

Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen  
und Spanwurzeln

**Dissertation**

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch – Naturwissenschaftlichen - Fakultät

der

Rheinischen Friedrich – Wilhelms – Universität

Bonn

vorgelegt von

Mathias Haaks

aus Bonn

Bonn, im Juni 2003

## Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die plastische Verformung in der verfestigten Zone vor Rißspitzen in verschiedenen Metallen und in Spanwurzeln aus der Hochgeschwindigkeitszerspannung (HSC) am Werkstoff C45E untersucht.

Das Positron dient dabei als Sondenteilchen zum zerstörungsfreien Nachweis von Defekten im kristallinen Aufbau. Ausgewertet wurde der S-Parameter als Maß für die Doppler-Verbreiterung der Annihilationslinie. Für die Messungen wurde die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) verwendet, ein langsamer Positronenstrahl für Untersuchungen im Mikrometerbereich. Im Zeitraum dieser Arbeit wurden viele Teile der BPM neu konzipiert und konstruiert.

Durch eine Neukonstruktion der Positronenquelle konnte die Zählrate deutlich gesteigert werden. Eine neue Moderatorgeometrie, welche Transmissions- und Reflexionsmoderation kombiniert, führte zu einer Verbesserung der Ausbeute an moderierten Positronen und damit zu einer weiteren Steigerung der Zählrate. Damit ist es nun möglich, orts aufgelöst 2-dimensionale Abbildungen der Fehlstellendichte in Reihenuntersuchungen anzufertigen.

Proben für Messungen mit langsamen Positronen erfordern eine sorgfältigere Präparation, als sonst in der Metallographie üblich, da wegen der hohen Empfindlichkeit der Methode bereits geringste, durch Schleifen oder Polieren verursachte Verformungen wenige Mikrometer unter der Oberfläche zu einer Verfälschung des Meßsignals führen. Daher wurde nach Verfahren gesucht, um einen definierten Ausgangszustand für spätere Verformungsexperimente zu erhalten. Die bei der Probenpräparation auftretenden Fehlerquellen wurden analysiert und eine Standard Präparationsmethode zur Probenvorbereitung für die Positronenspektroskopie entwickelt.

Nach der Formgebung folgt ein mechanisches Schleifen und Polieren. Die dadurch eingebrachte Verformung, sowie unter der Oberfläche zurückbleibende Schleifmittel werden dann chemisch oder elektrochemisch entfernt. Eine Wärmebehandlung bringt die Probe schließlich in einen definierten Ausgangszustand.

Die Empfindlichkeit des S-Parameters auf die plastische Verformung wird zunächst an Zugversuchen bestimmt. Aus in-situ Messungen am Eisenwerkstoff C45E konnte ein Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und der Verfestigung bestimmt werden. Da die Verfestigung mit der Quadratwurzel der Versetzungsdichte korreliert, kann indirekt ein linearer Zusammenhang zwischen S-Parameter und Versetzungsdichte abgeleitet werden.

An Ermüdungsrissen in verschiedenen metallischen Proben in CT-Geometrie (Compact Tension) sowie an Anrissen in ermüdeten Umlaufbiege-Proben wurde die erhöhte Fehlstellendichte in der plastischen Zone analysiert. Dabei konnte die plastische Zone durch Messung des S-Parameters abgebildet werden. Wegen der hohen Empfindlichkeit der Positronen für Gitterfehler konnten dabei auch die schwach deformierten Bereiche am Rand der plastischen Zone erfaßt werden. Damit ist es erstmals gelungen, die plastische Zone in der gesamten Ausdehnung des verfestigten Bereichs abzubilden.

Die Prozesse bei der Zerspanung mit hohen Schnittgeschwindigkeiten sind ein bis heute nicht komplett verstandenes Gebiet. Insbesondere sind die Verformungsvorgänge und der Temperatureinfluß in den Scherzonen bei der Spanbildung bisher nicht aufgeklärt. Durch bildgebende Messung des S-Parameters an Spanwurzeln aus der Hochgeschwindigkeitszerspanung im Modellwerkstoff C45E gelang es erstmals, die Verformungs- und Scherzonen direkt abzubilden. Aus den 2-dimensionalen Abbildungen der Spanwurzeln konnte der Einfluß der Prozeßparameter Schnittgeschwindigkeit und Schnitttiefe auf die Schädigung in der Randzone untersucht werden. Es zeigt sich, daß die Schädigungstiefe in der Randzone unabhängig von der Schnittgeschwindigkeit ist, jedoch mit zunehmender Schnitttiefe ansteigt.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Gitterfehler und Plastizität</b> .....	<b>3</b>
2.1	Gitterfehler.....	3
2.1.1	Punktdefekte .....	3
2.1.2	Versetzungen .....	4
2.1.3	Höherdimensionale Gitterfehler .....	7
2.2	Plastizität.....	7
2.2.1	Zugversuch.....	8
2.2.2	Wechselverformung.....	10
2.2.3	Bruchmechanik .....	11
<b>3</b>	<b>Spanabhebende Verfahren</b> .....	<b>15</b>
3.1	Mechanische Grundlagen der Zerspanung .....	15
3.2	Spanformen.....	17
3.3	Temperatureinfluß auf das Schnittverhalten.....	17
3.4	Zerspanung bei hohen Schnittgeschwindigkeiten.....	18
<b>4</b>	<b>Positronen im Festkörper</b> .....	<b>22</b>
4.1	Wechselwirkung von Positronen mit Materie.....	22
4.2	Observablen.....	24
4.3	Wechselwirkung von Positronen mit Fehlstellen .....	27
4.4	Auswertung der Energiespektren .....	29
4.5	Korrektur auf die apparative Auflösung.....	31
<b>5</b>	<b>Die Bonner Positronenmikrosonde</b> .....	<b>33</b>
5.1	Von den ersten Gehversuchen zu einem zuverlässigen Laborgerät.....	33
5.2	Die Bonner Positronenmikrosonde im Überblick.....	34
5.3	Moderation von Positronen.....	35
5.4	Quelle und Moderator .....	36
5.5	Strahlführung und Positronendetektoren.....	39
5.6	Elektronenstrahlofen in der Probenkammer .....	42
5.7	Ortsaufgelöster Nachweis von Positronen im Mikrometerbereich.....	43

<b>6</b>	<b>Fehlerquellen bei der Probenpräparation.....</b>	<b>46</b>
6.1	Verformungszustand von Metallen "wie geliefert" .....	46
6.2	Wasserstoffeintrag durch chemisches Polieren.....	47
6.3	Relaxation von Gitterfehlern in hochreinen Metallen bei RT.....	48
6.4	Diskussion.....	52
6.5	Eine Standard Probenpräparation für PAS-Messungen .....	55
<b>7</b>	<b>Messungen .....</b>	<b>56</b>
7.1	Thermisches Ausheilen von Gitterfehlern .....	56
7.2	Zugversuche .....	57
7.3	Ermüdungsrisse .....	60
7.3.1	Austenitischer Stahl X6 CrNiTi18-10.....	60
7.3.2	Technisches Kupfer (SF-Cu) .....	63
7.3.3	Titanlegierung TiAl6V4 .....	65
7.4	Hochgeschwindigkeitszerspanung.....	66
7.4.1	Probenherstellung .....	67
7.4.2	Übersicht über die Messungen.....	70
7.4.3	Positronenspektroskopie an Span und Spanwurzel .....	70
7.4.4	Vergleich mit der Vickers-Härte .....	72
7.4.5	Die Randzone bei unterschiedlichen Schnittgeschwindigkeiten .....	73
7.4.6	Die Randzone bei unterschiedlichen Schnitttiefen .....	73
7.4.7	Entfestigung bei $v_c = 2400$ .....	76
<b>8</b>	<b>Diskussion .....</b>	<b>77</b>
8.1	Thermisches Ausheilen der Defekte .....	77
8.2	S-Parameter und Verfestigung .....	78
8.3	Die plastische Zone.....	80
8.4	Hochgeschwindigkeitszerspanung.....	83
<b>9</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>87</b>
<b>10</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>93</b>
A.	Verlaufdiagramm der Untergrundkorrektur.....	93
B.	Probenpräparation: Übersicht über chemische Polituren und Ausheiltemperaturen für einige ausgewählte Metalle.....	94

# Kapitel 1

## Einleitung

Viele physikalischen und technischen Eigenschaften der Festkörper werden durch Fehler im geordneten kristallinen Aufbau bestimmt. So wird zum Beispiel die mechanische Festigkeit und der elektrische Widerstand von Metallen durch Kristallbaufehler beeinflusst.

Das plastische Verhalten eines Werkstoffs basiert allein auf der Bewegung von Versetzungen im Kristallgitter. Durch Wechselwirkung der aktivierten Gleitsysteme mit unbeweglichen Versetzungen auf anderen Gleitebenen (z.B. Waldversetzungen) oder anderen Gitterfehlern (Leerstellen-Clustern, fremdphasige Ausscheidungen) kommt es zur Versetzungsmultiplikation und damit zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte (OROWAN-Prozeß, FRANK-REED-Quelle). Dabei entstehen Leerstellen durch Jog-Dragging, dem Hinterherziehen unbeweglicher Sprünge auf der Versetzungslinie. Beim Klettern von Versetzungen zwischen verschiedenen Gleitebenen werden Leerstellen und Zwischengitteratome an die Versetzungslinie angelagert. Bei zunehmender plastischer Verformung steigt nicht nur die Versetzungsdichte, sondern auch die der an ihnen assoziierten Leerstellen an, wobei die Anzahl der Leerstellen pro Linienlänge als konstant angenommen wird. Die Dichte assoziierter Leerstellen steigt also proportional mit der Versetzungsdichte an.

Ein in das Material eingebrachtes Positron diffundiert während seiner Lebensdauer als freies Sondenteilchen durch den Festkörper. Von den positiv geladenen Atomrümpfen abgestoßen ist seine Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter am höchsten. Leerstellen wirken als tiefe Fallen auf thermalisierte Positronen, aus denen sie aufgrund ihrer geringen kinetischen Energie ( $E_{kin} \approx 0.04$  eV bei RT) nicht mehr entweichen können. Die große Beweglichkeit führt zu einer hohen Empfindlichkeit der Positronen gegenüber Gitterdefekten. Beispielsweise können leerstellenartige Defekte in Metallen schon ab einer Konzentration von  $10^{-7}$  bis  $10^{-6}$  Defekte pro Atom nachgewiesen werden.

Die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) ist ein langsamer, energievariabler Positronenstrahl mit einem Strahldurchmesser im Mikrometerbereich. Damit bietet sie die Möglichkeit, Defekte in Festkörpern, wie Leerstellen, Versetzungen und Leerstellen-Cluster ortsauflöst und zerstörungsfrei zu untersuchen.

Wegen der hohen Empfindlichkeit der Positronen muß der Probenpräparation eine besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden. Die ansonsten üblichen Verfahren, wie sie in der Metallographie zur Anwendung kommen, hinterlassen Spuren auf und unter der Probenoberfläche. Zum Beispiel werden durch Trennen, Schleifen und Polieren Versetzungen in die oberflächennahe Schicht eingebracht, die eine spätere Messung mit Positronen beeinflussen. Ebenfalls können nach dem Polieren Schleifmittel unter der Probenoberfläche zurückbleiben, welche die Messung wesentlich verfälschen.

Werkstoffe, die einer Wechselbeanspruchung unterliegen, ermüden im Laufe ihrer Einsatzdauer, es kommt dann zur Rißbildung und schließlich zum Bruch. Das Ermüdungsverhalten sowie der Rißfortschritt werden wesentlich von dem plastisch verformten Bereich vor der Rißspitze, der plastischen Zone, bestimmt. Während spröde Materialien keine plastische Zone besitzen, ist sie bei duktilen Materialien (u.a. Metalle) sehr ausgeprägt. Die räumliche Ausdehnung der plastischen Zone sowie ihre Form kann mit der Methode der orts aufgelösten Positronenspektroskopie bestimmt werden.

Zur Zeit ist die Hochgeschwindigkeitszerspannung (high speed cutting HSC) Gegenstand intensiver Forschung seitens der Industrie und der Ingenieurwissenschaften. Dennoch sind die Vorgänge der Spanbildung bei hohen Schnittgeschwindigkeiten nicht abschließend geklärt, und die Spanbildungsmechanismen werden kontrovers diskutiert. Selbst eine genaue Definition des Begriffs Hochgeschwindigkeitszerspannung gegenüber herkömmlichen Schnittgeschwindigkeiten ist bis heute noch nicht gegeben.

Während des Schnittprozesses kommt es zu einer Umformung des Metalls in der Spanwurzel direkt vor der Werkzeugschneide. Dabei wird das Material nicht nur plastisch verformt, sondern ein Großteil der mechanischen Arbeit wird in Wärme umgesetzt. Die Wärmeentwicklung in der Spanwurzel kann so groß werden, daß die entstehende Wärmemenge nicht schnell genug über den Span und das Werkstück abtransportiert wird, und es zu einer Entfestigung in der Spanwurzel kommt.

Von besonderem Interesse ist die Mikrostruktur der sogenannten Randzone, der Oberfläche, die nach der spannenden Bearbeitung zurück bleibt. So hängt die Betriebsfestigkeit der Bauteile unter schwingender oder korrosiver Belastung von den physikalischen Eigenschaften der Randzone ab. Mikrorisse und andere Defekte können Ausgangspunkte für das Versagen unter schwingender Belastung aber auch Angriffspunkte für die Oberflächenkorrosion sein.

Mit der orts aufgelösten Positronenspektroskopie bietet sich die Möglichkeit, die Verformung in einem Querschnitt durch Span und Spanwurzel von HSC-Proben abzubilden. Dabei können die einzelnen Verformungszonen sowie die Schädigungstiefe in der Randzone bestimmt werden. Ebenfalls läßt sich die Entfestigung im Span und in der Randzone durch die Wärmeeinwirkung nachweisen.

# Kapitel 2

## Gitterfehler und Plastizität

### 2.1 Gitterfehler

In der Realität existieren keine fehlerfreien, idealen Festkörper, sondern ausschließlich solche, die eine Vielzahl von Störungen des Kristallgitters aufweisen. Diese Gitterfehler bestimmen entscheidend die physikalischen und technischen Eigenschaften der Materialien. Die verschiedenen Fehlstellentypen lassen sich entsprechend ihrer Dimension klassifizieren.

#### 2.1.1 Punktdefekte

Unter dem Begriff Punktdefekte werden Einfachleerstellen, Zwischengitteratome sowie Fremdatome entweder auf Gitterplätzen oder im Zwischengitter zusammengefaßt (siehe Abbildung 2.1). Leerstellen und Zwischengitteratome im Nichtgleichgewicht können durch plastische Verformung, Teilchenbestrahlung, aber auch thermisch aktiviert gebildet und dann eingeschreckt werden.

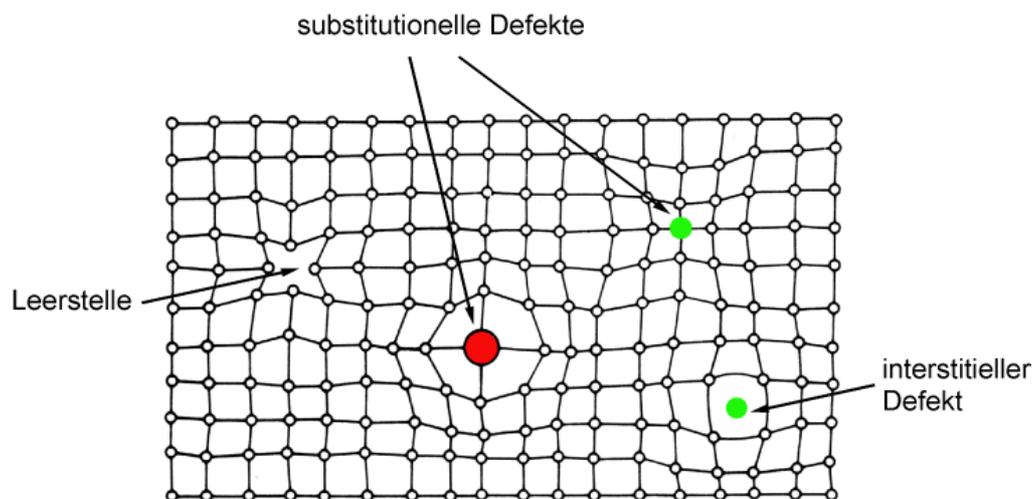


Abbildung 2.1: Schema eines kubisch primitiven Gitters mit unterschiedlichen Punktdefekten. Solche Gitterfehler können zu einer weitreichenden elastischen Verzerrung des Gitters führen.

Fremdatome sind im Festkörper als natürliche Verunreinigungen oder absichtlich eingebracht als Legierungselemente oder Dotierung vorhanden, wobei die Konzentration an natürlichen Verunreinigungen bei den reinsten erhältlichen Metallen zwischen  $10^{-4}$  und  $10^{-6}$  pro Atom liegt.

Die Konzentration  $C_{IV}$  von Leerstellen im thermodynamischen Gleichgewicht folgt einer BOLTZMANN-Verteilung

$$C_{IV} = e^{-\frac{H_{IV}^F}{k_B T}} e^{\frac{S_{IV}^F}{k_B}},$$

wobei  $H_{IV}^F$  die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie und  $S_{IV}^F$  die Entropie ist.  $H_{IV}^F$  ist für viele Metalle unter anderem aus Positronen-Annihilations-Messungen bekannt, während man  $S_{IV}^F$  aus theoretischen Überlegungen gewinnen [Sch81, Sch87] oder durch Messung der absoluten Leerstellenkonzentration bestimmen kann [Heh94]. Typische Werte für  $H_{IV}^F$  reichen z.B. von  $\sim 0.4$  eV (Cadmium) über  $\sim 1.6$  eV ( $\alpha$ -Eisen) bis  $\sim 3.6$  eV (Wolfram) [Got98, LB91, Sch81]. Typische Werte für die Entropie  $S_{IV}^F$  bei Metallen liegen zwischen  $0.6 k_B$  und  $1.5 k_B$  [LB91, Sch81].

Durch plastische Verformung entstandene Leerstellen beginnen bei ausreichend hohen Temperaturen über Platzwechselprozesse zu diffundieren und annihilieren mit Zwischengitteratomen oder an den Grenzflächen (Phasengrenzen, Korngrenzen, Oberfläche). Dieser thermisch aktivierte Ausheilprozeß hängt von der Leerstellen-Wanderungs-Enthalpie  $H_{IV}^M$  im entsprechenden Material ab. Für Nickel gilt beispielsweise  $H_{IV}^M \approx 1.04$  eV, daher sind Leerstellen in Nickel bei Raumtemperatur nahezu unbeweglich [Ehr86].

Versuche an hochreinen Metallen (mindestens 5N<sup>1</sup>) haben aber gezeigt, daß unabhängig vom Schmelzpunkt ein Ausheilen eines Anteils der Leerstellen bei Raumtemperatur stattfindet (siehe Kap. 6.3). Dies läßt auf ein breites Wanderungsenergiespektrum mit einem nicht verschwindenden Anteil von Leerstellen schließen, deren Diffusion bei RT aktiviert werden kann.

## 2.1.2 Versetzungen

Versetzungen sind eindimensionale linienförmige Fehler des Kristallgitters, die keinen Endpunkt im Inneren des Gitters haben können. Versetzungslinien sind entweder zu Ringen geschlossen, oder haben einen Endpunkt an einer Grenzfläche oder der Kristalloberfläche. Eine Versetzung wird durch die Richtung der Versetzungslinie  $\vec{s}$  und den BURGERS-Vektor  $\vec{b}$  bestimmt (siehe Abbildung 2.2). Steht  $\vec{b}$  senkrecht auf  $\vec{s}$ , handelt es sich um eine Stufenversetzung, sind  $\vec{b}$  und  $\vec{s}$  parallel, handelt es sich um eine Schraubenversetzung. Beide Versetzungstypen kommen normalerweise nicht rein vor, sondern die Versetzungslinie ist gekrümmt, was als Überlagerung der beiden Typen verstanden werden kann [Hul84, Got98].

In vollständig ausgeheilten Metallen liegt die Versetzungsdichte zwischen  $\rho = 10^{10}/\text{m}^2$  und  $\rho = 10^{12}/\text{m}^2$ . In stark kaltverformten Metallen kann sie bis auf  $\rho = 10^{16}/\text{m}^2$  steigen [Joh92].

Unter Einwirkung einer äußeren Kraft können sich Versetzungen bewegen. Diese Bewegung wird Gleiten genannt und ist für die plastische Verformbarkeit der

<sup>1</sup> 5N bedeutet eine Reinheit von 99.999%

Metalle verantwortlich. Makroskopisch führt die Versetzungsbewegung zu Gleitlinien auf der Kristalloberfläche (siehe auch Abbildung 7.5).

Mikroskopisch gesehen bewegt sich die Versetzung in einem periodischen Potential, dem PEIERLS-Potential. Die zur Aktivierung der Bewegung zu überwindende PEIERLS-Spannung  $\tau_p$  berechnet sich nach folgender Gleichung:

$$\tau_p \sim Ge^{\frac{d}{b}}$$

Hierbei ist  $G$  der Schubmodul,  $d$  der Gleitebenenabstand und  $b$  der Betrag des BURGERS-Vektors. Da  $\tau_p$  exponentiell von  $d$  abhängt, werden die niedrig indizierten Gleitebenen, die sog. Hauptgleitebenen bei der Bewegung bevorzugt, da ihr Abstand am geringsten ist [Got98]. Durch ungleichmäßiges Gleiten entstehen Stufen innerhalb der Gleitebene, sogenannte Kinken (siehe Abbildung 2.3, links).

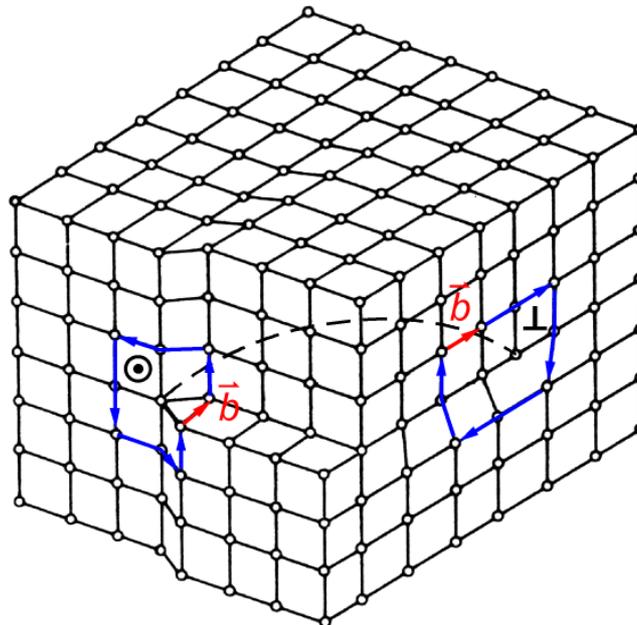


Abbildung 2.2: Teil einer Versetzungslinie im kubisch primitiven Gitter. Je nach Richtung hat die Versetzung den Charakter einer Stufenversetzung  $\Gamma$  oder einer Schraubenversetzung  $\Theta$ . Die BURGERS-Vektoren  $\vec{b}$  sind in rot eingezeichnet.

Außer in der Gleitebene können sich Versetzungen auch quer dazu bewegen. Durch diese, Klettern bzw. Quergleiten genannten Prozesse entstehen Stufen zwischen verschiedenen Gleitebenen [Kle90], die man als Jogs bezeichnet (siehe Abbildung 2.3, rechts). Zur Aktivierung des Kletterns sind thermische Leerstellen im Kristall notwendig. Beim Klettern von Stufenversetzungen werden je nach Orientierung Leerstellen bzw. Zwischengitteratome emittiert bzw. absorbiert. Die zur Leerstellenerzeugung notwendige Energie wird durch die bei der Verformung geleistete mechanische Arbeit zur Verfügung gestellt. Leerstellen und Zwischengitteratome entstehen ebenfalls beim sog. Jog-Drugging, dem hinterherziehen unbeweglicher Sprünge auf Schraubenversetzungen [Saa61].

Versetzungen erzeugen ein weitreichendes elastisches Spannungsfeld, welches mit  $1/r$  abfällt. Dadurch kommt es zu einer Reihe von Wechselwirkungen der Versetzun-

gen untereinander und mit anderen Gitterdefekten. Die dabei entstehenden Reaktionsprodukte sind teilweise unbeweglich und stellen Hindernisse für die weitere Versetzungsbewegung dar [Hul84, See65]. Durch die Anhäufung unbeweglicher Hindernisse (Waldversetzungen) während der plastischen Verformung kommt es zu einer makroskopischen Verfestigung des Festkörpers [Vol89].

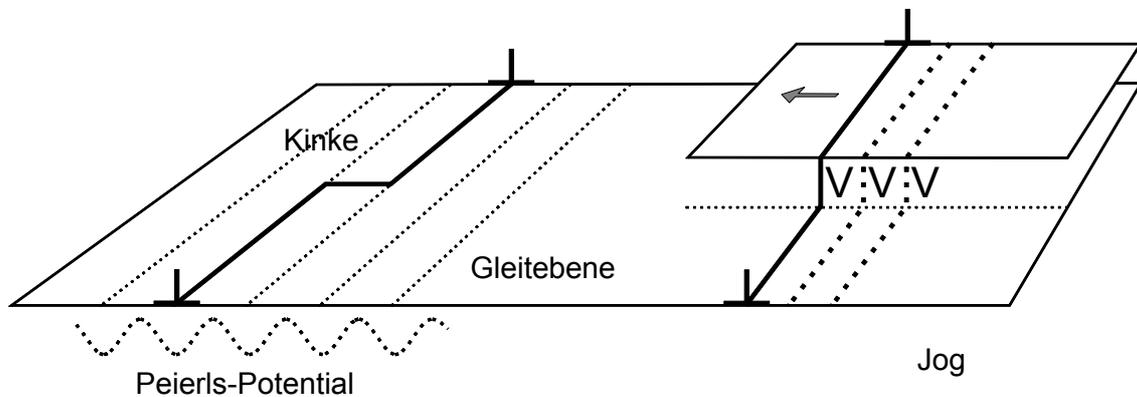


Abbildung 2.3: Stufen in der Versetzungslinie. Links: ungleichmäßiges Gleiten innerhalb der Gleitebene bildet eine Kinke. Rechts: Klettern zwischen zwei benachbarten Gleitebenen führt zum Jog. Die beim Sprung emittierte Leerstelle ist mit V bezeichnet. Durch das Hinterherziehen von Jogs (Jog-Dragging) werden Leerstellen emittiert.

Mit zunehmender plastischer Verformung steigt die Versetzungsdichte stark an. Die Ursache dafür sind versetzungserzeugende Mechanismen, wie die FRANK-REED-Quelle und das Abschnüren von Versetzungsringen an unbeweglichen Hindernissen im Kristallgitter (OROWAN-Mechanismus) [Oro34]. Dem Anstieg der Versetzungs- und auch Leerstellendichte entspricht makroskopisch ein Anstieg der Schubspannung  $\tau$  bei konstanter Dehnungsrate, die Verfestigung. Der folgende, von TAYLOR 1934 gefundene Zusammenhang erlaubt eine Abschätzung der Versetzungsdichte  $\rho$  aus der Schubspannung  $\tau$  [Tay34]:

$$\rho = \left( \frac{\tau}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2.$$

Hierbei ist  $G$  der Schubmodul,  $b$  der Betrag des BURGERS-Vektors und  $\alpha$  eine geometrische Konstante. Je nach Verfestigungsmechanismus liegt  $\alpha$  zwischen 0.3 und 0.5. Dieser Zusammenhang setzt jedoch eine homogene Versetzungsdichte voraus, was nur im Bereich kleiner Versetzungsdichten gültig ist.

Für einen Zugversuch an polykristallinen Werkstoffen kann die Verfestigung als Zunahme der Fließgrenze  $\Delta R_V$  nach

$$\Delta R_V \sim \sqrt{\rho}$$

abgeschätzt werden, sofern keine Verformungstextur vorliegt und ein linearer Zusammenhang zwischen Schubspannung  $\tau$  und Zugspannung  $\sigma$  bestehen bleibt (TAYLOR-Faktor).

### 2.1.3 Höherdimensionale Gitterfehler

Neben Leerstellen und Versetzungen kommen weitere Fehlstellen in der Kristallstruktur der Festkörper vor, die zwei- oder dreidimensional sind und meistens keine einheitliche Struktur haben.

Korngrenzen trennen Bereiche gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung voneinander. Bei Orientierungsunterschieden kleiner als  $4^\circ$  spricht man von einer Kleinwinkel-Korngrenze, die aus einer stabilen Konfiguration von Versetzungen aufgebaut ist. Korngrenzen mit einem größeren Kipp- oder Drehwinkel werden Großwinkel-Korngrenzen genannt und sind nicht so einfach zu beschreiben.

Sind die angrenzenden Kristallite nicht nur anders orientiert, sondern besitzen sie auch eine unterschiedliche chemische Zusammensetzung, spricht man von einer Phasengrenze. Man unterscheidet hier, je nach Kompatibilität der Gitterkonstanten, zwischen kohärenten, teilkohärenten und inkohärenten Phasengrenzen.

Wie die Korngrenzen stellen auch Phasengrenzen ein unüberwindbares Hindernis für die Versetzungsbewegung sowie eine Senke für diffundierende Leerstellen dar. Auf diesem Mechanismus beruht die Ausscheidungshärtung einer Reihe technisch üblicher Buntmetallegerungen.

Nichtgleichgewichts-Leerstellen, die zu wandern beginnen haben die Tendenz, sich zu sogenannten Leerstellen-Clustern zusammenzuschließen, wobei sich dreidimensionale Hohlräume ausbilden, deren Größe zwischen wenigen Ångström und einigen Nanometern liegen kann. Die kleineren Leerstellen-Cluster kollabieren ab einer bestimmten Temperatur zu einem energetisch günstigerem, geschlossenen Versetzungsring, im Extremfall zu einem Stapelfehlertetraeder.

## 2.2 Plastizität

Die Verformung von Metallen besteht aus einem reversiblen elastischen und einem irreversiblen plastischen Anteil, welcher auf der Bewegung und Erzeugung von Versetzungen beruht und damit dauerhaft Gefüge und Textur verändert. Viele technisch wichtige Materialeigenschaften, wie Härte, Zugfestigkeit, Zerspanbarkeit, etc. hängen vom plastischen Verformungszustand des Materials ab.

Zur Charakterisierung des plastischen Verhaltens lassen sich verschiedene Verfahren anwenden, die physikalisch definierte Größen liefern, z.B. der Zug- oder Druckversuch, sowie das Wechselverformungsexperiment. Eine Reihe weiterer technischer Prüfverfahren liefern nicht so exakt zu definierte Größen, sind aber für die technische Charakterisierung der Werkstoffe von großer Bedeutung. Dazu gehört z.B. die Härteprüfung nach VICKERS oder BRINELL [DIN00].

## 2.2.1 Zugversuch

Der Zugversuch dient zur Ermittlung des Werkstoffverhaltens bei einachsiger, gleichmäßig über den Querschnitt verteilter Zugbeanspruchung. Beim Zugversuch wird die Zugprobe einer langsam und stetig zunehmenden Verlängerung  $\Delta L$  unterworfen und die dazu erforderliche Kraft  $F$  gemessen. Dabei wird die Dehnrage

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta L}{L} \right)$$

so gering gewählt, daß die Verformung annähernd im Gleichgewicht erfolgt. Die zur Längenänderung nötige technische Zugspannung  $\sigma$  wird aus der Kraft  $F$  und dem Ausgangsquerschnitt  $A_0$  der Probe bestimmt.

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

Dabei wird die Einschnürung der Probe während des Versuchs vernachlässigt. Abbildung 2.4 zeigt den typischen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve für zwei unterschiedliche Materialtypen.

Bei kleinen Spannungen bis zum Erreichen der Streckgrenze erfolgt die Dehnung reversibel und die Spannung hängt linear von der Dehnung ab, was durch das HOOK'sche Gesetz

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

beschrieben wird (elastischer Bereich). Die Proportionalitätskonstante ist hier der Elastizitätsmodul  $E$ . Der Übergang von der elastischen zur plastischen Verformung ist bei vielen Materialien (z.B. unlegierte Stähle: C45E) mit einem diskontinuierlichen Fließen des Werkstoffes verbunden, das in einer Unstetigkeit im  $\sigma - \varepsilon$ -Diagramm (ausgeprägte Streckgrenze) zum Ausdruck kommt. Die dazu gehörende Dehnung wird als LÜDERS-Dehnung  $\varepsilon_L$  bezeichnet. Bei Materialien mit ausgeprägter Streckgrenze sind die Gleitsysteme der Versetzungen durch Ausscheidungen oder Fremdatome blockiert, so daß es bei weiterem Ansteigen der Zugspannung zu einem ruckartigen Losreißen der Versetzungen von diesen Blockaden kommt. Dieses Verhalten führt zu einer oberen Streckgrenze  $\sigma_{SO}$ , bei der die Versetzungsbewegung beginnt und einer unteren Streckgrenze  $\sigma_{SU}$ , bei der die Versetzungsbewegung vollständig aktiviert ist. Werkstoffe mit kontinuierlichem Übergang aus dem elastischen in den plastischen Verformungsbereich (z.B. austenitische Stähle, reines Al, Cu) weisen eine große Zahl von gleitfähigen Versetzungen im Ausgangsmaterial auf. Anstelle der Streckgrenze tritt hier als Werkstoffkenngröße die 0.2%-Dehngrenze  $\sigma_{0.2}$ . Darunter wird diejenige Spannung verstanden, bei welcher nach Entlastung eine bleibende Dehnung von 0.2% erreicht ist. Bei beiden Materialtypen steigt danach im Laufe der Verformung die Spannung weiter an (Verfestigung), erreicht bei der Gleichmaßdehnung  $\varepsilon_G$  ein Maximum  $\sigma_B$  (Zugfestigkeit) und fällt bis zum Erreichen der Bruchdehnung  $\varepsilon_B$  ab [Ber97b, Joh92].

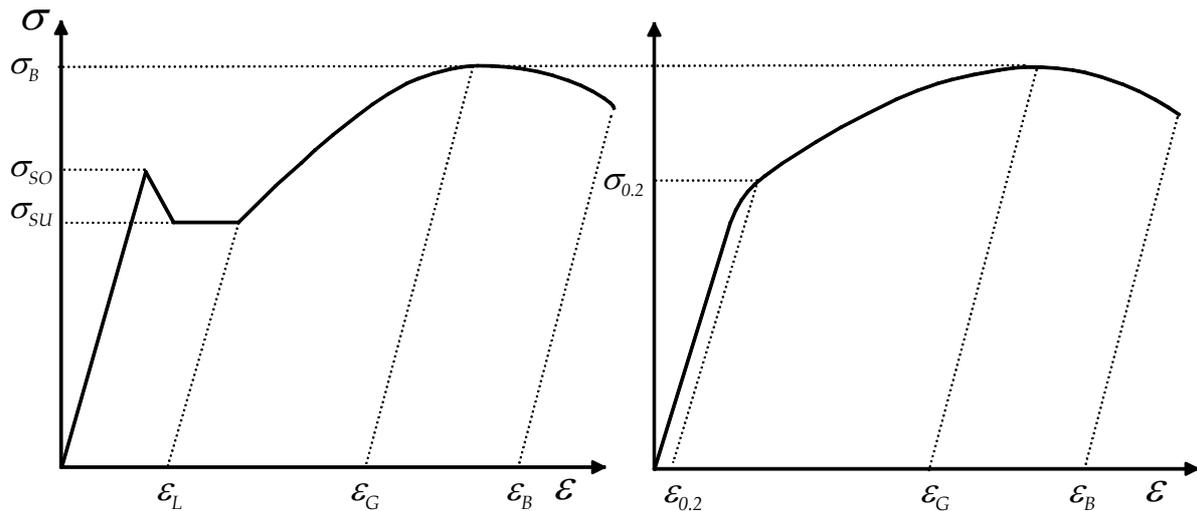


Abbildung 2.4: Typischer Verlauf der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve bei Metallen mit (links, z.B. C45E) und ohne (rechts, reines Al, Cu, austenitische Stähle) ausgeprägte Streckgrenze. Bei kleinen Spannungen im elastischen Bereich vor dem Erreichen der Streckgrenze  $\sigma_{SO}$  bzw.  $\sigma_{0.2}$  verformt sich das Material reversibel und es gilt das HOOK'sche Gesetz. Bei höherer Dehnung  $\epsilon$  setzt plastisches Verhalten ein und die Spannung steigt weiter an, erreicht bei der Gleichmaßdehnung  $\epsilon_G$  ein Maximum  $\sigma_B$  (Zugfestigkeit), und fällt dann bis zum Bruch ab. Die beim Bruch erreichte Dehnung wird als Bruchdehnung  $\epsilon_B$  bezeichnet<sup>2</sup>.

Die wahre Spannung, bei der die Querschnittsverringerung berücksichtigt wird steigt hingegen, anders als die technische Spannung bis zum Bruch kontinuierlich an (Abbildung 2.5). Die wahre Spannung lässt sich berechnen, solange Volumenkonstanz vorausgesetzt werden kann [Got98]:

$$\sigma_w = \frac{F}{A} = \sigma(1 + \epsilon)$$

Ebenso kann eine wahre Spannung  $\epsilon_w$  definiert werden [Lud09]:

$$\epsilon_w = \ln(1 + \epsilon)$$

Diese Beziehungen gelten allerdings nur in Abwesenheit lokaler Einschnürungen oder Risse, das heißt für Spannungen kleiner der Zugfestigkeit und Dehnungen kleiner der Gleichmaßdehnung  $\epsilon_G$ .

<sup>2</sup> Vor allem in der technisch orientierten Literatur finden sich auch folgende Bezeichnungen: Streckgrenze  $R_p$ , obere bzw. untere Streckgrenze  $R_{eH}$  bzw.  $R_{eL}$ , Zugfestigkeit  $R_m$  und Bruchdehnung  $A$  [Dub97].

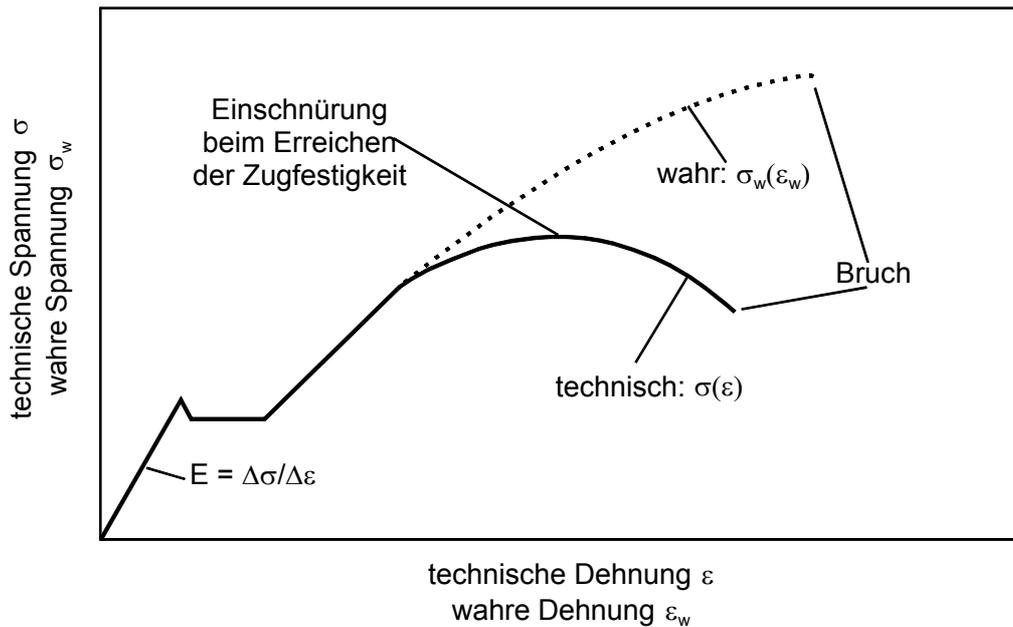


Abbildung 2.5: Technische und wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve für einen typischen unlegierten Stahl. Im Gegensatz zur technischen Spannung  $\sigma$  steigt die wahre Spannung  $\sigma_w$  bis zum Bruch kontinuierlich an. Nach [Mit79].

## 2.2.2 Wechselverformung

Die Wechselverformung ist eine Materialbeanspruchung, die im realen Einsatz beispielsweise bei einem schwingenden Bauteil häufig zu finden ist und auch oft zum Versagen, dem sogenannten Ermüdungsbruch führt. Im Labor wird häufig der symmetrische Zug-Druck-Versuch als Modell hierfür benutzt. Die geeignet eingespannte Probe wird mit konstanter Dehngeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  gedehnt und um den gleichen Betrag gestaucht.

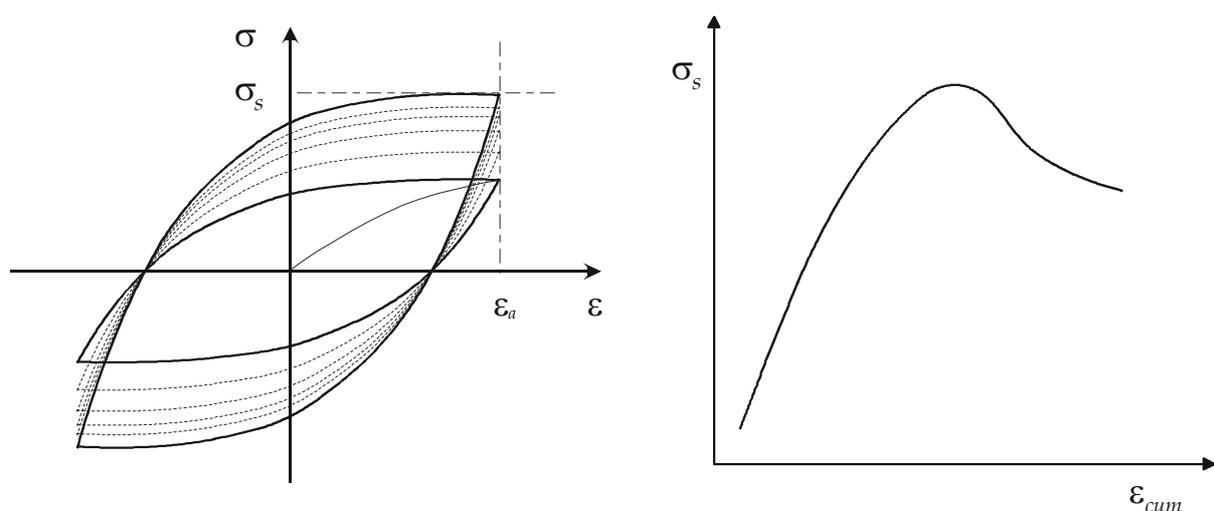


Abbildung 2.6: Links: Idealisierte Hysteresekurven bei einem dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuch. Während des Versuchs steigt die maximale Spannung in der Hysteresekurve  $\sigma_s$  bis zu einem Maximum an. Rechts: Bei einigen, insbesondere bei ausscheidungsgehärteten Materialien kommt es zum Ende des Versuchs zu einer Entfestigung (BAUSCHINGER-Effekt) und  $\sigma_s$  sinkt bis zum Bruch der Probe ab.

Bleibt während des Experiments die Dehnung konstant, wird der Versuch als dehnungskontrolliert bezeichnet. Wird hingegen die Spannung festgehalten, handelt es sich um einen spannungskontrollierten Zug-Druck-Versuch.

Bei einer Auftragung von  $\sigma$  gegen  $\varepsilon$  ergibt sich eine typische Hysteresekurve, in der die Spannungsamplitude während der Verformung ansteigt (Abbildung 2.6). Dieses Verhalten wird als zyklische Verfestigung bezeichnet. Zum Ende des Versuchs findet man oft ein Absinken von  $\sigma$ , die Entfestigung, die dem Ermüdungsbruch vorausgeht. Mikroskopisch weisen wechselverformte Proben meist eine ganz andere Versetzungsanordnung auf als zug- oder druckverformte. Dies liegt daran, daß eine unter Zug entstandene Versetzungsanordnung nach Spannungsumkehr nicht unbedingt stabil ist und die Verfestigung zum Teil wieder verloren geht, was als BAUSCHINGER-Effekt bezeichnet wird [Bau86]. Nach einer gewissen Zahl von Zyklen bilden sich in der Probe scharf lokalisierte Bereiche hoher Versetzungsdichte, die sogenannten persistenten Gleitbänder, in denen das Material leichter verformbar ist als in der umgebenden Matrix. Die Durchstoßpunkte solcher Gleitbänder an der Oberfläche sind häufig Ausgangspunkt für Ermüdungsrisse [Joh92].

