- [Bis01] S. Bischof. *Drehende Bearbeitung der Titanlegierung TiAl6V4 unter Betrachtung der Oberflächenbeschaffenheit*. Diplomarbeit, FH Braunschweig-Wolfenbüttel / Volkswagen AG (2001)
- [Bro78] D. Broek. *Elementary Engeneering Fracture Mechanics*. Sijthoff & Noordhoff (1978)
- [Car84] C. B. Carter. In P. Veysiere, L. Kubin und J. Castaing, Hg., *Dislocations 1984*. Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, 15, Quai Anatole-France 75700 Paris (1984) S. 227
- [CBNL83] A. De Crecy, A. Bourret, S. Naka und A. Lasalmonie. *Phil. Mag.*, **A** (47) (1983) 245
- [Chr91] H.-J. Christ. *Wechselverformung von Metallen*. Springer (1991)
- [Col79] C.F. Coleman. *Appl. Phys.*, **19** (1979) 87
- [DDDVS74] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet und D. Segers. *Positron Lifetimes and Lineshape Factors in Deformed Copper*. *Appl.Phys.*, **5** (1974) 117
- [Den02] D. Dengel. *Zur Dauerfestigkeit nitrierter Stähle*. In J. Grosch und E. J. Mittemeijer, Hg., *ATTT-AWT-SVW-VWT-Tagungsband Nitrieren - Stickstoff im Randgefüge metallischer Werkstoffe*. Aachen (2002) S. 151–165
- [Dir28] Dirac. *P.A.M. Proc.Roy.Soc.*, **117**
- [Don88] M.J. Donachie. *Titanium - A Technical Guide*. ASM (1988)
- [Dug60] D.S. Dugdale. *Yielding of Steel Sheets Containing Slits*. *J. Mech. Phys. Soc.*, **8** (1960) S.100-108
- [EH53] A.H. Eichelmann und F.C. Hull. *The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensit in 18-8 type staimless steel*. *Transactions of the ASM*, **54** (1953) 77
- [FL68] C.E. Feltner und C. Laird. *Factors influencing the dislocation structures in fatigued materials*. *Transaction of the metallurgical society of AIME*, (242) (1968) 1253...1257
- [FR50] F.C. Frank und W.T. Read. *Phys. Rev.C*, **79** (1950) 722
- [GHH⁺97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Mnnig, M. Tongbhoyai, T. Wider und K. Maier. *Appl. Phys. Lett.*, **15** (1997) 2115
- [Gho95] V. J. Ghosh. *Positron implantation profiles in elementar and multilayer systems*. *Applied Surface science*, **85** (1995) 187...195
- [GK89] V. Gerold und H.P. Karnthaler. *On the origin of planar slip in fcc-alloys*. *Acta Metallurgica*, (37) (1989) 2177...2183

- [Got98] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer (1998)
- [Haa97] M. Haaks. *Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen*. Diplomarbeit, ISKP, Universität Bonn (1997)
- [Haa02] M. Haaks. *Dissertation* (2002). Persönliche Mitteilung zu gemeinsamen Messungen
- [HB84] D. Hull und D.J. Bacon. *Introduction to Dislocations*. Pergamon Press, 3. Auflage (1984)
- [HBB⁺99] M. Haaks, K. Bennewitz, H. Bihr, U. Männig, C. Zamponi und K. Maier. *Measurement on Cracktips in Stainless Steel AISI 321 by Using a New Positron Microprobe*. *Appl. Surf. Sci.*, **149** (1999) 207
- [Hil00] R. Hillert. *Austenitische Stähle bei ein- und bei zweiachsiger plastischer Wechselbeanspruchung*. Dissertation, TU Braunschweig (2000)
- [HMM89] H. Häkkinen, S. Mäkinen und M. Manninen. *Positron States in Dislocations: Shallow and Deep Traps*. *Europhys.Lett.*, **9** (1989) 809