Eine Auftragung der Spannungsamplitude gegen den Logarithmus der Zyklenzahl, bei der die Probe bricht, ergibt das WÖHLER-Diagramm [Wöh58]. Um eine ausreichende Statistik im WÖHLER-Versuch zu erhalten ist die Verformung bis zum Bruch an vielen Proben bei unterschiedlicher Belastung notwendig.

### 2.2.3 Bruchmechanik

Bei mechanisch beanspruchten Bauteilen kommt es unter hinreichend großer Belastung zum Bruch. Je nach Werkstoffzustand und Art der Belastung wird das Werkstoffversagen in unterschiedliche Kategorien eingeteilt:

- ▷ Sprödbbruch                      kurzzeitige Belastung, geringe plastische Verformung
- ▷ Duktilbruch                      kurzzeitige Belastung, plastische Verformung
- ▷ Kriechbruch                      langzeitige Belastung
- ▷ Ermüdungsbruch                andauernde Wechselbeanspruchung

Auf die ersten drei Fälle soll hier nicht weiter eingegangen werden. Eine genaue Darstellung findet sich in [Bro78, Dub97, Got98].

Bei einer Belastung, die oberhalb der Dauerfestigkeit eines Werkstoffs liegt, kommt es nach einer gewissen Anzahl von Verformungszyklen zum Bruch des Werkstücks [Wöh58]. Dem Ermüdungsbruch geht das Stadium der Rißbildung und der Rißausbreitung voraus. Soweit es sich nicht um einen oberflächengehärteten Werkstoff oder um ein Verbundmaterial handelt, beginnt die Rißbildung fast immer an der Oberfläche des Werkstücks. Als Rißkeime kommen praktisch alle Störungen der Oberfläche in Frage, wie z.B. Kerben, Kratzer, Grate, Einschlüsse, etc., an denen sich aufgrund der geometrischen Verhältnisse lokale Spannungsmaxima bilden. Aber auch bei einer ideal glatten Oberfläche kommt es zu einer Lokalisierung der Spannung, da sie dem Austritt von Versetzungen keinen Widerstand entgegensetzt [Bro78]. Nach einem einfachen Modell von WOOD ist das Zurückgleiten von aus der

Oberfläche ausgetretener Stufen durch Oberflächenoxidation oder Verfestigung behindert, so daß die Abgleitung bei Lastumkehr auf einer parallelen Gleitebene stattfindet. Die so entstehenden Extrusionen und Intrusionen können als Rißkeime wirken [Woo58].

Die Rißausbreitung wird in drei Stadien unterteilt (siehe Abbildung 2.8). Im Stadium I breiten sich einzelne Mikrorisse in der Umgebung des Rißkeims unter  $45^\circ$  zur Lastrichtung entsprechend der Richtung maximaler Schubspannung aus. Die Rißausbreitung hängt empfindlich von den strukturellen Bedingungen in der Nähe der Rißspitze ab. Hat der Riß eine hinreichende Länge erreicht, verändert sich der Spannungszustand an der Rißspitze von einem Schubspannungszustand in einen Normalspannungszustand und der Riß schwenkt in eine Richtung senkrecht zur äußeren Lastrichtung um. In diesem Stadium II wird der Rißfortschritt von der Spannungskonzentration an der Rißspitze bestimmt und es bildet sich vor der Rißspitze eine Zone mit hoher Versetzungsdichte, die sogenannte plastische Zone aus. Der Radius  $r_{pl}$  der plastischen Zone in Stadium II kann nach einem Modell von IRWIN und BROEK abgeschätzt werden [Irw58, Bro78]:

$$r_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_{krit}^2} = \frac{\sigma^2 a}{2\sigma_{krit}^2}, \text{ mit } K_I = \sigma\sqrt{\pi a}.$$

$\sigma$  ist dabei die angelegte Spannung,  $\sigma_{krit}$  die Streckgrenze,  $a$  die Rißlänge und  $K_I$  der Spannungsintensitätsfaktor mit der Einheit  $MPa\sqrt{m}$ . Wird zusätzlich die Winkelabhängigkeit des Spannungsfeldes berücksichtigt, ergibt sich die in Abbildung 2.7 dargestellte typische berechnete Form der plastischen Zone [Dug60].

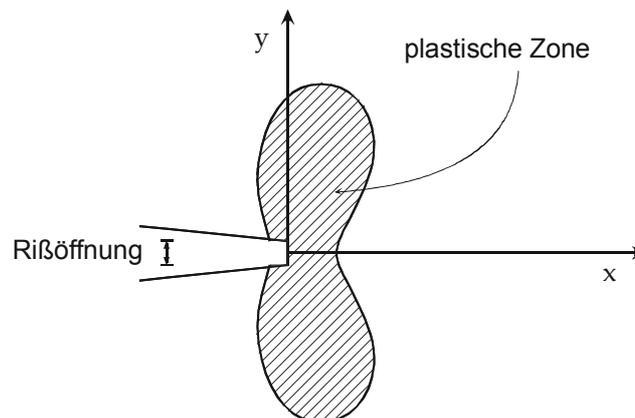


Abbildung 2.7: Typische gerechnete Form der plastischen Zone vor einem Ermüdungsriß nach DUGDALE [Dug60].

In Stadium I und II verläuft die Rißausbreitung stabil, d.h. zur Vergrößerung des Risses ist eine Zunahme der wahren Spannung nötig. In Stadium II findet ein kontinuierliches Rißwachstum statt und der Rißfortschritt pro Verformungszyklus  $da/dN$  wird durch die PARIS-Gleichung [Par64] beschrieben:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^n$$

Dabei sind  $C$  und  $n$  Konstanten, die vom Werkstoff, der Beanspruchung und der Temperatur abhängen.  $\Delta K$  ist der zyklische Spannungsintensitätsfaktor, eine materialabhängige Größe, die von vielen Faktoren, z.B. von der Probengeometrie, dem Rißtyp und der Rißöffnungsart abhängt. Experimentell kann  $\Delta K$  an speziell genormten Proben bestimmt werden, für die der Einfluß der Geometrie abgeschätzt werden kann. Ein Beispiel für eine solche Geometrie ist die Compact-Tension-Probe (CT-Probe, siehe Abschnitt 7.3.1).

Im instabilen Stadium III hat sich der tragende Querschnitt soweit verringert, daß im Restquerschnitt die Zugfestigkeit überschritten wird, und der Riß ohne weitere Erhöhung der Spannung fortschreitet bis schließlich der Bruch eintritt [Ber97, Fin80].

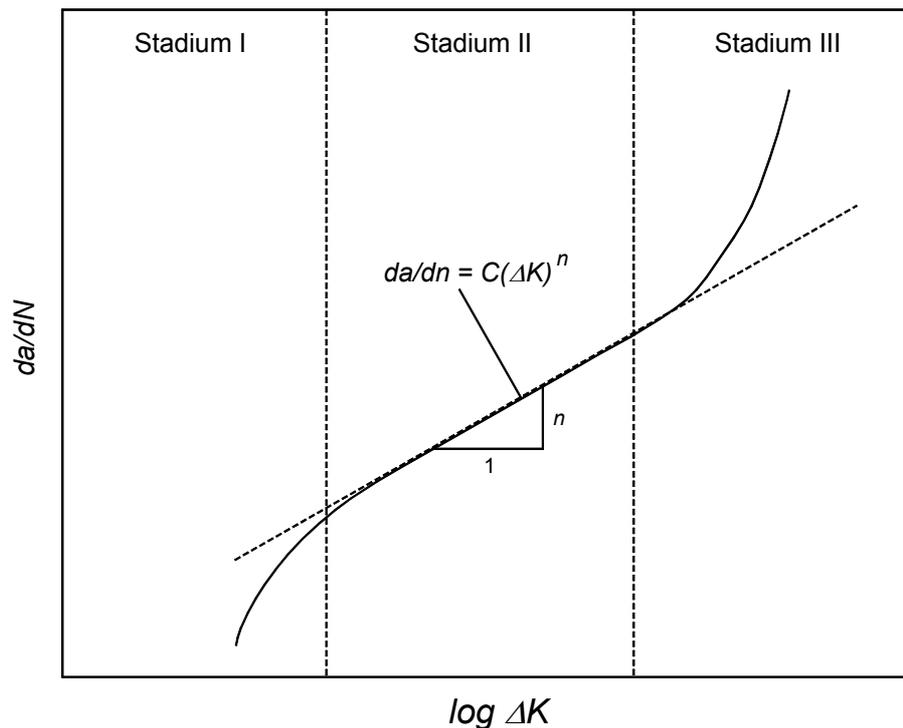


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung der Rißausbreitung  $da/dN$  gegen  $\Delta K$  bei einem Ermüdungsriß in doppeltlogarithmischer Darstellung, nach [Fin80]. Im stabilen Stadium II wird die Rißausbreitung durch die PARIS-Gleichung beschrieben [Par64].

Es gibt verschiedene, unterschiedlich sensitive Methoden, die plastische Zone vor einem Ermüdungsriß zu vermessen.

Die direkteste Methode ist das Auszählen von Gleitlinien unter dem Mikroskop, die sich infolge der plastischen Verformung auf der Oberfläche der Kristallkörner bilden. Die Gleitlinien sind jedoch nur in der nächsten Umgebung der Rißspitze im Bereich starker Verformung zu erkennen, so daß die weit vor der Rißspitze liegenden Bereiche geringerer Versetzungsdichten unerkannt bleiben.

Mittels Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM) läßt sich die Versetzungsdichte zwar auch in diesen Bereichen durch Zählen der Versetzungslinien bestimm-

men, jedoch ist die Probenpräparation für TEM sehr aufwendig, und es ist zudem sehr schwierig aus einer Probe mehrere repräsentative Bereiche erfolgreich zu präparieren. So kann beim Dünnen der Proben mittels Ionenätzen nicht genau vorherbestimmt werden, an welchem Bereich der Probe hinterher eine TEM-Messung möglich sein wird [Wil96].

Eine weitere Möglichkeit stellt die Messung der Oberflächenhärte im Mikrometerbereich nach VICKERS oder BRINELL dar. Jedoch sind auch dieser Methode im Bereich geringer Versetzungsdichten Grenzen gesetzt (vergleiche Abschnitt 8.2 und [Hol01]).

Mittels eines optischen Verfahrens (Quantitative Image Analysis) läßt sich die durch die Rißerzeugung hervorgerufene Oberflächendehnung bestimmen. Dabei wird die Dehnung an der Oberfläche des Bauteils mittels Feldmeßverfahren, wie z.B. der Grauwertkorrelationsanalyse als Verschiebungsvektorfeld dargestellt. Es werden bei definierten Lastzuständen Bilder des Bauteils mit einer Digitalkamera oder einem Raster-Elektronen-Mikroskop aufgenommen und mit entsprechender Korrelationssoftware ausgewertet. Damit ist es möglich, Verformungs- und Bruchvorgänge bis in den Mikrostrukturbereich hinein "in-situ" abzubilden. Dieses Verfahren läßt eine Bestimmung der plastischen Zone auch in Bereichen kleiner Verformungen zu, versagt aber in bei großen Verschiebungsvektoren in der Nähe der Rißspitze [Gok01, Hor03, Mac86].

# Kapitel 3

## Spanabhebende Verfahren

### 3.1 Mechanische Grundlagen der Zerspanung

Die Spanbildung ist näherungsweise als ein plastischer Vorgang anzusehen, der durch den in das Werkstück eindringenden Schneidkeil hervorgerufen wird. Dabei wird der Werkstoff in Form von dünnen Lamellen abgeschert. Diese Lamellen gleiten auf der als Scherebene bezeichneten Ebene ab, die mit der Schnitttrichtung den Scherwinkel  $\Phi$  aufspannt (Abbildung 3.1). Die dem Werkstück gegenüber liegende Seite des Werkzeugs wird als Freifläche bezeichnet, die zum Span hinzeigende als Spanfläche.

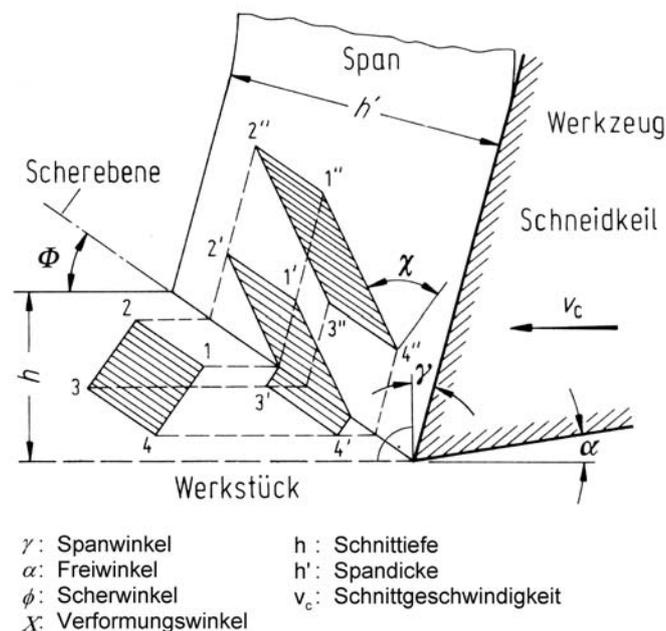
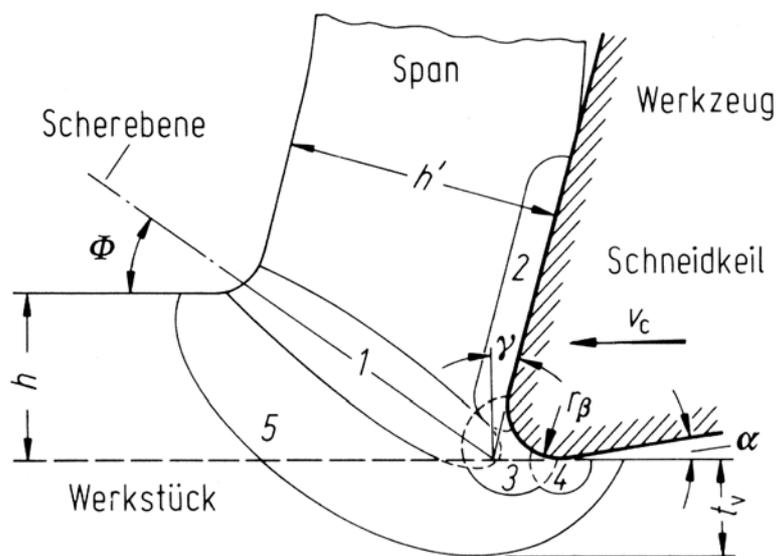


Abbildung 3.1: Plastische Vorgänge bei der Zerspanung [Deg93]. Der Schneidkeil wird durch den Spanwinkel  $\gamma$  und den Freiwinkel  $\alpha$  beschrieben. Durch Eindringen des Werkzeugs in das Werkstück wird das Material plastisch verformt, wobei die Abgleitung über die Scherebene stattfindet. Das Volumenelement (1,2,3,4) im Werkstück wird in das Volumenelement (1'', 2'', 3'', 4'') im Span überführt. Der Verformungswinkel  $\chi$  kennzeichnet die Scherung eines Volumenelements, das die Scherebene durchlaufen hat [Tön97].

Während der Spanbildung erfolgt eine Umorientierung der Kristalle in Gleitrichtung, die in Spanwurzelaufnahmen<sup>3</sup> als Strukturlinien zu erkennen sind. Eine Theorie, die diese Vorgänge beschreibt, wurde von LEE und SCHAFFNER [Lee51, Sch55] aufgestellt und von WEBER umfassend erweitert [Web68]. Ausgehend von der Annahme, daß ein Volumenelement im Werkstück in hinreichendem Abstand zur Schneide spannungsfrei ist, folgt, daß sich in diesem Spannungen bis zum Erreichen der Fließspannung (im Extremfall auch bis zur Bruchspannung) aufbauen, in dem Maße, in dem es sich dem Werkzeug nähert. Das Material tritt in die Stauch- und Trennzonen ein, wird in der Scherzone plastisch verformt und trägt zur Bildung des Spans bei, der über die Spanfläche abfließt [Deg93, Bla97, Tön97].



- 1: primäre Scherzone
- 2: sekundäre Scherzone an der Spanfläche
- 3: Stau- und Trennzonen
- 4: sekundäre Scherzone an der Freifläche
- 5: Verformungsvorlaufzone

- $\gamma$  : Spanwinkel  
 $\alpha$  : Freiwinkel  
 $\phi$  : Scherwinkel  
 $t_v$  : Verformungstiefe

Abbildung 3.2: Verformungszonen bei der Spanentstehung. Die primäre Scherzone (1) umfaßt das Gebiet der Spanentstehung. In den sekundären Scherzonen (2,4) wirken Reibkräfte, die das Material plastisch verformen und aufheizen. In der Stau- und Trennzonen (3) wird der Werkstoff unter hohen Druckspannungen verformt und getrennt. Spannungen, die zu einer plastischen Verformung führen eilen dem Span in der Verformungsvorlaufzone (5) voraus. Durch die Wärmeentwicklung in den Zonen (2,3,4) kann es zu einer Entfestigung des Werkstoffs kommen. [War74, Tön97].

Nach einem Modell von G. WARNEKE werden bei der Spanentstehung fünf Verformungszonen unterschieden [War94, Tön97] (siehe Abbildung 3.2):

<sup>3</sup> Spanwurzelaufnahmen werden durch schlagartige Unterbrechung des Zerspanungsvorgangs ermöglicht (siehe auch Kapitel 7.4.1).

- ▷ Die **primäre Scherzone (1)** umfaßt das Gebiet der Spanentstehung durch Scherung.
- ▷ In den **sekundären Scherzonen** an der **Spanfläche (2)** und an der **Freifläche (4)** wirken Reibkräfte zwischen Werkzeug und Werkstück, die das Material plastisch verformen. Die dabei ebenfalls entstehende Reibungshitze kann so große Werte annehmen, daß das Material in diesen Zonen entfestigt.
- ▷ In der **Stau- und Trennzone (3)** wird das Material unter der Einwirkung hoher Druckspannungen verformt und getrennt.
- ▷ In der **Verformungsvorlaufzone (5)** kommt es durch die bei der Zerspanung entstehenden Spannungen zu einer elastischen Verspannung, die in eine plastischen Verformung übergeht, die dem Span vorausläuft.

## 3.2 Spanformen

Unter Spanform versteht man die Form, mit der ein Span nach Abschluß des Spanbildungsvorgangs die Spanfläche verläßt. Die Spanform wird von allen Faktoren beeinflusst, die an der Zerspanung beteiligt sind. In Abbildung 3.3 ist der Einfluß von Schnitttiefe  $h$  und Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  auf die entstehende Spanform bei moderaten Schnittgeschwindigkeiten dargestellt. Mit steigender Schnitttiefe krümmt sich der Span stärker und bricht besser, mit zunehmender Schnittgeschwindigkeit bricht er schlechter und tendiert zum Wirr- oder Bandspan [Deg93].

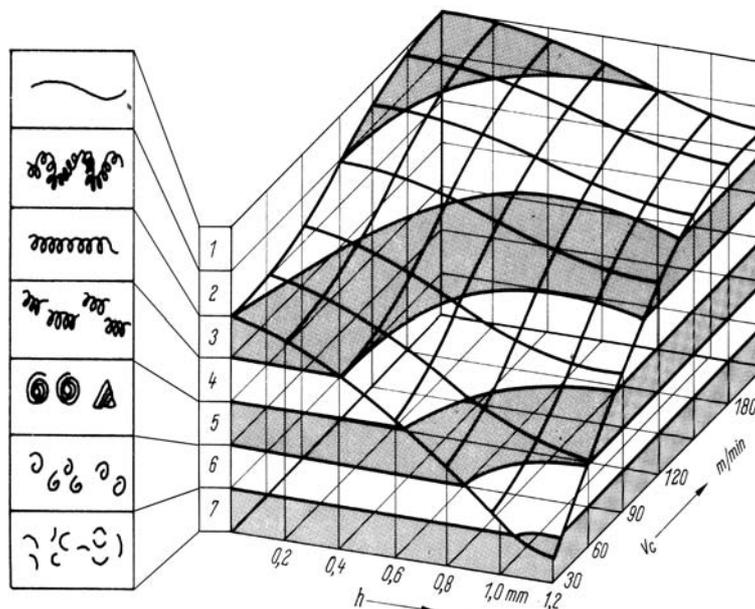


Abbildung 3.3: Einfluß von Schnitttiefe  $h$  und Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  auf die Spanform. Bandspäne (1), Wirrspäne (2), Schraubenspäne (3), Schraubenbruchspäne (4), Spiralbruchspäne (5), Spiralspanstücke (6), Spanbruchstücke (7) [nach Deg93].

## 3.3 Temperatureinfluß auf das Schnittverhalten

Die bei der Zerspaltung aufgewendete Energie wird größtenteils in Wärme umgewandelt. Dagegen ist der Anteil der Energie, der zur Verfestigung der Oberflächenschicht (Randzone) führt, vergleichsweise klein. Durch innere Reibung in der primären Scherzone und durch Reibung zwischen Werkstück bzw. Span und Werkzeug in den sekundären Scherzonen kommt es mitunter zu einer erheblichen Temperaturentwicklung.

Die Schnitttemperatur ist von den Zerspaltungsbedingungen abhängig. So führen insbesondere hohe Schnittgeschwindigkeiten und hohe Schnitttiefen zu hohen Schnitttemperaturen. Bei Temperaturen über 400 °C kommt es bei Eisen-Werkstoffen an den Kontaktflächen zwischen Werkzeug und Span sowie Werkzeug und Werkstück zu Oxidations- und Diffusionsprozessen in Span und Werkstück.

Es werden in der Literatur drei Wärmeeinflusszonen unterschieden (Abbildung 3.4): In der primären Scherzone (2) entsteht durch innere Reibung Wärme, welche die Spanformung beeinflusst. In der Kontaktzone zwischen Span und Werkzeug (1) wird Wärme durch Reibung erzeugt und zum größten Teil in den Span abgeführt. In der Kontaktzone zwischen Werkzeuggestrichfläche und Werkstück (3) entsteht ebenfalls Reibungswärme, jedoch in weit geringerem Maße [Deg93].

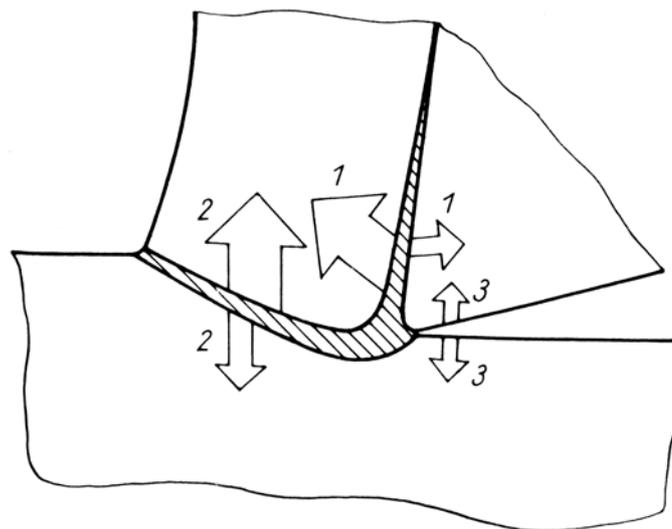


Abbildung 3.4: Temperatureinflusszonen bei der Spanentstehung: (1) Kontaktzone zwischen Span und Werkzeug (Reibungswärme), (2) primäre Scherzone (inner Reibung aufgrund der Umformung), (3) Kontaktzone zwischen Freifläche und Werkzeug (Reibungswärme).

### 3.4 Zerspaltung bei hohen Schnittgeschwindigkeiten

Der Begriff Hochgeschwindigkeitszerspaltung (High Speed Cutting, HSC) wird zur Zeit ohne eine allgemein anerkannte Definition verwendet. Eine Anzahl sich teilweise widersprechender Definitionen ist in [Plö02] aufgelistet. Trotzdem kann der Begriff zur gewöhnlichen Zerspaltung hin abgegrenzt werden.

Der Idee, geringere Fertigungskosten und gleichzeitig höhere Oberflächengüte durch eine drastische Erhöhung der Schnittgeschwindigkeit zu erzielen, läßt sich bis Anfang des 20. Jahrhunderts zurückverfolgen. Jedoch waren Experimenten zu jener Zeit durch die vorhandenen Werkzeugmaschinen enge Grenzen gesetzt. Es wurde daher

auf ballistische Versuche mit Geschossen als Werkstücke ausgewichen. Erste Untersuchungen dieser Art wurden von 1924 bis 1931 von J. SALOMON durchgeführt [Sal31]. Doch bis heute sind die physikalischen Vorgänge bei der HSC nicht vollständig verstanden, und die Spanbildungsmechanismen werden kontrovers diskutiert. So deuten Ergebnisse von KRONENBERG darauf hin, daß bei hohen Schnittgeschwindigkeiten (6800 m/min bis 48000 m/min) höchste Fertigungsleistung bei geringem Werkzeugverschleiß möglich seien [Kro61, Kro62]. Im Gegensatz dazu berichtete VAUGN bei vergleichbaren Untersuchungen von einem erheblichen Werkzeugverschleiß, der den industriellen Einsatz der HSC unmöglich mache [Vau60]. Seit den 80er Jahren ist die HSC wiederholt Gegenstand weiterer Untersuchungen gewesen. Hierbei stehen einerseits fertigungstechnische Aspekte im Vordergrund [Sch89, Sch96], als auch die Erhöhung von Maßhaltigkeit und Oberflächengüte [Tön01]. Eine höhere Oberflächengüte wird im Allgemeinen durch eine Verringerung des Vorschubs erreicht. Dies ist zudem notwendig, da HSC-Spindeln bei hohen Drehzahlen ein geringes Drehmoment aufweisen. Bei der HSC wird aus diesem Grund in der Regel mit geringen Vorschüben gearbeitet [Kön88, Plö02]. Bei hohen Schnittgeschwindigkeiten kommt es häufig zur Bildung von Scherspänen, die auch unter dem Begriff Segmentspäne bekannt sind. Die Verformung in der primären Scherzone findet nicht mehr kontinuierlich statt und bildet sich daher im Span örtlich lokalisiert aus. Dabei werden im Span Zonen extrem hoher Verformung beobachtet, die direkt an fast unverformte Bereiche angrenzen (Abbildung 3.5) [Flo97]. Dieses Werkstoffverhalten wird in der Literatur als katastrophale bzw. adiabatische Scherung bezeichnet [Wri85].

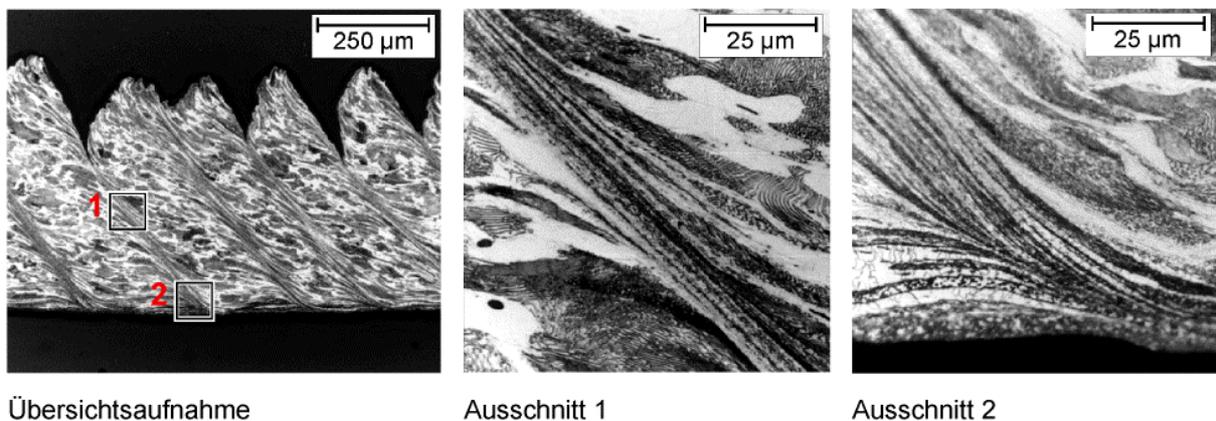


Abbildung 3.5: Segmentspan im Werkstoff C45E. Schnittgeschwindigkeit  $v_c = 3000$  m/min, Schnitttiefe  $h = 300$  µm. Der Span ist stark segmentiert und die einzelnen Segmente sind durch Scherbänder getrennt (Übersichtsaufnahme). Das Scherband ist in einem schmalen Streifen von einigen µm Dicke stark lokalisiert (Ausschnitt 1). Zusätzlich kommt es an der Spanunterseite zu einer deutlichen Kornfeinung (Ausschnitt 2) [Haf00].

Diese tritt ein, wenn die Entfestigung durch die Wärmeentwicklung während der Umformung die Verfestigung durch plastische Deformation überwiegt. Dadurch wird die Scherung stark in der primären Scherzone lokalisiert und es kommt zu einer periodischen Ausbildung von Scherbändern im Span.

Die Wärmeentwicklung in der Spanwurzel kann so groß werden, daß die entstehende Wärmemenge nicht schnell genug über den Span abtransportiert wird. Dadurch kommt es in der Verformungsvorlaufzone und in den Scherzonen zu einer Entfestigung. Diese führt zu einer Abnahme der in der primären und sekundären Scherzone auftretenden Umformarbeiten und somit der hierfür benötigten Kräfte. In Abbildung 3.6 ist der Verlauf der Schnittkraft  $F_c$  in Abhängigkeit von der Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  dargestellt.

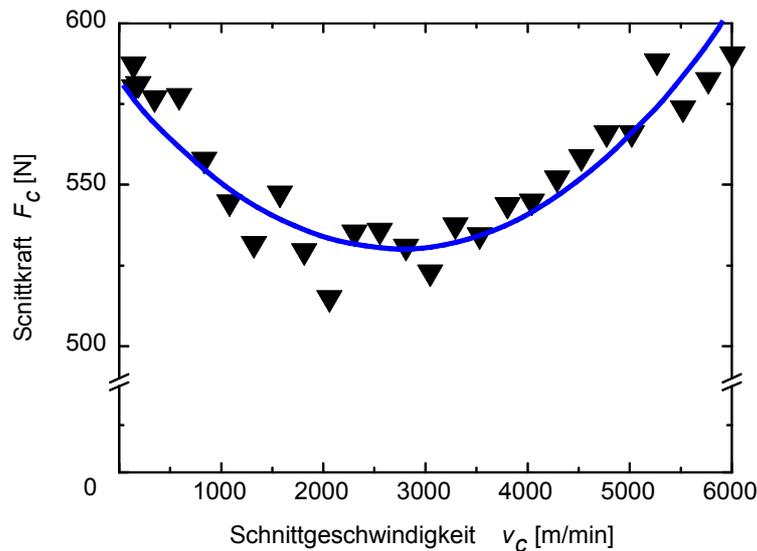


Abbildung 3.6: Verlauf der Schnittkraft  $F_c$  gegen die Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  für C45E bei einer Schnitttiefe von  $h = 250 \mu\text{m}$ . Die Abnahme des Kraftverlaufs bis zu  $v_c = 3000 \text{ m/min}$  wird von der Entfestigung des Werkstoff durch Reibungswärme verursacht. Der Anstieg der Fließspannung bei hohen Umformgeschwindigkeiten sorgt für eine Zunahme von  $F_c$  oberhalb von  $v_c = 3000 \text{ m/min}$  [Klo00].

Bis zu einer Schnittgeschwindigkeit von  $v_c = 3000 \text{ m/min}$  ist der Kraftverlauf durch eine kontinuierliche Abnahme gekennzeichnet [Klo00]. Der darauf folgende Anstieg von  $F_c$  widerspricht der gängigen Auffassung, daß die Schnittkraft sich bei hohen Schnittgeschwindigkeiten aufgrund der Entfestigung einem konstant niedrigen Kraftwert annähert. Ein Ansatz zur Erklärung des gemessenen Kraftanstieges kommt aus der Werkstoffkunde. Hier wird ein Anstieg der Fließspannung bei hohen Umformgeschwindigkeiten festgestellt [Klo00]. Übereinstimmend wird in allen Untersuchungen ein Anstieg der Temperatur in Span und Spanwurzel mit der Erhöhung von Schnittgeschwindigkeit, Schnitttiefe und Vorschub gefunden. Schon bei relativ geringen Schnittgeschwindigkeiten von unter  $1000 \text{ m/min}$  werden Temperaturen bis nahe an den Schmelzpunkt des Materials gemessen [Tön91, Plö02]. Es wird dabei ein sehr starker Einfluß der Schnitttiefe auf die Wärmeentwicklung gefunden.

Die Temperaturverteilung in Span, Spanwurzel und Werkzeug ist sehr inhomogen und direkten ortsauflösenden Messungen nicht zugänglich [Plö02]. Daher wird zum Verständnis der Temperaturverteilung auf Finite Elemente Simulation (FEM) zurückgegriffen. An Hand eines ideal duktilen Modells zeigt eine Arbeit von

BEHRENS und WESTHOFF exemplarisch die Temperaturverteilung in Span und Spanwurzel [Beh00].

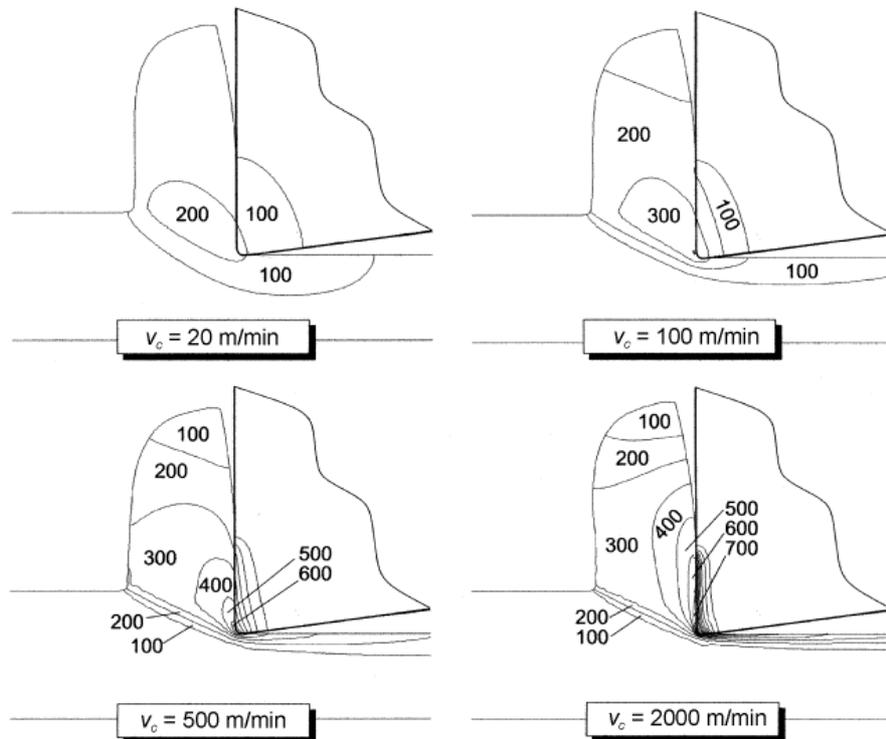


Abbildung 3.7: FEM-Simulation der Temperaturverteilung ( $T$  in  $^{\circ}\text{C}$ ). Der Reibwert wird mit  $\mu = 0.3$  und Wärmeübergangswert mit  $\alpha = 11.6 \text{ mm}^2/\text{s}$  angenommen. Mit steigender Schnittgeschwindigkeit kommt es zu einem ausgeprägten Temperaturgradienten in den sekundären Scherzonen [Beh00].

# Kapitel 4

## Positronen im Festkörper

In den 40er Jahren des letzten Jahrhunderts wurden erstmalig Positronen zur Untersuchung von Festkörpern eingesetzt [Beh42], wobei in den 60er Jahren klar wurde, daß die Zerstrahlungsparameter des Positrons sensitiv auf Gitterdefekte sind [Dek64, Mac67, Bra68]. So konnten DEKHTYAR et al. als erste den Einfluß plastischer Deformation auf die Winkelkorrelation nachweisen [Dek64]. Ein umfassender Übersichtsartikel über die Möglichkeiten der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) zur Untersuchung von Fehlstellen wurde 1973 von WEST veröffentlicht [Wes73]. Heutzutage stellt die PAS eine etablierte Methode in der Fehlstellenanalytik und in der zerstörungsfreien Materialprüfung dar [Hau79b, Kra99].

### 4.1 Wechselwirkung von Positronen mit Materie

Dringen Positronen in den Festkörper ein, verlieren sie innerhalb weniger Piko-sekunden ihre gesamte kinetische Energie und werden auf die thermische Energie des Festkörpers  $E_{kin} = 3/2 k_B T$  ( $\sim 0,04$  eV bei RT) abgebremst [Nie80]. Dieser Prozeß wird Thermalisierung genannt, und findet in einem kleinen Bruchteil der Restlebensdauer des Positrons statt, womit die Zerstrahlung aus nichtthermischen Zuständen unbedeutend wird [Pus94]. Im folgenden sind die Energieskalen und die wichtigsten Prozesse der Thermalisierung aufgeführt [Rit59, Per70, Nie80].

- |                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| ▷ Bremsstrahlung                      | einige MeV                                 |
| ▷ Inelastische Streuung an Elektronen | einige 100 keV                             |
| ▷ Plasmonische Anregungen             | $\sim 0,5$ eV $< E_{kin} <$ einige 100 keV |
| ▷ Phononische Anregungen              | einige meV $< E_{kin} <$ $\sim 1$ keV      |

Das Implantationsprofil der Positronen wird durch die verschiedenen Streuprozesse während der Thermalisation bestimmt. Für monoenergetische Strahlen kann die Positronendichte  $P(z)$  nach MAKHOV wie folgt angegeben werden [Mak61]:

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} e^{-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m} \quad \text{mit} \quad z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma(1/m+1)},$$

wobei  $m$  ein dimensionsloser Parameter,  $\Gamma(x)$  die Gammafunktion und  $\bar{z}$  die mittlere Eindringtiefe ist. Sie kann nach GHOSH durch folgende einfache Formel abgeschätzt werden [Gho95]:

$$\bar{z} = \frac{A}{\rho} E^n.$$

$E$  ist hier die Implantationsenergie in keV,  $\rho$  die Dichte in  $\text{g/cm}^3$ ,  $n$  und  $A$  sind Fitparameter, die für viele Materialien bestimmt und tabelliert wurden [Pus94, Gho95]. Empirische Werte für Metalle werden von VEHANEN et al. mit  $m = 2$ ,  $A = 4.0 \mu\text{gcm}^{-2}\text{keV}^{-n}$  und  $n = 1.6$  angegeben [Veh97]. Abbildung 4.1 zeigt die mittlere Eindringtiefe für einige ausgewählte Metalle.

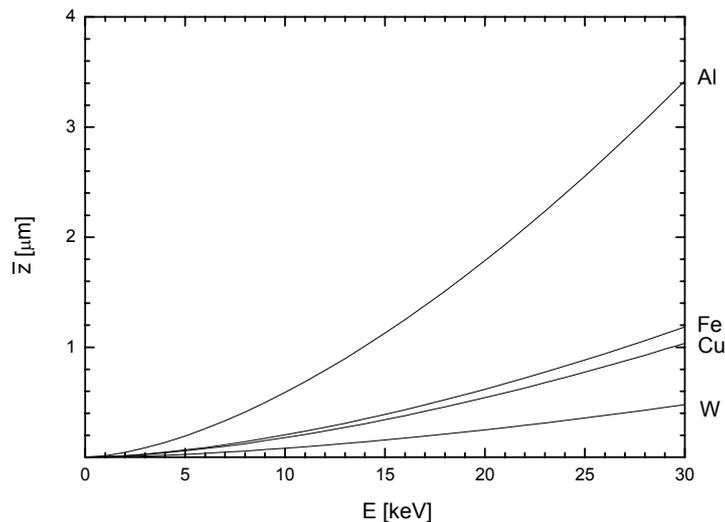


Abbildung 4.1: Energieabhängige mittlere Eindringtiefe  $\bar{z}$  monoenergetischer Positronen nach GHOSH für einige Metalle.

Für Positronen aus radioaktiven Quellen ist die Breite des  $\beta$ -Spektrums zu berücksichtigen. Empirisch wurde von PUSKA und NIEMINEN ein Exponentialgesetz für das Implantationsprofil gefunden [Pus94]:

$$P(z) = e^{-\alpha_+ z} \quad \text{mit} \quad \alpha_+ \approx 17 \frac{\rho}{E_{\max}^{1.43}}.$$

Hier ist  $\alpha_+^{-1}$  die mittlere Eindringtiefe in  $\text{cm}^{-1}$ ,  $E_{\max}$  die Maximalenergie des  $\beta$ -Spektrums in MeV und  $\rho$  die Dichte des Materials in  $\text{g/cm}^3$ .

Nach der Thermalisierung diffundiert das Positron durch das Gitter und verhält sich wie ein freies geladenes Teilchen. Von den positiv geladenen Atomrümpfen ab-

gestoßen ist seine Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter am höchsten. Die Bewegung läßt sich durch einen dreidimensionalen Random-Walk beschreiben [Pus94], woraus sich der folgende Zusammenhang zwischen Diffusionslänge  $L_+$  und mittlerer Lebensdauer  $\tau_+$  ergibt:

$$L_+ \approx \sqrt{6D_+\tau_+}.$$

Der Diffusionskoeffizient  $D_+$  hängt vom Material und der Haftstellendichte ab und liegt in einer Größenordnung von  $10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$  [Leo87]. Bei einer mittleren Lebensdauer von 100 – 300 ps in defektarmen Metallen [Pus94] ergeben sich Diffusionslängen von 300 – 500 nm. Diese große Beweglichkeit erklärt die hohe Empfindlichkeit der Positronen gegenüber Gitterdefekten. Punktdefekte können in Metallen schon ab einer Konzentration von  $10^{-7}$  bis  $10^{-6}$  Defekte pro Atom nachgewiesen werden.

## 4.2 Observablen

Bei der Annihilation von Positron und Elektron werden die Ruhemasse sowie die kinetischen Energien beider Teilchen als  $\gamma$ -Strahlung frei. Die Zerstrahlung erfolgt dabei fast immer in zwei  $\gamma$ -Quanten<sup>4</sup>, die im Schwerpunktsystem eine Energie von jeweils 511 keV besitzen und in einem Winkel von  $180^\circ$  abgestrahlt werden. Im Laborsystem führt der Longitudinalimpuls des Elektrons zu einer Doppler-Verschiebung der 511 keV Annihilationsstrahlung. Der Transversalimpuls des Elektrons sorgt für eine Störung der  $180^\circ$  Winkelkorrelation der beiden  $\gamma$ -Quanten (siehe Abbildung 4.2). Der Impuls des thermalisierten Positrons kann dabei gegenüber dem des Elektrons vernachlässigt werden.

Die Positronenlebensdauer-Spektroskopie mißt die Zeitdifferenz  $\Delta t$  zwischen Emission des Positrons und Zerstrahlung in der Probe. Beim Zerfall von  $^{22}\text{Na}$  wird ein promptes  $\gamma$ -Quant von 1275 keV Energie freigesetzt, welches als Start-Signal für die Messung genutzt wird. Das Stop-Signal liefert eins der 511 keV Annihilationsquanten. Mittels einer Koinzidenz werden die korrelierten Zeitsignale herausgefiltert [Wes73, Kra99].

Die Positronenlebensdauer  $\tau_+$  ist eine Funktion der Elektronendichte am Zerstrahlungsort.  $\tau_+$  ist umgekehrt proportional zur Annihilationsrate  $\lambda$ , die durch den Überlapp der Positronendichte  $n_+(r)$  mit der Elektronendichte  $n_-(r)$  gegeben ist:

$$\frac{1}{\tau_+} = \lambda = \pi r_0^2 c \int n_+(\vec{r}) n_-(\vec{r}) g d\vec{r}$$

$r_0$  ist der klassische Elektronenradius,  $c$  die Lichtgeschwindigkeit und  $\vec{r}$  der Ortsvektor. Die Korrelationsfunktion  $g = 1 + \Delta n_- / n_-$  beschreibt den Anstieg der Elektronendichte durch die Coulomb-Anziehung zwischen Elektron und Positron [Nie79].

---

<sup>4</sup>Die nur in Kernnähe möglichen Zerfälle in ein bzw. drei  $\gamma$ -Quanten können wegen ihrer um den Faktor  $\alpha$  bzw.  $\alpha^3$  niedrigeren Wahrscheinlichkeit vernachlässigt werden (Feinstrukturkonstante  $\alpha \approx 1/137$ ). Beide Zerfallsarten tragen wegen ihrer von 511 keV verschiedenen  $\gamma$ -Energie nicht zu Störungen im Photopeak bei.

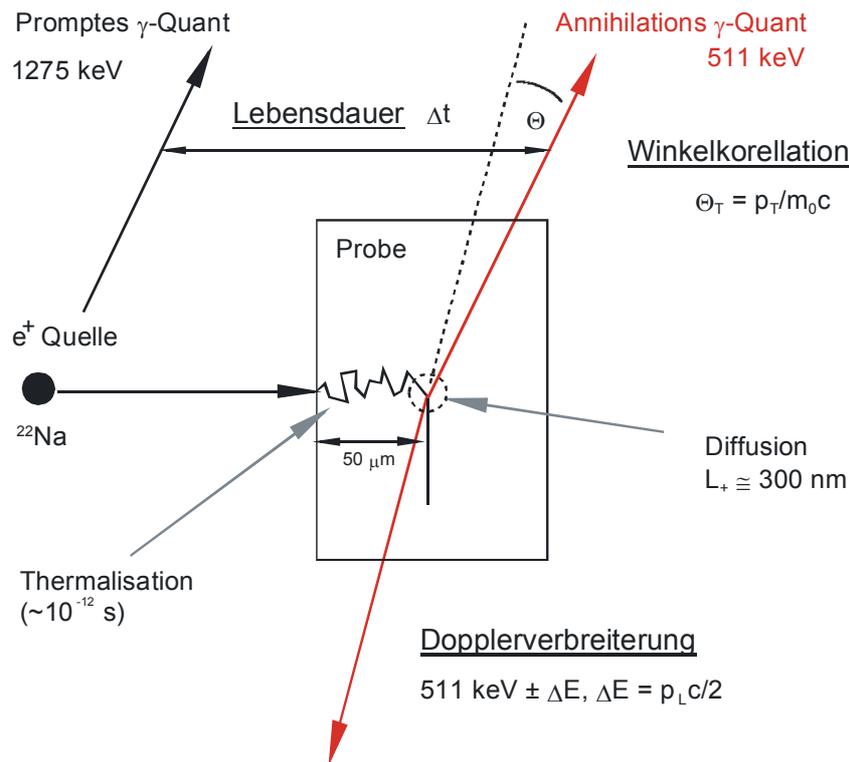


Abbildung 4.2: Observablen der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS). Ein Positron aus einem Teilchenstrahl oder einer radioaktiven Quelle (hier  $^{22}\text{Na}$ ) dringt in die Probe ein, thermalisiert innerhalb weniger Pikosekunden und diffundiert durch das Gitter, bevor es mit einem Elektron zerstrahlt. Die Zeitdifferenz  $\Delta t$  zwischen der Emission eines prompten 1275 keV Gammas und der Annihilation wird bei der Messung der Positronenlebensdauer  $\tau^+$  bestimmt. Die Dopplerverschiebung  $\Delta E$  wird durch die Longitudinalkomponente des Elektronenimpulses  $p_L c/2$  hervorgerufen und wird normalerweise durch den S-Parameter dargestellt. Der transversale Elektronenimpuls  $\Theta_T = p_T/m_0 c$  verursacht eine Abweichung von der Antiparallelität der emittierten  $\gamma$ -Quanten und wird in Experimenten zur gestörten Winkelkorrelation genutzt. (Nach KRAUSE-REHBERG [Kra99]).

Der Longitudinalteil des Paarimpulses  $p_L$  verändert aufgrund des Doppler-Effektes die Energien der beiden emittierten Photonen,

$$E_{1,2} = \frac{1}{2} E'_{tot} \left( 1 \pm \frac{p_L}{2m_0 c} \right)$$

wobei sich die Gesamtenergie im Laborsystem  $E'_{tot}$  aus der Lorentz-Transformation  $E'_{tot} = E_{tot} \sqrt{1 - v^2/c^2}$  des sich mit  $\bar{v}$  bewegenden Schwerpunktsystems ergibt. Die Bindungsenergie des Positrons kann dabei vernachlässigt werden. Der Annihilationspeak ist um  $E'_{tot}$  symmetrisch verbreitert und gegenüber  $E_{tot}$  im Spektrum verschoben. Diese Verschiebung ist in den meisten Fällen sehr klein und kann vernachlässigt werden. Ebenso ist der Impuls des thermalisierten Positrons ( $E_+ \approx 0.04$  eV) gegenüber dem Elektronenimpuls ( $E_- \approx 1 - 10$  eV) vernachlässigbar [Deb49]. Für ein thermalisiertes Positron und ein Elektron der kinetischen Energie 10 eV ( $p_L = 6.3 \cdot 10^{-3} m_0 c$ ) ergibt sich eine maximale Dopplerverbreiterung von etwa 1.6 keV.

Die Dopplerverbreiterung wird durch zwei Linienformparameter, den S-Parameter (*shape*) und den W-Parameter (*wing*) angegeben (siehe Abbildung 4.3). Der S-Parameter ist definiert als der Quotient der Fläche unter dem zentralen Teil des Peaks  $A_S$  mit dem Gesamtintegral. Er beschreibt den Anteil der energiearmen Leitungs- und Valenzelektronen an der Annihilation.

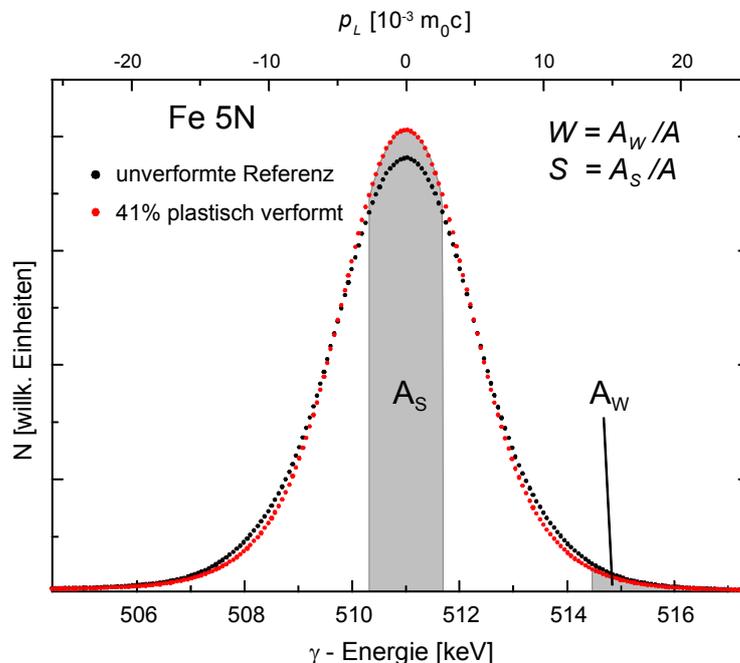


Abbildung 4.3: Dopplerspektrum von verformtem und unverformtem Reinst Eisen (99.999%). Beide Kurven sind auf die Fläche  $A$  unter dem Peak normiert. Die Linienformparameter  $S$  und  $W$  sind als der Quotient der mit  $A_S$  bzw.  $A_W$  bezeichneten Flächen durch die Gesamtfläche  $A$  definiert. An der oberen Abszisse ist der Elektronenimpuls in Einheiten von  $10^{-3} m_0 c$  angegeben.

Der W-Parameter ist definiert als der Quotient des hochenergetischen Teils  $A_W$  aus dem Spektrum durch das Gesamtintegral, und gibt Auskunft über den Anteil der kernnahen Elektronen an der Zerstrahlung. Der W-Parameter ist daher sensitiv auf die chemische Umgebung am Zerstrahlungsort. Beide Parameter sind sowohl von der willkürlichen Wahl der Energiefenster als auch von der apparativen Auflösung stark abhängig. Um Messungen vergleichen zu können, werden die Parameter normiert auf einen Referenzwert angegeben (siehe auch Abschnitt 4.5).

Zur Messung des Energiespektrums wird ein Aufbau verwendet, wie er in Abbildung 4.4 dargestellt ist. In einem mit Flüssigstickstoff gekühlten intrinsischen Germanium-Detektor rufen die in der Probe erzeugten Gammas eine Ladungstrennung hervor, die vom Vorverstärker in ein Spannungssignal umgewandelt wird. Die Energieauflösung des Detektors muß gut genug sein, um die Linienform des Annihilationspeaks aufzulösen ( $\Delta E \approx 1.18 - 1.25$  keV). Die Amplitude des Spannungssignals ist ein Maß für die Gamma-Energie, die nach einer weiteren Verstärkung und Digitalisierung (ADC) in einem Multi-Channel-Analyzer (MCA) registriert und im Computer gespeichert wird. Der Verstärkungsstabilisator (Stabilizer) gleicht Schwankungen in der Verstärkung und im Nullpunkt (Offset) des Hauptverstärkers über

eine digitale Stabilisierung auf eine Monitorlinie ( ${}^7\text{Be}$ : 478 keV) aus. Ohne diese Stabilisierung ist es unmöglich, vergleichbare Spektren über längere Zeiträume ( $\geq 3\text{h}$ ) hinweg aufzunehmen.

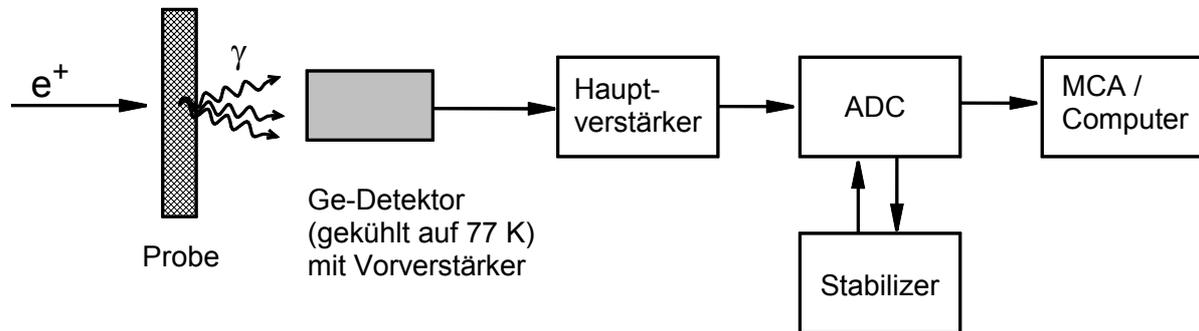


Abbildung 4.4: Meßaufbau zur Aufnahme eines Energiespektrums. Das Energiespektrum der Annihilationslinie wird mit einem auf 77K gekühlten Germaniumdetektor gemessen. Ein am Ge-Detektor montierter Vorverstärker bereitet die Signale auf, die dann am Hauptverstärker integriert und auf einen Analog-Digital-Konverter (ADC) geleitet werden. Der ADC wird über eine ständig mitgemessene Monitorlinie (hier:  ${}^7\text{Be}$ : 478 keV) stabilisiert.

### 4.3 Wechselwirkung von Positronen mit Fehlstellen

Im defektfreien Material befindet sich das Positron in einem delokalisierten BLOCH-Zustand. Aufgrund der Coulomb-Abstoßung durch die positiv geladenen Atomkerne hat die potentielle Energie des Positrons auf den Zwischengitterplätzen ein Minimum, und die Zerstrahlung ist hier am wahrscheinlichsten. Gitterdefekte mit offenem Volumen (Leerstellen, Versetzungen, etc.) bilden aufgrund der dort geringeren Abstoßung durch die Atomkerne ein attraktives Potential, in dem das Positron lokalisiert werden kann. Diese Haftstellen werden, abhängig von der Proben temperatur, nach der Tiefe des attraktiven Potentials charakterisiert. Haftstellen werden als tief bezeichnet, wenn nach dem Einfang (trapping) ein Entweichen (detrapping) nicht mehr möglich ist. Flache Haftstellen sind nun solche, bei denen sowohl Einfang als auch Reemission mit bestimmten typabhängigen Raten möglich ist. Diese Raten werden im Trapping-Modell beschrieben.

Das Standard-Trapping-Modell [Ber70, Con71, Bra72, Fra74] geht von einigen, im Allgemeinen erfüllten Voraussetzungen aus:

- ▷ Der Einfang schneller Positronen kann gegenüber dem Einfang aus dem thermalisierten Zustand vernachlässigt werden.
- ▷ Die betrachteten Defekte sind innerhalb des untersuchten Volumens homogen verteilt und die Einfangrate ist somit proportional zur Defektdichte.
- ▷ Es findet keine Wechselwirkung der Positronen untereinander statt.

Die temperaturabhängige Einfangrate für einen bestimmten Haftstellentyp  $\kappa_d(T)$  ergibt sich dann nach

$$\kappa_d(T) = \mu(T) \cdot c_d$$

aus der spezifischen Einfangrate  $\mu$ , die den Defekttyp beschreibt, und der Konzentration  $c_d$  des Defektes. Abbildung 4.5 zeigt das Trapping-Modell am Beispiel einer miteinander gekoppelten flachen und tiefen Haftstelle, wie es eine an eine Versetzung gebundene Leerstelle bildet (siehe auch Abbildung 4.6).

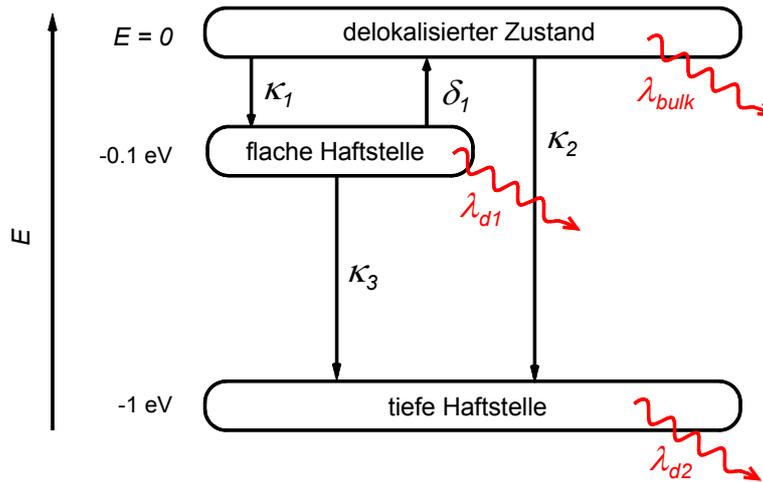


Abbildung 4.5: Ein einfaches Trapping-Modell: Delokalisierte Positronen werden mit den Einfangraten  $\kappa_1$  und  $\kappa_2$  in flache bzw. tiefe Haftstellen eingefangen. Während thermalisierte Positronen aus den tiefen Haftstellen nicht mehr entkommen können, gehen sie aus flachen Haftstellen mit der Detrapping-Rate  $\delta_1$  zurück in den delokalisierten Zustand oder mit der Übergangsrate  $\kappa_3$  in die tiefe Haftstelle. Die Annihilationsraten aus den einzelnen Zuständen sind mit  $\lambda_i$  bezeichnet.

Das einfachste Beispiel für eine tiefe Haftstelle ist die Einfachleerstelle, die aufgrund der fehlenden Abstoßung durch den Atomkern eine Potentialtiefe von  $\sim 1$  eV besitzt [Sch81]. Selbst bei Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt vieler Metalle kann das Positron nicht mehr aus dieser tiefen Potentialmulde entweichen und zerstrahlt mit einem Elektron aus der Umgebung. Die spezifische Einfangrate für Leerstellen liegt bei  $\mu \approx 10^{14} - 10^{15} \text{ s}^{-1}$  [Wes73]. Mit einer Zerstrahlungsrate  $\lambda_{bulk} \approx 10^{-10} \text{ s}^{-1}$  aus dem freien Zustand ergibt sich eine untere Empfindlichkeitsschwelle von  $c_V \approx 10^{-6}/\text{Atom}$ . Oberhalb einer Leerstellenkonzentration von  $c_V \approx 5 \cdot 10^{-5}/\text{Atom}$  tritt die Sättigung ein, bei der nahezu jedes Positron von einer Leerstelle eingefangen wird.

Ideale Stufenversetzungen sind gemäß Theorie und Experiment flache Haftstellen mit einer Potentialtiefe unter 100 meV [Dau74, Håk89, Håk90, Wid99]. Ein Detrapping aus einer solchen Haftstelle ist sehr wahrscheinlich. Experimentell nachgewiesene Lebensdauern, die für Versetzungen charakteristisch sind, unterscheiden sich jedoch deutlich vom defektfreien Material und sind entweder gleich oder geringfügig kleiner als die von Einzelleerstellen. Dies kann dadurch erklärt werden, daß der Einfang in die Versetzungslinie einen Übergangszustand bildet, von dem aus die Positronen in den tieferen Zustand einer assoziierten Leerstelle eingefangen werden (siehe Abbildung 4.6) [See55, Hir61]. Versetzungen stellen schnelle Diffu-

sionswege für Positronen dar und ermöglichen größere Diffusionslängen bis zur Annihilation. Dies erhöht die Einfangrate in assoziierte leerstellenartige Defekte um die Übergangsrate  $\kappa_3$  [Wid99].

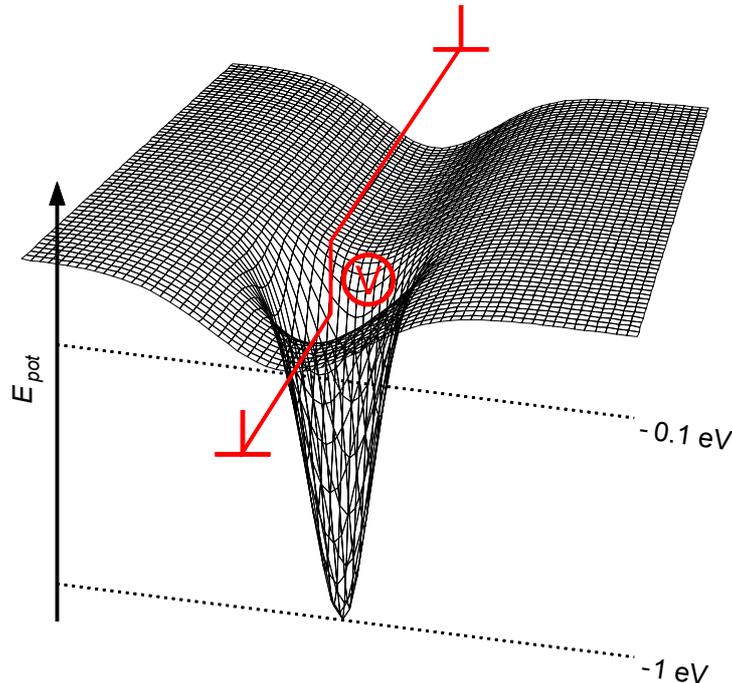


Abbildung 4.6: Potentialverlauf eines Sprungs in einer Stufenversetzung  $T$ . Der einatomare Sprung entspricht einer Einzelleerstelle  $V$ . Die Versetzungslinie stellt einen schnellen Diffusionsweg für Positronen dar und erhöht somit die Einfangrate in leerstellenartige Defekte [Wid99].

## 4.4 Auswertung der Energiespektren

Bei einer Auswertung der Energiespektren muß der mitgemessene Untergrund berücksichtigt werden. Zu diesem tragen verschiedene Effekte bei. Beim Messen mit  $^{22}\text{Na}$ -Quellen liefert die Compton-Streuung der 1275 keV Linie einen Untergrund, der im Bereich des 511 keV Peaks als linear angenommen wird. Bei Verwendung einer  $^{68}\text{Ge}$  Positronenquelle oder eines langsamen Positronenstrahls tritt dieser Untergrund nicht auf.

Es kommt jedoch ein Untergrund von nicht in der Probe zerstrahlten Positronen hinzu, wobei dieser mit experimentellem Geschick klein gehalten werden kann [Zam02]. Bei der Messung mit langsamen moderierten Positronen (z.B. mit der Bonner-Positronen-Mikrosonde BPM) ist die Quelle räumlich so weit von der Probe getrennt, daß dieser Untergrund weitgehend durch Abschirmung unterdrückt werden kann.

Unabhängig vom apparativen Aufbau bleibt die Compton-Streuung der 511 keV Gammas im Detektormaterial selbst und in der Detektorummantelung zu berücksichtigen. Diese sorgt für einen Beitrag zum Untergrund in Form einer mit dem Photopeak gefalteten Stufe. Die Breite dieser Stufe  $\sigma$  wird durch einen Fit mit der Peakfunktion  $Peak(E)$  nach der Levenberg-Marquardt-Methode bestimmt [Lev44,

Mar63, Pre99]. Dieselbe Fitroutine bestimmt auch die apparative Auflösung aus einer mitgemessenen Monitorlinie ( ${}^7\text{Be}$ : 478 keV).

$$Peak(E) = Ae^{-\left(\frac{E-E_0}{\sigma}\right)^2} + \frac{n-n'}{1+e^{\sqrt{2\pi}(E-E_0)/\sigma}} + n'$$

Der erste Teil von  $Peak(E)$  beschreibt die gaußförmig angenommene apparative Auflösung, während der zweite den vom Photopeak selbst erzeugten Compton-Untergrund beschreibt. In der Konstante  $n'$  ist der konstante Untergrund des Ge-Detektors enthalten, der hauptsächlich von hochenergetischen Gammas aus der Umgebung herrührt (meist  ${}^{40}\text{K}$ ). Zur Korrektur des Photopeaks wird die Untergrundfunktion  $U(E, \sigma)$  mit der aus dem Peakfit an den Photopeak bestimmten Stufenbreite  $\sigma$  vom Energiespektrum abgezogen:

$$U(E, \sigma) = \frac{n-n'}{1+e^{\sqrt{2\pi}(E-E_0)/\sigma}} + n',$$

wobei  $E_0$  das Zentrum des Peaks,  $n$  bzw.  $n'$  die über mehrere Kanäle gemittelten Zählraten links bzw. rechts vom Photopeak sind. In Abbildung 4.7 ist beispielhaft eine solche Untergrundkorrektur gezeigt.  $U(E)$  ist durch eine blaue Linie, das unkorrigierte Spektrum in schwarz und das korrigierte Spektrum in rot dargestellt. Ein Flußdiagramm der Untergrundkorrektur befindet sich in Anhang A.

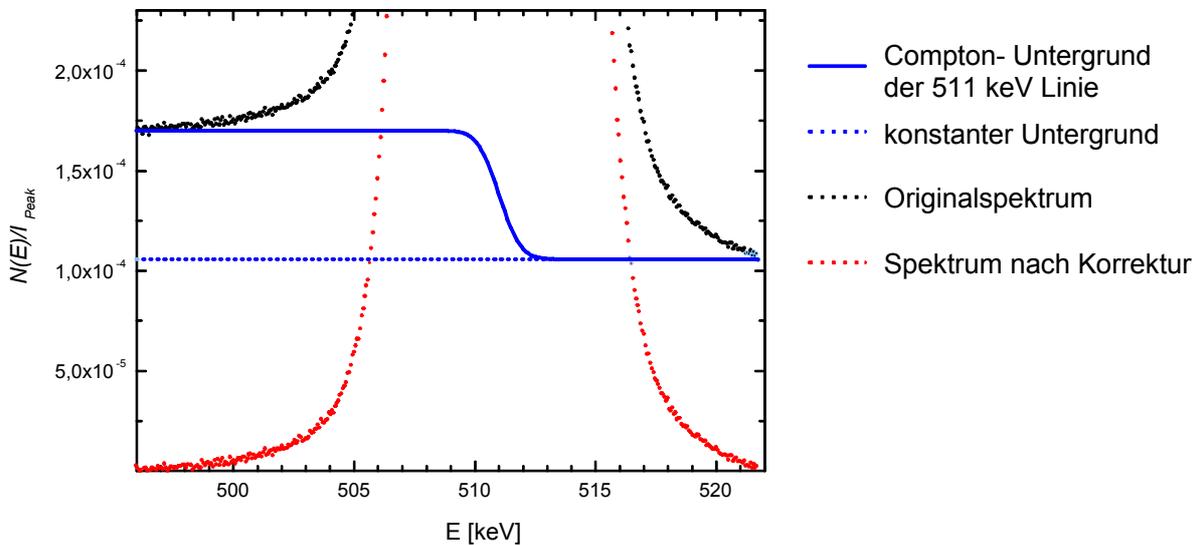


Abbildung 4.7: Untergrundkorrektur im Photopeak bei Messungen mit der BPM oder mit einer  ${}^{68}\text{Ge}$ -Quelle. Die 511 keV- Gammas sorgen für einen weichen stufenförmigen Untergrund mit der Breite des Photopeaks (-----). Diese läßt sich durch einen Fit an das Energiespektrum bestimmen. Das Rauschen des Ge-Detektors sorgt für den konstanten Untergrund (-----). Das Originalspektrum ist schwarz, das korrigierte Spektrum rot dargestellt.

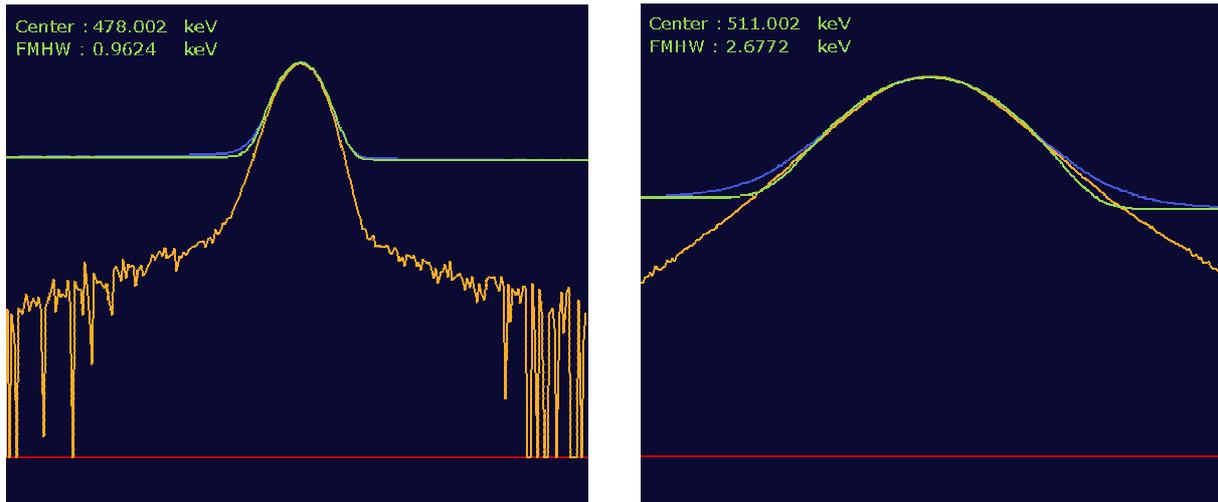


Abbildung 4.8: Untergrundkorrektur im Energiespektrum der BPM (Zählraten in logarithmischer Skala). Originalspektrum in blau, Peak(E) in grün und korrigiertes Spektrum in orange. Links: Monitorlinie bei 478 keV. Rechts: Photopeak bei 511 keV.

Bei Messungen mit  $^{22}\text{Na}$  läßt sich die Stufenfunktion nicht gut vom Compton-Untergrund der 1275 keV-Linie trennen. Die besten Ergebnisse werden hier durch Abzug eines linearen Untergrunds, der durch Mittelung rechts und links vom Photopeak bestimmt wird, erhalten.

## 4.5 Korrektur auf die apparative Auflösung

Schwankungen in der apparativen Auflösung haben einen starken Einfluß auf die Linienform des Photopeaks. Zu solchen Störungen kann es aus verschiedenen Gründen kommen. Typisch sind langfristige Veränderungen durch eine Erwärmung der analogen Elektronik (Hauptverstärker, ADC), die zu einer Verschiebung der Linien im Spektrum führt. Diese Drift muß bei der Auswertung berücksichtigt werden, da sie besonders beim Aufaddieren von über einen längeren Zeitraum aufgenommenen Spektren zu einer erheblichen Verfälschung der Ergebnisse führt. Dazu wird von der Auswertesoftware die Lage der Peaks in einem Referenzspektrum bestimmt und der Offset aller anderen Spektren zu diesem berechnet. Über eine Spline-Interpolation (nach [Pre99]) werden die Spektren dann vor der Addition oder einer weiteren Auswertung um diesen Offset verschoben (siehe Anhang A).

Kurzfristige Störungen durch Vibrationen am Meßaufbau oder durch die Einwirkung externer hochfrequenter elektromagnetischer Felder können ebenfalls zu einer unphysikalischen Linienverbreiterung führen. Ist dies innerhalb einer Meßreihe der Fall, müssen die Spektren auf die Geräteauflösung hin korrigiert werden.

Das für die Monitorlinie verwendeten Isotop  $^7\text{Be}$  zerfällt in einem einzigen Kanal mit relativ langer Halbwertszeit zu  $^7\text{Li}$ , dessen angeregter Zustand unter Abgabe eines  $\gamma$ -Quants von  $477.612 \pm 0.003$  keV in den Grundzustand übergeht<sup>5</sup>. Die natürliche Linienbreite von  $\Gamma = 3.9 \cdot 10^{-2}$  eV dieses Zerfalls ist gegenüber der apparativen Auflösung vernachlässigbar klein.

<sup>5</sup> EC:  $^7\text{Be} \rightarrow ^7\text{Li}$ ,  $\tau = 53.3$  d;  $^7\text{Li} (J = 1/2) \rightarrow ^7\text{Li} (J = 3/2)$ :  $\tau = 1.05 \cdot 10^{-13}$  s,  $\Gamma = 3.9 \cdot 10^{-2}$  eV [Ajz79]

Alle Veränderungen in der Breite der Monitorlinie und somit ihres S-Parameters gehen auf Störungen der Stabilität des Meßaufbaus zurück.

Aus einer Anzahl von Messungen am selben Material unter den gleichen Bedingungen (Temperatur, Verformungsgrad, Magnetfeld, etc.) mit unterschiedlicher apparativer Auflösung, kann eine Korrektur über den S-Parameter der Monitorlinie vorgenommen werden.

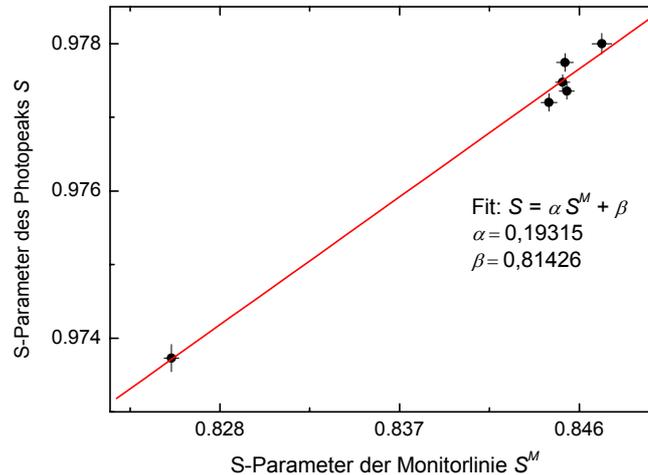


Abbildung 4.9: Korrektur des S-Parameters auf die Geräteauflösung. Aufgetragen ist der S-Parameter des Photopeaks  $S$  gegen den S-Parameter der Monitorlinie  $S^M$ , gemessen am selben Material aber mit unterschiedlicher apparativer Auflösung. Die Verschlechterung der Auflösung am unteren linken Meßpunkt wurde von einer Störung durch elektromagnetische Felder hervorgerufen.

Ein lineares Modell geht davon aus, daß die durch Störungen hervorgerufene Verbreiterung im Photopeak linear von der Verbreiterung im Peak der Monitorlinie abhängt. Zur Korrektur werden die S-Parameter des Photopeaks  $S$  und der Monitorlinie  $S^M$  mehrerer Messungen der Geräteauflösung gegeneinander aufgetragen und eine Ausgleichsgerade gemäß  $S = \alpha \cdot S^M + \beta$  bestimmt. Der korrigierte Wert der  $S_i^C$  bestimmt sich dann aus den einzelnen S-Parametern des Photopeaks  $S_i$  und der Monitorlinie  $S_i^M$  der zu korrigierenden Spektren nach

$$S_i^C \approx S_i + \alpha(S_0^M - S_i^M),$$

wobei  $S_0^M$  der Mittelwert über alle  $S_i^M$  ist. Wird die Messung der Geräteauflösung mit hinreichend großer Statistik durchgeführt, ist der dadurch entstehende Fehler in  $\alpha$  klein. Der statistische Fehler  $\Delta S_i^M$  geht hingegen voll in den Fehler  $\Delta S_i^C$  des korrigierten S-Parameters ein. Mit Gauß'scher Fehlerrechnung ergibt sich der Fehler für die Korrigierten Werte:

$$\Delta S_i^C \approx \Delta S_i + |S_0^M - S_i^M| \Delta \alpha + \alpha(\Delta S_0^M + \Delta S_i^M)$$

Diese Korrektur funktioniert gut für kleine Abweichungen der Auflösung, für große Abweichungen ist die Messung zu verwerfen.

# Kapitel 5

## Die Bonner Positronenmikrosonde

### 5.1 Von den ersten Gehversuchen zu einem zuverlässigen Laborgerät

Zur Entwicklung eines Laborgeräts für orts aufgelöste Messungen mit langsamen Positronen wurde 1994 eine Zusammenarbeit des ISKP mit der Firma LEO<sup>6</sup> ins Leben gerufen. Die Teile des Geräts, die im Zusammenhang mit der Positronenquelle stehen, wurden in den Werkstätten und dem Heißlabor des ISKP gefertigt, während bei der Strahlführung und Fokussierung auf das Know-how der Fa. LEO zurückgegriffen werden konnte. Das Projekt war für drei Jahre ausgelegt und wurde vom BMBF<sup>7</sup> gefördert. Im Dezember 1996 war die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) in Grundzügen fertiggestellt und erste Testmessungen konnten durchgeführt werden [Gre96, Gre97, Ton97]. 1998 wurde das weltweit erste orts aufgelöste Positronenbild, eine plastische Zone vor einem Ermüdungsriß in Edelstahl AISI 321, der Öffentlichkeit vorgestellt [Haa98]. Seitdem hat die BPM eine Reihe von Erweiterungen und Umbauten erfahren, so daß heute ein zuverlässiges und vielseitiges Laborgerät zur Verfügung steht [Kra99, Ben02, Zam02]. Tabelle 1 zeigt die aktuellen Kenndaten.

Quelle	4 mCi <sup>22</sup> Na
Moderator-Effizienz	> 10 <sup>-4</sup>
Zählrate im Photopeak im Ge-Detektor	800 cps
Untergrund im Photopeak	1 cps
Zählrate im Photopeak im CsJ-Detektor	5000 cps
Energiebereich	
Positronen	4.5 ... 30 keV
Elektronen	0.3 ... 30 keV
Strahldurchmesser	
Positronen ohne Blende	~ 5 µm
Elektronen	< 12 nm

Tabelle 1: Aktuelle Kenndaten der BPM. Durch den Einsatz einer Aperturblende im Strahlengang läßt sich der Strahldurchmesser verringern, allerdings führt dies zu einer erheblichen Verringerung der Zählrate.

<sup>6</sup> LEO Elektronenmikroskopie GmbH, 73447 Oberkochen

<sup>7</sup> Fördernummer KZ03N8001

## 5.2 Die Bonner Positronenmikrosonde im Überblick

Die Bonner Positronenmikrosonde ist eine Kombination eines Raster-Elektronen-Mikroskops<sup>8</sup> (REM) und einer Positronenquelle mit kleinem Phasenraum. Beide Quellen befinden sich auf den gegenüberliegenden Seiten eines magnetischen Prismas (siehe Abbildung 5.1). Die spezifische Ladung  $q/m$  beider Teilchen ist vom selben Betrag, aber von umgekehrtem Vorzeichen. Von entgegengesetzter Richtung kommend, werden beide Strahlen durch das selbe Feld im Prisma um  $90^\circ$  nach unten in die Eingangsebene der REM-Säule abgebildet.

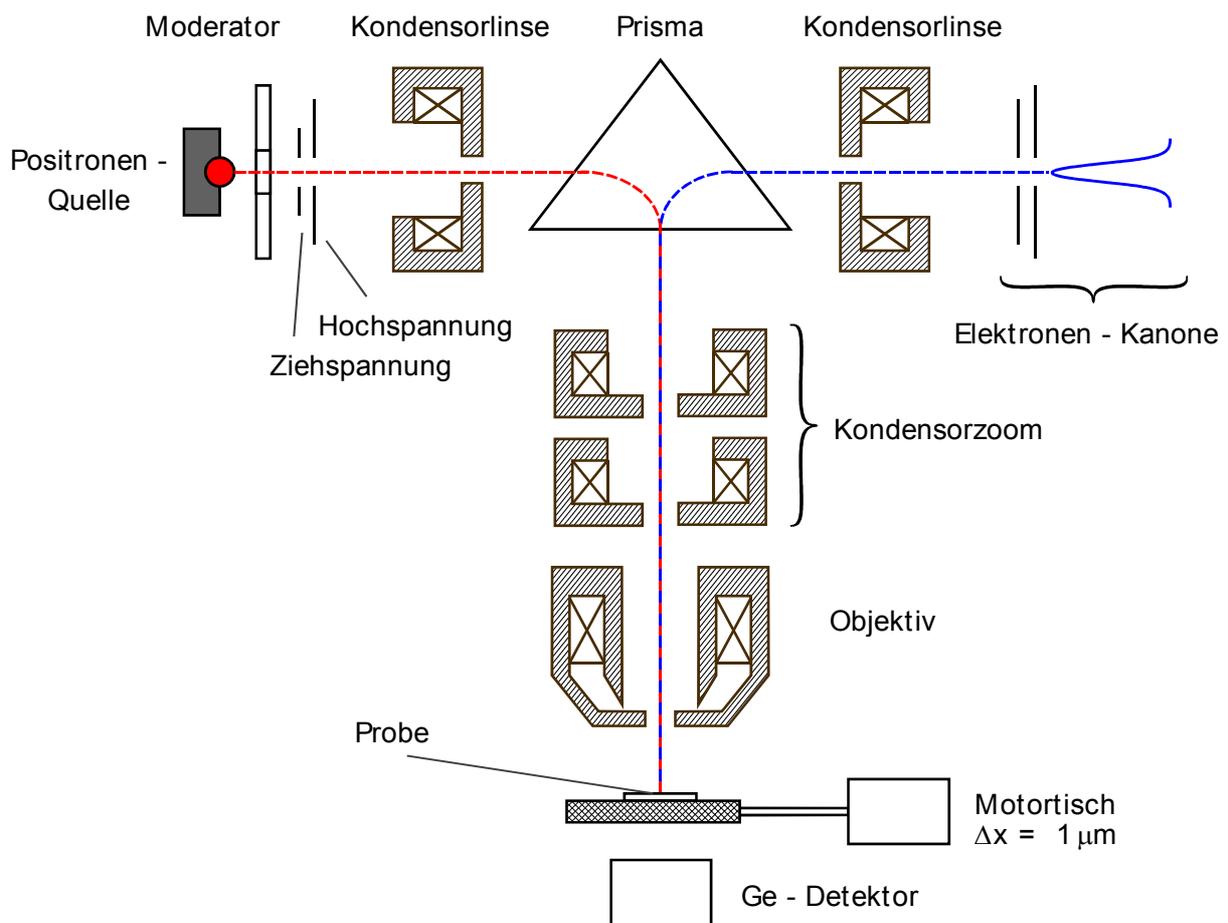


Abbildung 5.1: Schematischer Aufbau der Bonner Positronenmikrosonde. Die von der Positronenquelle bzw. der Elektronenkanone erzeugten Teilchenstrahlen werden durch Kondensorlinsen auf die Eingangsebene eines symmetrischen magnetischen Prismas abgebildet. Kondensorzooam und Objektivlinse einer REM-Säule fokussieren die Strahlen auf die Probe, die auf einem 2-Achsen-Motortisch mit einer Positioniergenauigkeit von  $\Delta x, \Delta y = 1 \mu\text{m}$  montiert ist. Ein in 10 mm Abstand unter der Probe angebrachter Ge-Detektor registriert die Annihilationsstrahlung.

<sup>8</sup> Typ: EM 960 A der Fa. LEO

Die aus der Öffnung des Moderators austretenden Positronen werden von einem Zwischenpotential  $U_z$  abgesaugt und von einer auf Erdpotential liegenden Elektrode beschleunigt. Quelle und Moderator liegen dabei auf dem Beschleunigungspotential  $U^+$ . Die Kondensorlinse fokussiert den Positronenstrahl in die Eingangsebene des Prismas und verkleinert den Strahl lateral um einen Faktor 4. Die weitere Strahlverkleinerung und Fokussierung übernehmen das Kondensozoom und die Objektivlinse der REM-Säule. Die Probe befindet sich unterhalb des Objektivs in einer UHV-Kammer auf einem automatisierten 2-Achsen Motortisch mit einer Genauigkeit von  $\Delta x, \Delta y = 1\mu\text{m}$ . Das Energiespektrum der Annihilationsstrahlung wird mit einem Ge-Detektor in 10 mm Abstand unterhalb der Probe aufgenommen. Der Detektor deckt einen Raumwinkel von  $\Omega = 0,31$  ab. Mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit des Ge-Detektors von  $\sim 0,35$  bei 511 keV ergibt sich eine Gesamtnachweiswahrscheinlichkeit von 0,11 für Gammas aus dem Photopeak. Das heißt ca. jedes neunte Positron, das in der Probe annihiliert, steht zur Messung zur Verfügung.

Im Elektronenbetrieb wird der Elektronenstrahl mittels im Objektiv befindlicher Scan-Spulen über die Probe gerastert, wobei eine Ortsauflösung von  $< 12$  nm erreicht wird. Zur Vermeidung von Linsenfehlern höherer Ordnung wird im Positronenbetrieb nicht gerastert, sondern die Probe mit dem Motortisch unter dem Strahl bewegt. Damit werden ebenfalls Abweichungen in der Strahlposition durch den bezüglich des Elektrons entgegengesetzten Drehsinn der Positronen im magnetischen Feld der Linsen vermieden. Es ist möglich Elektronen- und Positronenstrahl gleichzeitig zu betreiben, was eine Kontrolle während der Messung erlaubt.

Zur Aufnahme von REM-Bildern stehen ein Sekundär-Elektronen-Detektor und ein Rückstreu-Detektor zur Verfügung.

### 5.3 Moderation von Positronen

Strahlführung und Fokussierung elektrisch geladener Teilchen setzen monoenergetische Quellen mit einem kleinen Phasenraum voraus. Die in der BPM verwendete Quelle aus  $^{22}\text{Na}$  liefert ein kontinuierliches  $\beta$ -Spektrum mit einer Maximalenergie von 544 keV<sup>9</sup>. Um daraus monoenergetische Positronen zu gewinnen, wird das Verfahren der Moderation angewandt. Dabei macht man sich die negative Austrittsarbeit geeigneter Materialien für Positronen zu Nutze.

Thermalisiert das Positron im Moderator oberflächennah (d.h. Eindringtiefe  $<$  Diffusionsweglänge), so kann es zur Oberfläche diffundieren und wird dort mit definierter Energie senkrecht zur Oberfläche emittiert. Dieser Vorgang wurde von MADANSKY et al. 1950 zum ersten Mal beschrieben [Mad50]. Um den Festkörper zu verlassen, muß das Positron die Potentialbarriere an der Oberfläche überwinden. Die Positronenaustrittsarbeit  $\varphi^+$  setzt sich aus dem chemischen Potential  $\mu^+$  im Festkörperinneren und der Dipolbarriere  $D$  zusammen,

$$\varphi^+ = -D - \mu^+$$

wobei  $D$  durch die fehlenden Nachbaratome an der äußersten Oberflächenschicht bestimmt wird. Aufgrund gleicher Ladung der Kerne und des Positrons wirkt  $D$  auf

---

<sup>9</sup>  $t_{1/2} = 2.6\text{a}$

Positronen abstoßend [Sch88]. Bei Wolfram beträgt diese Energie 2.6 eV mit einer Unschärfe von 75 meV bei Raumtemperatur [Fis86]. Dies entspricht der Energieverteilung thermalisierter Positronen aufgrund der Maxwell-Statistik [Sch88].

Für den praktischen Einsatz ergeben sich einige notwendige Bedingungen an das Moderatormaterial:

- ▷ Eine hohe chemische Reinheit und geringe Defektdichte, um die Diffusionslänge nicht durch Haftstelleneinfang zu verkürzen.
- ▷ Eine reine und oxidfreie Moderatoroberfläche, um die Bildung von Positronium zu unterdrücken.
- ▷ Eine geringe Oberflächenrauheit, um einen kleinen Phasenraum mit möglichst scharfer Winkelverteilung zu erhalten.

## 5.4 Quelle und Moderator

Um einen Strahldurchmesser im Mikrometerbereich am Probenort zu erhalten, gibt es zwei unterschiedliche Vorgehensweisen. Einerseits kann, ausgehend von einer starken Quelle ( $>30$  mCi) die Strahlverkleinerung mit nichtkonservativen Methoden wie Remoderation oder Ausblenden bewerkstelligt werden [Tri97, Kra99]. Auch von einem Teilchenbeschleuniger gelieferte Positronen ( $10^6 - 10^9$  e<sup>+</sup>/s) werden als Primärquelle für einen feinen Positronenstrahl verwendet [Sto99].