- [HMM90] H. Häkkinen, S. Mäkinen und M. Manninen. *Edge Dislocations in fcc Metals: Microscopic Calculations of Core Structure and Positron States in Al and Cu*. *Phys. Rev.*, **B41** (18) (1990) 12 441
- [Hol02] U. Holzwarth. *Messungen der mittleren Positronenlebensdauer an ermüdetem Aluminium* (2002). Persönliche Mitteilung
- [Hon81] R.W.K. Honeycomb. *Steels*. Edward Arnold Ltd., London (1981)
- [HW61] P. B. Hirsch und D. H. Warrington. *Philos. Mag.*, **6** () (1961) 735
- [Irw58] G.R. Irwin. *Handbuch der Physik*, Band 6. Springer (1958) S. 551–590
- [KH01] Y. Kuroshima und S. Harada. *Fatigue Crack Growth Mechanism of High Strength Steel in Gigacycle Fatigue Region*. In S. Stanzl-Tschegg und H. Mayer, Hg., *Proceedings of International Conference Fatigue in the Very High Cycle Regime*. Wien (2001) S. 229–236
- [KRL99] R. Krause-Rehberg und H.S. Leipner. *Positron Annihilation in Semiconductors*. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, 1. Auflage (1999)
- [Krö61] E. Kröner. *Acta Metallurgica*, (9) (1961) 155
- [Lac02] C. Lachmann. pers. Mitteilung (2002)
- [Lag64] R. Lagneborg. *The martensite transformation in 18% Cr-8% Ni steels*. *Acta Metallurgica*, **12** (1964) 823

- [Män00] U. Männig. *Fehlstellenuntersuchungen an Festkörpern mit der Bonner Positronen-Mikrosonde*. Dissertation, Universität Bonn (2000)
- [MKMM67] J.K. MacKenzie, T.L. Khoo, A.B. McDonald und B.T.A. McKee. Phys. Rev. Lett., **19** (1967) 946
- [MSS574] B. T. A. McKee, S.Saimoto, A. T. Stewart und M. J. Scott. Can.J.Phys., (52) (1974) 759
- [Mug70] H. Mughrabi. *Investigations of plastically deformed copper single crystals in the stress-applied state I. A study of the dislocation behaviour in the surface region and in the bulk*. phys.stat.sol., **39** (1) (1970) 317
- [Mug86] H. Mughrabi. *Hundert Jahre Bauschinger-Effekt*. Zeitschrift für Metallkunde, (77) (1986) 703...707
- [Mug01] H. Mughrabi. *Zur Dauerfestigkeit im Bereich extrem hoher Bruchlastspielzahlen*. HTM Härterei-technische Mitteilungen, **56** (2001) 300
- [Nie83] R.M. Nieminen. *Defect and Surface Studies with Positrons*. In W. Brandt und A. Dupasquier, Hg., *Proceedings of the International School of Physics "Enrico Fermi" – Positron Solid State Physics*. North Holland, Amsterdam (1983) S. 359–407
- [NO80] R. M. Nieminen und J. Oliva. Phys. Rev., **B** (22) (1980) 2226
- [Pau83] R. Paulin. *Implantation of Fast Positrons*. In W. Brandt und A. Dupasquier, Hg., *Proceedings of the International School of Physics "Enrico Fermi" – Positron Solid State Physics*. North Holland, Amsterdam (1983) S. 565–580
- [PC53] J.R. Patel und M. Cohen. *Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation*. Acta Metallurgica, **1** (1953) 531
- [Pet94] G. Petzow. *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*. Borntraeger Verlag, Berlin, Stuttgart, 6. Auflage (1994) S. 178–185
- [PLK96] M. Peters, C. Leyens und J. Kumpfert. *Titan und Titanlegierungen*. Informationsgesellschaft Verlag (1996)
- [PN94] M.J. Puska und R.M. Nieminen. *Theory of Positrons in Solids and on Solid Surfaces*. Rev.Mod.Phys., **66** (3) (1994) 841
- [RS97a] M. Riehle und E. Simmchen. *Grundlagen der Werkstofftechnik*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1997)