Der zweite Weg ist die Konstruktion eines mobilen Laborgeräts, das unabhängig von Großanlagen arbeitet. Aus abschirmtechnischen Gründen sollte keine allzu starke Quelle ( $> 10$  mCi) verwendet werden. Dies führt zu drei Anforderungen an Quelle und Moderator:

- ▷ Eine miniaturisierte Quelle mit kleinem Phasenraum.
- ▷ Eine effektive Moderation.
- ▷ Eine möglichst verlustfreie Strahlführung.

Die Positronenausbeute einer <sup>22</sup>Na-Quelle ist durch die Selbstabsorption der Positronen im Quellmaterial limitiert. Die mittlere Eindringtiefe liegt bei  $\bar{z} \approx 100$  μm (siehe Abbildung 5.2). Dies beschränkt die nutzbare Dicke der Quelle auf 2-3 Reichweiten. Um eine hohe Aktivität in diesem Volumen unterzubringen, muß das Quellmaterial möglichst frei von Verunreinigungen (<sup>23</sup>Na, Fremdatome) sein. In Abbildung 5.3 sind die Quelle und der Moderator dargestellt.

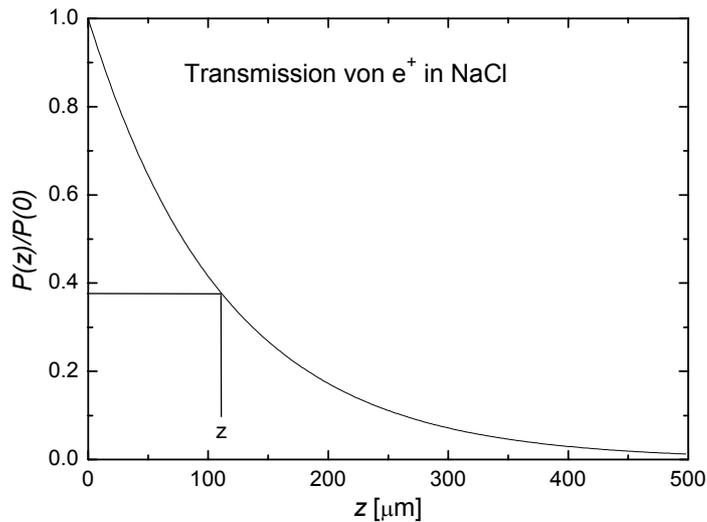


Abbildung 5.2: Transmission von Positronen in NaCl, berechnet nach Ghosh [Gho95]. Die mittlere Eindringtiefe liegt bei  $z \approx 100 \mu\text{m}$ .

Die Herstellung der hier verwendeten Quelle erfolgt durch Eintrocknen einer leicht salzsauren  $^{22}\text{NaCl}$ -Lösung in einem Trichter, dessen untere Bohrung ( $\varnothing 300 \mu\text{m}$ ) mit einer Mylarfolie ( $2\mu\text{m}$ ) und einer Al-Folie ( $6\mu\text{m}$ ) abgedeckt ist. Der Trichter besteht aus einer AuPd-Legierung, die chemisch inert gegen die leicht saure Lösung ist. Das eingetrocknete Salz wird mit einem weichen Feingoldschaber in die Trichteröffnung gekratzt und verdichtet. Anschließend wird der Trichter mit einem Ta-Stopfen verschlossen und mit der Halterung verschraubt. Die jetzige Quelle wurde im Herbst 2002 hergestellt und hat eine Aktivität von 4 mCi. Der verwendete Moderator kombiniert die Eigenschaften von Reflexions- und Transmissionsmoderation. Die Reflexionsmoderation findet an der Innenfläche einer konischen Bohrung in einem Wolfram-Einkristall<sup>10</sup> mit Öffnungswinkel  $10^\circ$  statt. Eine konische Bohrung hat gegenüber einer zylindrischen nach LYNN et al. den Vorteil eines besseren Feldzugriffs der Ziehspannung  $U_z$  in der Moderatoröffnung [Lyn89]. Zur Vermeidung einer breiten Verteilung im Transversalimpuls muß die Oberfläche der Bohrung eine Rauigkeit geringer als  $1 \mu\text{m}$  aufweisen. Das beste Ergebnis zeigte ein schnelles Abätzen der Oberfläche mit einer Mischung aus 2 Teilen konz. HF und 1 Teil konz.  $\text{HNO}_3$ . Dazu wurde der Kristall auf eine Kunststoffpipette aufgeklebt und die Säure ca. 5s lang durch schnelles Pumpen durch die Öffnung bewegt. Eine Abdeckung der äußeren Oberfläche des Kristalls mit Bitumen<sup>11</sup> verhinderte die Zerstörung des Moderators. Zur Ausnutzung der Transmissionsmoderation ist die quellseitige Öffnung des Moderators mit einer 500 nm dicken Wolframfolie abgedeckt. Diese wird mit einer Elektronenstrahlschweißvorrichtung im UHV-Rezipienten auf die Öffnung aufgeschweißt. Der Nachteil der gegenüber dem Reflexionsmoderator geringeren Effizienz wird durch einen wesentlich besseren Richtstrahlwert (Appertur) ausge-

<sup>10</sup> Zonengeschmolzenes Wolfram mit einem Restwiderstandsverhältnis von  $5 \cdot 10^4$

<sup>11</sup> Ätzgrund für Radierungen der Fa. Charbonnel

glichen, der daraus resultiert, daß die Positronen senkrecht zur Oberfläche in Richtung der Strahlachse emittiert werden.

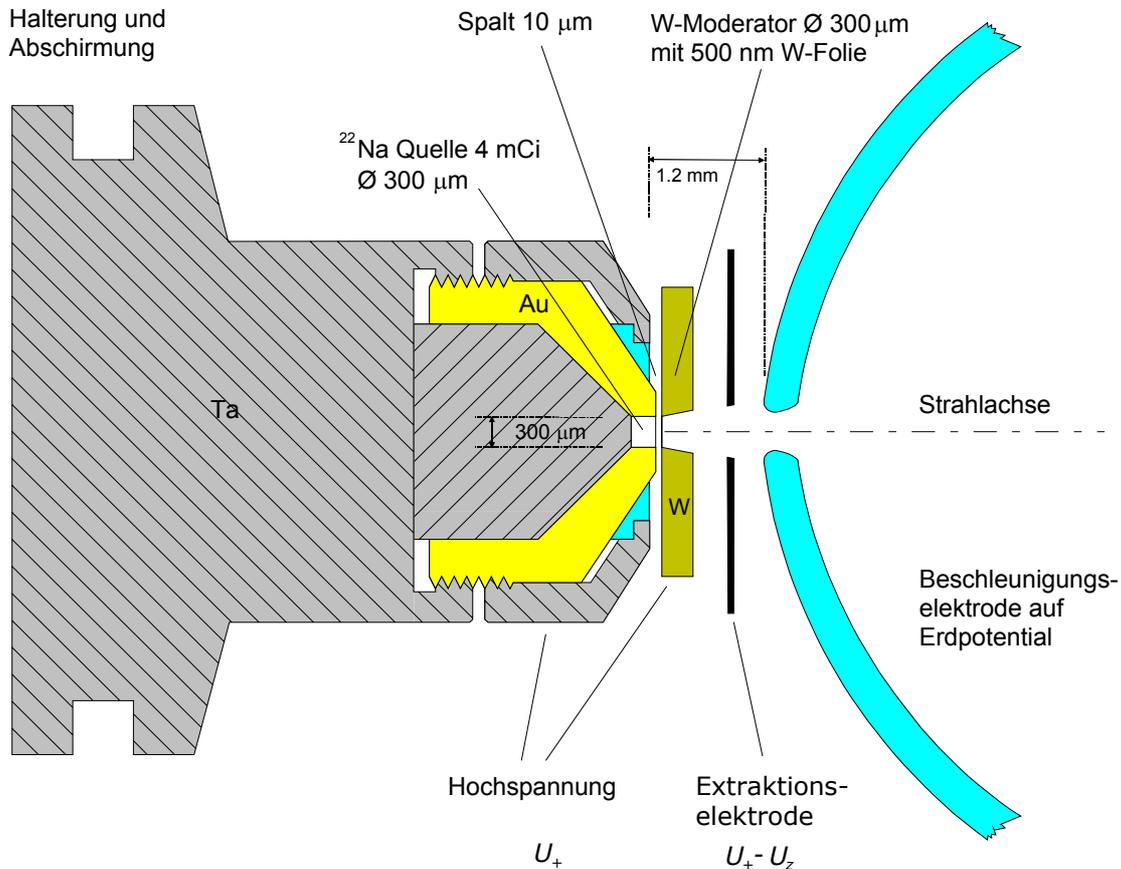


Abbildung 5.3: Quelle und Moderator der BPM. Die Quelle aus  $^{22}\text{NaCl}$  hat einen Durchmesser von  $300\ \mu\text{m}$  und eine Dicke von  $200\ \mu\text{m}$ . Die Halterung aus Ta bietet eine erste Abschirmung nach hinten. Zum Moderator hin ist die Quelle mit einer  $2\ \mu\text{m}$  Mylarfolie und einer  $6\ \mu\text{m}$  Al-Folie zum Potentialausgleich abgedeckt. Ein Klemmring aus Bronze hält die Folien über die Aktivität gespannt. Quelle und Moderator sind elektrisch kontaktiert.

Durch den Umgang mit dem Moderator an Luft kommt es zu einer Kontamination mit Kohlenstoffverbindungen, die ein Entkohlen und anschließendes Entgasen im UHV nötig macht. Beim Entkohlen glüht das Wolfram in einer Sauerstoffatmosphäre von  $3 \cdot 10^{-6}$  mbar bei ca.  $1000^\circ\text{C}$ . Dabei kommt es zu einer Abgabe des Kohlenstoffs in Form von CO [Fro76]. Das Entgasen des Wolframs erfolgt bei einer Temperatur von  $\sim 3000^\circ\text{C}$  im UHV. Zu weiteren Einzelheiten siehe [Gre96]. Die Temperaturbehandlung erfolgt im selben UHV-Rezipienten, in dem der spätere Einsatz erfolgt, so daß der Moderator danach nicht mehr mit Luft in Berührung kommt.

Quelle und Moderator können in allen drei Raumrichtungen unabhängig voneinander in Bezug auf die Beschleunigungselektrode eingestellt werden. Diese Freiheitsgrade sind für die Justage des Positronenstrahls auf die optische Achse der Magnetlinsen unbedingt erforderlich.

## 5.5 Strahlführung und Positronendetektoren

Im Strahlengang befinden sich drei aus Luftspulen aufgebaute Strahljustiersysteme (SJS). Zwei davon sind doppelstufig aufgebaut (SJS<sub>1</sub>, SJS<sub>3</sub>) und erlauben sowohl eine Änderung des Strahlwinkels (alignment) als auch einen Parallelversatz (precentering) in zwei Raumrichtungen quer zum Strahl. Die Justierparameter werden in S<sub>1</sub>A, S<sub>1</sub>P bzw. S<sub>3</sub>A, S<sub>3</sub>P unterschieden.

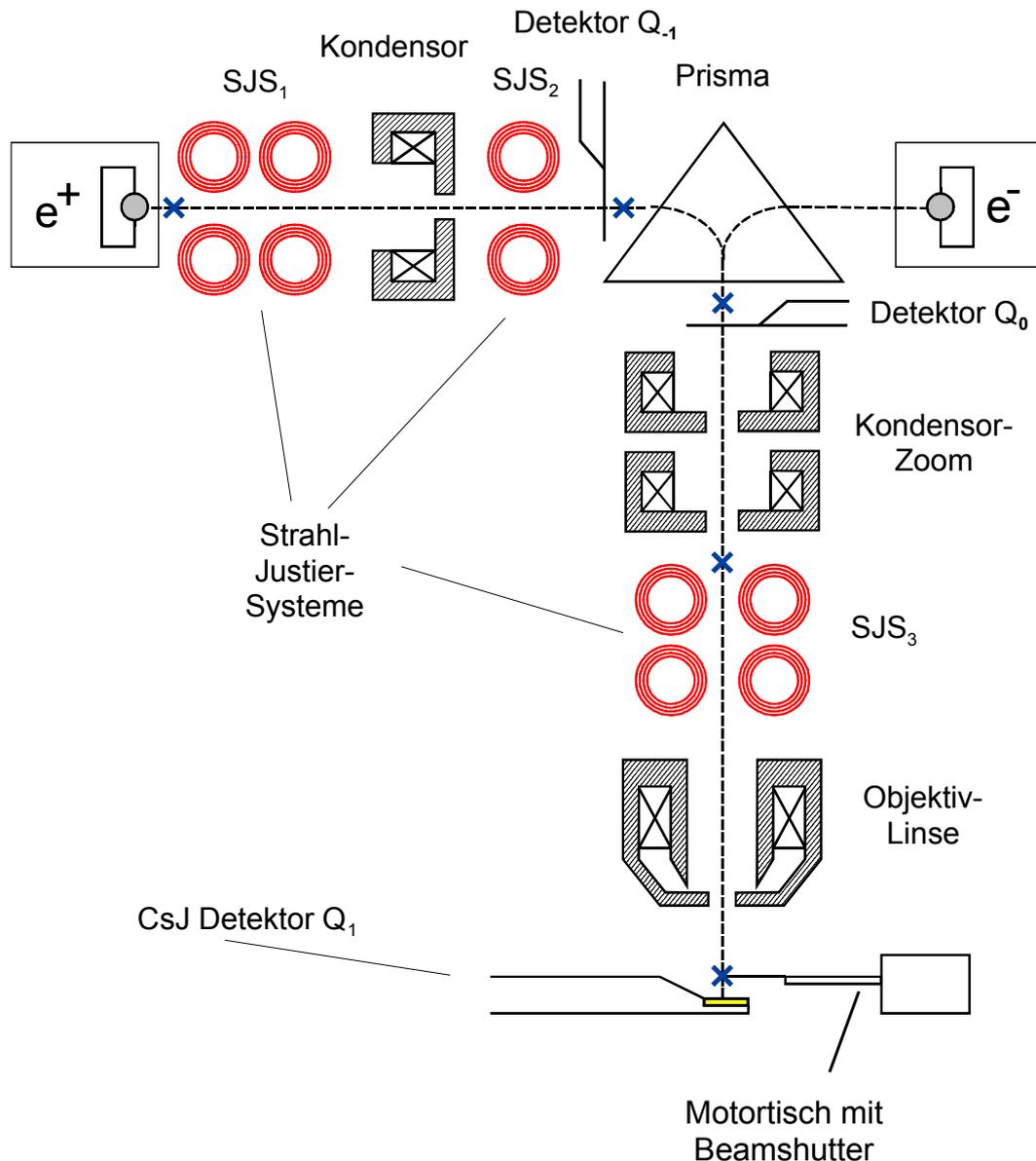


Abbildung 5.4: Strahljustiersysteme (SJS) und Detektoren (Q<sub>-1</sub>, Q<sub>0</sub>, Q<sub>1</sub>) im Strahlengang. Blaue Kreuze symbolisieren die Cross-Over im Strahlengang. Zur Messung des Strahldurchmessers wird eine an der Kante scharf polierte Mo-Folie auf den Motortisch montiert und durch den Strahl gefahren.

Mit SJS<sub>2</sub> ist ein alignment zwischen Kondensator und Prisma möglich, um den Strahl auf den richtigen Eingangswinkel des Prismas zu justieren (siehe Abbildung 5.4). Alle SJS sind über einen Computer steuerbar.

Für die Justage des Strahls können drei Szintillationsdetektoren ( $Q_{-1}$ ,  $Q_0$ ,  $Q_1$ ) in den Strahlengang eingeführt werden, mit denen die Positronen direkt nachgewiesen werden. Die Detektoren  $Q_{-1}$  und  $Q_0$  sind mit Plastiksintillatoren (NE 102A) bestückt und werden nur in der Anfangsphase der Strahljustierung benötigt. Das Szintillationslicht wird mit einem Strahlteiler auf zwei Photomultiplier verteilt. Durch eine Koinzidenzschaltung der Signale wird so eine sehr effektive Rauschunterdrückung erreicht.  $Q_{-1}$  befindet sich direkt vor dem Prisma und wird für die Positionierung von Moderator und Quelle auf die optische Achse der Apparatur benötigt. Dabei werden Moderator und Quelle so justiert, daß die Zählrate des direkten  $\beta$ -Spektrums im  $Q_{-1}$  maximal wird.  $Q_0$  weist die moderierten Positronen unterhalb des Prismas nach. Der Detektor ist in einer beweglichen Vakuumdurchführung angebracht und kann, wenn er nicht benötigt wird, aus dem Strahlengang gezogen werden. Mit der Justage auf  $Q_0$  werden Einstellbereiche für das Zwischenpotential  $U_z$ , den Kondensatorstrom  $I_{c+}$ , den Prismenstrom  $I_p$ , sowie die SJS<sub>1</sub> und SJS<sub>2</sub> gefunden. Zum Nachweis der Positronen am Probenort steht der CsJ-Detektor  $Q_1$  zur Verfügung, der im laufenden Betrieb hydraulisch an den Ort der Probe gefahren werden kann [Män00].

Abbildung 5.5 zeigt den Detektor im Detail. Es wird ein polierter Einkristall aus CsJ verwendet, der gegenüber einem Plastiksintillator den Vorteil höherer Vakuumfestigkeit hat. Auch bildet sich im Gegensatz zu NE 102A keine Totschicht an der Oberfläche aus, so daß auch Positronen mit niedriger Energie ( $E_{kin} \geq 4.5$  keV) nachweisbar sind.

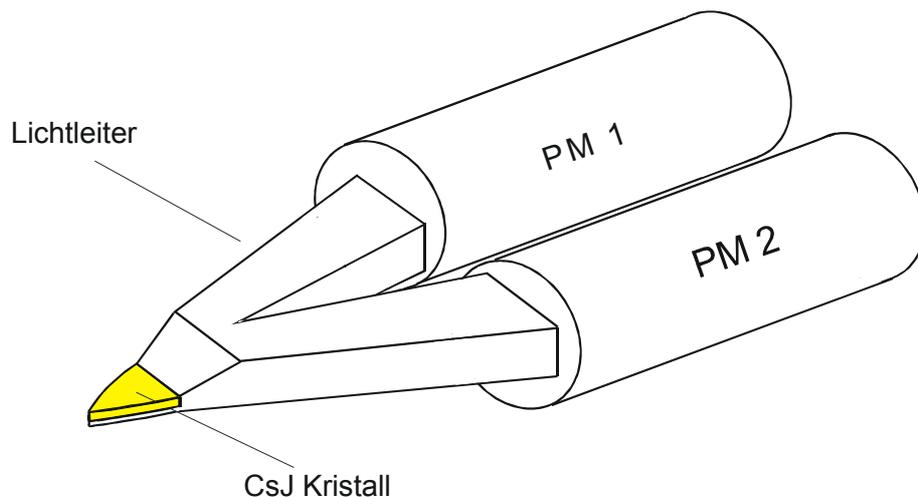


Abbildung 5.5: Positronendetektor  $Q_1$  mit Szintillator aus CsJ. Das Szintillationslicht wird durch einen Strahlteiler aus Plexiglas auf zwei Photomultiplier (PM) verteilt. Die Elektronik akzeptiert nur Signale in Koinzidenz.

An  $Q_1$  wird die endgültige Strahljustage vorgenommen. Die Abhängigkeit der Zählrate von den einzelnen Parametern ist hier wesentlich schärfer, da der Detektor sich weiter vom Prisma entfernt befindet. Innerhalb der Säule kommen neue Parameter hinzu: SJS<sub>3</sub>, mit dem die Position des Positronenstrahls auf die des Elektronenstrahls gelegt wird, sowie  $I_{K1}$ ,  $I_{K2}$  und  $I_O$ , die Betriebsströme von Kondensatorzoom und Objektivlinse. Mit dem Objektiv wird der Strahl auf die Probe fokussiert.  $I_O$  hängt lediglich von der Energie der Teilchen und dem Abstand von Probe und Objektiv

ab und hat keinen weiteren Einfluß auf die Strahlgeometrie. Der Strahlengang durch die Säule wird von den Strömen im Kondensorzoo  $I_{K1}$  und  $I_{K2}$  bestimmt.

Es gibt zwei unterschiedliche Wege, den Strahl durch die Säule zu führen. Der normalerweise im REM  $e^-$  - Modus verwendete Strahlengang hat einen Cross-Over in der Objektivlinse knapp oberhalb einer Blende ( $\varnothing$  40 - 120  $\mu\text{m}$ ), mit der die Strahlapertur verkleinert wird. Im Elektronenmodus stellt dies kein Problem dar, da mit ca.  $10^{13}$   $e^-/s$  genug Elektronen zur nichtkonservativen Phasenraumverkleinerung zur Verfügung stehen.

Das Ausblenden des Positronenstrahls ist jedoch nicht sinnvoll, da dadurch ein Großteil der vorhandenen Positronen (von max.  $10^4$  bei  $Q_0$ ) verlorenght. Zur Fokussierung der Positronen wird ein verlustarmer Strahlengang ohne Cross-Over im Objektiv eingestellt, wie er beim Elektronenstrahlschweißen Verwendung findet.

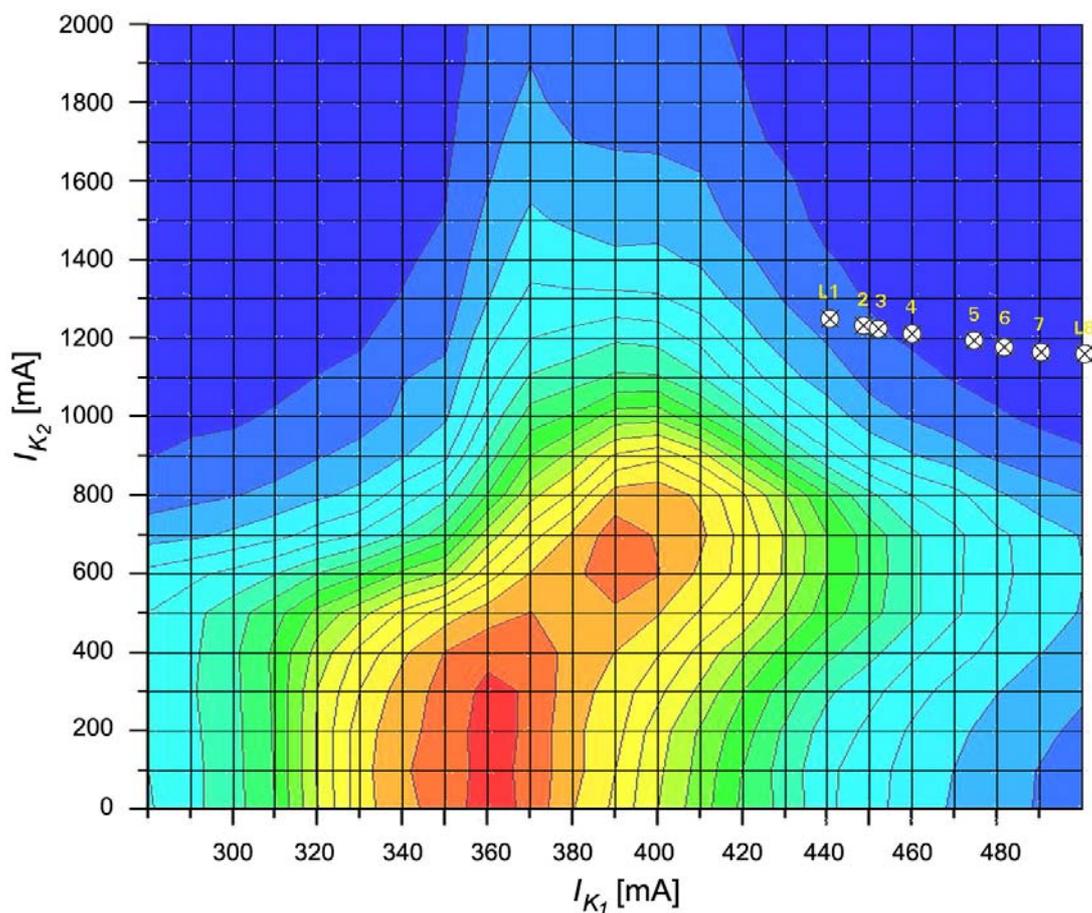


Abbildung 5.6: Abhängigkeit der Zählrate im  $Q_1$  von den Kondensorstömen  $I_{K1}$  und  $I_{K2}$  bei  $U^+ = 30$  kV. In der linearen Falschfarbenskala bezeichnet Rot eine hohe Zählrate und Blau eine niedrige. Die mit  $L_1$  bis  $L_8$  markierten Kreuze stellen die Arbeitspunkte im Elektronenstrahlbetrieb dar.

In der Steuerung des EM 960A sind die Einstellwerte für  $I_{K1}$  und  $I_{K2}$  auf einem Eprom fest vorgegeben und können nicht verändert werden. Um den Strahlengang dennoch frei einstellen zu können, wurde eine manuelle Steuerung eingebaut, die den Eprom umgeht, und das Verfahren der Ströme in einem Bereich von 0 - 2000 mA ermöglicht. Abbildung 5.6 zeigt die Zählrate im  $Q_1$  in Abhängigkeit von  $I_{K1}$  und  $I_{K2}$  bei  $U^+ = 30$  kV. In der linearen Falschfarbenskala bezeichnet Rot eine hohe Zählrate

und Blau eine Zählrate nahe bei Null. Die durch den Eprom vorgegebene Werte sind mit Kreuzen markiert und mit L1 bis L8 bezeichnet. Es zeigt sich, daß im REM-Modus so gut wie alle Positronen durch die Apperturblende verworfen werden. Eine sinnvolle Einstellung für den Positronenbetrieb liegt bei  $I_{K1} = 0 - 330 \text{ mA}$  und  $I_{K2} = 362 \text{ mA}$ .

## 5.6 Elektronenstrahlofen in der Probenkammer

Zur in-situ Messung bei verschiedenen Temperaturen verfügt die BPM über einen geregelten Elektronenstrahlofen mit Gegenkühlung durch Stickstoff, der auf den Motortisch montiert wird. Die Heizplattform aus Tantal kann eine Probe bis zu den Ausmaßen vom  $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$  aufnehmen. Der Emissionsstrom fließt zwischen der Glühkathode und der Innenwand des Ofens, der auf Erdpotential liegt.

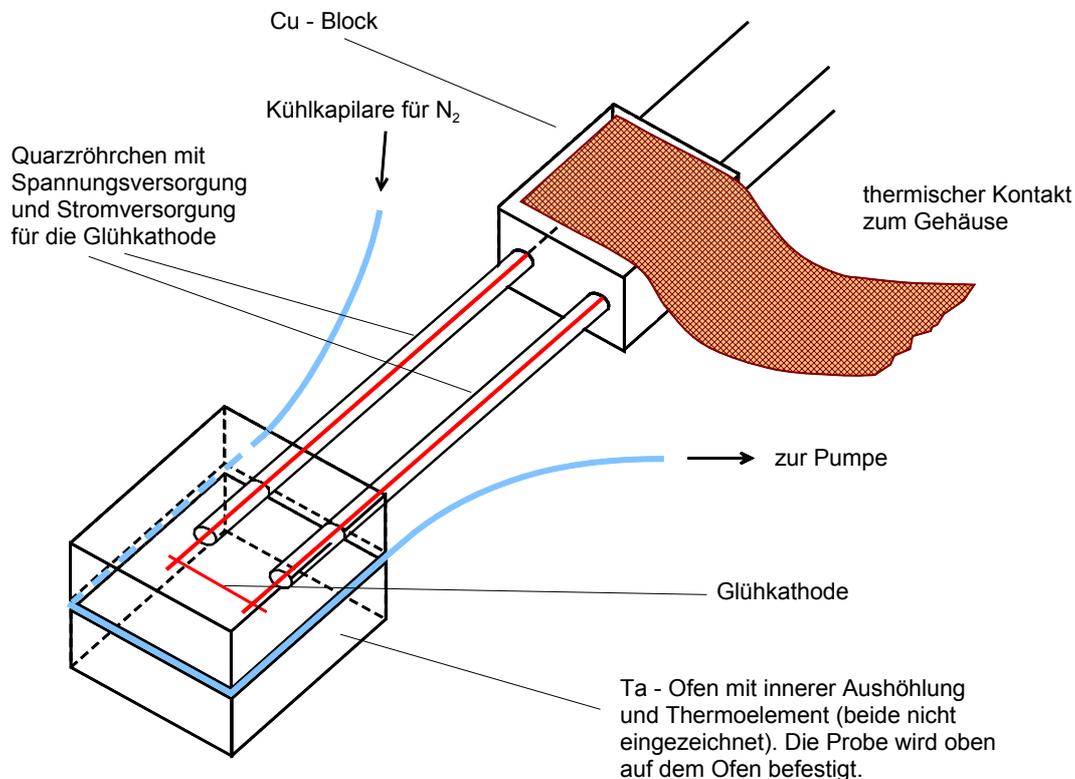


Abbildung 5.7: Elektronenstrahlofen für einen Temperaturbereich von  $-100^\circ\text{C}$  bis  $800^\circ\text{C}$ . Der Emissionsstrom fließt zwischen der Glühkathode und der Innenseite des Ofens. Der Ofen wird mit zwei Quarzrohren thermisch gegen den Motortisch isoliert, wobei ein Cu-Block zur Abfuhr der Restwärme zum Gehäuse dient.

Im Ofen ist ein NiCr/Ni Thermoelement integriert, das die Temperaturwerte für die Steuerung liefert. Um den Motortisch vor Erwärmung zu schützen und einer Positionsänderung des Ofens durch thermische Ausdehnung vorzubeugen, ist der Ofen mit zwei dünnwandigen Quarzröhrchen an einem Kupferblock befestigt, der über ein massives Cu-Erdungskabel ( $\varnothing 75 \text{ mm}^2$ ) wärmeleitend mit dem Gehäuse verbunden ist. Quarzglas ist dabei das Material der Wahl, da es einerseits einen kleinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten ( $\Delta l/l \approx 5.4 \cdot 10^{-7}/\text{K}$ ) besitzt und andererseits

eine geringe Wärmeleitung ( $\lambda \approx 1.3 \text{ W/mK}$ ). In einer Nut an der Seite des Ofens ist eine Kupferkapillare eingequetscht, durch die zur Kühlung kaltes gasförmiges  $\text{N}_2$  gesaugt werden kann. Durch gleichzeitiges Heizen und Gegenkühlen mit  $\text{N}_2$  lässt sich mit der Regelung eine Temperaturstabilität von  $\Delta T < 0.5 \text{ K}$  in einem Temperaturbereich von RT bis  $800^\circ\text{C}$  erreichen. Durch Flutung der Kühlleitung mit  $\text{LN}_2$  stehen auch tiefe Temperaturen bis  $-100^\circ\text{C}$  zur Verfügung.

## 5.7 Ortsaufgelöster Nachweis von Positronen im Mikrometerbereich

Zur exakten Justage des Positronenstrahls für Strahldurchmesser im Bereich einiger Mikrometer ist ein gutes Rückmeldungssignal von Vorteil. Strahldurchmesser und Strahlprofil hängen auf nichttriviale Weise von den einzelnen Justierelementen ab. Zur routinemäßigen Vermessung des Strahlprofils sind einfache Methoden, wie das Abschatten des Strahls mit einer Folie zu aufwendig und zu ungenau. Auch scheiden kommerziell verfügbare Pixel-Detektoren (z.B. CCD<sup>12</sup>-Kamera) wegen der zu schlechten Ortsauflösung aus (Pixeldurchmesser  $> 5 \mu\text{m}$ ). Außerdem ist die aktive Oberfläche eines CCD-Chips mit einer Glaslinse abgedeckt, was eine Verwendung als direkten Positronendetektor unmöglich macht.

Um eine orts aufgelöste Vermessung des Strahlprofils zu ermöglichen, wurde in Zusammenarbeit mit dem Halbleiterlabor des MPI für extraterrestrische Physik in Garching und der Fa. Ketek<sup>13</sup> ein Vier-Quadranten Silizium-Detektor entwickelt. Solche Detektoren finden auch als Röntgen-Detektoren in der Astronomie Anwendung<sup>14</sup> [Str01]. Während bei konventionellen CCDs der Ladungstransfer mit MOS (Metall-Oxid-Semiconductor) Strukturen kontrolliert wird, übernehmen pn-Übergänge diese Aufgabe im Detektor. Nur so ist ein ausreichender Durchgriff in die Tiefe des Siliziumchips zu erreichen, der sowohl für die vollständige Sensibilisierung des Materials als auch für den Ladungsträgertransport notwendig ist.

Der Detektor besteht aus einer Silizium-Driftkammer, die als pn-Diode ausgeführt ist (Abbildung 5.8). Dringt ein Positron in den Detektor ein, erzeugt es eine seiner kinetischen Energie entsprechende Anzahl von Elektron-Loch-Paaren. Bei einem Energieverlust von ca.  $3.5 \text{ eV}$  pro Paar entspricht dies einer Ausbeute von ca. 7000 Paaren pro Positron bei  $30 \text{ keV}$ . Das dieser Wert kleiner ist als der sich rein rechnerisch ergebende, liegt an der Absorption kinetischer Energie in der Kontaktschicht ( $1 \mu\text{m Al}$ ) und der darunterliegenden Totschicht. Eine Driftspannung  $U_d$  von  $120 - 180 \text{ V}$  zwischen der Detektoroberseite und der segmentierten Anode auf der Rückseite zieht die Elektronen zur Anode. Die Anodensegmente sind mit den Gates von auf dem Chip befindlichen FETs verbunden, welche die eintreffenden Ladungen in Spannungs-Signale umwandeln (Abbildung 5.10). Die Signalhöhe ist dabei proportional zur Anzahl der detektierten Elektronen. Zur Signaltrennung befindet sich ein elektrisches Potential  $U_{\text{Guard}}$  zwischen den einzelnen Segmenten. Ein in der

---

<sup>12</sup> Charge Coupled Device

<sup>13</sup> KETEK GmbH, 85764 Oberschleissheim

<sup>14</sup> Im Forschungssatelliten XMM Newton

Vakuumkammer befindlicher Vorverstärker verstärkt die vier Signale und paßt die Ausgangsimpedanz an 50 Ω an.

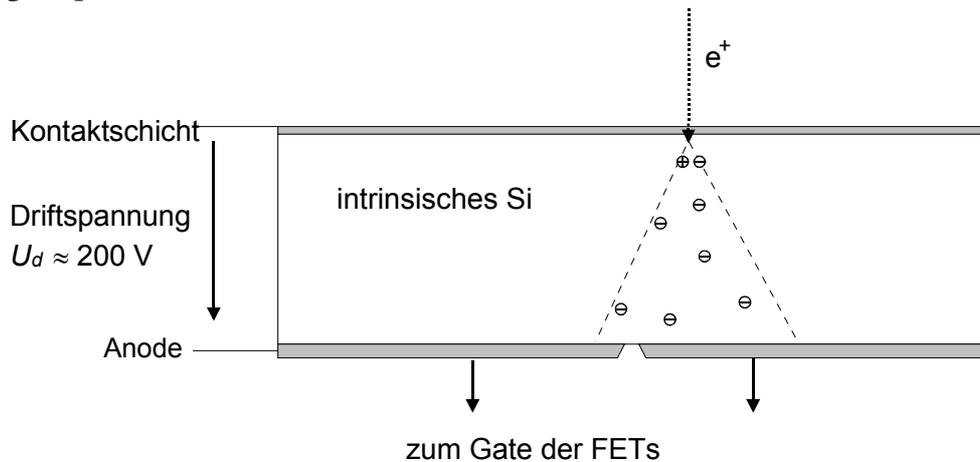


Abbildung 5.8: Silizium-Detektor im Querschnitt. Beim Einschlag eines Positrons werden Elektron-Loch-Paare erzeugt. Die Driftspannung  $U_d$  beschleunigt die Elektronen auf eine in vier Quadranten segmentierte Elektrode auf der Detektorrückseite. Jedes Segment ist mit dem Gate eines FET auf dem Chip verbunden.

Der Detektor hat eine laterale Ausdehnung von 80 μm und ist zusammen mit der Verstärkerschaltung auf einem Halter am Motortisch in der Probenkammer montiert. Ebenfalls am Halter befindet sich eine Montage-Plattform zur Befestigung von Proben, so daß Strahljustage und Messung ohne ein Öffnen des Vakuum-Systems möglich sind.

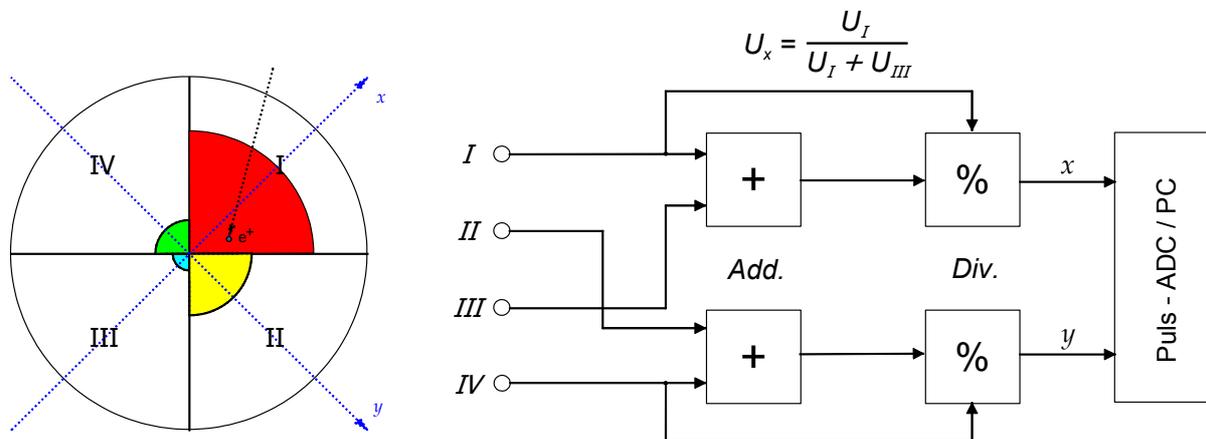


Abbildung 5.9: Ortsrekonstruktion mit einer analogen Schaltung. Die vom Positron freigesetzten Elektronen driften zu den einzelnen Sektoren der Anode, wobei die Anzahl der Elektronen, die einen bestimmten Quadranten erreichen vom Ort des Einschlags abhängt.

Um aus den einzelnen Signalen die Ortsinformation des Positronenereignisses zu gewinnen, werden mittels einer Analogelektronik die Verhältnisse

$$U_x = \frac{U_I}{U_I + U_{III}} \quad \text{und} \quad U_y = \frac{U_{II}}{U_{II} + U_{IV}}$$

gebildet. Mit einem Puls-ADC digitalisiert, können  $U_x$  und  $U_y$  mit den Achsen eines zweidimensionalen Koordinatensystems identifiziert werden, und durch Auswerten der Signale über einige Zeit erhält man das Strahlprofil.

Da der Detektor sehr rauscharm ist ( $\sim 14 e^-$  bei RT) läßt er sich ohne Kühlung betreiben, was insbesondere im Vakuum von Vorteil ist. Bei 30 keV Strahlenergie (entspricht  $\sim 7000 e^-$ ) können somit Zählratenverhältnisse zwischen den Sektoren von bis zu ca. 1/100 aufgelöst werden.

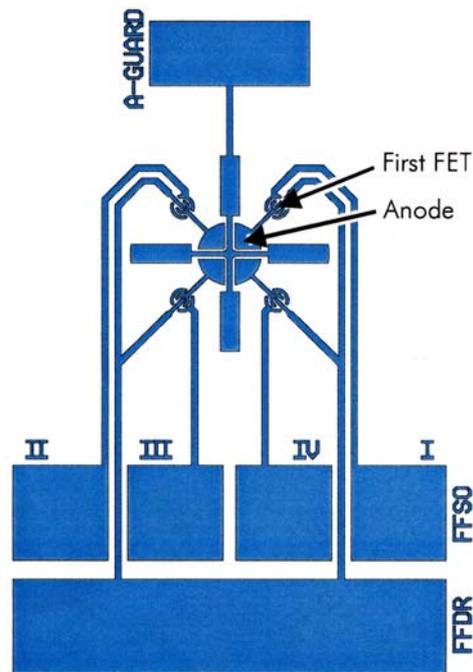


Abbildung 5.10: Kontaktierung des Detektors auf der dem Strahl abgewandten Seite. Jedes Anodensegment ist direkt mit dem Gate eines integrierten FET (First FET) verbunden. Die Sourcekontakte der FETs sind über Kontaktplatten nach außen geführt. Die Segmente werden von einem Potential (A-Guard) von 30 V voneinander getrennt.

# Kapitel 6

## Fehlerquellen bei der Probenpräparation

Im Gegensatz zur Probenpräparation für die üblichen metallographischen Verfahren<sup>15</sup>, reicht es bei der Präparation von Proben für die Positronen-Annihilations-Spektroskopie nicht aus eine glatte, kratzerfreie Oberfläche zu präparieren. Viele Fehlerquellen, die üblicherweise keine Auswirkung auf das Gelingen des Experiments haben, sind bei der PAS zu berücksichtigen. So können durch die klassischen Methoden der Probenpräparation teilweise erhebliche Artefakte in den Messungen erzeugt werden. In Abschnitt 6.5 wird ein Präparationsweg skizziert, der zu einem definierten Ausgangszustand und zu reproduzierbaren Ergebnissen führt.

Im folgenden wird die Auswirkung einiger Präparationsfehler anhand von Beispielen dargestellt.

### 6.1 Verformungszustand von Metallen "wie geliefert"

In Lieferzustand liegt das Material normalerweise bereits deformiert vor. So wird technisches Plattenmaterial (Cu, Al, Stähle) im kaltgewalzten Zustand und Stangenmaterial im kaltgezogenen oder stranggepreßten Zustand geliefert. Edelstähle oder Aluminiumlegierungen werden zwar nach dem Walzen gegläht, aber danach noch mal um einige Prozent gereckt. Auch reinste Metalle, bezogen von einschlägigen Firmen, kommen normalerweise im verformten Zustand vom Hersteller. Da der S-Parameter sehr sensitiv auf die bei der Verformung eingebrachten Gitterfehler ist, verfälscht ein solcher vordeformierter Ausgangszustand die Messung. Anhand von den in Abbildung 6.1 dargestellten Messungen des Lieferzustands an einigen Reinstmetallen und einigen technischen Legierungen zeigt sich dieser Effekt deutlich. Untersucht wurden die Metalle Cu, Fe, Ni, alle im Reinheitsgrad 5N<sup>16</sup>, sowie OFC<sup>17</sup> Kupfer und die Legierungen C45E<sup>18</sup> und X6CrNiTi18-10<sup>19</sup>.

---

<sup>15</sup> z.B. Metallographie, REM-Aufnahme, Eigenspannungsmessung, Kristallorientierung, Härtemessung

<sup>16</sup> 5N bedeutet eine Reinheit von 99.999%.

<sup>17</sup> Oxygen Free Copper, elektrolytisch abgeschieden, Reinheit 99.95 % (3N5).

<sup>18</sup> Vergütungsstahl siehe Kap.7.4, Tabelle 5.

<sup>20</sup> chem. Zusammensetzung (in Gew.%): 17-19% Cr, 9 - 11.5% Ni, 0.5 % Ti, 2% Mn, 1% Si, C < 0.1 %, Werkstoffnummer 1.4541 nach [EN95], entspricht AISI 321 [Weg77].

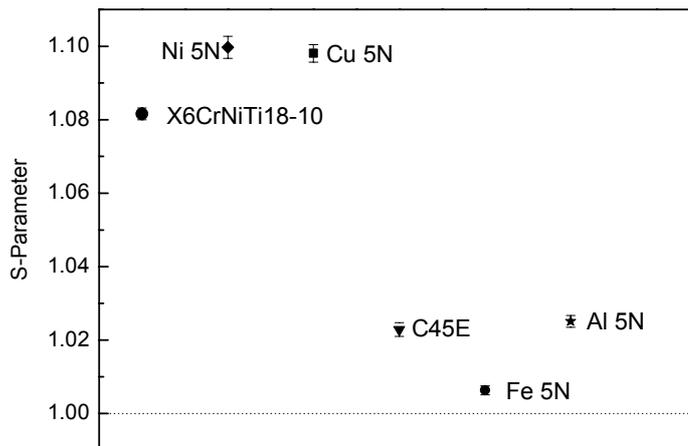


Abbildung 6.1: Der S-Parameter einiger Reinstmetalle und einiger Legierungen im Zustand "wie geliefert". Der angegebene Wert ist jeweils auf den S-Parameter des selben Materials im ausgeheilten Zustand bezogen ( $S = 1.0$ ).

Die angegebenen S-Parameter sind jeweils auf den Wert desselben Materials im ausgeheilten Zustand bezogen. Fast alle gemessenen Werte liegen weit über den S-Parametern der ausgeheilten Metalle, so daß von einem beträchtlichen Verformungsgrad der Materialien im Lieferzustand ausgegangen werden kann. Dies gilt sowohl für die Reinstmetalle als auch für die Legierungen. Eine Ausnahme bildet das Reinst Eisen, das anscheinend vor der Lieferung gegläht wurde. Normalerweise wird der Zustand jedoch nicht dokumentiert, was die Verwendung von Proben im Lieferzustand zu einem Glücksspiel macht.

Diese Ergebnisse zeigen, daß Verformungsexperimente an Probenmaterialien im Lieferzustand nicht zu sinnvollen Ergebnissen führen können. Vor dem Experiment muß für einen reproduzierbaren Ausgangszustand durch Ausheilen der Defekte und Entfernung aller Artefakte aus der Probenpräparation gesorgt werden.

## 6.2 Wasserstoffeintrag durch chemisches Polieren

Die chemische Politur dient der Entfernung der nach dem mechanischen Polieren eventuell unter der Oberfläche verbliebenen Poliermittel (Diamant, SiC,  $Al_2O_3$ ). Als Polierlösung wird meist eine Mischung starker Säuren verwendet, welche die wäßrige Lösung protolysieren und  $H^+$ -Ionen an der Materialoberfläche bereithalten. Der Wasserstoff kann nun leicht durch die Oberfläche in die Metallprobe eindiffundieren. Aufgrund seiner hohen Beweglichkeit im Zwischengitter verteilt sich der Wasserstoff in kurzer Zeit in der gesamten Probe. In Kupfer zum Beispiel wird die Diffusion von Wasserstoff bei 140 K aktiviert und ist oberhalb 170 K vollständig von Fremdatomen im Gitter unabhängig [Wam76]. Auf welche Weise im Gitter vorhandener Wasserstoff eine Messung mit Positronen beeinflussen kann, wird anhand eines Beispiels an OFC-Kupfer gezeigt.

Es wurde der Einfluß des Wasserstoffs sowohl an ausgeheilten als auch an verformtem OFC-Kupfer untersucht. Die Proben wurden chemisch poliert<sup>20</sup>, wobei ein Teil der Oberfläche mit Bitumen abgedeckt wurde. Abbildung 6.2 zeigt die Ergebnisse der Untersuchung (nach [Bom00]).

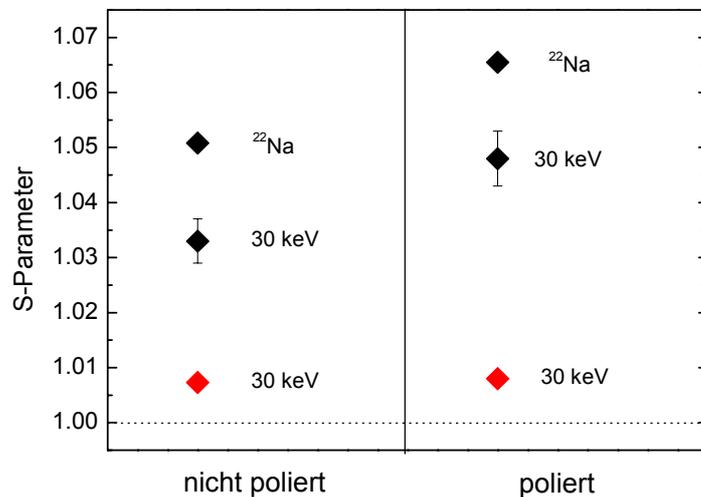


Abbildung 6.2: S-Parameter von chemisch poliertem OFC-Kupfer im Vergleich zu nicht polierten Proben. Rot: unverformtes Material, Schwarz: verformt mit 28 MPa. Es wurde mit der BPM bei 30 keV und mit <sup>22</sup>Na gemessen [Bom00].

Es zeigt sich, daß der Wasserstoffeintrag sowohl im unverformten wie auch im verformten Material den S-Parameter signifikant erhöht. Dabei der Einfluß bei den verformten Proben am stärksten. Der Unterschied zwischen den Werten der BPM und der Messung mit <sup>22</sup>Na ist auf eine unterschiedliche apparative Auflösung der Meßaufbauten zurückzuführen [Bom00]. Der durch den Wasserstoff hervorgerufene Effekt ist jedoch bei beiden Messungen im Rahmen der Fehlergrenzen derselbe. Bei den unverformten Proben ist der S-Parameter sowohl im abgedeckten Teil der Probe als auch im ungedeckten Teil auf 1.008 erhöht, was darauf schließen läßt, daß sich der Wasserstoff gleichmäßig im Gitter verteilt hat.

### 6.3 Relaxation von Gitterfehlern in hochreinen Metallen bei RT

Es hat sich gezeigt, daß es bei reinen Metallen zu einem Abklingen des S-Parameters innerhalb einiger Stunden nach plastischer Verformung kommt.

Zur Untersuchung der Relaxation des S-Parameters an frisch verformten Proben wurden mehrere Meßreihen mit verschiedenen Metallen unterschiedlichen Reinheitsgrades durchgeführt. Alle untersuchten Materialien wurden einer Temperaturbehandlung im UHV<sup>21</sup> unterzogen, um aus der Vorgeschichte des Materials bereits vorhandene Gitterfehler auszuheilen.

<sup>20</sup> 33% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 33% HNO<sub>3</sub>, 33% Eisessig bei 73°C (Vol.%)

<sup>21</sup>  $p < 2 \cdot 10^{-6}$  mbar, bei Cu 5N mehrmaliges Spülen des UHV-Rezipienten mit reduzierendem Schutzgas (98% Ar 2% H<sub>2</sub>), wegen der hohen Affinität des Kupfers zu Sauerstoff.

Die Temperaturdaten und die Ausheilzeiten sind in Tabelle 2 aufgelistet. Die Proben wurden anschließend kalt gewalzt und in einem Positronenspektrometer<sup>22</sup> mit einer <sup>68</sup>Ge-Quelle über einen längeren Zeitraum gemessen, wobei jede halbe Stunde ein Spektrum gespeichert wurde. Die in den folgenden Graphiken (Abbildung 6.3, Abbildung 6.4) angegebenen S-Parameter sind jeweils auf den Wert des selben Materials im ausgeheilten Zustand bezogen.

Metall	Reinheit	$T$ [°C]	Dauer [h]
Al	5N	500	4
Au	4N	900	1
OFC	3N5	1000	3
Cu	5N	1000	3
Ni	5N	1000	3
Fe	5N	680	3
CrNi Stahl	---	1000	2
C45E	---	680	3

Tabelle 2: Ausheiltemperaturen und Zeiten für die verwendeten Metalle. Bei dem CrNi-Stahl handelt es sich um einen weit verbreiteten rostfreien Stahl mit der Bezeichnung X6CrNiTi18-10.

Im Ergebnis zeigt sich ein sehr unterschiedliches zeitliches Verhalten. Bei unreinen Metallen (Au 4N, OFC), sowie Legierungen (C45E, AISI 321) ergibt sich keine Änderung des S-Parameters mit der Zeit. Abbildung 6.3 zeigt einen Vergleich zwischen dem Verhalten unreiner Metalle und Legierungen (oben) und Reinstmetallen (unten).

---

<sup>22</sup> sog. Positrontopf, eine genaue Beschreibung findet sich in [Bom00] und [Zam02].

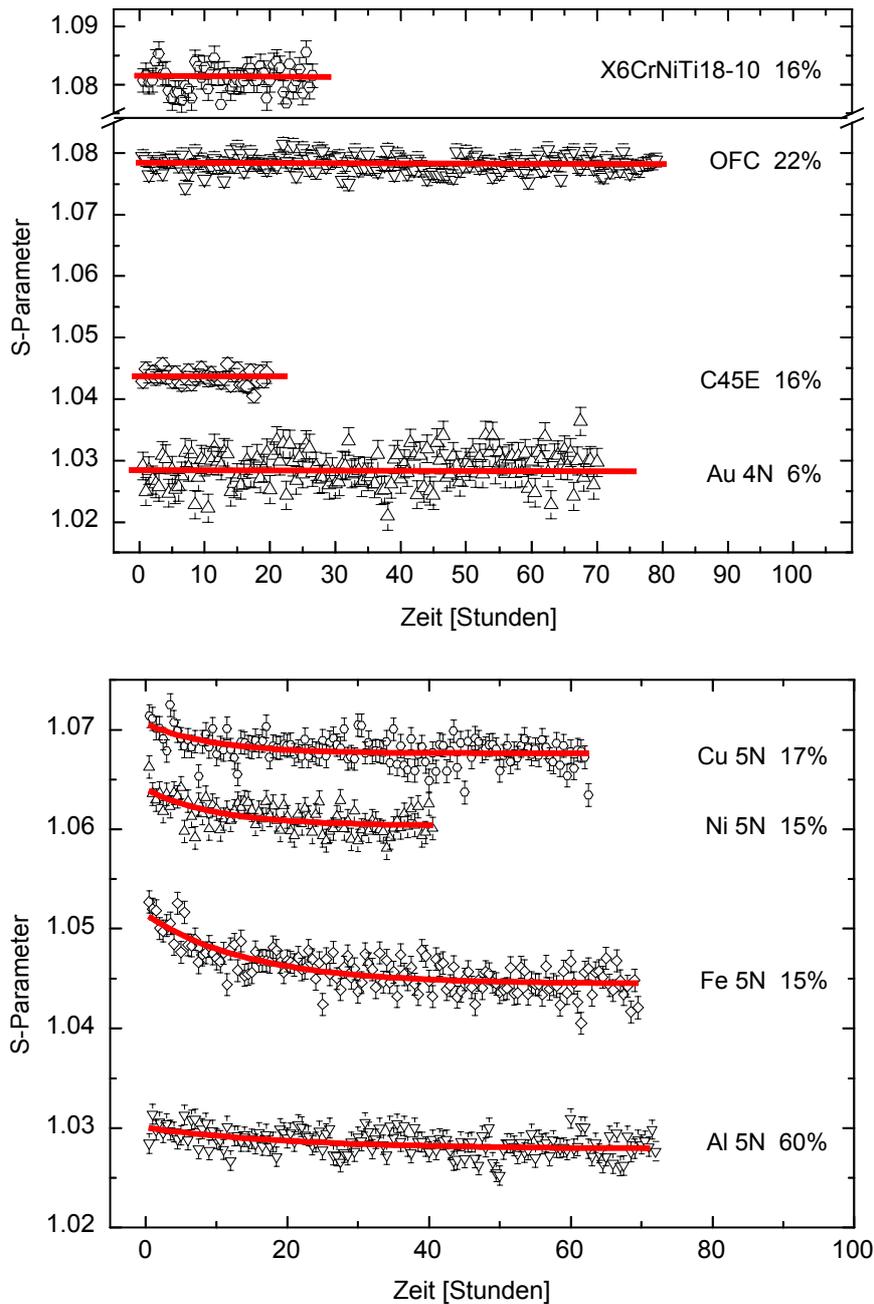


Abbildung 6.3: Metalle hoher Reinheit (unten) im Vergleich zu Metallen gewöhnlicher Reinheit (oben). Die Dickenreduktion ist an der rechten Seite in Prozent angegeben. Bei allen untersuchten Metallen der Reinheit 5N ist der exponentielle Abfall des S-Parameters an frisch verformten Proben zu beobachten, wobei die roten Linien einem Fit mit einer Exponentialfunktion entsprechen. Metalle geringerer Reinheit (Feingold 4N, OFC-Kupfer 3N5) sowie legiertes Eisen (C45E: 98.4 % Fe, X6CrNiTi18-10: 67.5% Fe) zeigen keinen solchen Abfall. Der S-Parameter bleibt über die Zeit konstant. Die angegebenen S-Parameter beziehen sich hier jeweils auf den Wert des selben Materials im ausgeheilten Zustand.

Bei den Legierungen zeigt sich keine signifikante Änderung des S-Parameters außerhalb der statistischen Schwankungen. Alle untersuchten Reinstmetalle zeigen jedoch einen exponentiellen Abfall des S-Parameters mit der Zeit. Der Effekt ist beim

Aluminium am geringsten ausgeprägt, obwohl es von allen Materialien am stärksten verformt wurde.

Bei allen untersuchten Reinstmetallen (Al, Cu, Fe, Ni, jeweils 5N) zeigt sich dieser exponentielle Abfall über mehrere Stunden. Kupfer und Nickel zeigen einen Effekt, der mit dem an stark deformierten Eisen gemessenen vergleichbar ist, wobei die Abklingzeit hier materialunabhängig bei ca. 10 Stunden liegt. Dieser Effekt ist weitgehend unabhängig von der Schmelztemperatur in Kelvin der Metalle, kann also nicht direkt auf das diffusive Ausheilen von Leerstellen bei Ausheilstufe III (siehe Abschnitt 6.4) zurückgeführt werden. Die roten Linien in Abbildung 6.3 oben und Abbildung 6.4 entsprechen einem Fit mit einer Exponentialfunktion:

$$S = A \cdot e^{-t/t_0} + S_0$$

Der Wert  $S_0$  ist der S-Parameter der nach der Relaxation verbleibt.

Tabelle 3 zeigt die Parameter der Exponentialfits in einer Übersicht.

Auffällig ist dabei, daß Feingold – immerhin mit einer Reinheit von 4N – keine Relaxation zeigt. Eine Verunreinigung mit 0.1 % Fremdmetallen reicht anscheinend aus, die leicht beweglichen Leerstellen an der Wanderung zu hindern.

In Abbildung 6.4 ist der zeitliche Abfall des S-Parameters für unterschiedliche Verformungsgrade am Beispiel von Reinst Eisen dargestellt.

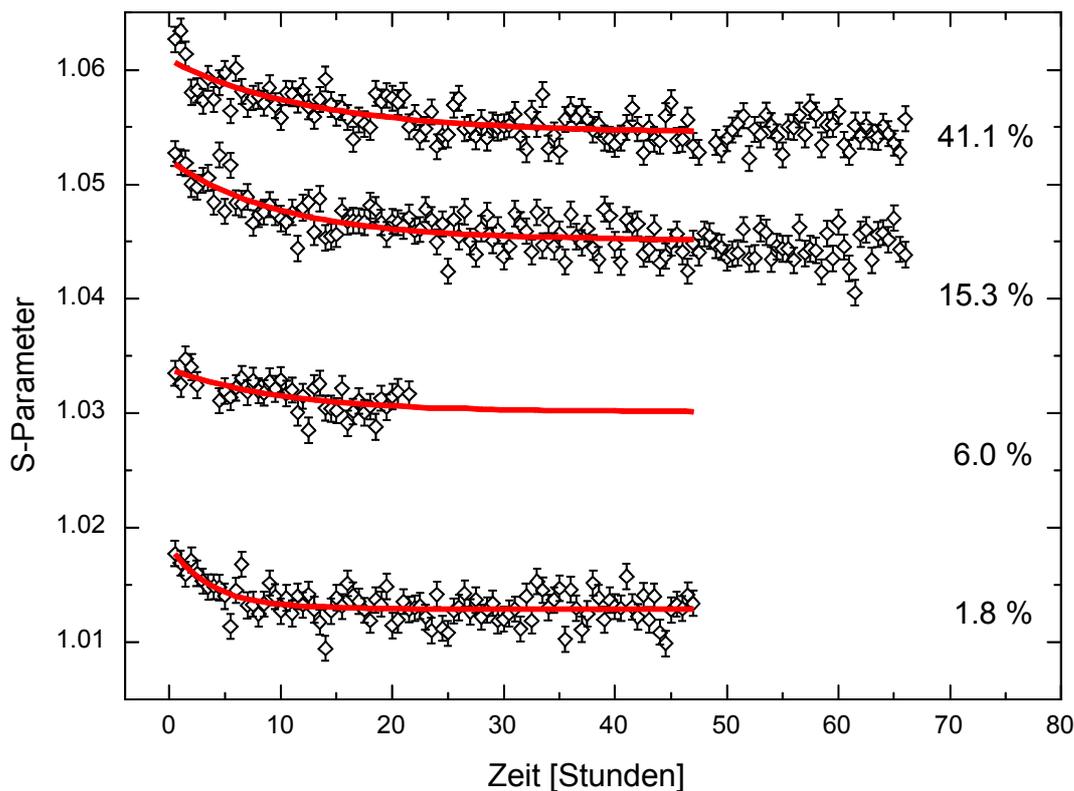


Abbildung 6.4: Exponentieller Abfall des S-Parameters nach einer Verformung durch Walzen bei Raumtemperatur am Beispiel von Reinst Eisen (5N). Die Dickenreduktion ist an der rechten Seite in Prozent angegeben. Der S-Parameter ist auf den Wert unverformten ausgeheilten Reinst Eisens bezogen.

Bei geringer plastischer Verformung (1.8% Dickenreduktion) ergibt sich eine Zeitkonstante des Relaxation von  $3.7 \pm 0.9$  Stunden. Danach behält der S-Parameter einen konstanten Wert von  $1.017 \pm 0.002$  bei. Bei den stärker verformten Proben (6.0% - 41.1% Dickenreduktion) ergibt sich eine in den Fehlergrenzen übereinstimmende Zeitkonstante von ca. 10 Stunden, d.h. es liegt keine Abhängigkeit der Abklingzeit vom Verformungsgrad vor.

Metall	$T_m$ [K]	%	A	$\Delta A$	$t_0$	$\Delta t_0$	$S_0$	$\Delta S_0$	$\langle S_1-S_4 \rangle$	$\Delta \langle S_1-S_4 \rangle$
Fe 5N	1808	1.9	0.0054	0.0009	3.7	0.9	1.0129	0.00014	1.0169	0.001
Fe 5N	"	6.0	0.0037	0.001	10.3	8.3	1.0301	0.0012	1.0337	0.001
Fe 5N	"	15.3	0.0074	0.0005	10.1	1.6	1.0451	0.00023	1.0516	0.001
Fe 5N	"	41.1	0.0064	0.0005	12.8	2.4	1.0545	0.0003	1.0614	0.002
Al 5N	933	60	0.002	0.0003	24.3	9.8	1.0279	0.0002	1.0301	0.001
Ni 5N	1726	15	0.004	0.0005	10.1	3.6	1.0604	0.0003	1.0641	0.002
Cu 5N	1356	17	0.003	0.0003	9.5	3.2	1.0676	0.00016	1.0707	0.002

Tabelle 3: Parameter der an die Messungen angepaßten Exponentialfunktion  $S = A \cdot e^{-t/t_0} + S_0$ . Die Relaxationszeiten nehmen mit zunehmendem Verformungsgrad zu. Der nach dem exponentiellen Abfall verbleibende S-Parameter ist mit  $S_0$  angegeben. In den beiden rechten Spalten ist der Mittelwert über die ersten vier Meßwerte sowie der dazugehörige statistische Fehler jeder Meßreihe angegeben. In der Differenz zwischen  $S_0$  und dem Meßwert direkt nach der Verformung liegt ein deutliche Fehlerquelle verborgen.

Insgesamt ergibt sich aus den Daten, daß die Relaxation des S-Parameters nach plastischer Verformung bei Reinstmetallen ab einem Reinheitsgrad von 5N berücksichtigt werden muß. Bei unreineren Metallen sowie Legierungen hat dieser Effekt keinen signifikanten Einfluß auf die Messung.

## 6.4 Diskussion

Das im vorigen Abschnitt beschriebene Abklingen des S-Parameters an frisch verformten Metallen einer Reinheit von mindesten 5N stellt eine wesentliche Fehlerquelle bei Positronenmessungen dar. So zeigt sich bei mittel bis stark verformten Proben aus Reinst Eisen ein Unterschied im S-Parameter direkt nach der Verformung zum relaxierten Wert, der mit dem Verformungsgrad zunimmt. Diese Fehlerquelle liegt durchaus im Bereich des bei einigen Verformungsexperimenten zu erwartenden Meßeffectes (siehe Abbildung 6.5). Dies bedeutet, daß innerhalb eines Tages nach der Verformung der zu untersuchende Effekt vom Abklingen des S-Parameters überlagert wird.

Im folgenden wird auf die physikalischen Ursachen dieses doch erstaunlichen Verhaltens näher eingegangen.

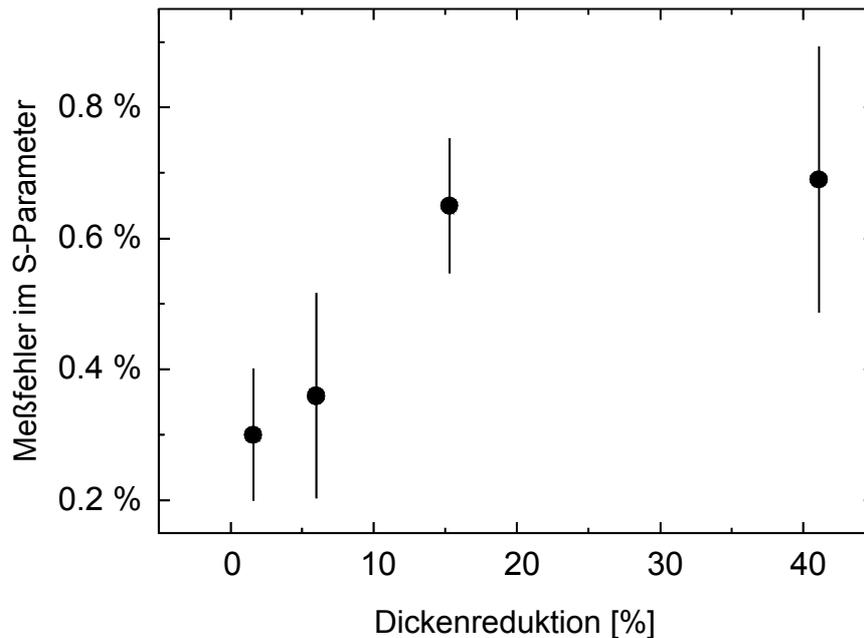


Abbildung 6.5: Mit zunehmender Verformung steigt der Unterschied des S-Parameters direkt nach der Verformung zum relaxierten Wert nach ca. einem Tag. Dies stellt eine erhebliche Fehlerquelle für Messungen mit Positronen an verformten Proben aus hochreinen Metallen dar.

Es wurden Messungen an zwei Kupferproben bei ähnlicher Verformung aber unterschiedlicher Reinheit (5N und 3N5 OFC) durchgeführt. Der S-Parameter direkt nach der Verformung liegt bei Cu5N etwas unter dem zeitlich konstanten S-Parameter von OFC (vergleiche auch Abbildung 6.3). Dies deutet auf einen Ausheilvorgang als Ursache für den exponentiellen Abfall des S-Parameters hin, der durch das Vorhandensein von Verunreinigungen im Gitter gestört wird, wobei schon ein Anteil an Fremdatomen von 0.05% ausreicht, um das Ausheilen zu verhindern.

Während der plastischen Verformung bei Raumtemperatur werden Leerstellen in einer Konzentration weit jenseits des thermodynamischen Gleichgewichts erzeugt. Nach einem in [See55b] beschriebenen Modell verschwinden diese frei im Gitter vorhandenen Leerstellen bei der sogenannten Ausheilstufe III durch diffusive Prozesse und annihilieren an Leerstellensenken, z.B. Versetzungssprünge (Jogs). Dieser Diffusionsprozeß wird thermisch über die Leerstellenwanderungsenthalpie  $H_W$  aktiviert. Bei Kupfer, Eisen und Aluminium liegt die Aktivierungsschwelle weit unterhalb von RT bei ca.  $-20^\circ\text{C}$  für Cu [Bou76,Wic78],  $-50^\circ\text{C}$  für Eisen [Hau79, Veh81], bzw. ca.  $-50^\circ\text{C}$  für Aluminium [Ple82, Wam78]. Diese Leerstellen sind somit bei RT nicht mehr im Material vorhanden. Bei Nickel liegt die Aktivierungsenergie oberhalb RT zwischen  $68^\circ\text{C}$  [Kha68] und  $80^\circ\text{C}$  [Dlu86, Sta99], die Ausheilungsstufe III sollte also bei RT nicht aktiviert sein. Da das Absinken des S-Parameters bei allen Reinstmetallen gleichermaßen vorkommt, scheidet ein Stufe III Ausheilprozeß als Ursache aus.

Die Zeitkonstante  $t_g$  bis zum Erreichen der Gleichgewichtskonzentration berechnet sich nach folgender thermodynamischen Beziehung,

$$t_g = \frac{N}{\nu} \cdot \left( e^{\frac{S}{k}} \cdot e^{-\frac{H_w}{kT}} \right)^{-1}$$

wobei  $N$  die Sprungzahl,  $\nu$  die Sprungfrequenz,  $S$  die Leerstellenwanderungsentropie und  $H_w$  die Leerstellenwanderungsenthalpie ist [See55b]. Daraus folgt, daß  $t_g$  mit steigender Versetzungsdichte abfällt, sofern es sich um isotrop verteilte Leerstellen handelt, da die nötige Sprungzahl  $N$  zum Erreichen einer Senke mit der Versetzungsdichte abnimmt.

Das Beispiel von Eisens bei mittleren und starken Verformungen zeigt jedoch, daß der Effekt unabhängig von der Versetzungsdichte ist (siehe Abbildung 6.4). Die Ursache ist also nicht im Fernbereich sondern im Nahbereich der Versetzungen zu finden.

Versetzungen erzeugen ein elastisches Potential daß mit  $1/r$  abfällt und einige 100 Gitterkonstanten weit reicht. Durch dieses Potential wird die Leerstellenwanderung in Richtung der Versetzung aktiviert. Dabei handelt es sich nicht um einen dreidimensionalen Random-Walk, sondern um eine zielgerichtete Bewegung.

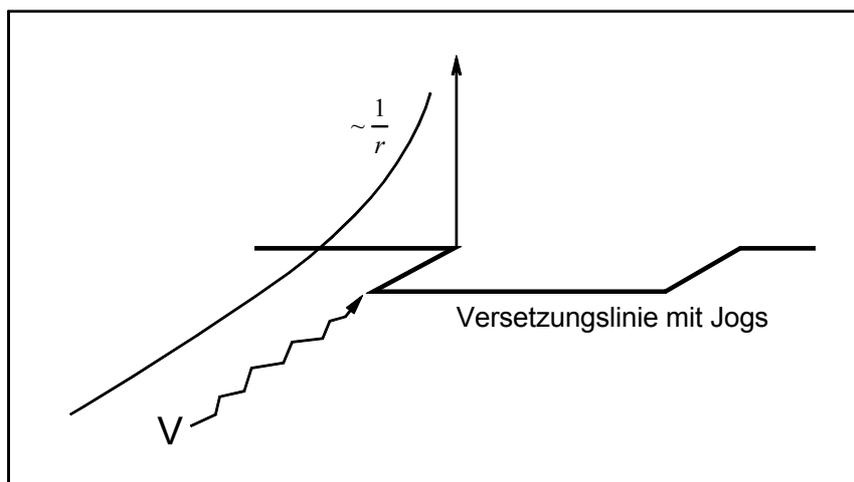


Abbildung 6.6: Eine Leerstelle wandert im elastischen Spannungsfeld einer Versetzung auf diese zu und annihiliert an einem Jog.

Da Leerstellen mit Fremdatomen, insbesondere mit im Zwischengitter vorhandenen Verunreinigungen von O, C, N, stabile Konfigurationen bilden können [Sch91], kann davon ausgegangen werden, daß diese Bewegung durch auf dem Weg liegende Fremdatome aufgehalten wird.

Bei einer Verunreinigungskonzentration von 0.001% (5N) ist ca. jeder fünfzigste Gitterplatz in jeder Raumrichtung von einem Fremdatom besetzt. Da diese Konzentration die Bewegung nicht stört, kann eine Größenordnung für die dazu nötigen Platzwechsel auf 50 bis 100 abgeschätzt werden. Bei 0.05% Verunreinigungen (3N5) ist jedes zwölfte Atom auf dem Weg ein Fremdatom. Dies reicht aus die Leerstellenwanderung vollständig zu unterbinden.

Aufgrund dieser Fehlerquelle sind zahlreiche Positronenmessungen aus der Literatur sehr sorgfältig zu analysieren.

## 6.5 Eine Standard Probenpräparation für PAS-Messungen

Am Anfang der Präparation steht immer die Formgebung. Dabei kommen mechanische Verfahren, wie Fräsen, Drehen, Sägen oder Funkenerosion zum Einsatz, die Versetzungen und Leerstellen unter der verbleibenden Oberfläche einbringen. Oft wird die Oberfläche der Probe nach der Fertigung mechanisch geschliffen oder poliert. Hierbei werden nicht nur weitere Gitterfehler ins Material eingebracht, sondern es kann auch zur Kontamination mit Schleifmitteln unter der Oberfläche der Probe kommen.

Diese verbleibenden Schleifkörner können nur durch einen Abtrag der Oberfläche um mindestens das 10-fache der verwendeten Schleifkorngröße auf chemischem oder elektrochemischem Weg entfernt werden. Dabei besteht die Gefahr, daß Wasserstoff in die Probe eindiffundiert.

Die unabhängig vom Lieferzustand durch Formgebung und Politur in die Probe eingebrachten Defekte können durch ein thermisches Ausheilen im UHV oder unter Schutzgasatmosphäre entfernt werden. Dabei wird gleichzeitig von einer elektrochemischen Politur verbleibender Wasserstoff ausgetrieben.

Der unten skizzierte Weg zur Probenpräparation führt zu einem reproduzierbaren Ausgangszustand, auf den sich die gemessenen Effekte gut beziehen lassen.

- ▷ Formgebung
- ▷ Mechanisches Schleifen und Polieren
- ▷ Chemisches oder elektrochemisches Polieren
- ▷ Ausheilen von Gitterfehlern und gleichzeitiges Austreiben von Wasserstoff im UHV bei einer geeigneten Temperatur
- ▷ Ausgangszustand, Messung des Referenzwertes mit PAS
- ▷ Das eigentliche Verformungsexperiment
- ▷ Keine weitere Probenbehandlung! Lagerung gegebenenfalls im Exsikkator
- ▷ Die eigentliche PAS - Messung

Die oben angegebene Vorgehensweise führt zu einem reproduzierbaren Ausgangszustand, an dem ein verlässlicher S-Parameter als Referenzwert gemessen werden kann. Auf diesen Wert lassen sich die Ergebnisse der eigentlichen Messung reproduzierbar beziehen. Das führt dazu, daß sich unterschiedliche Messungen, auch wenn sie an verschiedenen Positronen-Spektrometern durchgeführt wurden, miteinander vergleichen lassen.

Die geeigneten Rezepturen zum chemischen oder elektrochemischen Polieren sowie die Ausheiltemperaturen sind stark materialabhängig. Eine Übersicht findet sich in Anhang B.

# Kapitel 7

## Messungen

### 7.1 Thermisches Ausheilen von Gitterfehlern

Das temperaturabhängige Ausheilen von Defekten kann mit einem isochronen Anlaßversuch untersucht werden. Dabei wird die Temperatur in Schritten von 20 K bei einer Haltezeit von 20 min erhöht, wobei die Messung nach dem Abkühlen bei Raumtemperatur erfolgt. Dabei erwies sich der Ofen der BPM (siehe Abschnitt 5.6) als das geeignete Meßinstrument, da hier erstens im Vakuum keine thermische Oxidation der Metalle zu befürchten ist und zweitens eine reproduzierbare Positionierung im Positronenstrahl zur Verfügung steht.

Es wurden zwei der vorher untersuchten Materialien, der austenitische Stahl X6CrNiTi18-10 und der ferritische Stahl C45E untersucht. Die Meßwerte wurden in der massiv verformten plastischen Zone vor einem Ermüdungsriß aufgenommen, die aus Umlaufbiegeproben entnommen wurden [siehe Ben02c].

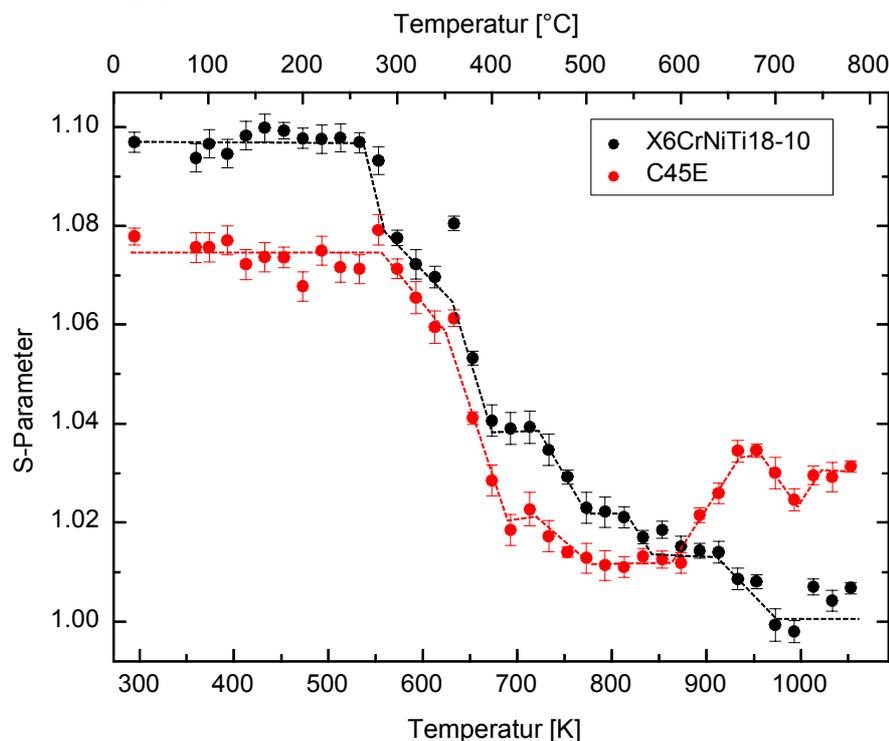


Abbildung 7.1: Isochrone Ausheilung der Defekte. Die Haltezeit beträgt 20 min. Die Temperatur wurde in Schritten von 20 K erhöht.

Abbildung 7.1 zeigt die Ausheilkurven für beide Materialien im Vergleich. Der S-Parameter ist jeweils auf den ausgeheilten Zustand normiert. Die Abkühlung von der Ausheiltemperatur erfolgte mit ca. 100 K/min, wodurch die Ausheilung als isochron bezeichnet werden kann. Aufgrund von Wärmeabstrahlung ist dieser Wert ab ca. 700 K größer. Eine genaue Messung ist aber aufgrund der Trägheit des Thermoelements nicht möglich.

Beide Stähle weisen bis 870 K ein ähnliches Ausheilverhalten auf. Bei 550 K beginnt die Ausheilung in einer ersten Stufe, was sich in einem fallenden S-Parameter äußert. In Gegensatz zum ferritischen Stahl sind beim Austeniten andeutungsweise zwei Zwischenstufen erkennbar, bei denen der S-Parameter konstant bleibt (580 – 620 K bzw. 660 – 720 K). Danach fällt der S-Parameter kontinuierlich auf den Bulk-Wert ab. Der ferritische Stahl erreicht diesen Zustand bei 800 K, der Austenit erst bei 970 K.

Oberhalb von 870 K steigt der S-Parameter des ferritischen Stahls bei weiterer Temperaturerhöhung wieder an, wogegen der S-Parameter beim austenitischen Stahl keinen Anstieg zeigt.

Dieses Verhalten des C45E kann durch die rasche Abkühlungsgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen erklärt werden. Da mit steigender Temperatur die Wärmeabstrahlung im Vakuum eine immer größere Bedeutung gewinnt und die Proben aufgrund ihrer geringen Masse ( $m \approx 1$  g) eine geringe Wärmekapazität haben, liegt die Abkühlrate hier deutlich über dem angegebenen Wert von 100 K/min. Dadurch kommt es beim ferritischen Stahl zur Abschreckung der perlitischen Phase, die zu einer Erhöhung des S-Parameters ab 870 K führt.

Die Ergebnisse zeigen, daß die beiden Metalle ein prinzipiell ähnliches Ausheilverhalten aufweisen. Der Abfall des S-Parameters findet über mehrere kleine Zwischenstufen statt. Es wird außerdem deutlich, daß bei den zur Probenpräparation gewählten Ausheiltemperaturen (680°C für C45E bzw. 1000°C für austenitischen Stahl) alle für Positronen sichtbare Einflüsse aus der Vorgeschichte der Materialien entfernt werden.

## 7.2 Zugversuche

Zur Bestimmung des Verlaufs des S-Parameters in Abhängigkeit der plastischen Verformung wurden zwei Zugversuche durchgeführt. Dabei kam eine eigens konstruierte Zugprüfeinrichtung zum Einsatz. Zu technischen Details des Aufbaus siehe [Ben02c]. Tabelle 4 zeigt die aus dem Zugversuch ermittelten mechanischen Kennwerte von C45E im Vergleich zu den Literaturwerten. Die dazugehörige Fließkurve zeigt Abbildung 7.2. Die Proben wurden um einen bestimmten Betrag gedehnt, danach entlastet und der S-Parameter in einem Positronen-Spektrometer<sup>23</sup> mit einer <sup>68</sup>Ge-Quelle gemessen. Ergebnisse früherer Untersuchungen zeigen, daß es bei der Messung des S-Parameters unerheblich ist, ob die Proben im belasteten oder im entlasteten Zustand gemessen werden. Der elastische Anteil der Verformung hat keinen signifikanten Anteil am Ergebnis [Wid99].

---

<sup>23</sup> Sogenannter Positronen-Topf. Ermöglicht die Messung des S-Parameters durch Auflegen einer Positronenquelle in einem großvolumigen Vakuum-Rezipienten. Zu Details siehe [Bom00] und [Zam02].

$R_p$ [MPa]		$R_m$ [MPa]		A [%]	
Exp.	Lit.	Exp.	Lit.	Exp.	Lit.
$343 \pm 30$	370 - 430	$620 \pm 30$	630 - 780	$15 \pm 1$	14 - 17

Tabelle 4: Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch an C45E im Vergleich zur Literatur [EN97], nach [Ben02c].

Die Werte für die Streckgrenze  $R_p$ , die Zugfestigkeit  $R_m$  und die Bruchdehnung  $A$  stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den Literaturwerten überein.

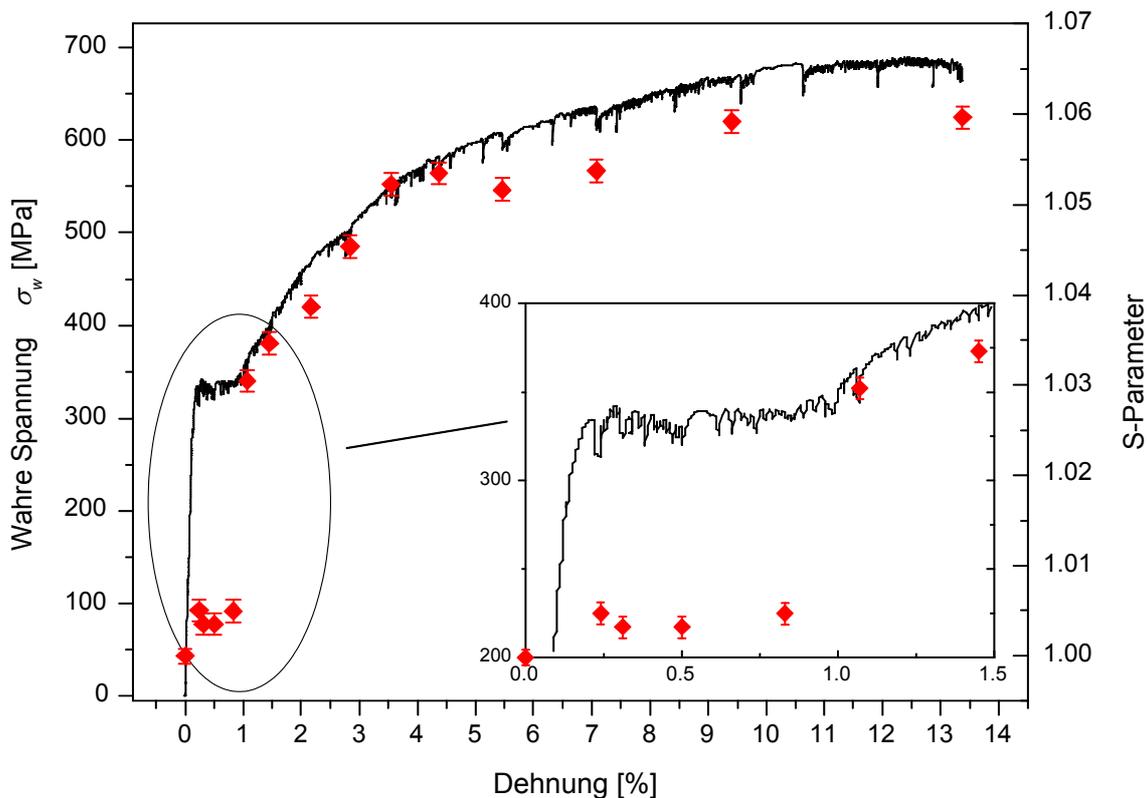


Abbildung 7.2: Fließkurve von C45E. Verlauf von wahrer Spannung  $\sigma_w$  (linke Ordinate) und S-Parameter (rechte Ordinate) bei steigender Dehnung im Zugversuch. Im Insert ist der Bereich der LÜDERS-Dehnung herausvergrößert, nach [Ben02b].

Der S-Parameter ist ein Maß für die Fehlstellendichte, die von der im Probenquerschnitt wirksamen wahren Spannung abhängig ist. Daher ist in Abbildung 7.2, im Gegensatz zu der sonst üblichen technischen Darstellung, die wahre Spannung  $\sigma_w$  gegen die Dehnung aufgetragen.

Der ferritische Stahl C45E zeigt eine ausgeprägte Streckgrenze (siehe auch Abbildung 2.4). In diesem Bereich führt die plastische Verformung nicht zur Verfestigung, wodurch die für eine weitere Verformung notwendige Spannung konstant bleibt oder sogar leicht absinkt. Durch die Bindung von Versetzungen an interstitiell gelösten Kohlenstoffatomen (COTRELL-Wolken) im Ausgangszustand ist für das Gleiten der Versetzungen zunächst eine erhöhte Spannung notwendig. Nach dem Losreißen von den COTRELL-Wolken gleiten die Versetzungen nahezu ungehindert

durch den Kristall. Dieser Vorgang setzt sich lawinenartig durch die Probe fort und führt zu sogenannten LÜDERS-Bändern an der Probenoberfläche.

Im Bereich der LÜDERS-Dehnung steigt der S-Parameter nur leicht an und bleibt dann bis zum Beginn der Verfestigung auf einem konstanten Niveau von  $S = 1.004$  (siehe Insert in Abbildung 7.2). Mit einsetzender Verfestigung steigt der S-Parameter zunächst sprunghaft an und geht ab 9% Dehnung langsam in die Sättigung bei  $S = 1.06$  über.

Einen deutlicheren Zusammenhang zwischen S-Parameter und Zugspannung liefert die in-situ Messung während eines Zugversuches. Auf diese Weise werden alle Fehler vermieden, die aus dem wiederholten Ein- und Ausbau der Probe und durch Positionierungsfehler beim Auflegen der Positronenquelle auf die Probe resultieren. Dazu wurden Röhrrchen mit unterschiedlicher Wandstärke aus C45E angefertigt und in einer Verformungsmaschine mit Piezotranslator [Wid98, Zam02] gezogen. Die Positronenquelle (in diesem Fall  $^{22}\text{Na}$ ) befindet sich, mit Mylar-Folie geschützt, im Inneren des Röhrrchens. In Abbildung 7.3 ist der S-Parameter gegen die technische Spannung aufgetragen, da sich die Einschnürung des Probenquerschnitts in der Versuchsanordnung nicht vernünftig messen ließ.