- [RS97b] M. Riehle und E. Simmchen. *Grundlagen der Werkstofftechnik*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1997) S. 273
- [Saa61] G. Saada. Acta Metall., (9) (1961) 166

- [SB] R.O. Simmons und R. W. Balluffi
- [Sch81] H. E. Schäfer. *Gitterlücken und Positronenzerstrahlung in Metallen*. Habilitationsschrift, Universität Stuttgart (1981)
- [Sch92] W. Schilling. *in: Bermann und Schäfer: Lehrbuch der Experimentalphysik*, Band 6. Walter de Gruyter (1992) S. 297
- [See55] A. Seeger. *Philos. Mag.*, **46** (1955) 1194
- [Sev93] J.G. Sevillano. *Materials Science and Technology*, Band 6. Springer (1993) S. 19
- [SKK99] T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg und B. Kieback. *Positron Annihilation in Fine-Grained Materials and Fine Powders — an Application to Sintering of Technically used Metal Powders*. *J. Mater. Sci.*, **34** (1999) 3833
- [SL88] P.J. Schultz und K.G. Lynn. *Interaction of Positron Beams with Surfaces, thin Films, and Interfaces*. *Rev.Mod.Phys.*, **60** (3) (1988) 701
- [SMK⁺01] O. Schauerte, D. Metzner, R. Krafzig, K. Bennewitz und A. Kleemann. *Fahrzeugfedern - Federleicht. Erster Serieneinsatz einer Achsschraubenfeder aus Titan*. *ATZ Automobiltechnische Zeitschrift*, **103**
- [Som96] B. Somieski. *Positronenlebensdauerspektroskopie an mechanisch geschädigten Eisenlegierungen*. Dissertation, Technische Fakultät der Universität des Saarlandes und Martin-Luther Universität Halle-Wittenberg, Halle/Saale, Germany (1996)
- [Sta96] T. Staab. *Positronenlebensdauerspektroskopieuntersuchungen zum Sinterprozeß in Metallpulverpreßlingen — Der Einfluß von Gefüge und Mikrostruktur auf den Materialtransport*. Dissertation, Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät der Martin-Luther Universität Halle-Wittenberg, Halle/Saale, Germany (1996)
- [Wes73] R. N. West. *Advances in Physics*. **22** (1-6) (1973) 263
- [WHHM98] T. Wider, S. Hansen, U. Holzwarth und K. Maier. *Sensitivity of positron annihilation to plastic deformation*. *Phys. Rev.*, **57** (9) (1998) 5126
- [Wid97] T. Wider. *In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer*. Diplomarbeit, Universität Bonn, ISKP (1997)
- [Wid99] T. Wider. *Der Einfluß von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung*. Dissertation, Universität Bonn, ISKP (1999)
- [WMH99] T. Wider, K. Maier und U. Holzwarth. *Temperature-dependent positron trapping in copper and aluminium tubes after tensile deformation*. *Phys. Rev.*, **60** (1) (1999) 179

- [Wöh58] A. Wöhler. *Bericht über die Versuche, welche auf der Königlich-Niederschlesischen-Märkischen Eisenbahn mit Apparaturen zum Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt, angestellt wurden.* Zeitschrift für Bauwesen, **8** (1858) S.642–652
- [Woo58] W.A. Wood. *Recent observations on fatigue fracture in metals.* ASTM STP, **237** (1958) 110...121
- [Zam02] C. Zamponi. *Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern.* Dissertation, Universität Bonn, ISKP, Bonn, Germany (2002)
- [Zwi74] U. Zwicker. *Titan und Titanlegierungen*, Band 21 von *Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellungen.* Springer (1974)