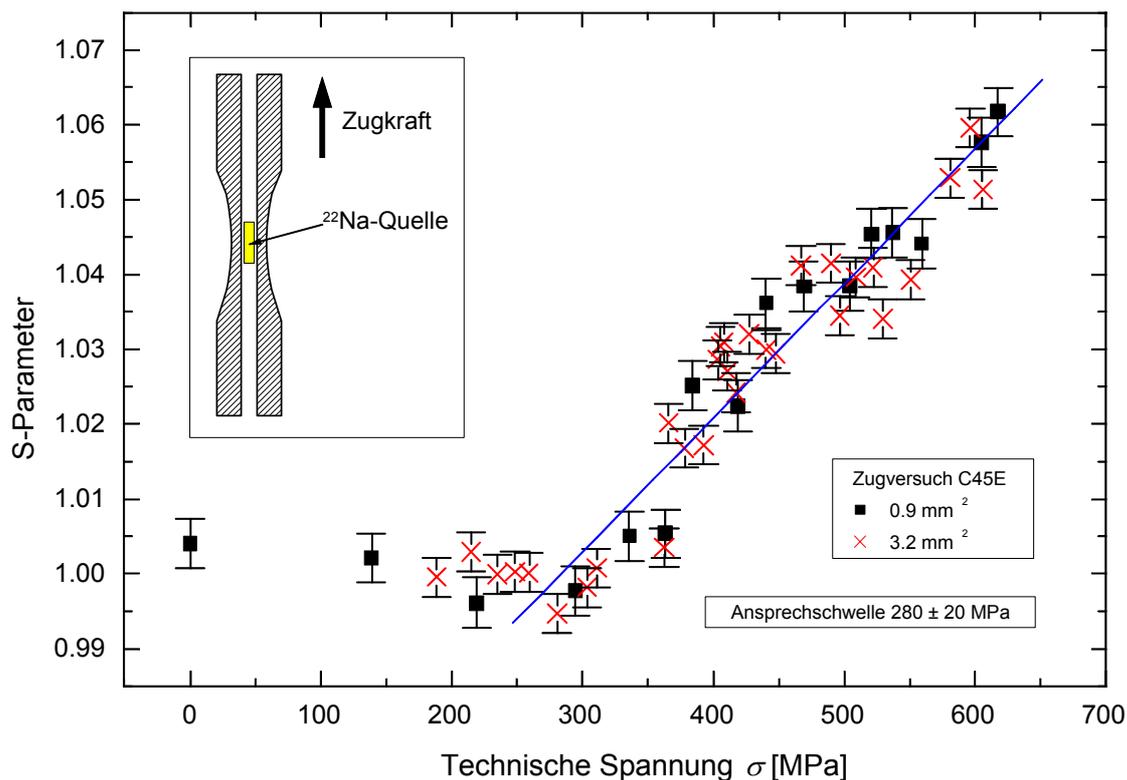


Abbildung 7.3: In-situ Messung des S-Parameters an einem Verformungsröhrrchen aus dem Material C45E. Die Positronenquelle ( $^{22}\text{Na}$ ) befindet sich innerhalb des Röhrrchens. Es sind die Ergebnisse zweier unabhängiger Messungen mit unterschiedlichem Probenquerschnitt im ausgedünnten Bereich der Probe dargestellt. Nach Erreichen der Ansprechschwelle von  $280 \pm 20 \text{ MPa}$  folgt der S-Parameter der technischen Spannung weitgehend linear.

Es wurden zwei Versuche mit unterschiedlichen Wandstärken und damit unterschiedlichen Probenquerschnitten ( $A = 0.9 \text{ mm}^2$  bzw.  $A = 3.2 \text{ mm}^2$ ) durchgeführt. Beide Versuche führen innerhalb der Fehlergrenzen zu denselben Ergebnissen. Bis zu einer Ansprechschwelle zeigt sich bei zunehmender Spannung innerhalb der Fehlergrenzen keine Änderung im S-Parameter. Die LÜDERS-Dehnung kann bei diesen Versuchen aufgrund geringer Statistik im Photopeak (Quellstärke  $< 2 \mu\text{Ci}$ ) nicht aufgelöst werden.

Bis zum Erreichen einer Ansprechschwelle bleibt der S-Parameter konstant auf dem Bulkwert. Danach steigt er weitgehend linear mit der technischen Spannung bis kurz vor dem Bruch der Probe zu einem Maximalwert von 1.063 an. Eine Sättigung wird dabei nicht erreicht. Aus der Mittelung über beide Versuchsreihen ergibt sich eine Ansprechschwelle von  $280 \pm 20 \text{ MPa}$ .

## 7.3 Ermüdungsrisse

### 7.3.1 Austenitischer Stahl X6 CrNiTi18-10

Das Rißausbreitungsverhalten und die plastische Zone wurde am Cr-Ni-Stahl X6 CrNiTi18-10<sup>24</sup> untersucht. Die CT-Probe wurde aus kaltgewalztem Material herausgefräst. Danach wurde die Oberfläche mechanisch poliert (mit SiC kreuzweise bis 4000er Körnung, danach mit Diamanten  $3 \mu\text{m}$  und  $1 \mu\text{m}$ ). Eine nachfolgende elektrochemische Politur<sup>25</sup> entfernte etwaige in die Probenoberfläche eingegrabene Diamanten. Dabei wurde eine Schicht von ca.  $40 \mu\text{m}$  Dicke abgetragen.

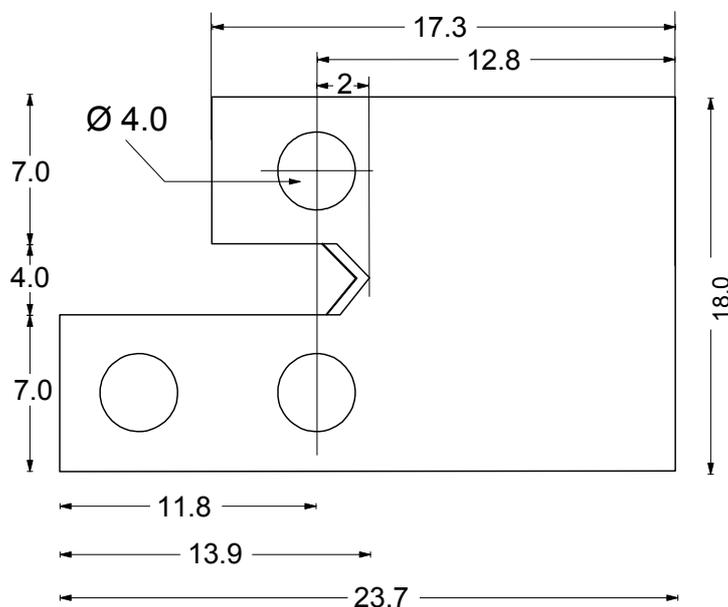


Abbildung 7.4: Probengeometrie der Rißprobe. Die Probendicke beträgt 1.8 mm. Die von der CT-Normprobe abweichende Verlängerung mit Bohrung (links unten) dient der Befestigung auf dem Motortisch der BPM und hat keinen Einfluß auf das Verformungsverhalten der Probe.

<sup>24</sup> entspricht AISI 321, chem. Zusammensetzung siehe Fußnote in Kap. 6.3.

<sup>25</sup> Elektropolitur bestehend aus 45 Vol.%  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 45 Vol. %  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10 Vol. % Milchsäure 90%ig; 5 min bei  $60^\circ\text{C}$  und 6V.

Um die Vorgesichte des Stahls zu löschen und den durch die Elektropolitur in die Probe eindiffundierten Wasserstoff zu vertreiben, wurde eine Wärmebehandlung im UHV durchgeführt (2h bei 1000°C in  $p < 1 \cdot 10^{-6}$  mbar, Abkühlrate 50 K/h). Dies entspricht dem Lösungsglühen nach EN 10088-3 [EN95].

Nach dem Glühen stellt sich ein homogenes Gefüge mit einer Korngröße von 10 bis 50  $\mu\text{m}$  ein (siehe auch Abbildung 7.5). Abbildung 7.4 zeigt die Probengeometrie, die der CT-Geometrie entspricht. Mit einer piezogesteuerten Wechselverformungsmaschine [Wid98, Zam02] wurde dehnungskontrolliert bei einer Amplitude von 50  $\mu\text{m}$  ein Ermüdungsriß erzeugt. Nach 4000 Zyklen wurde der Versuch bei einer Rißlänge von 1.1 mm abgebrochen. Der zyklische Spannungsintensitätsfaktor lag zu Beginn des Versuchs bei  $\Delta K = 7.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , bei Versuchsunterbrechung war er auf  $\Delta K = 19.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  angestiegen (berechnet nach [Bro69]). Abbildung 7.5 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme des Risses und der Rißspitze, die mit dem Raster-Elektronenmikroskop der BPM angefertigt wurde.

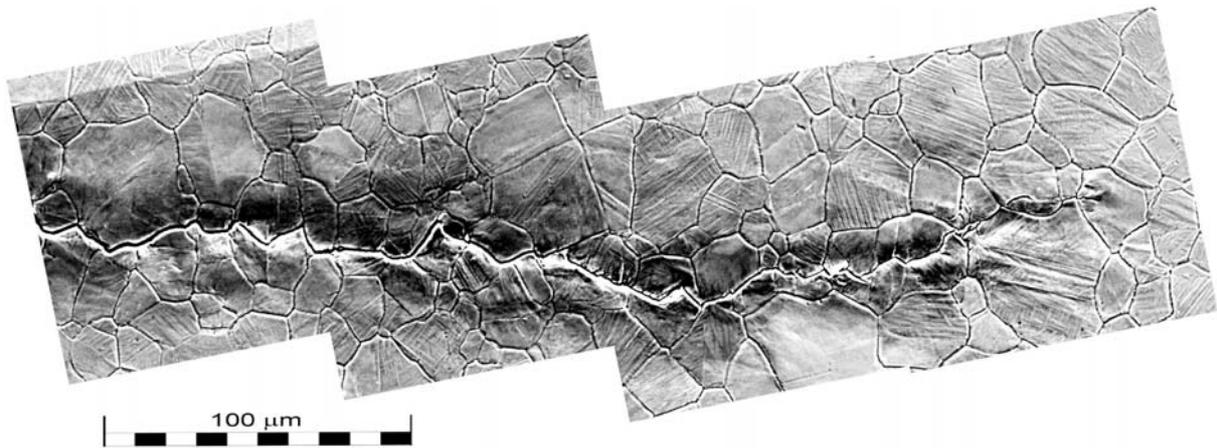


Abbildung 7.5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Ermüdungsrissses im Cr-Ni-Stahl X6 CrNiTi18-10.

Während der Temperaturbehandlung dampft das Metall vorzugsweise aus den Korngrenzen ab. Hinzu kommt die Oberflächendiffusion, die ebenfalls Material von den Korngrenzen weg transportiert. Dies äußert sich in einer leichten Vertiefung an den Korngrenzen, die dadurch in der Sekundärelektronen-Abbildung besonders deutlich hervortreten. Auf der Oberfläche der Körner sind Gleitlinien zu erkennen, die während der Verformung entstanden sind.

Von der plastischen Zone vor der Rißspitze wurde eine orts aufgelöste PAS-Messung in der Bonner Positronenmikrosonde angefertigt. Dies stellt die weltweit erste bildgebende Messung mit Positronen dar [Haa98].

Abbildung 7.6 zeigt den S-Parameter in einem farbkodierten Höhenprofil. Die gemessenen Werte sind auf den S-Parameter  $S_{Bulk}$  des lösungsgeglühten Materials normiert. Das Meßraster hat eine Maschenweite von  $300 \mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$ , wobei jedem Bildpunkt eine Zählrate von  $\sim 3 \cdot 10^5$  Ereignissen im Photopeak entspricht. Der Durchmesser des Positronenstrahls wurde dabei auf ca.  $80 \mu\text{m}$  eingestellt, um über lokale Effekte in den einzelnen Körnern zu mitteln.

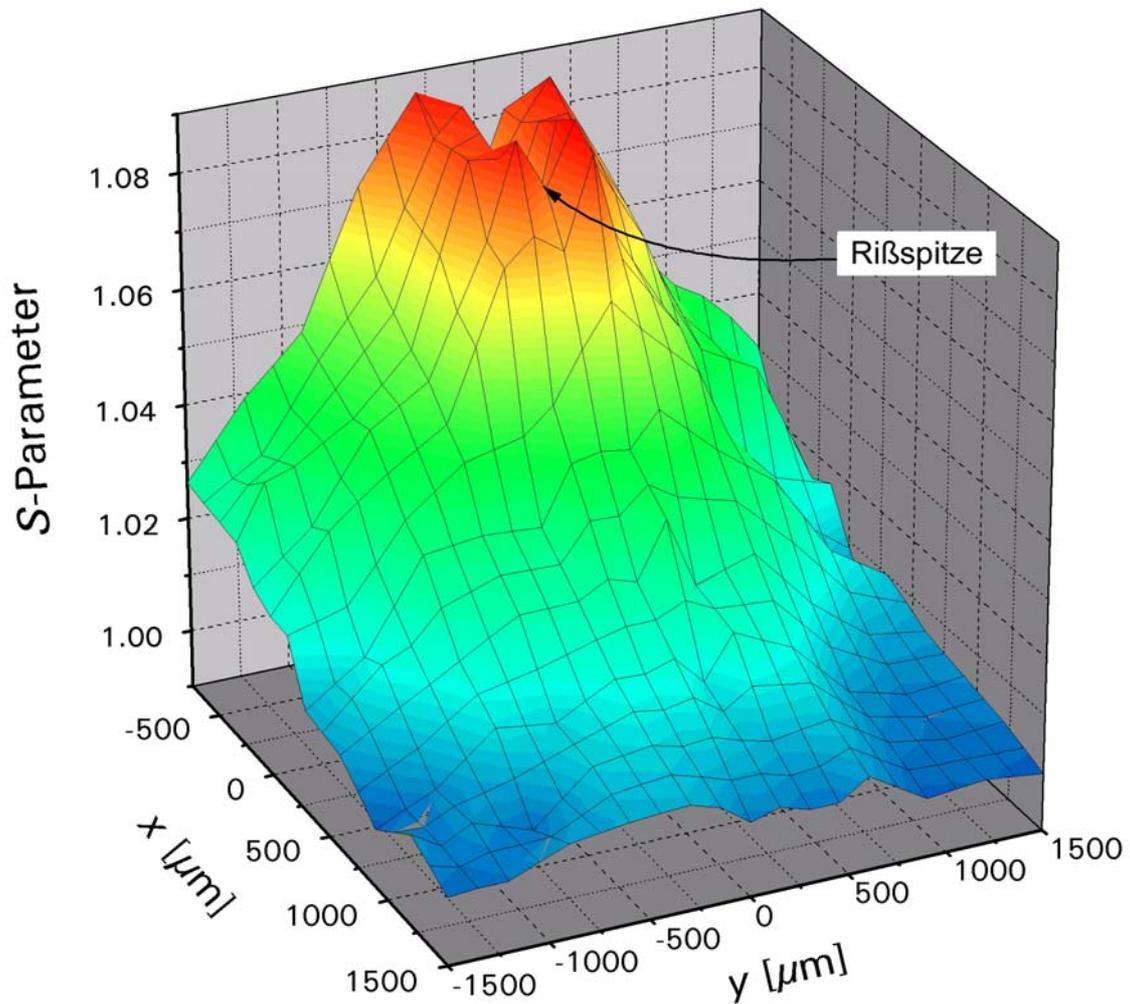


Abbildung 7.6: Bildgebende ortsauflösende Positronenspektroskopie über die plastische Zone und die Rißspitze, aufgenommen mit der Bonner Positronenmikrosonde. Das Meßraster hat eine Maschenweite von  $300\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$ , wobei jedem Bildpunkt eine Zählrate von  $\sim 3 \cdot 10^5$  Ereignissen im Photopeak entspricht.

Die Rißspitze befindet sich im Ursprung des Koordinatensystems. An den Rißrändern zeigt sich ein höherer S-Parameter ( $S = 1.09 - 1.10$ ) als direkt auf dem Riß ( $S = 1.075$ ). Über die plastische Zone hinweg fällt der S-Parameter kontinuierlich bis auf den Bulkwert ab. Setzt man die räumliche Grenze der plastischen Zone als die Ansprechschwelle der Positronen für Gitterfehler fest, so ergibt sich eine Form der plastischen Zone, wie sie in Abbildung 7.7 dargestellt ist. Hier wurde die Grenze bei  $S = 1.007$  gesetzt, was bei einem statistischen Fehler von  $\Delta S = 0.0025$  einer signifikanten Erhöhung entspricht.

Aus der Aufsicht kann die Größe der plastischen Zone zu 1.5 mm in Rißrichtung und 4.0 mm quer zum Riß bestimmt werden. Eine Einschnürung in Rißrichtung, wie sie in der Modellvorstellung von DUGDALE beschrieben wird, kann nicht beobachtet werden (siehe dazu Kapitel 2.2.3).

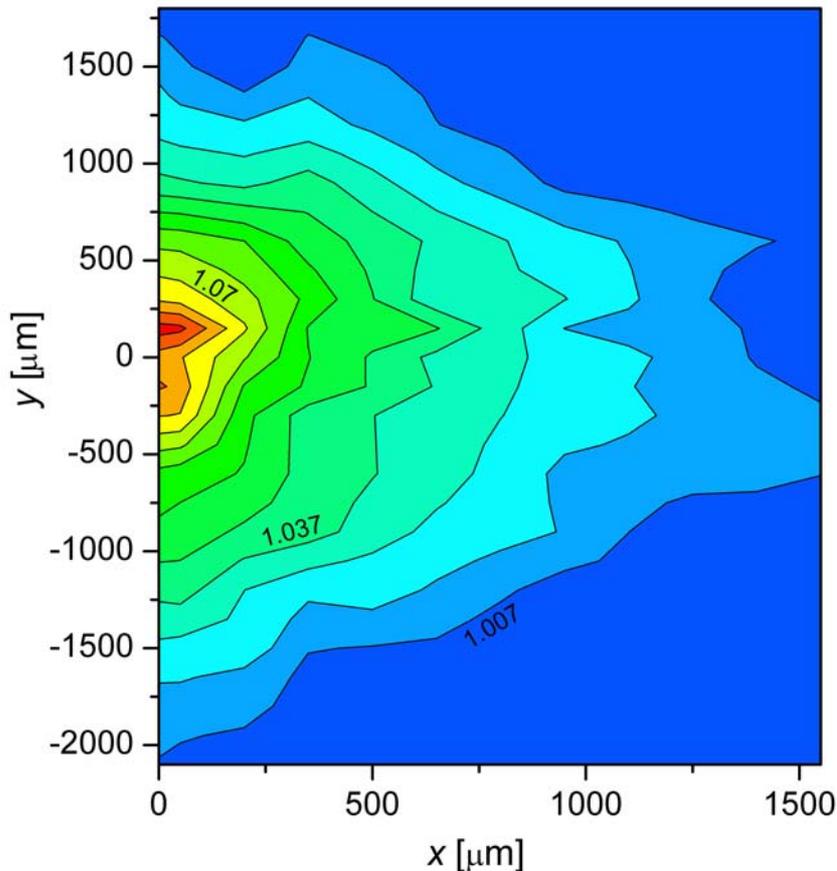


Abbildung 7.7: Die plastische Zone in Aufsicht. Die Nachweisgrenze für Gitterfehler wurde bei  $S = 1.007$  gesetzt.

### 7.3.2 Technisches Kupfer (SF-Cu)

Ein weiterer Ermüdungsriß wurde in technischem Kupfer<sup>26</sup> in CT-Geometrie präpariert (entspricht der in Abbildung 7.4 skizzierten Probenform). Die Abmaße der Probe betragen  $27.5 \times 27.3 \times 1.4 \text{ mm}^3$ . Aufgrund der Temperaturbehandlung ( $1000^\circ\text{C}$ , 3h in  $1.2 \cdot 10^{-6}$  mbar) hatte sich eine Korngröße von 0.5 mm bis 2.0 mm eingestellt.

Der Riß wurde unter Dehnungskontrolle bei einer Amplitude von  $70 \mu\text{m}$  erzeugt. Der Ermüdungsversuch wurde nach  $1.1 \cdot 10^5$  Verformungszyklen bei einer Rißlänge von 4.75 mm abgebrochen.

Zu Beginn der Verformung lag der zyklische Spannungsintensitätsfaktor bei  $\Delta K = 13.5 \text{ MPa}\sqrt{m}$ , nach Abbruch der Verformung war  $\Delta K$  auf einen Wert von  $65.5 \text{ MPa}\sqrt{m}$  angestiegen (berechnet nach [Bro69]).

Abbildung 7.8 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme des gesamten Risses. Die für Kupfer typischen Gleitlinien auf der Oberfläche treten neben dem Riß und in der plastischen Zone besonders deutlich hervor. Auffällig sind viele kleine Nebenrisse an den Umkehrpunkten der Rißrichtung. Kurz vor Ende teilt sich der Riß in zwei Teile, von denen der untere, deutlich sichtbare, auf einer Korngrenze verläuft.

<sup>26</sup> SF-Cu 99,9% Cu, P zwischen 0.015% - 0.04%, Rest O als  $\text{Cu}_2\text{O}$ , Werkstoffnr. 2.0090 nach DIN 1787

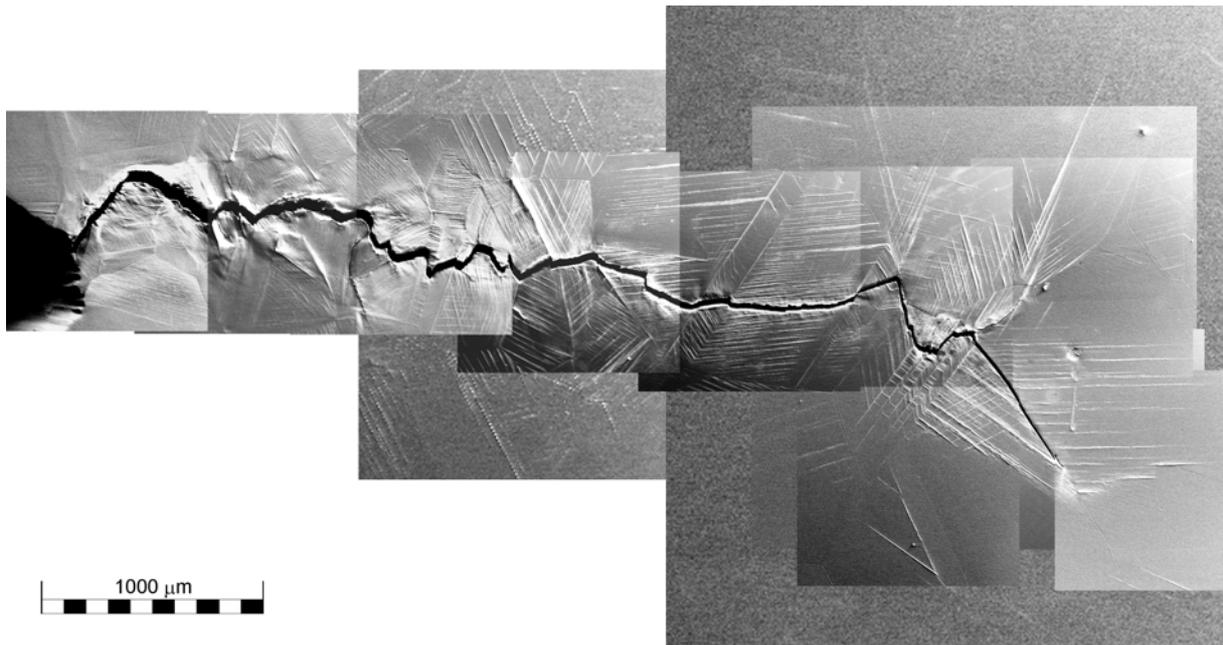


Abbildung 7.8: REM-Aufnahme eines Ermüdungsrisses in technischem Kupfer. Die in Kupfer typischerweise sehr ausgeprägten Gleitlinien treten deutlich hervor. An den Umkehrpunkten der Rißrichtung zweigen kleine Nebenrisse ab.

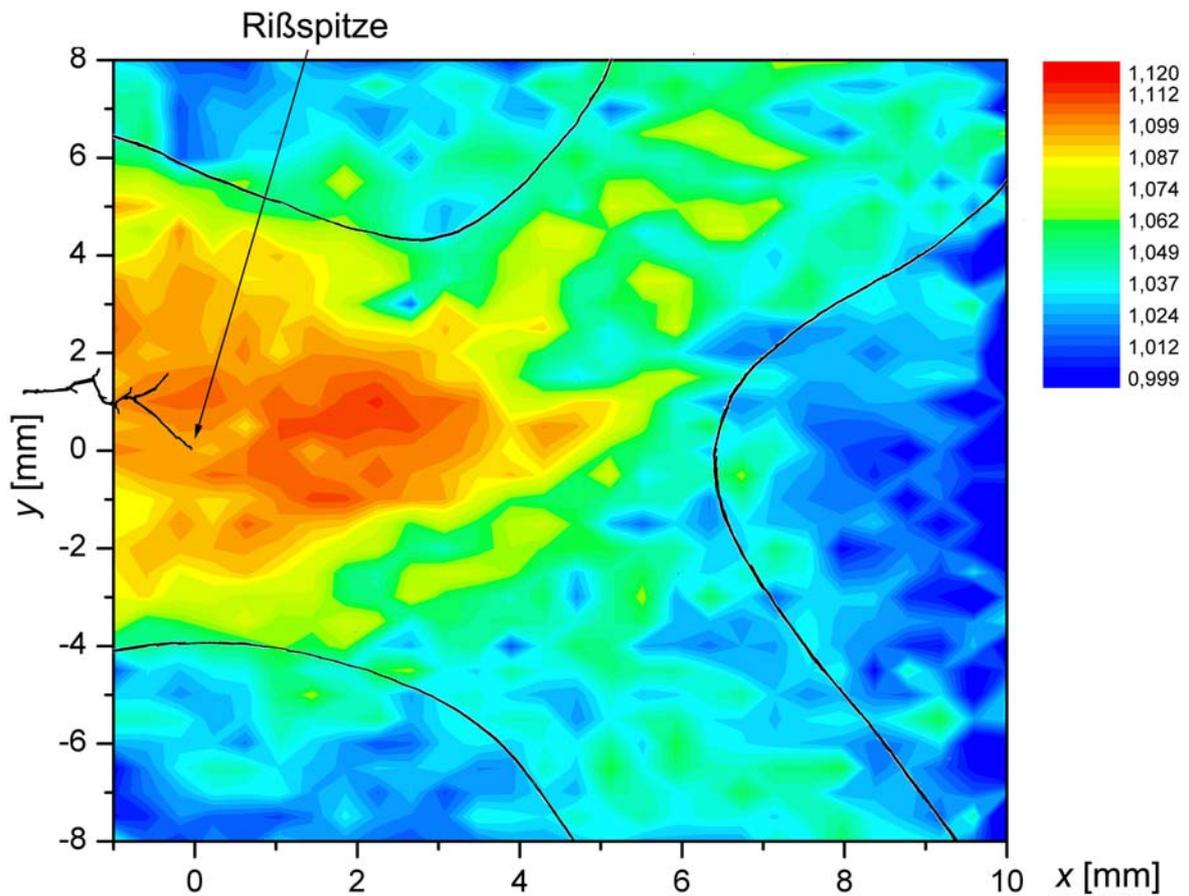


Abbildung 7.9: Positronenaufnahme der plastischen Zone vor dem Riß. Die untere Rißspitze befindet sich im Koordinatenursprung. Am linken Rand ist die Rißspitze in schwarz skizziert. Die schwarzen Linien sind ein Eye-Guide für die Ausdehnung der plastischen Zone.

Von der Umgebung der Rispitze wurde eine Abbildung mit Positronen angefertigt (Abbildung 7.9). Das Meraster hat hier eine Maschenweite von  $250 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  bei einem Strahldurchmesser von ca.  $100 \mu\text{m}$ . Die einzelnen Krner sind aufgrund ihrer Orientierung unterschiedlich stark deformiert, so da es zu einer deutlichen rtlichen Streuung der Mewerte kommt, da bei einer Korngre um  $\sim 1\text{mm}$  nicht ber mehrere Krner gemittelt werden kann.

Trotzdem ist die plastische Zone deutlich zu erkennen. Die Fehlstellendichte steigt auf ein Maximum in einem Bereich ca.  $2.5 \text{ mm}$  vor der Rispitze und die plastische Zone hat dort einen Durchmesser von ungefhr  $8 \text{ mm}$  quer zur Ririchtung. In Ririchtung teilt sich die Zone ca.  $6 \text{ mm}$  vor der Rispitze in zwei Flgel, die ber den Mebereich von  $\pm 8 \text{ mm}$  hinaus schrg nach vorne weglaufen. Von allen drei Messungen ist hier die Modellvorstellung von DUGDALE am deutlichsten wiedergegeben.

### 7.3.3 Titanlegierung TiAl6V4

Zum Vergleich wurde eine weitere Riprobe in einem Umlaufbiegeversuch<sup>27</sup> prpariert. Dabei wird die Probe auf der einen Seite in ein Festlager eingespannt und auf der anderen Seite an einem Loslager quer zur Rotationsachse mit einem Gewicht belastet. Nach ca.  $46500$  Umdrehungen bei einer Maximalspannung von  $655 \text{ MPa}$  stellte sich ein Ermdungsri ber etwa  $1/3$  des Probenquerschnitts ein.

Als Probenmaterial wurde der industriell eingesetzte Titan-Werkstoff TiAl6V4<sup>28</sup> verwendet. Auch diese Probe wurde einer chemischen Politur und einer Wrmebehandlung unterzogen<sup>29</sup>.

Abbildung 7.10 zeigt eine Positronenabbildung der plastischen Zone und der Rispitze, die sich im Ursprung des Koordinatensystems befindet. Gemessen wurde ber die Mantelflche auf der Umlaufbiegeprobe, wobei die Maschenweite des Merasters  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$  betrgt. Die Gre der plastischen Zone ergibt sich zu ca.  $0.6 \times 1.4 \text{ mm}^2$ , mit einer greren Ausdehnung quer zur Ririchtung. In der Mitte, etwa  $300 \mu\text{m}$  vor der Rispitze ist ein eingeschnrter Bereich mit geringerer Fehlstellendichte erkennbar, was der Modellvorstellung fr die Form nach DUGDALE entspricht<sup>30</sup>.

Ein direkter Vergleich der in CT-Geometrie erzeugten Risse und des Risses in der Umlaufbiegeprobe aus der Titanlegierung TiAlV4 lt sich nicht fhren, da in Folge der komplexen Probengeometrie der Umlaufbiegeprobe die Spannungsverhltnisse an der Rispitze nicht genau bestimmt werden knnen.

Die Ribildung begann nach einer Ermdung von  $35000$  Lastwechseln und der Rifortschritt wurde nach weiteren  $11000$  Lastwechseln unterbrochen. Dadurch hat sich in der Probe vor Rientstehung eine Ermdungsstruktur ausgebildet, die

---

<sup>27</sup> Zum Versuchsaufbau und zur Probengeometrie siehe [Ben02c].

<sup>28</sup> Chemische Zusammensetzung (in Masse %): Al  $6.7 \%$ , V  $3.78 \%$ , Fe  $0.13 \%$ , Rest Ti. Gemessen in [Ben02], entspricht Materialspezifikation nach DIN 17851 [DIN90].

<sup>29</sup> Chemomechanische Politur:  $98\%$  Tonerde,  $1.5 \%$   $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $0.5 \%$  HF. Wrmebehandlung: Schmieden bei  $900^\circ\text{C}$ ,  $1 \text{ h}$  Rekristallisationsglhen bei  $900^\circ\text{C}$ , Wasserabschrecken und  $2\text{h}$  Auslagern bei  $590^\circ\text{C}$ . Nach der Fertigung Ausheilen  $1\text{h}$  bei  $700^\circ\text{C}$  im UHV ( $p < 2 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ ).

<sup>30</sup> Gemeinsame Messung mit K. Bennewitz, auch in [Ben02c]

allerdings bei Titan-Legierungen nicht zu einer Erhöhung des S-Parameters führt, wie Zugversuche von BENNEWITZ gezeigt haben [Ben02c].

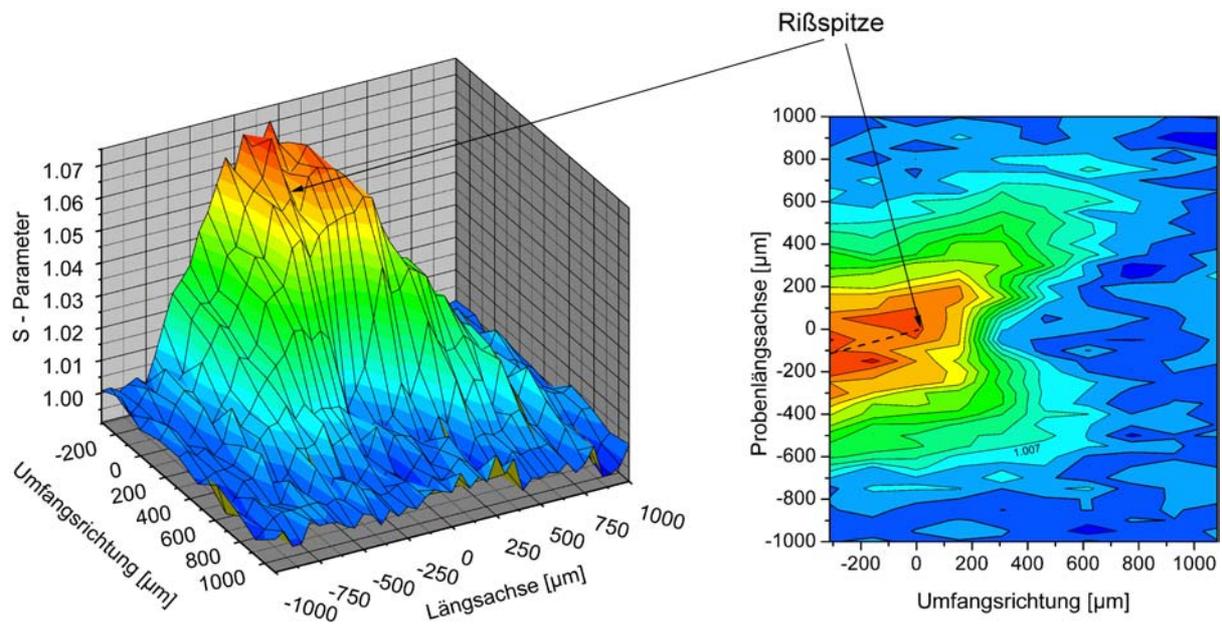


Abbildung 7.10: Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an einer Umlaufbiegeprobe aus TiAl6V4. Abgebildet sind die plastische Zone vor der Riβspitze links im farbkodierten Höhenprofil sowie rechts in einer Aufsicht. Der Rand der plastischen Zone befindet sich bei einem S-Parameter von 1.007 (Übergang von blau nach türkis im Bild rechts).

Nach diesen Ergebnissen liegt die Ansprechschwelle des S-Parameters bei einer Verfestigung von etwa 40 MPa, die mit einer Erhöhung der Versetzungsdichte korrespondiert. Dies steht im deutlichen Gegensatz zum austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10, bei dem keine Ansprechschwelle gefunden wurde [Ben02]. Dieser Unterschied führt bei vergleichbaren Riβerzeugungsbedingungen in CT-Geometrie im Titan-Werkstoff zu einer kleineren, für Positronen sichtbaren plastischen Zone, wie es auch durch Messungen von BENNEWITZ bestätigt wurde [Ben02c].

## 7.4 Hochgeschwindigkeitszerspanung

Durch die spanende Bearbeitung werden die Eigenschaften der unmittelbaren Oberfläche sowie auch der oberflächennahen Bereiche des Werkstücks, die sog. Randzone beeinflusst. Nach den bisherigen Erkenntnissen führt eine Erhöhung von Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  und Schnitttiefe  $h$  zu steigenden Temperaturen. Ebenso findet man mit steigender Schnittgeschwindigkeit sinkende Prozeßkräfte. Dies bedeutet ein Absinken der umgesetzten Energie pro abgespanntem Volumen und somit der freigesetzten Wärmemenge. Allerdings kommt es stark lokalisiert zu sehr hohen Temperaturen und einem ausgeprägten Temperaturgradienten, der von den Wärmequellen in den Scherzonen ausgeht [Ben02b, Beh00, Plö02] (siehe Abbildung 3.7).

Durch die sinkenden Prozeßkräfte bei hoher Schnittgeschwindigkeit wird eine Verringerung der mechanischen Belastung erwartet. Das Werkzeug, das die Wärmequelle darstellt, bewegt sich schnell über das Werkstück, so daß die entstehende Wärme nur sehr wenig Zeit hat, in die Probe einzudringen. Aus diesem Grund wird von einer sinkenden thermischen Belastung des Werkstücks ausgegangen. Dies gilt jedoch nur für die mittlere Temperatur. Aufgrund des hohen Temperaturgradienten nehmen die Temperaturen in der sekundären Scherzone direkt unterhalb des Werkzeugs mit steigender Schnittgeschwindigkeit zu [Plö02]. Es kann daher zu einer stärkeren thermischen Beeinflussung der Randzone kommen, obwohl die erzeugte Wärmemenge insgesamt abnimmt.

Durch Untersuchungen von Spanwurzeln mit der BPM sollen diese Vorgänge untersucht werden<sup>31</sup>. Als Untersuchungswerkstoff wird der Vergütungsstahl C45E in normalgeglühtem Zustand verwendet<sup>32</sup>. C45E wird als Werkzeugstahl für mittlere Beanspruchungen in allen Bereichen der industriellen Fertigung verwendet. Ebenso findet er in Gegenständen des täglichen Gebrauchs, wie Hämmer, Messer, Scheren etc. Verwendung. Die chemische Zusammensetzung dieses Stahls ist in Tabelle 5 angegeben.

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
Gew. %	0.44	0.21	0.75	0.016	0.024	0.12	0.04

Tabelle 5: Werkstoffzusammensetzung von C45E nach Messung [Plö02]. Entspricht den Anforderungen nach 10083-1 [EN97].

### 7.4.1 Probenherstellung

Voruntersuchungen haben gezeigt, daß Proben, die durch Schnittunterbrechung bei rotierender Zerspanung gewonnen werden, für die Untersuchung mit ortsaufgelöster Positronenspektroskopie ungeeignet sind (Abbildung 7.11). Die Kräfte, die bei diesen Verfahren [Tön00b, Ben02b, Plö02] in der Umgebung der Spanwurzel wirksam werden, führen zu einer Deformation, die den zu untersuchenden Effekt überdeckt. Ebenfalls ist es bei diesen Methoden nicht möglich, eine ebene, polierte Oberfläche zu erhalten, wie sie für Messungen mit der BPM notwendig ist. Ein nachträgliches Schleifen und Polieren der Proben ist nicht möglich, da die dadurch in die Probe eingebrachten Defekte (Verformung, Kontamination mit Polierdiamanten) zu unkontrollierbaren Artefakten führen (siehe auch Kapitel 6).

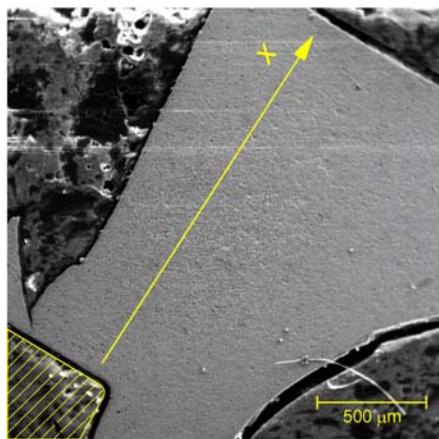
Aus diesen Gründen wurde eine ballistische Methode zur Spanwurzelherstellung gewählt, die eine saubere Schnittunterbrechung über einen großen Bereich von Schnittgeschwindigkeiten ermöglicht (300 m/min – 2400 m/min).

Alle Proben wurden vor der Spanwurzelherstellung einer Temperaturbehandlung unterzogen. Die Proben wurden 3 h bei 680°C im Vakuum ( $p < 2 \cdot 10^{-6}$  mbar) lösungsgeglüht und anschließend mit 60 K/h abgekühlt. Dies entspricht einem

<sup>31</sup> Das Projekt wurde von der DFG unter der Projektnummer MA 1689/7-1 gefördert.

<sup>32</sup> Werkstoffnummer: 1.1191. Kohlenstoffgehalt: 0.42 – 0.50% , sonst keine Legierungselemente. Der Kennbuchstabe E steht für eine geringe Verunreinigung: Phosphor- und Schwefelgehalt: <0.035 %. Normalglühen: 830 – 870 °C [EN97].

Normalglühen nach EN 10083-1 [EN97]. Durch die Temperaturbehandlung stellt sich ein feinkörniges, gleichmäßiges Gefüge aus feinlamellarem Perlit und Ferrit ein.



Werkzeugschneide

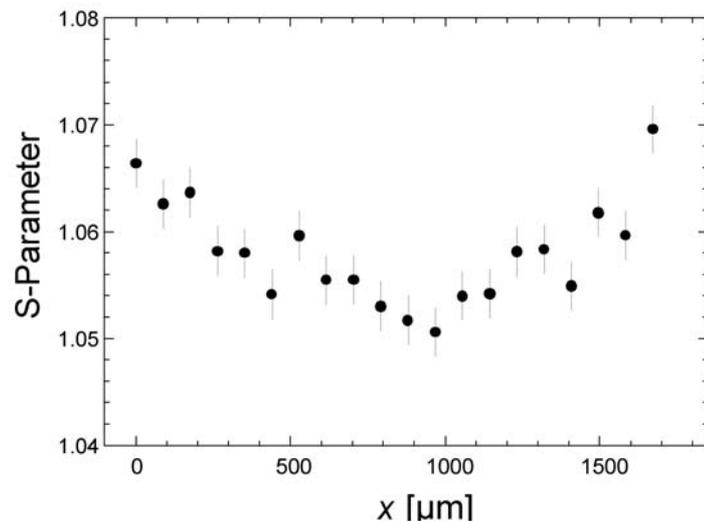


Abbildung 7.11: PAS- Messung über eine Spanwurzel, entnommen aus rotierender Zerspaltung bei  $v_c = 3000$  m/min (Quick-Stop-Methode [Tön00b]). Die Schnittrichtung  $x$  ist durch den gelben Pfeil markiert (links). Die Verformungsvorlaufzone wird durch die, während der Probenpräparation (Schleifen und Polieren) eingebrachte Schädigung überdeckt. Der Aufprall der Probe gegen die Gehäusewand der Quick-Stop-Vorrichtung hat zu einer Stauchung geführt (rechts:  $x = 1000 - 1500$  µm). Diese Methode ist somit für die Probenherstellung ungeeignet.

Wie die Ergebnisse der Ausheilversuche zeigen (Abschnitt 7.1), werden sämtliche für Positronen sichtbare Fehler beseitigt, die aus der Vorgeschichte der Proben stammen (siehe Abschnitt 7.1). Alle gemessenen S-Parameter werden auf den S-Parameter dieses Ausgangszustands normiert, wodurch ein direkter Vergleich verschiedener Proben möglich wird.

Die Projektile haben einen quadratischen Querschnitt mit einem Führungssteg an der Oberseite.

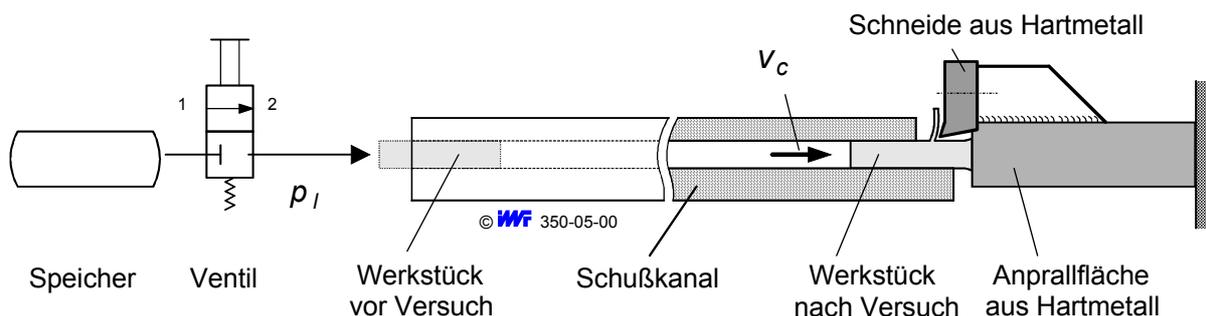


Abbildung 7.12: Schußanlage zur Spanwurzelherstellung. Die Probe wird mittels Druckluft durch einen Schußkanal auf die feststehende Schneide beschleunigt. Durch den Aufprall auf die Prallfläche aus Hartmetall wird der Schnitt schlagartig unterbrochen, so daß sich eine Momentaufnahme des Zerspaltungsvorgangs ergibt.

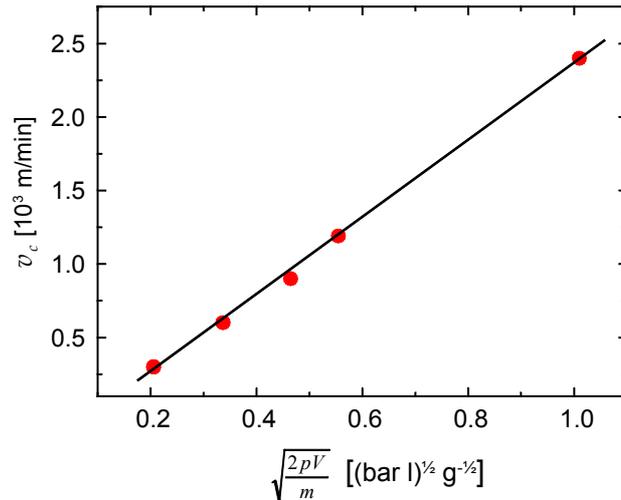


Abbildung 7.13: Abhängigkeit der Projektilgeschwindigkeit  $v_c$  von Druck und beschleunigter Masse in der Schußapparatur. Die Geschwindigkeiten wurden mit einer Lichtschranke gemessen.

Das Projektil wird im Schußkanal durch Druckluft beschleunigt und fliegt mit der Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  gegen ein feststehendes Schneidwerkzeug.  $v_c$  wird dabei über den Druck im Speicher und eine zusätzlich mitbeschleunigte Masse eingestellt (Abbildung 7.13). Schneide und Prallfläche des Werkzeugs sind quer zur Schußrichtung justierbar ausgeführt, so daß die Schnitttiefe eingestellt werden kann. Nach einem Schnittweg von ca. 0.7 mm prallt das Projektil mit der Stirnfläche gegen die Anprallfläche, wodurch die Geschwindigkeit sehr schnell auf Null abfällt. Messungen der Fehlstellenkonzentration zeigen, daß die an der Stirnfläche auftretende Verformung die Messungen in der Spanwurzel selbst nicht beeinflusst.

Aufgrund der schnellen Schnittunterbrechung beim Aufprall zeigt die verbleibende Spanwurzel in guter Näherung die Eigenschaften, die während des Zerspanvorgangs vorgelegen haben. Um störende Einflüsse auf die Meßfläche während des Durchflugs durch den Schußkanal zu verhindern, ist die Probe zweigeteilt aufgeführt und wird vor dem Schuß vorsichtig verschraubt und verstiftet. Die anschließende Messung findet auf der Innenseite der Probe statt, die einen Querschnitt durch Span und Spanwurzel liefert.

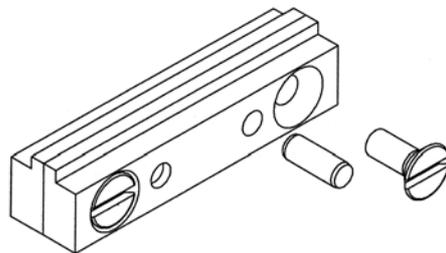


Abbildung 7.14: Geteilte Probe zur Spanwurzelherstellung. Die Probe wird nach der Temperaturbehandlung verschraubt und verstiftet. Nach der Spanwurzelherstellung wird die Probe getrennt und auf einer der Innenseiten gemessen. Der Querschnitt einer Hälfte beträgt  $2.48 \times 3.95 \text{ mm}^2$ , während der Führungssteg eine Höhe von 0.80mm aufweist. Es wurden zwei Probentypen von 20 mm und 50 mm Länge für verschiedene Geschwindigkeitsbereiche hergestellt.

Um ein Verziehen der Proben durch das Normalglühen zu verhindern, wurden die Proben zweistufig gegläht. Vor dem ersten Glühschritt lagen die Proben mit 0.2 mm Übermaß in allen Richtungen vor. Dieses Übermaß wurde nach dem Glühen zusammen mit allen durch eine etwaige Geometrieänderung entstandenen Maßänderungen abgefräst und die Proben abermals unter denselben Bedingungen gegläht. Durch dieses, etwas aufwendige Verfahren konnte sichergestellt werden, daß die Proben nicht im Schußkanal verkanten, wodurch sie für die Messung unbrauchbar würden.

## 7.4.2 Übersicht über die Messungen

Im folgenden werden die Ergebnisse der Messungen an den HSC-Proben vorgestellt. Es wurden Proben bei unterschiedlicher Schnitttiefe  $h$  und Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  untersucht. Insbesondere wurde dabei auf die Schädigungstiefe in der Randzone geachtet (Siehe auch Abbildung 7.15). Tabelle 6 zeigt die Eigenschaften der mit ortsaufgelöster PAS untersuchten Proben sowie die aus den Messungen ermittelte Schädigungstiefe in der Randzone.

Name	$v_c$ [m/min]	$h$ [ $\mu\text{m}$ ]	$r$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta r$ [ $\mu\text{m}$ ]
P_T	1200	170	200	48
P_600/1	600	140	97	18
P_600/2	600	260	289	66
P_900/1	900	70	160	20
P_900/2	900	170	360	135
P_XI	2400	260	--- (*)	---
P_XIII	900	40	42	11
P_XVIII	300	220	219	92
P_1200	1200	120	178	27

Tabelle 6: Übersicht über die verwendeten Probenparameter bei der Hochgeschwindigkeitszerspannung.  $v_c$  ist die Schnittgeschwindigkeit,  $h$  die Schnitttiefe. Die Schädigungstiefe in der Randzone ist mit  $r$  angegeben, der Fehler mit  $\Delta r$ . (\*) Bei Probe P\_XI konnte die Schädigungstiefe aufgrund einer periodischen Entfestigung in der Randzone nicht ausgewertet werden.

## 7.4.3 Positronenspektroskopie an Span und Spanwurzel

Abbildung 7.15 zeigt den relativen S-Parameter in Span und Spanwurzel bei einer HSC-Probe. Die Probe wurde von links auf eine Schnittgeschwindigkeit von  $v_c = 1200$  m/min und einer Schnitttiefe von  $h = 170$   $\mu\text{m}$  auf das stehende Werkzeug beschleunigt (im Bild rechts oben, schraffiert). Das Meßraster hat eine Maschenweite von  $50$   $\mu\text{m} \times 50$   $\mu\text{m}$ . Die Zählrate im Photopeak jedes Meßpunktes liegt bei ca.  $2.5 \cdot 10^5$  Ereignissen. Daraus folgt ein Fehler des relativen S-Parameters von 0.002. Bei dieser und bei den folgenden ortsaufgelösten Messungen ist die S-Parameter-Abbildung in Falschfarbendarstellung halbtransparent über ein REM-Bild des Meßbereichs der Probe gelegt.



## 7.4.4 Vergleich mit der Vickers-Härte

An der selben Probe wurde die Oberflächenhärte mit einem Mikro-Vickers-Härteprüfgerät gemessen, wobei ein Auflagegewicht von 25 g verwendet wurde. In Abbildung 7.16 sind die Ergebnisse dargestellt. Prinzipiell zeigt die orts aufgelöste Darstellung der Vickers-Härte ein ähnliches Verhalten wie der S-Parameter. Jedoch können die Verformungszonen nicht so gut identifiziert werden und im Span läßt sich die Entfestigung an der Spanfläche nicht nachweisen. Auch die Ausdehnung der Schädigung in der Randzone ist aus diesen Ergebnissen nicht zu entnehmen. Ein experimentelles Problem bei der Härtebestimmung zeigt sich an den Kanten der Probe. Der Prüfdiamant drückt das Material am Rand nach unten, so daß eine Vermessung des Eindrucks keine sinnvollen Ergebnisse liefert. Ein genauer Vergleich zwischen S-Parameter und Vickers-Härte ist in Abbildung 7.16 rechts exemplarisch an Hand eines Linien-Scans vom Span in den unverformten Bereich dargestellt. Auch hier ist der Verlauf prinzipiell ähnlich, jedoch zeigt der S-Parameter eine höhere Empfindlichkeit gegenüber geringeren Verformungen. Die Härtewerte im unverformten und im maximal verformten Material entsprechen den Literaturangaben nach [EN97]:

HV(25)	gemessen	Literatur
unverformt	$185 \pm 10$	$170 \pm 10$
max. verformt	$375 \pm 16$	$350 \pm 20$

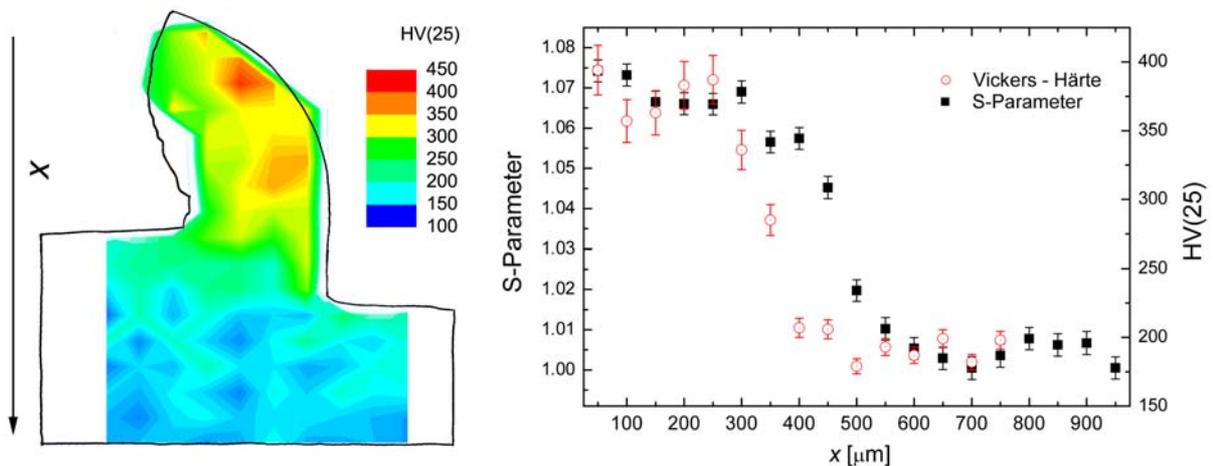


Abbildung 7.16: Vergleich von S-Parameter und Vickers-Härte. Links: Darstellung der Vickers-Härte in Falschfarben an der selben Probe wie in Abbildung 7.15. Rechts: Verlauf des S-Parameters und der Vickers-Härte (Auflagemasse 25 g) vom Span in den unverformten Bereich. Beide Kurven zeigen grundsätzlich den selben Verlauf, jedoch ist der S-Parameter empfindlicher für geringere Verformung.

#### 7.4.5 Die Randzone bei unterschiedlichen Schnittgeschwindigkeiten

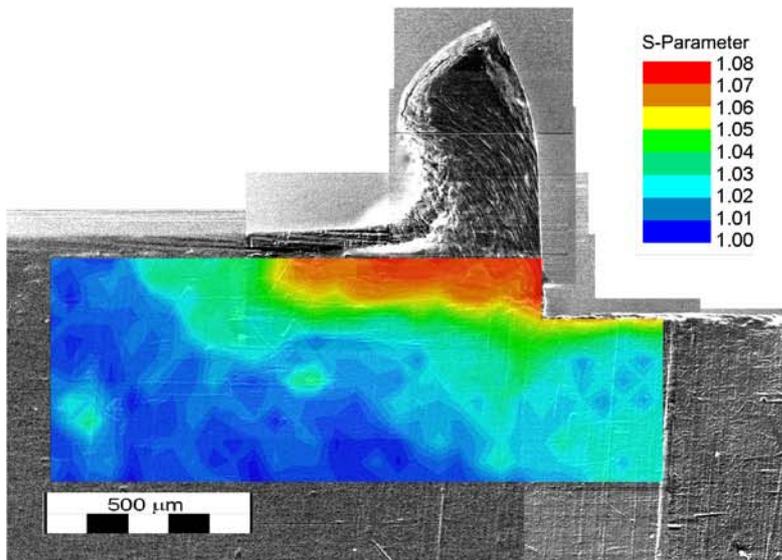
Es wurden orts aufgelöste PAS-Messungen an mehreren Proben durchgeführt, um den Einfluß der Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  und der Schnitttiefe  $h$  auf die Randzone zu untersuchen. Abbildung 7.17 zeigt drei Positronenscans bei  $v_c = 300$  m/min,  $v_c = 600$  m/min und  $v_c = 1200$  m/min und einer voreingestellten Schnitttiefe von  $200 \mu\text{m}$ . Die realen, gemessenen Schnitttiefen sind rechts in der Abbildung angegeben. Sie weichen nur gering vom Sollwert ab, so daß die Messungen vergleichbar bleiben. In allen drei Abbildungen sind die Verformungszonen gut erkennbar. Die primäre Scherzone weist einen S-Parameter von 1.07 bis 1.08 auf, was einem Sättigungseinfang der Positronen in Fehlstellen entspricht. Im unteren Plot bei  $v_c = 1200$  m/min ist im rechten Teil der Probe die Auswirkung des Aufschlags auf die Prallfläche als Anstieg des S-Parameters auf 1.065 zu erkennen.

Dieser Effekt ist aber vom Span räumlich weit genug entfernt, um ein Ausmessen der Randzonenschädigung nicht zu stören. Die Randzone weist in allen drei Plots einen geringeren S-Parameter (1.03 – 1.05) auf als die primäre Scherzone, so daß hier von einer geringeren Schädigung ausgegangen werden kann. Bei sehr hohen Schnittgeschwindigkeiten ( $v_c = 2400$  m/min) kann die Verformung in der Randzone nicht ausgewertet werden, da das Werkstück bei der Zerspanung zu Rattern beginnt, und es zu einer oszillierenden Entfestigung in der Randzone kommt (siehe Abbildung 7.19).

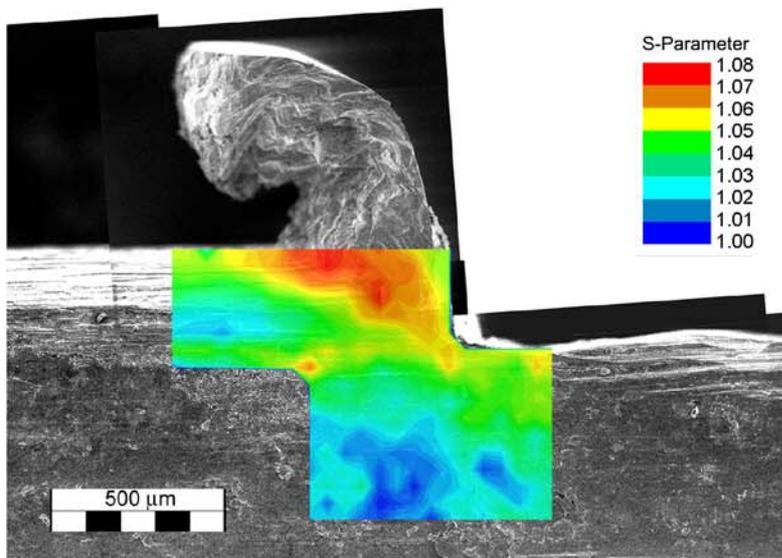
#### 7.4.6 Die Randzone bei unterschiedlichen Schnitttiefen

Die Variation der Schnitttiefe gelingt mit dem vorliegenden Schußapparat nur bis zu einer Tiefe von ca.  $250 \mu\text{m}$ . Eine Probenpräparation bei höheren Schnitttiefen ist nicht möglich, da in diesem Fall die gespeicherte Energie nicht ausreicht, um das Projektil bis zur Prallfläche auf der Schnittgeschwindigkeit zu halten. Ab  $h \gtrsim 400 \mu\text{m}$  erreicht der Schnittweg nicht mehr seine volle Länge. Der Schnitt wird somit nicht bei der eingestellten Schnittgeschwindigkeit unterbrochen, sondern bei  $v_c = 0$  m/min. Bei realen Schnitttiefen zwischen  $300 \mu\text{m}$  und  $400 \mu\text{m}$  kann davon ausgegangen werden, daß die Schnittgeschwindigkeit zum Zeitpunkt der Unterbrechung zwischen  $v_c$  und  $0$  m/min liegt. Diese Messungen wurden verworfen.

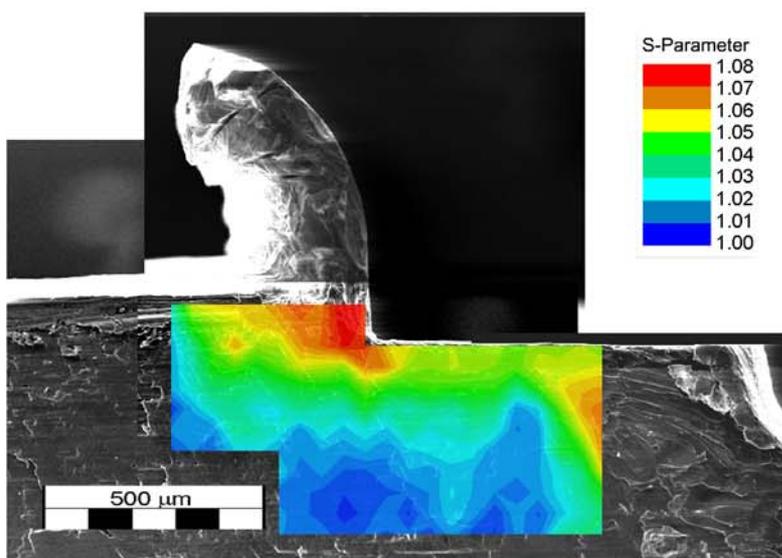
Abbildung 7.18 zeigt drei Positronenaufnahmen bei  $v_c = 900$  m/min und drei unterschiedlichen Schnitttiefen  $h = 40 \mu\text{m}$ ,  $h = 70 \mu\text{m}$  und  $h = 170 \mu\text{m}$ . Es zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit der Schädigungstiefe in der Randzone von der Schnitttiefe. Ebenso steigt die Ausdehnung der primären Scherzone mit zunehmender Schnitttiefe. Bei  $h = 40 \mu\text{m}$  (Abbildung 7.18, oberes Bild) nimmt der S-Parameter in der Randzone einen im Vergleich höheren Wert an als bei den größeren Schnitttiefen von  $70 \mu\text{m}$  bzw.  $170 \mu\text{m}$ . Dies deutet darauf hin, daß bei kleinsten Schnitttiefen die Reibungskräfte in der sekundären Scherzone an der Spanfläche nicht ausreichen, um die zur Entfestigung nötigen Temperaturen zu erzeugen.



$v_c = 300 \text{ m/min}$   
 $h = 220 \mu\text{m}$

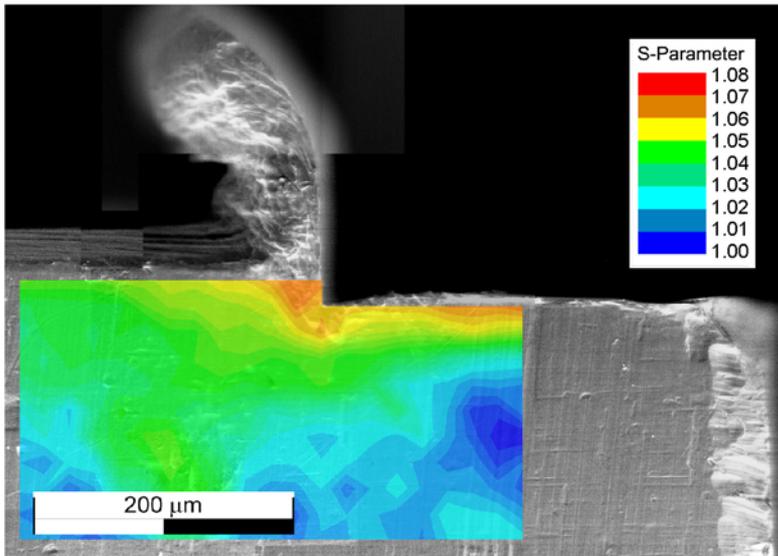


$v_c = 600 \text{ m/min}$   
 $h = 260 \mu\text{m}$

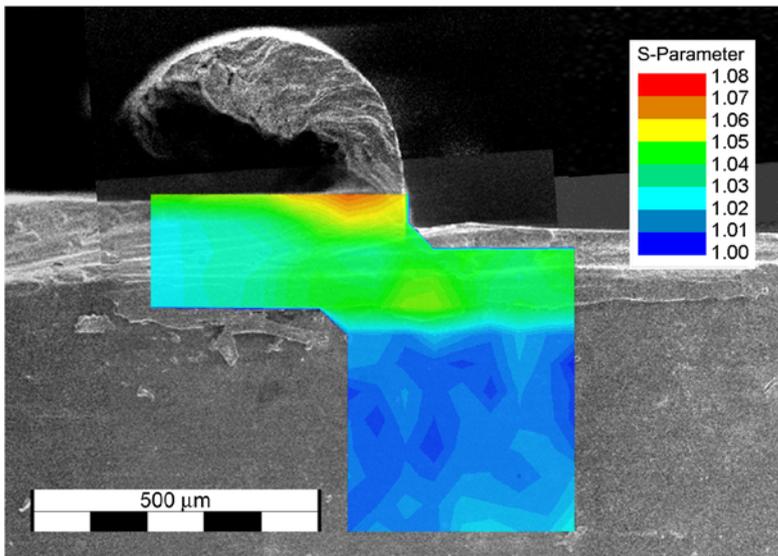


$v_c = 1200 \text{ m/min}$   
 $h = 160 \mu\text{m}$

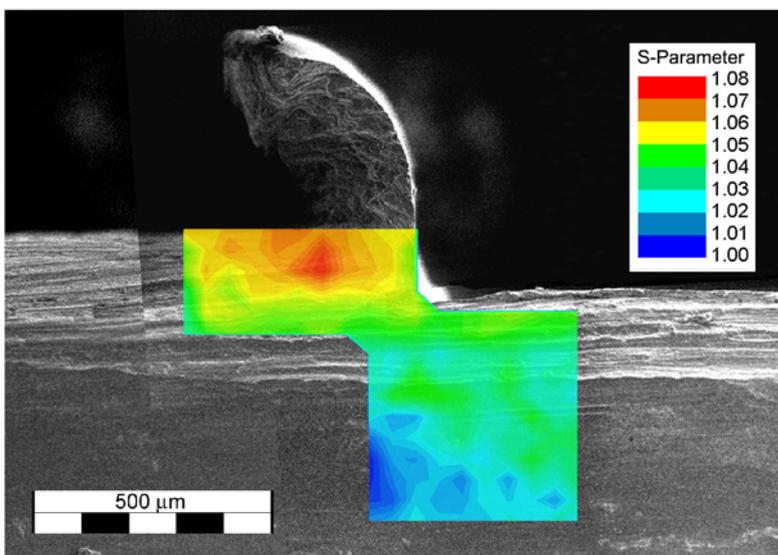
Abbildung 7.17: Ortsaufgelöste Messungen an Spanwurzeln mit unterschiedlicher Schnittgeschwindigkeit und vergleichbarer Schnitttiefe.



$v_c = 900 \text{ m/min}$   
 $h = 40 \text{ μm}$



$v_c = 900 \text{ m/min}$   
 $h = 70 \text{ μm}$



$v_c = 900 \text{ m/min}$   
 $h = 170 \text{ μm}$

Abbildung 7.18: Ortsaufgelöste Messungen an Spanwurzeln mit unterschiedlicher Schnitttiefe und gleicher Schnittgeschwindigkeit von 900 m/min. Man beachte den unterschiedlichen Maßstab in der oberen Abbildung.

#### 7.4.7 Entfestigung bei $v_c = 2400$

An einer Probe mit der maximal erreichbaren Schnittgeschwindigkeit von  $v_c = 2400$  m/min und einer Schnitttiefe von  $h = 260$   $\mu\text{m}$  wurde eine ortsaufgelöste PAS-Messung über einen großen Bereich bis vor die Verformungsvorlaufzone angefertigt. Auch hier beträgt die Maschenweite des Meßrasters  $50$   $\mu\text{m}$  in beiden Richtungen. Abbildung 7.19 zeigt den Scan über die Spanwurzel. Die Verformungsvorlaufzone ist stark ausgeprägt, sie mißt ca.  $1.6$  mm in Schnittrichtung und reicht mehr als  $0.8$  mm tief ins Material hinein. Deutlich erkennbar ist ein entfestigter Bereich (S-Parameter zwischen  $1.01$  und  $1.02$ ) in der Randzone (im Bild rot eingekreist). Erst nach dem Vorbeilaufen des Werkzeugs wird die in der Stauzone und in der sekundären Scherzone an der Freifläche erzeugte Wärme ins Material abgegeben und führt zum Ausheilen der vorher eingebrachten Defekte.

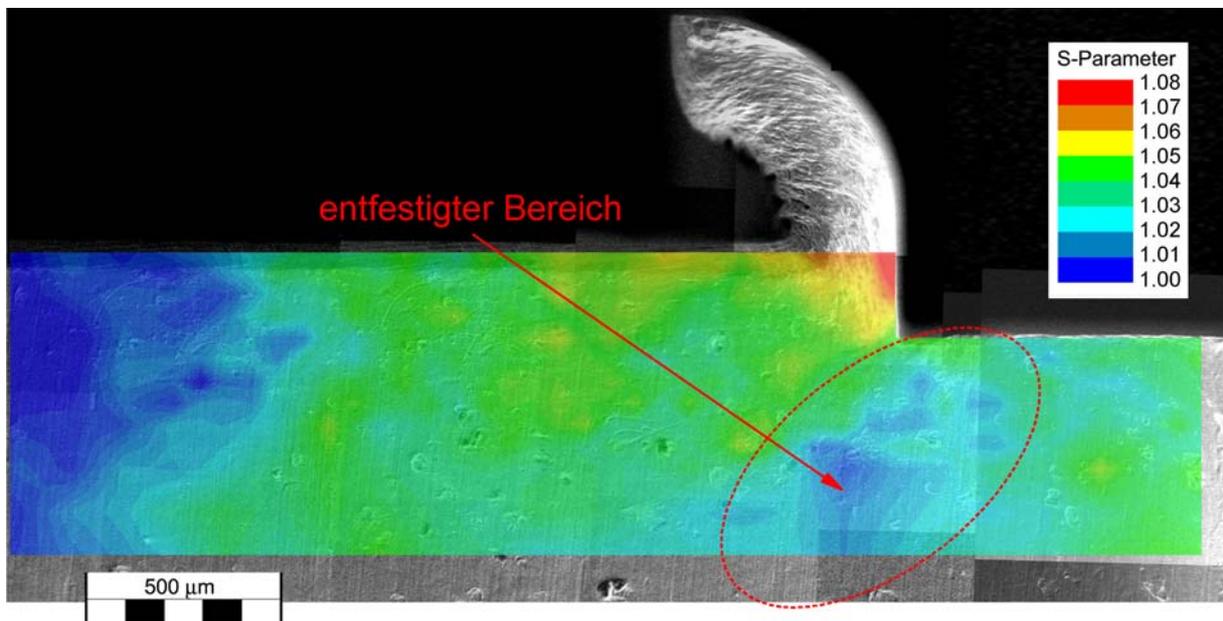


Abbildung 7.19: Entfestigter Bereich in einer HSC – Probe mit  $v_c = 2400$  m/min und  $h = 260$   $\mu\text{m}$ . Die Verformungsvorlaufzone ist stark ausgeprägt und mißt ca.  $1.6$  mm in Schnittrichtung. Durch die Temperatureinwirkung in der sekundären Scherzone an der Freifläche ist es zu einer Ausheilung von Gitterfehlern d.h. einer Entfestigung gekommen. Es wird keine starke Verformung in der Randzone beobachtet.

# Kapitel 8

## Diskussion

### 8.1 Thermisches Ausheilen der Defekte

Das Ausheilverhalten der Metalle wird in grober Näherung durch den Schmelzpunkt bestimmt. Dabei lassen sich fünf Ausheilstufen<sup>33</sup> unterscheiden, welche nach der homologen Temperatur  $T_H = T/T_M$  klassifiziert werden ( $T_M$  ist die Schmelztemperatur in Kelvin). In Stufe I bei  $T_H \approx 0.02$  heilen zunächst Frenkelpaare aus, danach weiter voneinander entfernte Leerstellen und Zwischengitteratome durch Rekombination sowie Zwischengitteratompaaire (Stufe II bei  $T_H \approx 0.13$ ). Die Wanderung von freien Leerstellen in Stufe III beginnt bei  $T_H \approx 0.2$ . Die Leerstellen annihilieren mit Versetzungen oder an den Grenzflächen des Kristalls. In Stufe IV bei  $T_H \approx 0.3$  kommt es zur Auflösung von Leerstellen-Clustern und es beginnt die Erholung durch das Umordnen von Versetzungen mittels Quergleit- und Kletterprozessen. Bei Temperaturen um  $T_H \approx 0.45$  beginnt die Gefügeneubildung durch Rekristallisation (Stufe V). Alle Angaben der Ausheiltemperaturen gelten streng nur für reinste Metalle. Bei den untersuchten Legierungen gelten sie nur als Anhaltspunkte für das Ausheilverhalten [Ehr91, Got98, Sch91].

Der ähnliche Verlauf der Ausheilkurve von C45E und X6CrNiTi18-10 bis 600°C ist auf den näherungsweise gleichen Schmelzpunkt beider Stähle zurückzuführen. Im Unterschied zum austenitischen Stahl durchläuft C45E bei 723°C eine Phasenumwandlung von  $\alpha$ -Eisen nach  $\gamma$ -Eisen. Die durch die Verformung induzierte Rekristallisation und die Phasenumwandlung beeinflussen sich wechselseitig, wodurch die Rekristallisation bei C45E etwas früher einsetzt als beim austenitischen Stahl. Die Phasenumwandlung von  $\alpha$ - nach  $\gamma$ -Eisen ist auch für den Anstieg des S-Parameters oberhalb von 600°C verantwortlich. Durch die hohe Abkühlrate ( $\dot{T} \gg 100$  K/min) hat das Gefüge nach dem Tempern im  $\gamma$ -Gebiet eine andere Phasenzusammensetzung, der Perlit-Anteil wird erhöht. Es kommt so zu einem Konkurrenzefang zwischen den Grenzflächen des Cementits ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) mit dem  $\alpha$ -Eisens und den Leerstellen. Dies erklärt die Erhöhung des S-Parameters gegenüber dem einphasigen austenitischen Stahl.

Stufe IV liegt bei reinem Eisen bei 270°C, Stufe V bei 540°C. Bei beiden untersuchten Legierungen zeigt die Ausheilkurve einen Abfall des S-Parameters, der bei 270°C beginnt und bei ca. 600°C endet. Es kann aber nicht eindeutig zwischen Stufe IV und Stufe V differenziert werden.

---

<sup>33</sup> Klassifizierung der Ausheilstufen nach VAN BUEREN [Bue60]

## 8.2 S-Parameter und Verfestigung

Bei der Verfestigung zeigt der ferritische Stahl C45E eine Ansprechschwelle für den Anstieg des S-Parameters, so wie sie von WIDER auch für Kupfer und Aluminium gefunden wurde [Wid99]. Ein Sättigungseinfang der Positronen kann ebenso wie bei Aluminium nicht beobachtet werden. Bei Spannungen jenseits der Ansprechschwelle folgt der S-Parameter der angelegten Spannung weitgehend linear. Dabei zeigen beide unabhängig voneinander aufgenommene Meßreihen mit unterschiedlichen Probendurchmessern den selben Verlauf, und die Ansprechschwelle läßt sich durch Mittelung über beide Versuche zu einem Wert von  $280 \pm 20$  MPa bestimmen (siehe Abbildung 7.3).

Die Verfestigung  $\Delta R_V$  kann als Zunahme der Fließgrenze nach jedem Zugschritt definiert werden (vergleiche Abschnitt 2.1.2). In einer Auftragung von  $\Delta R_V$  gegen den S-Parameter aus dem Zugversuch zeigt sich ein weitgehend linearer Zusammenhang (Abbildung 8.1).

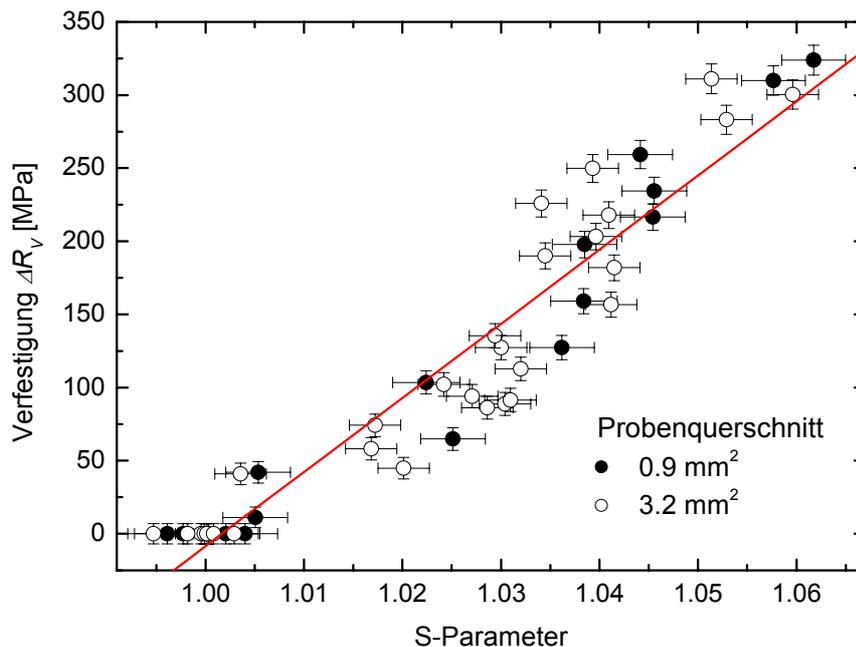


Abbildung 8.1: Aus den Zugversuchen an C45E berechnete Verfestigung in Abhängigkeit von der Änderung des S-Parameters (siehe Abschnitt 7.2). Der lineare Zusammenhang kann zu einer empirischen Abschätzung der Verfestigung aus der Messung des S-Parameters genutzt werden.

Dadurch ist es möglich, empirisch aus einer Änderung des S-Parameters  $\Delta S$  auf die Verfestigung zu schließen. Durch lineare Regression ergibt sich folgendes Ergebnis:

$$\frac{\Delta R_V}{\Delta S} \left[ \frac{\text{MPa}}{\%} \right] = 50.7 \pm 6$$

Dieser Zusammenhang ermöglicht Rückschlüsse auf eine Korrelation von Versetzungsdichte und S-Parameter. Nach der in Abschnitt 2.1.2 erläuterten Beziehung ist bei geringer plastischer Verformung, sofern keine Versetzungstextur auftritt, die Verfestigung  $\Delta R_V$  proportional zur Quadratwurzel der Versetzungsdichte  $\rho_{disl}$ . Mit der linearen Abhängigkeit der Verfestigung vom S-Parameter läßt sich nun folgende Beziehung für den Bereich kleiner plastischer Verformungen aufstellen:

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

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Versetzungsdichte an den Verformungsproben nicht direkt bestimmt (z.B. durch TEM-Untersuchungen), so daß keine quantitative Beziehung angegeben werden kann.

Bei den Messungen an den Spanwurzeln ist es allerdings nicht einfach möglich, aus dem S-Parameter auf die Verfestigung zu schließen, da die Bedingung einer kleinen Verformung ohne Versetzungstextur in der primären Scherzone und auch im Span sicher nicht gegeben ist. Auch macht es eine eventuelle Entfestigung in der Randzone durch Temperatureinwirkung unmöglich, vom S-Parameter auf die verbleibende Verfestigung zu schließen.

Dennoch kann der Verformungsbereich in den ortsauflösenden Messungen durch den S-Parameter gut bestimmt werden. Form und Größe der Scherzonen, sowie die Ausdehnung der Randzone quer zur Schnittrichtung können aus den Graphiken abgelesen werden.

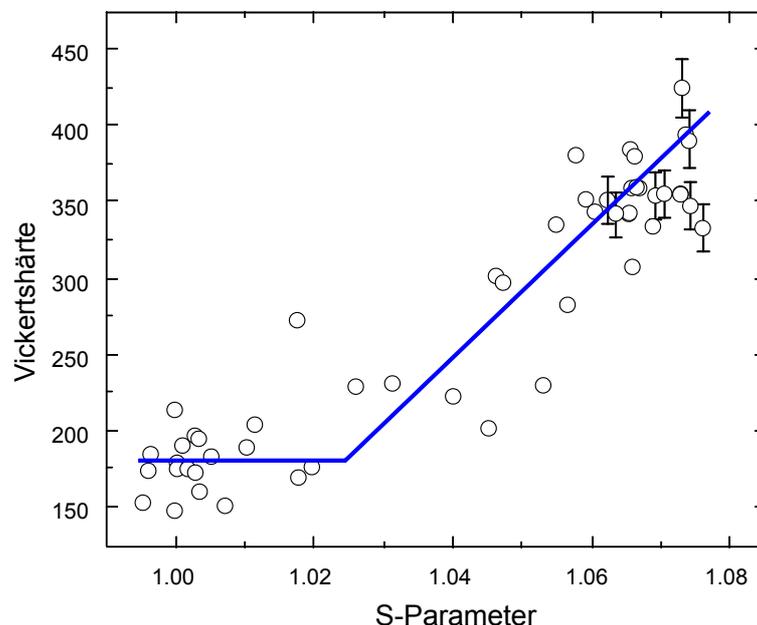


Abbildung 8.2: Zusammenhang zwischen Vickers-Härte und S-Parameter. Die statistischen Fehler des S-Parameters sind gegenüber den Fehlern der Vickers-Härte vernachlässigbar gering. Eine Verfestigung die einem S-Parameter von ca. 1.025 entspricht führt nicht zu einer signifikanten Erhöhung der Härte. Die blaue Linie ist als Eye-Guide zu verstehen.

In Abbildung 8.2 ist der S-Parameter gegen die Härte aufgetragen. Es zeigt sich, daß der S-Parameter bereits auf solch kleine Verformungen anspricht, die nicht zu einer

Erhöhung der Härte führen. Ab einem S-Parameter von 1.025 steigt die Härte mit dem S-Parameter an, wobei es die Unsicherheit bei der Härtemessung aber nicht erlaubt von einem linearen Zusammenhang zu sprechen. Ähnliche Ergebnisse wurden an dem rostfreien austenitischen Stahl X2CrNiMo17-12-2<sup>34</sup> erhalten [Hol01]. In diesem Fall liegt die Ansprechschwelle bei der Härtemessung mit  $S = 1.04$  allerdings noch höher.

Aus einem Vergleich der Messung von Härte und S-Parameter an der selben Probe (siehe Abschnitte 7.4.3 und 7.4.4) läßt sich eine Abschätzung der Versetzungsdichte erhalten. In der Mitte des Spans in Abbildung 7.15 steigt die Härte auf 450 HV an. Deshalb kann dort von einer weitgehenden Verfestigung des Materials ausgegangen werden, die einer Versetzungsdichte von  $\rho_{disl} \geq 10^{11}/\text{cm}^2$  entspricht [Sta96]. Daraus folgt, daß der an dieser Stelle gemessene S-Parameter von 1.08 tatsächlich auf die Verfestigung zurückzuführen ist.

Da zwischen Härteprüfung und Zugversuch hinsichtlich der Werkstoffbeanspruchung wesentliche Unterschiede bestehen, ist es jedoch nicht möglich, mittels eines Modells eine funktionale Beziehung zwischen Vickers-Härte und Verfestigung abzuleiten. Ein empirischer Zusammenhang ist in der DIN Norm 50150 tabelliert [DIN00].

### 8.3 Die plastische Zone

Das plastische Verhalten eines Werkstoffs bei dynamischer Verformung basiert auf der Bewegung von Versetzungen im Kristallgitter. Durch Wechselwirkung der aktivierten Gleitsysteme mit unbeweglichen Versetzungen auf anderen Gleitebenen (z.B. Waldversetzungen) oder anderen Gitterfehlern kommt es zur Versetzungsmultiplikation und damit zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte (OROWAN-Prozeß, FRANK-REED-Quelle). Leerstellen entstehen durch Jog-Drugging, dem Hinterherziehen unbeweglicher Sprünge auf der Versetzungslinie. Beim Klettern von Versetzungen zwischen verschiedenen Gleitebenen werden Leerstellen und Zwischengitteratome an die Versetzungslinie angelagert (siehe auch Abschnitt 2.1.2). Bei zunehmender plastischer Verformung steigt nicht nur die Versetzungsdichte, sondern auch die Dichte der an ihnen assoziierten Leerstellen an. Die Leerstellen wirken auf Positronen als tiefe Fallen und der Einfang in leerstellenartige Defekte führt zu einer Erhöhung des S-Parameters.

Makroskopisch äußert sich die Zunahme der Versetzungsdichte in Gleitlinien auf der Probenoberfläche. Durch eine Analyse der Probenoberfläche hinsichtlich des Vorhandenseins von Gleitlinien ist eine Abschätzung der am stärksten verformten Bereiche der plastischen Zone möglich. Die Deutlichkeit der Ausbildung von Gleitlinien ist jedoch materialabhängig. So sind beim austenitischen Stahl Gleitlinien nur in der unmittelbaren Nähe der Reißspitze zu beobachten (Abbildung 8.3). Bereits in einem Abstand von 0.9 mm sind keine Gleitlinien mehr sichtbar, während die dort vorhandene Verformung zu einer deutlichen Erhöhung des S-Parameters führt. In allen Bereichen der plastischen Zone mit einem S-Parameter zwischen 1.00 und 1.04 sind keine Gleitlinien mehr zu erkennen (siehe Abbildung 8.4).

---

<sup>34</sup> Werkstoffnummer 1.4404 entspricht AISI 316L

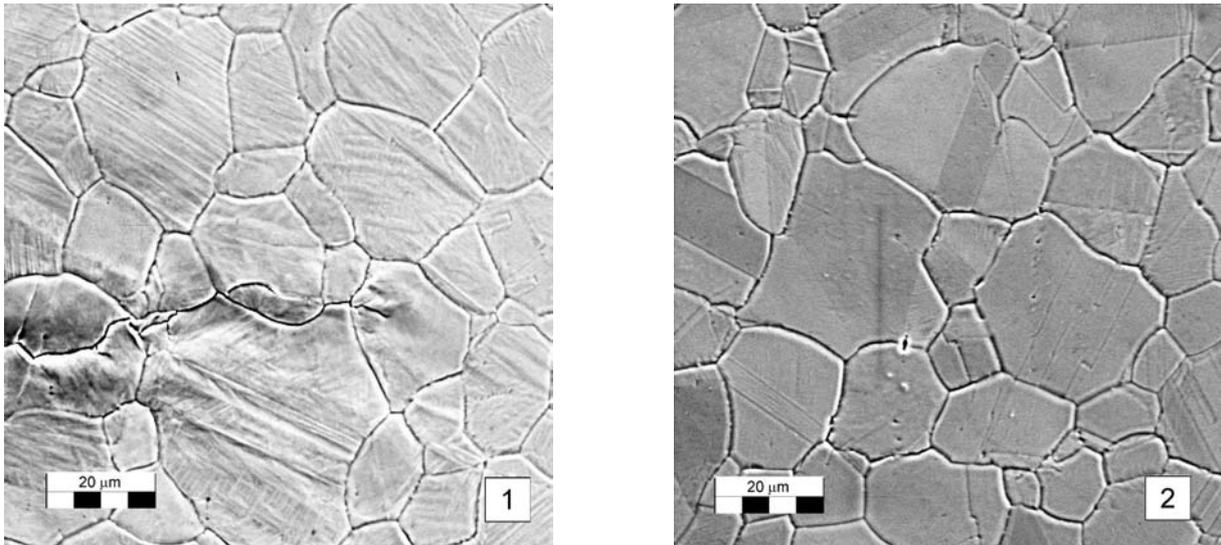


Abbildung 8.3: Elektronenmikroskopische Aufnahme der Probenoberfläche beim Ermüdungsriß im austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10. Links: In der direkten Umgebung der Rißspitze sind die Gleitlinien deutlich zu erkennen. Rechts: Bereits 0.9 mm von der Rißspitze entfernt sind keine Gleitlinien mehr sichtbar. Die Positionen der Aufnahmen können aus Abbildung 8.4 entnommen werden.

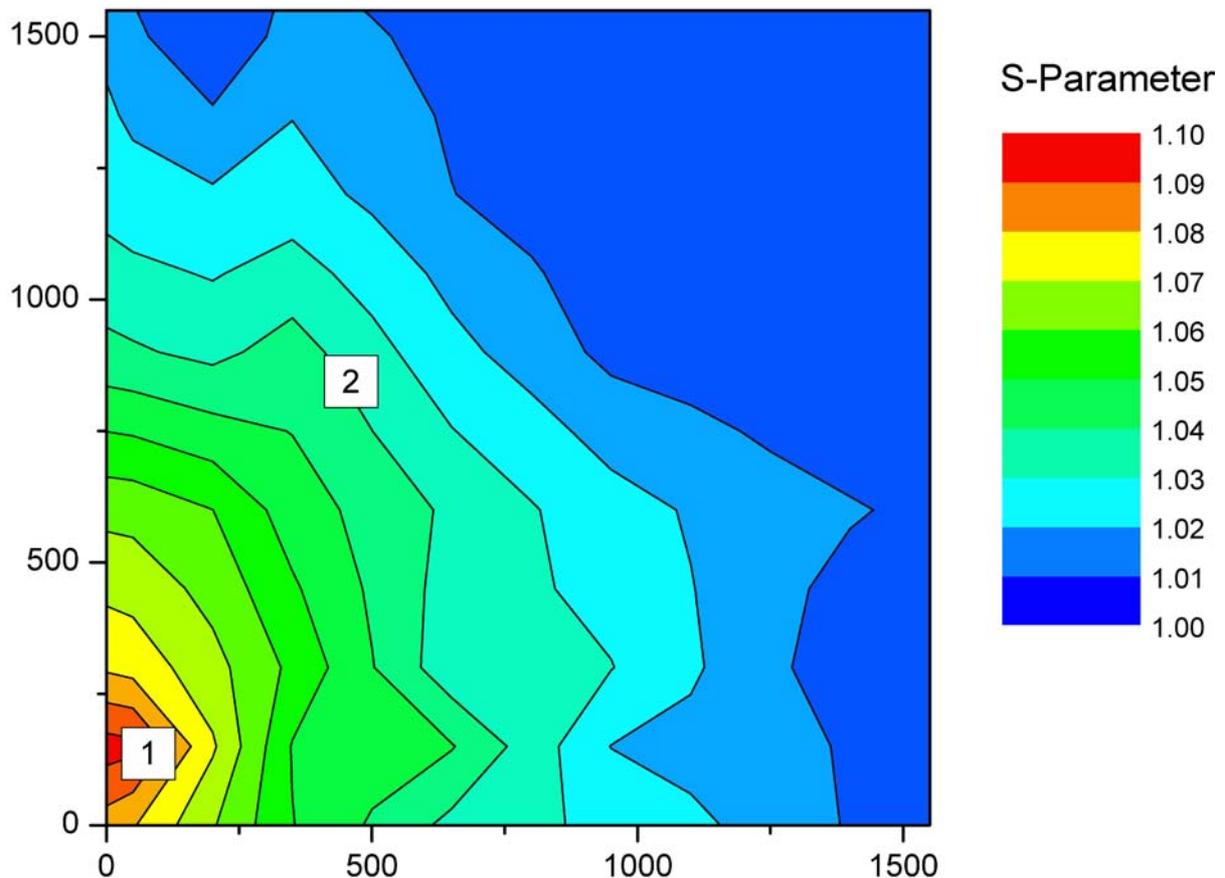


Abbildung 8.4: Ausschnitt der Messung des S-Parameters im Bereich der plastischen Zone. Die Positionen der REM- Aufnahmen aus Abbildung 8.3 sind als weiße Quadrate eingetragen. Die Rißspitze befindet sich bei Nr.1 (Abbildung 8.3 links). In einem Bereich, in dem keine Gleitlinien mehr sichtbar sind (Nr. 2,Abbildung 8.3 rechts) hat der S-Parameter einen Wert von etwa 1.04.

Dies zeigt, daß durch die hohe Sensitivität des Positronenspektroskopie für leerstellenartige Defekte ein wesentlich ausgedehnterer Bereich der plastischen Zone nachgewiesen werden kann.

Bei der plastischen Zone in technischem Kupfer tritt dieser Unterschied noch stärker hervor. Abbildung 8.5 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme der Rißspitze und einen Teil der plastischen Zone. Im Nahbereich der Rißspitze (im Abstand von ca. 1 mm innerhalb der grauen unterbrochenen Linie) sind unter dem Mikroskop Gleitlinien zu erkennen. Dies ist jedoch nur ein kleiner Ausschnitt des am stärksten verformten Bereichs der plastischen Zone mit einem S-Parameter von über 1.10. Besonders in dem Gebiet vor der Rißspitze, ab einer Entfernung von 1 mm sind trotz eines S-Parameters von über 1.10 keine Gleitlinien mehr sichtbar. In der übrigen plastischen Zone zeigen sich ebenfalls keine Gleitlinien an der Probenoberfläche.

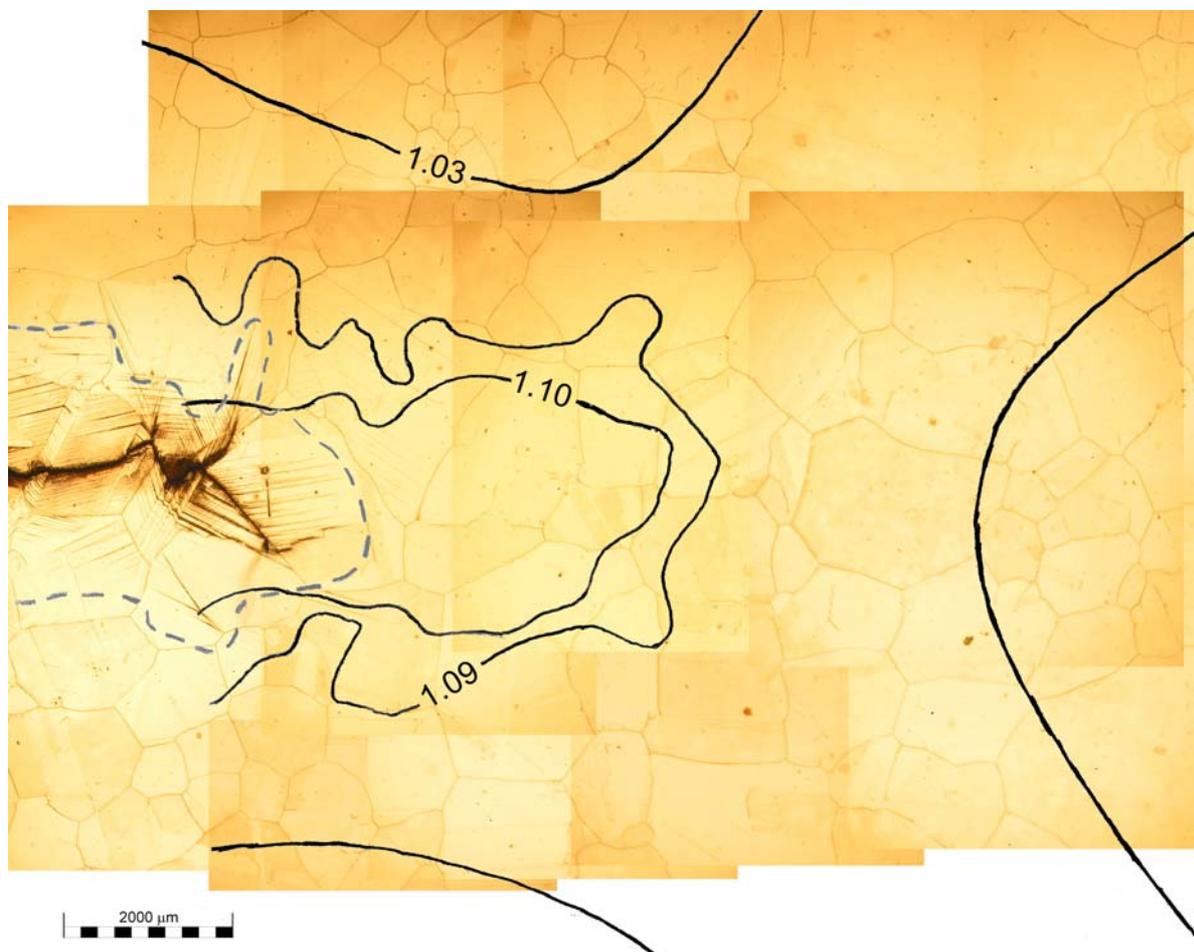


Abbildung 8.5: Lichtmikroskopische Aufnahme des Risses in technischem Kupfer. Die durchgezogenen Linien grenzen die Bereiche ein, in denen der S-Parameter größer als 1.09 bzw. 1.10 ist. Der Rand der plastischen Zone wird bei  $S = 1.03 \pm 0.01$  gezogen. Die unterbrochene Linie in grau umfaßt den Bereich, in dem Gleitlinien auf der Oberfläche sichtbar sind.

In Folge der Temperaturbehandlung hat sich ein grobkörniges Gefüge mit einer Korngröße zwischen 0.5 und 2 mm eingestellt. Innerhalb der Körner verlaufen Zwillingsgrenzen, die Gebiete unterschiedlicher Orientierung innerhalb des Korns trennen. Je nach Orientierung werden in den einzelnen Körnern und Kornbereichen

verschiedene Gleitsysteme unterschiedlich stark aktiviert. Dies führt, gerade im Bereich kleiner Verformungen, zu einer starken Streuung des S-Parameters (siehe auch Abbildung 7.9). Die Grenze der plastischen Zone wurde bei einem S-Parameter von  $1.03 \pm 0.01$  gezogen, wobei über die Körner lokal gemittelt wurde. Der zentrale Bereich stärkster Verformung ( $S > 1.09$ ) hat eine Ausdehnung von etwa 5 mm in Rißrichtung vor der Rißspitze und 4 mm quer zur Rißrichtung. Der leichter verformte Teil zeigt eine deutliche Aufspaltung in zwei Schenkel, die bis über den Meßbereich hinaus verlaufen. An der "Taille" hat die plastische Zone eine Ausdehnung von ca. 8 mm quer zur Rißrichtung. Das Ende der plastischen Zone zwischen den beiden Schenkeln liegt ca. 9 mm vor der Rißspitze.

Diese Ergebnisse stehen in deutlichem Gegensatz zu den von EGGER et al. veröffentlichten Messungen [Egg02] einer plastischen Zone in technischem Kupfer, die unter vergleichbaren Bedingungen präpariert wurde. Bei einer Auswertung der Positronenlebensdauer fanden die Autoren Bereiche starker Verformung (nachgewiesen durch Signale wie von Leerstellen-Clustern) nur in einer Umgebung von 50 - 100  $\mu\text{m}$  um den Riß und die Rißspitze. Die Autoren haben die Proben jedoch nach der Rißerzeugung abgeschliffen und mechanisch poliert. Deshalb bleibt es fragwürdig, was die Autoren überhaupt gemessen haben, und die Resultate sind aufgrund der fehlerhaften Probenpräparation nicht vergleichbar.

## 8.4 Hochgeschwindigkeitszerspannung

Die in Zusammenarbeit mit dem Institut für Fertigungstechnik und Werkzeugmaschinen (IFW) in Hannover entwickelte Probengeometrie (Abbildung 7.14) sowie der Aufbau zur Probenherstellung (Abbildung 7.12) haben sich als reproduzierbar und zuverlässig erwiesen. Durch die geteilte Schußprobe ist es möglich geworden, einen Querschnitt durch die Verformungszonen zu gewinnen, der eine Messung mit Positronen ohne nennenswerte Artefakte durch den Präparationsprozeß erlaubt.

Wie die orts aufgelösten Messungen in Abschnitt 7.4.3 bis 7.4.7 gezeigt haben, können die Verformungszonen in Span und Spanwurzel gut durch eine Messung des S-Parameters abgebildet werden. Es ist möglich, zwischen der primären Scherzone, der Trennzone und der Verformungsvorlaufzone bei einer HSC-Probe zu unterscheiden (siehe Abbildung 7.15). Insbesondere erlaubt die Positronenspektroskopie ein genaues Ausmessen der Schädigungstiefe in der Randzone, die für das Betriebsverhalten spanend bearbeiteter Bauteile entscheidend ist.

So hängt die Betriebsfestigkeit der Bauteile unter schwingender oder korrosiver Belastung von den physikalischen Eigenschaften der Randzone ab. Mikrorisse und andere Defekte der Oberfläche können Ausgangspunkte für das Versagen unter schwingender Belastung aber auch Angriffspunkte für die Korrosion sein [Fie61, Her87].

In der technisch orientierten Literatur wird die Beschaffenheit der Randzone durch Eigenspannungen charakterisiert. Bei diesen werden nach einer Einteilung von MASING drei Arten unterschieden [Mas25], wobei die Reichweite das Kriterium zur Einteilung ist [Mac73]. Als Eigenspannungen I. Art werden Gitterfehler, wie Versetzungen und Leerstellen, bezeichnet, als Eigenspannungen II. Art solche mit einer Reichweite über mehrere Körner und als Eigenspannungen III. Art Eigenspannungen mit einer Reichweite über die gesamte Probe. Zur Untersuchung der Eigenspan-

nungen II. und III. Art wird die Röntgendiffraktometrie eingesetzt. Eine genaue Beschreibung dieser Methode in Bezug auf die Eigenspannungsuntersuchung befindet sich in [Plö02] und [Hau97].

Den stärksten Einfluß auf die Beschaffenheit der Randzone haben die Prozeßparameter Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  und Schnitttiefe  $h$  [Plö02]. In den in Abschnitt 7.4 dargestellten Messungen wurde der Verformungszustand in der Spanwurzel und in der Randzone abhängig von  $v_c$  und  $h$  orts aufgelöst mit Positronen untersucht (Abbildung 7.17 und Abbildung 7.18). Die Schädigungstiefe in der Randzone bei einer ähnlichen Schnitttiefe von etwa 200  $\mu\text{m}$  ist in Abbildung 8.6 gegen die Schnittgeschwindigkeit aufgetragen. Es wurde keine Abhängigkeit gefunden. Die Werte streuen um eine Schädigungstiefe von  $250 \pm 75 \mu\text{m}$ .

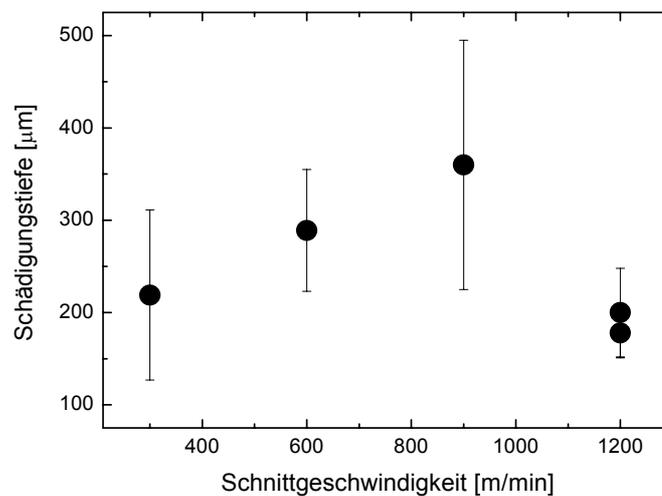


Abbildung 8.6: Schädigungstiefe der Randzone in Abhängigkeit der Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  bei vergleichbarer Schnitttiefe von etwa 200  $\mu\text{m}$ . Es zeigt sich keine signifikante Abhängigkeit.

Zu vergleichbaren Ergebnissen kommt PLÖGER am Werkstoff C45E bei Eigenspannungsuntersuchungen an der Oberfläche von drehend zerspannten<sup>35</sup> Proben bei einer Schnitttiefe von 300  $\mu\text{m}$ , wobei über eine Oberflächenschicht von 10  $\mu\text{m}$  Dicke gemittelt wurde. Die Hauptkomponente des Eigenspannungstensors in Schnittrichtung  $\sigma_{11}$  zeigt im Schnittgeschwindigkeitsbereich zwischen 300 und 2600 m/min keine Abhängigkeit von der Schnittgeschwindigkeit. Im Gegensatz dazu zeigt die Komponente  $\sigma_{22}$  in Vorschubrichtung einen Abfall mit zunehmender Schnittgeschwindigkeit (siehe Abbildung 8.7) [Plö02]. Diese Abhängigkeit wird von PLÖGER mit dem Ploughing-Effekt erklärt. Unter Ploughing wird das Verdrängen des Werkstoffs in das Werkstück aufgrund der Kantenverrundung des Werkzeugs verstanden [Alb59]. Ebenfalls kommt es beim Außenlängsdrehen zu einer mehrfachen Umformung einzelner Bereiche. Dieser Effekt wird von TÖNSHOFF zur Erklärung der Vorschubabhängigkeit von  $\sigma_{22}$  beim Außenlängsdrehen herangezogen [Tön66].

<sup>35</sup> Außenlängsdrehen, Vorschub: 100  $\mu\text{m}$ , Schnitttiefe 300  $\mu\text{m}$ . Röntgenquelle: Cr K $\alpha$ , Daten gemittelt über 10  $\mu\text{m}$  Tiefe.

Durch diese mehrfache Umformung lässt sich die Schnittgeschwindigkeitsabhängigkeit der Komponente  $\sigma_{22}$  nicht mit den durch PAS an den Schußproben gewonnenen Daten vergleichen, wohl aber die Komponente  $\sigma_{11}$ , bei der übereinstimmend keine Abhängigkeit von  $v_c$  gefunden wird.

Hierzu ist zu bemerken das PLÖGER die Stärke der Schädigung auf der Oberfläche gemessen hat und nicht die Schädigungstiefe im inneren des Materials.

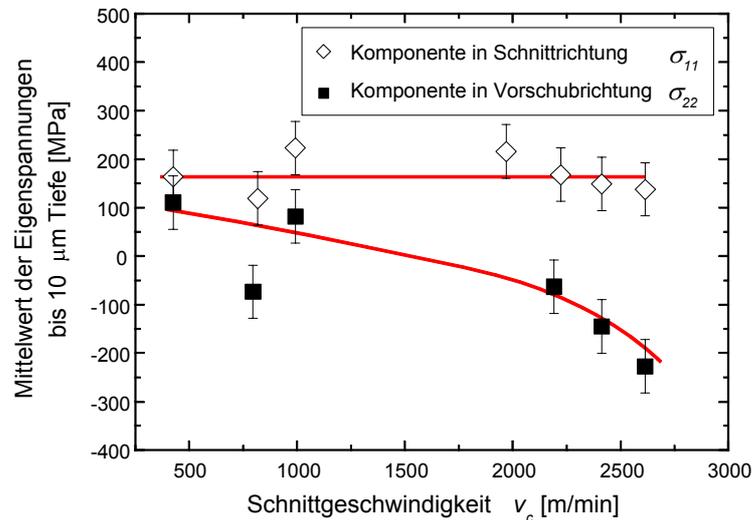


Abbildung 8.7: Mittelwert der Eigenspannung an der Oberfläche in Anhängigkeit der Schnittgeschwindigkeit  $v_c$  bei einer Schnitttiefe von 300  $\mu\text{m}$  und einem Vorschub von 100  $\mu\text{m}$ , gemessen am Werkstoff C45E. In der Hauptkomponente des Eigenspannungstensors in Schnittrichtung  $\sigma_{11}$  kann keine Abhängigkeit von  $v_c$  gefunden werden. Zum Abfall von  $\sigma_{22}$  mit  $v_c$  siehe Text (nach [Plö02]).

Wie schon aus der Zerspanung bei herkömmlichen Geschwindigkeiten bekannt, wird auch bei der HSC ein Anstieg der Schädigungstiefe in der Randzone mit zunehmender Schnitttiefe gefunden. Abbildung 8.8 zeigt den Einfluß der Schnitttiefe bei  $v_c = 600$  m/min (links) und  $v_c = 900$  m/min (rechts).

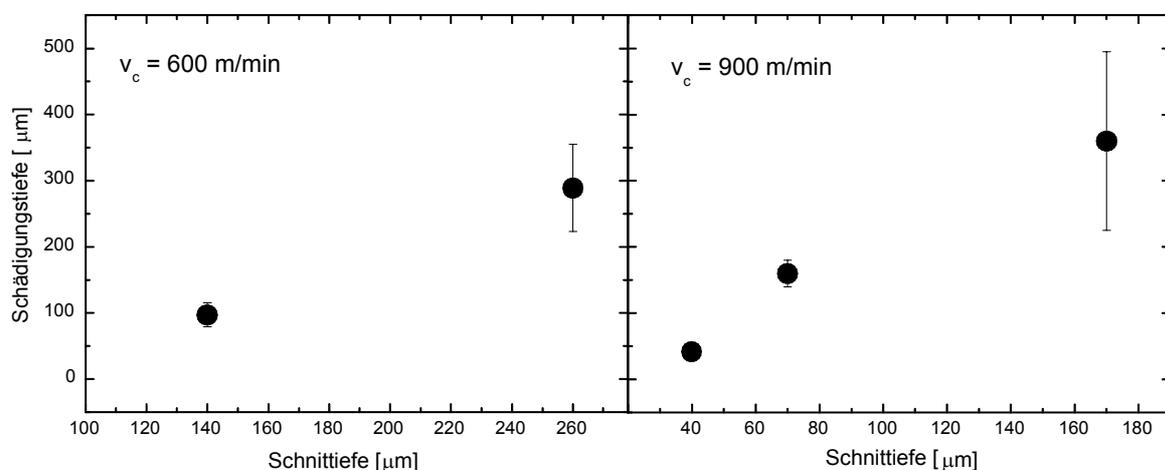


Abbildung 8.8: Tiefe der Randzonenschädigung bei gleicher Schnittgeschwindigkeit  $v_c = 600$  m/min (links) und  $v_c = 900$  m/min (rechts). Es ist ein deutlicher Anstieg der Schädigungstiefe mit zunehmender Schnitttiefe festzustellen.

Die zunehmende Schädigungstiefe führt jedoch nicht zu einer Zunahme der Eigenspannungen an der Oberfläche, wie PLÖGER zeigen konnte. Weder die Komponente in Schnittrichtung  $\sigma_{11}$ , noch die Komponente in Vorschubrichtung  $\sigma_{22}$  zeigt eine signifikante Abhängigkeit von der Schnitttiefe [Plö02].

Eine Entfestigung in der Randzone bei  $v_c = 2400$  m/min und  $h = 260$   $\mu$ m konnte mit einer orts aufgelösten Messung des S-Parameters nachgewiesen werden (siehe Abbildung 7.19). Die Entfestigung ist auf die Wärmeentwicklung in der Stauzone sowie in der sekundären Scherzone an der Freifläche zurückzuführen. Erst nach dem Vorbeilaufen des Werkzeugs wird die dort entstandene Wärme ins Innere der Probe abgegeben und führt da zu einem Ausheilen der vorher eingebrachten Defekte. Dies äußert sich in einem niedrigeren S-Parameter ( $S = 1.01 - 1.02$ ) im Vergleich zur verfestigten Umgebung ( $S \approx 1.04$ ). Das thermische Ausheilen von Defekten konnte ebenfalls in der sekundären Scherzone an der Spanfläche bei einer Probe mit den Schnittparametern  $v_c = 2400$  m/min und  $h = 260$   $\mu$ m beobachtet werden (siehe Abbildung 7.15, im Span rechts). Durch die Wärmeentwicklung in der sekundären Scherzone an der Spanfläche heilen die dort durch die Umformung eingebrachten Defekte aus, wobei die Temperatur nach Simulationsrechnungen von BEHRENS und WESTHOFF durchaus Werte von weit über  $600^\circ\text{C}$  annehmen kann [Beh00]. Im weiteren Verlauf der Spanbildung wird dieser Bereich nach oben transportiert. Dies erklärt den geringen S-Parameter ( $S = 1.03 - 1.04$ ) am dem Werkzeug zugewandten Rand des Spans in Vergleich zum Wert im Span selbst ( $S = 1.07 - 1.08$ ).

Der Vergleich zwischen den Methoden zeigt, daß die Empfindlichkeit der Positronenspektroskopie weit über die der Röntgendiffraktometrie hinausgeht. Dies gilt nicht nur in Bezug auf die Empfindlichkeit gegenüber Gitterfehlern, sondern auch in Bezug auf die Ortsauflösung von wenigen Mikrometern, die nur an sehr wenigen Synchrotronquellen im Prinzip möglich ist. Hinzu kommt das geringe Meßvolumen der Positronen. Bei einer Strahlenergie von 30 keV wird in Eisen über eine Tiefe  $\sim 1$   $\mu$ m gemittelt, der eine Mittelung über ca. 10  $\mu$ m bei der Verwendung von Röntgenstrahlen gegenübersteht.

# Literaturverzeichnis

- [Ajz79] F. Ajzenberg-Selove, *Nucl. Phys. A*, **320** (1979) 1
- [Alb59] P. Albrecht, "The Ploughing Process in Metal Cutting", ASME publications (1959) p. 243
- [Asm97] J. Davis ed., *Metals Handbook*, Vol 16: Machining, Am. Soc. of Metallurgy (1997)
- [Asm97b] S. Lampman ed., *Metals Handbook*, Vol 19: Fatigue and Fracture, Am. Soc. of Metallurgy (1997)
- [Bau86] J. Bauschinger, *Mittheilungen aus d. Mechanisch-Technischen Laboratorium der kön. Hochschule in München*, **13** (1886) 1
- [Beh42] R. Behringer, C. Montgomery, *Phys. Rev.*, **61** (1942) 222
- [Beh00] A. Behrens, B. Westhoff, in: [Tön00], (2000) 207
- [Ben02] K. Bennewitz, M. Haaks, T. Staab, S. Eisenberg, Th. Lampe, K. Maier, *Z. f. Metallkd.* **93/8** (2002) 778
- [Ben02b] R. Ben Amor, Dissertation, Universität Hannover (2002)
- [Ben02c] K. Bennewitz, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Ber69] R. Berner, "Radioaktive Spaltprodukte und ihre Bedeutung für die Ernährung", Vogt-Schild AG (1969)
- [Ber70] M. Bertolaccini, A. Dupasquier, *Phys. Rev. B*, **1** (1972) 2896
- [Ber97] C. Berger, A. Burr, K. Habig, G. Harsch, K. Kloos, H. Speckhardt, "Werkstofftechnik" in [Dub97] E1
- [Ber97b] C. Berger, K. Kloos, "Werkstoffprüfung", in [Dub97], E24
- [Bue60] H. van Bueren, "Imperfection in Crystals", North-Holland Publ. Co. (1960)
- [Bla97] J. Black, "Mechanics of Chip Formation" in: [Asm97]
- [Bom00] C. Bommas, Diplomarbeit, Universität Bonn (2000)
- [Bra68] W. Brandt, H. Waung, P. Levy, *Proc. Int. Symp. Color Centers in Alkali Halides*, (1968) 48
- [Bra72] W. Brandt, R. Paulin, *Phys. Rev. B*, **5** (1972) 2430
- [Bro69] W. Brown, J. Strawley, *Am. Soc. f. Testing and Materials, Spec. Tech. Pub.*, **410** (1969), 12
- [Bro78] D. Broek, *Elementary Engeneering Fracture Mechanics*, Sijnthoff & Noordhoff, (1978)
- [Bou76] R. Bourassa, B. Lengeler, *Journ. of Phys. F*, **6** (1976) 1405
- [Con71] D. Connors, V. Crisp, R. West, *J. Phys. F.; Met. Phys.*, **1** (1971) 355
- [Dau74] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet, D. Seger, *Appl. Phys.*, **5** (1974) 117
- [Deb49] S. DeBenedetti, C. Cowan, W. Konneker, *Phys. Rev.*, **76** (1949) 440
- [Deg93] W. Degner, H. Lutze, E. Smejkal, *Spanende Formung*, Carl Hanser Verlag (1993)
- [Dek64] I. Dekthyar, D. Levina, V. Mikhalenkov, *Soviet Phys. Dokl.*, **9** (1964) 492
- [DIN90] DIN Norm 17851, *Titanlegierungen – chemische Zusammensetzung*, Beuth Verlag (1990)
- [DIN00] DIN Norm 50150, *Umwertung von Härtewerten*, Beuth Verlag (2000)

- [Dlu86] G. Dlubek, R. Krause, O. Brümmer, Z. Michno, T. Gorecki, *Journ. Phys. F*, **17** (1986) 1333
- [Dub97] H. Dubbel, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, Springer 1997
- [Dug60] D. Dugdale, *Jour. Mech. Phys. Soc. A*, **8** (1960) 100
- [Egg02] W. Egger, G. Kögel, P. Sperr, W. Triftshäuser, S. Rödling, J. Bär, H. Gudladt, *Appl. Surf. Sci.*, **194** (2002) 214
- [EN95] EN Norm 10088-3, *Nichtrostende Stähle - technische Lieferbedingungen für Halbzeug, Stäbe, Walzdraht und Profile für allgemeine Verwendung*, Beuth Verlag (1995)
- [EN97] EN Norm 10083-1, *Vergütungsstähle - technische Lieferbedingungen für Edelstähle*, Beuth Verlag (1997)
- [Ehr86] P. Ehrhart, K. Robrock, H. Schober, in [Joh86], p.3
- [Ehr91] P. Ehrhart, "Special Remarks " in [LB91], p. 202
- [Fie71] M. Field, J. Kahles, *Annals of the CIRP* **20**, **2** (1971) 153
- [Fin80] M. Fine, Y. Chung, R. McCormick, "Fatigue Failure in Metals", in [Asm97b], p.63
- [Fis86] D. Fischer, K. Lynn, D. Gidley, *Phys. Rev.*, **33** (1986) 4479
- [Flo97] D. Flom, R. Komanduri, "High - Speed Machining", in: [Asm97]
- [Flü55] S. Flügge, "Handbuch der Physik - Kristallphysik ", Band 7 Teil 1 (1955)
- [Fra74] W. Frank, A. Seeger, *Appl. Phys.*, **3** (1974) 66
- [Fro76] E. Fromm, E. Gebhardt, *Gase und Kohlenwasserstoff in Metallen*, Springer (1976)
- [Gho95] V. Ghosh, *Appl. Surf. Sci.*, **85** (1995) 187
- [Gok01] A. Gokhale, Z. Shan, *Proc. of Miner. Metals & Mater. Soc. XI*, (2001) 235
- [Got98] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer (1998)
- [Gre96] H. Greif, Dissertation, Universität Bonn (1996)
- [Gre97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, *Appl. Phys. Lett.*, **15** (1997) 2115
- [Haa98] M. Haaks , K. Bennewitz , H. Bihl, U. Männig, Ch. Zamponi, K. Maier, "Measurements on Cracktips in Stainless Steel AISI 321 by using a new Positron Microprobe", Beitrag zur Konferenz SLOPOS-8, Capetown, SA, (1998)
- [Haa99] M. Haaks , K. Bennewitz , H. Bihl, U. Männig, Ch. Zamponi, K. Maier, *Appl. Surf. Sci.*, **149** (1999) 207
- [Haf00] H. Haferkamp, M. Niemeyer, M. Schäperkötter, in: [Tön00], (2000) 1
- [Häk89] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, **9** (1989) 809
- [Häk90] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Phys. Rev. B*, **41** (1990) 12441
- [Har98] J. Hartley, R. Howell, P. Asoka-Kumar, P. Sterne, D. Akers, A. Denison, *Appl. Surf. Sci.*, **149** (1999) 204
- [Hau79] P. Hautojärvi, T. Judin, A. Vehanen, J. Yli-Kaupilla, *Sol. Stat. Com.*, **29** (1979) 855
- [Hau79b] P. Hautojärvi, *Positrons in Solids, Topics in Current Physics, Vol. 12*, Springer Verlag (1979)
- [Hau97] V. Hauk, ed. "Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods", Elsevier (1997)
- [Heh94] T. Hehenkamp, *Journ. Phys. Chem. Solids*, **55** (1994) 907

- [Her87] R. Hermann, C. Reid, "Slow Crack Growth in the Presence of Tensile Residual Stress", in [Mac87], p. 759
- [Heu99] H. Heußner, C. Hugenschmidt, T. Wider, and K. Maier, *Appl. Surf. Sci.*, **149** (1999) 49-53
- [Hir61] P. Hirsch, D. Warrington, *Philos. Mag.*, **6** (1961) 735
- [Hol01] U. Holzwarth, A. Barbieri, S. Hansen-Ilzhöfer, P. Schaaff, M. Haaks, *Appl. Phys. A*, **73** (2001) 467
- [Hor03] M. Horstemeyer, K. Gall, K. Dolan, A. Waters, J. Haskins, D. Perkins, A. Gokhale, M. Dighe, *Theo. and Appl. Fracture Mechanics*, **39/1**, (2003) 23
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to Dislocations, 3<sup>rd</sup> ed.*, Butterworth & Heinemann (1984)
- [Irw58] G. Irwin, *Fracture*, in: *Handbuch der Physik Vol. 6*, Springer (1958)
- [Joh86] R. Johnson, A. Orlow, "Physics of Radiation Effects in Crystals", Elsevier Scientific Publ. (1986)
- [Joh92] V. John, *Introduction to Engineering Materials, 3<sup>rd</sup> ed.*, MacMillan Press (1992)
- [Kha81] S. Khanna, K. Sonnenberg, *Radiation Effects*, **59** (1981) 91
- [Kle90] I. Kleber, H. Bautsch, J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag Technik (1990)
- [Klo00] F. Flocke, S. Hoppe, in [Tön00], (2000) 238
- [Kra99] R. Krause-Rehberg, H. Leipner, *Positron Annihilation in Semiconductors*, Springer (1999)
- [Kön88] W. König, *VDI-Zeitung*, **130/6** (1988) 35
- [Kro61] M. Kronenberg, *Praktische Metallbearbeitung*, **53/12** (1961) 659
- [Kro62] M. Kronenberg, *Praktische Metallbearbeitung*, **56/6** (1962) 505
- [LB91] Landoldt-Börnstein, New Series, ed.: P. Ehrhart, P. Jung, H. Schultz, H. Ullmaier, "Atomic Defects in Metals", **III/25** (1991)
- [Lee51] E. Lee, B. Schaffner, *Journ. of Appl. Mech.*, **73** (1951) 405
- [Lev44] K. Levenberg, *Quart. Appl. Math.*, **2** (1944) 164
- [Lud09] P. Ludwik. *Elemente der technologischen Mechanik*, 1. Auflage. Springer-Verlag (1909)
- [Lyn89] K. Lynn, E. Gramsch, S. Gusmar, P. Sferlazzo, *Appl. Phys. Lett.*, **55** (1989) 87
- [Mac67] I. MacKenzie, T. Khoo, A. McDonald, B. McKee, *Phys. Rev. Lett.*, **19** (1967) 946
- [Mac73] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg, *HTM-Zeitschrift*, **28** (1973) 305
- [Mac86] I. MacDonald, P. Kaufman, F. Dullien, *J. Microscopy*, **144** (1986) 277
- [Mac87] E. Macherauch, V. Hauk, ed., "Residual Stress in Science and Technology", DGM Informationsgesellschaft (1987)
- [Mad50] L. Madansky, F. Rasetti, *Phys. Rev.*, **79** (1950) 397
- [Mak61] A. Makhov, *Sov. Phys. Sol. State.*, **2** (1961) 1934
- [Mar63] D. Marquardt, *Journ. Soc. Appl. Math.*, **11** (1963) 431
- [Män00] U. Männig, Dissertation, Universität Bonn (2000)
- [Mit79] M. Mitchell, "Fundamentals of Modern Fatigue Analysis for Design", in [Asm97b], p.228

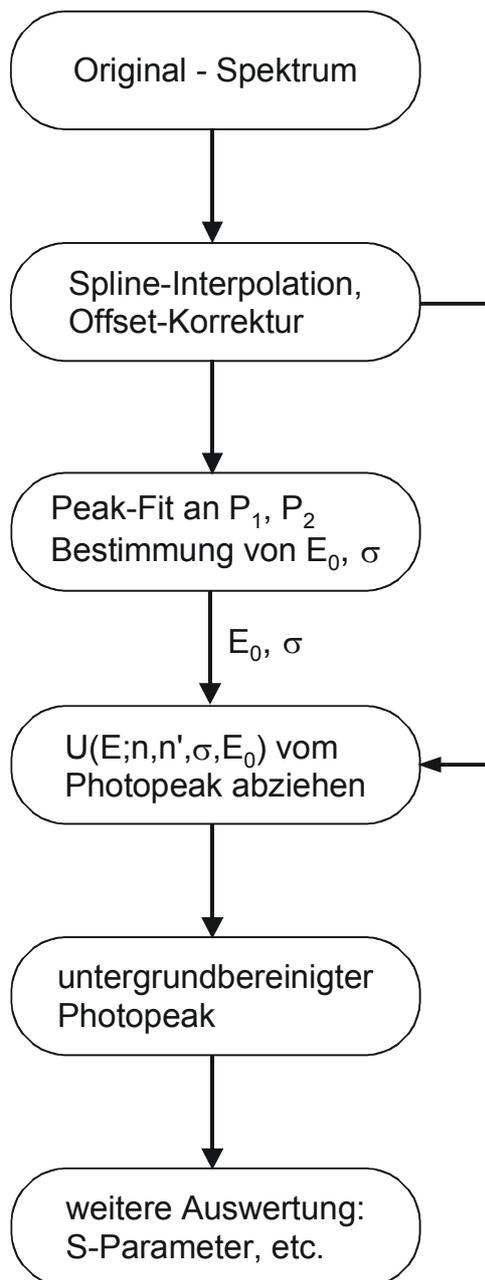
- [Nie79] R. Nieminen, M. Manninen, in *Positrons in Solids*, P. Hautojärvi (ed.), Springer (1979)
- [Nie80] R. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev. B*, **22** (1980) 2226
- [Oro34] E. Orowan, *Zeitschrift f. Physik*, **89** (1934) 634
- [Par64] P. Paris, *Proc. 10th Sagamore Arm. Mat. Res. Conf.*, Syracuse Uni. Press (1964) 107
- [Per70] A. Perkins, J. Carbotte, *Phys. Rev. B*, **1** (1970) 101
- [Ple82] F. Pleiter, C. Hohenemser, *Phys. Rev. B*, **25**(1982) 106, aus [LB91]
- [Plö02] J. Plöger, Dissertation, Universität Hannover (2002)
- [Pre99] W. Press, S. Teukolsky, W. Vetterling, B. Flannery, *Numerical Recipes in C*, Cambridge University Press (1999)
- [Pus90] M. Puska, C. Corbel, R. Nieminen, *Phys. Rev. B*, **41** (1990) 9980
- [Pus94] M. Puska, R. Nieminen, *Rev. Mod. Phys.*, **66** (1994) 841
- [Rit59] R. Ritchi, *Phys. Rev.*, **114** (1959) 644
- [Saa61] G. Saada, *Acta Metal.*, **9** (1961) 965
- [Sal31] J. Salomon, Patentschrift No. 523594, (1931)
- [Sax96] A. Saxena, C. Muhlstein, "Fatigue Crack Growth Testing" in [Asm97b], p. 168
- [Sch55] B. Schaffner, *Transactions of the ASME B*, **77** (1955) 331
- [Sch81] H. Schäfer, Habilitation, Universität Stuttgart (1981)
- [Sch87] H. Schäfer, *phys. stat. sol. A*, **102** (1987) 47
- [Sch88] P. Schultz, K. Lynn, *Rev. Mod. Phys.*, **60** (1988) 701
- [Sch89] H. Schulz, J. Scherer, *Werkstatt u. Betrieb*, 122 (1989) 133
- [Sch91] H. Schultz, "Special Remarks" in [LB91], p. 115
- [Sch96] H. Schulz, "Hochgeschwindigkeitsbearbeitung", C. Hanser Verlag (1996)
- [See55] A. Seeger, *Philos. Mag.*, **46** (1955) 1194
- [See55b] A. Seeger, "Theorie der Gitterfehlstellen", in: [Flü55], 383 ff
- [See65] A. Seeger, "Moderne Probleme der Metallphysik", Springer (1965)
- [Sta96] T. Staab, Dissertation, Universität Halle-Wittenberg (1996)
- [Sta99] T. Staab, R. Krause-Rehberg, B. Vetter, B. Kieback, *Journ. Phys. Condens. Matter*, **11** (1999) 1807
- [Sto99] W. Stoeffl, P. Asoka-Kumar, R. Howell, *Appl. Surf. Sci.*, **149** (1999) 1
- [Str01] L. Strüder et al., *Astronomy & Astrophysics*, **365** (2001) 202
- [Tay34] G. Taylor, *Proc. Roy. Soc. A.*, **145** (1934) 362
- [Ton97] M. Tongbhoyai, Dissertation, Universität Bonn (1997)
- [Tön00] H. Tönshoff, F. Hollmann (ed, "Spanen metallischer Werkstoffe mit hohen Geschwindigkeiten", Zwischenbericht des Schwerpunkts, Verlag Universität Hannover (2000)
- [Tön00b] H. Tönshoff, R. Ben Amor, in [Tön00], (2000) 86
- [Tön01] H. Tönshoff, R. Ben Amor, R. Clos, P. Veit, *Proc. of the Conf. of High Speed Machining, Chicago*, (2001)
- [Tön66] H. Tönshoff, Dissertation, Universität Hannover (1966)
- [Tön97] H. Tönshoff, "Fertigungsverfahren: Trennen", in [Dub97], S37
- [Tri97] W. Triftshäuser, G. Kögel, P. Sperr, D. Britton, K. Uhlmann, P. Willutzki, *Nucl. Instr. and Meth. B* **130** (1997) 264
- [Vau60] R. Vaughn, *Am. Mach.*, **104/4** (1960) 111

- [Veh81] A. Vehanen, P. Hautojärvi, J. Johansson, J. Yli-Kaupilla, *Phys. Rev. B*, **25** (1981) 762
- [Veh87] A. Vehanen, K. Saarinen, P. Hautojärvi, H. Huomo, *Phys. Rev. B*, **35** (1987) 4606
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, *Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur*, Karl Hanser Verlag (1989)
- [Wam76] W. Wampler, T. Schober, B. Lengeler, *Phil. Mag.*, **29** (1976) 129
- [Wam78] W. Wampler, W. Gauster, *Journ. Phys. F*, **8** (1978) 310, aus [LB91]
- [War74] G. Warneke, *Fertigungstechnische Berichte*, **2** (1974)
- [Web68] H. Weber, Habilitation, TU Dresden (1968)
- [Weg77] C. Wegst, *Stahlschlüssel*, Verlag Stahlschlüssel Wegst (1977)
- [Wes73] R. West, *Adv. Phys.*, **22** (1973) 263
- [Wic78] T. Wichert, M. Deicher, O. Echt, E. Rocknagel, *Phys. Rev. Lett*, **41** (1978) 1659
- [Wid98] T. Wider, S. Hansen, U. Holzwarth, K. Maier, *Phys. Rev. B*, **57/9** (1998) 5126
- [Wid99] T. Wider, K. Maier, U. Holzwarth, *Phys. Rev. B*, **60** (1999) 179
- [Wid99b] T. Wider, Dissertation, Universität Bonn
- [Wil96] D. Williams, C. Carter, "*Transmission Electron Spectroscopy*", **Vol. 1: Basics**, Plenum Press (1996)
- [Wöh58] A. Wöhler, *Zeitschrift f. Bauwesen*, **8** (1858) 642
- [Woo58] W. Wood, *ASTM STP*, **237** (1958) 110
- [Wri85] T. Wright, R. Batra, *Int. Journ. of Plasticity*, **1** (1985) 205
- [Zam02] C. Zamponi, Dissertation, Universität Bonn (2002)



# Anhang

## A. Verlaufsdiagramm der Untergrundkorrektur



P<sub>1</sub>: 511 keV Photopeak

P<sub>2</sub>: Peak der Monitorlinie

E<sub>0</sub>: Zentrum des Photopeaks

σ: Halbwertsbreite des Photopeaks

n, n': Gemittelte Zählraten links bzw. rechts vom Photopeaks

$$U(E) = \frac{n - n'}{1 + e^{\sqrt{2\pi} (E - E_0) / \sigma}} + n'$$

## B. Probenpräparation: Übersicht über chemische Polituren und Ausheiltemperaturen für einige ausgewählte Metalle

### Poliermischungen (alle Angaben in Vol.%):

#### **Aluminium:**

Chemische Politur:  $\text{H}_3\text{PO}_4$

Elektropolitur: 49%  $\text{HNO}_3$ , 49% Methanol, 2%  $\text{HCl}$ , Kathode: Al, 5V bei RT.

Explosionsgefahr!, Die Salpetersäure portionsweise unter Rühren und Kühlung in das Methanol geben, zum Schluß die Salzsäure.

#### **Eisen:**

Chemische Politur: 92%  $\text{H}_2\text{O}_2$ (35%), 7%  $\text{HF}$

#### **Ferritische Stähle:**

Chemische Politur: 100g Oxalsäure in 100ml  $\text{H}_2\text{O}$ , Mischung: 25% gelöste Oxalsäure, 5%  $\text{H}_2\text{O}_2$ (35%), 70%  $\text{H}_2\text{O}$ , 70°C

#### **Austenitische Stähle:**

Chemische Politur: 50%  $\text{HCl}$ , 50%  $\text{H}_2\text{O}_2$

Elektropolitur: 45%  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 45%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10% Milchsäure 90%ig. 5 min bei 60 °C und 6V

#### **Kupfer:**

Chemische Politur: 33%  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 33%  $\text{HNO}_3$ , 33% Eisessig bei 73°C

Elektropolitur: 50%  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 50%  $\text{H}_2\text{O}$ , 1,8 - 2,0 Volt, Kathode Cu, keine Gasentwicklung an der Probe!

#### **Nickel:**

Elektropolitur: 43%  $\text{H}_2\text{O}$ , 47%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 35°C, Stromdichte 0.4 A/cm<sup>2</sup>, 4-5 min

#### **Wolfram:**

Chemische Politur: 66%  $\text{HNO}_3$ , 33%  $\text{HF}$ , einige Sekunden.

### Temperaturbehandlung:

Metall	T [°C]	min. Dauer [h]
Aluminium	500	4
Gold	900	1
Kupfer <sup>(*)</sup>	1000	3
Nickel	1000	3
Molybdän	1800	1
Eisen	680	3
austenitische Stähle	1000	3
ferritische Stähle	680	3

Tabelle 7: Temperaturen und Mindestzeiten zum Ausheilen von Fehlstellen im UHV bei der Probenpräparation für die Positronenspektroskopie. <sup>(\*)</sup>Wegen der hohen Affinität von Kupfer für Sauerstoff empfiehlt sich ein mehrmaliges Spülen des Rezipienten mit reduzierendem Schutzgas (98% Ar, 2%  $\text{H}_2$ ).