

Schadensvorhersage in ferritischem Stahl

von
Andreas Puls

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz–Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

im März 2005

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate als solche kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier
Korreferent: Priv. Doz. Dr. R. Vianden

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Defekte in Metallen	3
2.1.1	Punktdefekte	3
2.1.2	Versetzungen	4
2.1.3	Höherdimensionale Gitterfehler	7
2.2	Plastizität	8
2.2.1	Zugversuch	9
2.2.2	Wechselverformung	11
2.3	Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie	14
2.3.1	Das Positron als Fehlstellen-Sonde	14
2.3.2	Diffusion im Festkörper	14
2.3.3	Positronenfallen	16
2.3.4	Die Annihilation	17
2.3.5	Der S-Parameter	18
3	Die Geräte	21
3.1	Die Wechsel-Verformungs-Apparatur	21
3.2	Die Bonner-Positronen-Mikrosonde	24
3.3	Der <i>Positronen-Topf</i>	25
4	Das Material	27
4.1	Der Stahl C45E	27
5	Die Probe	31
5.1	Die Herstellung und die Probengeometrie	31
5.1.1	Herstellung	31
5.1.2	Die erste Probengeometrie	31
5.1.3	Die zweite Probengeometrie	33
5.1.4	Die Wahl der Probendicke und ihre Auswirkung	35
5.1.5	Die Wärmebehandlung	36
6	Die Messmethoden	37

7	Die Ergebnisse	41
7.1	Positronen-Mikrosonden-Messung 1	41
7.2	Positronen-Topf-Messung	46
7.3	Positronen-Mikrosonden-Messung 2	49
8	Diskussion	53
9	Zusammenfassung	55

Kapitel 1

Einleitung

Das Versagen von technischen Bauteilen aufgrund von Ermüdung ist ein Phänomen öffentlichen Interesses. Über schwere Unfälle von Flugzeugen, Zügen oder Autos wird direkt in den Zeitungen berichtet. Wir wissen aus unserem täglichen Leben, dass die Lebensdauer von Metallen bzw. Legierungen, die mit wechselnden Lasten beansprucht werden, begrenzt ist.

Allgemein tritt Versagen durch Ermüdung dann auf, wenn die angelegte Last 50% der Streckgrenze übersteigt. Diese Last liegt im elastischen Bereich, in dem das HOOKSche Gesetz gilt. Bauteile, welche ermüdenden Belastungen ausgesetzt und entscheidend für Stabilität oder Sicherheit sind, werden normalerweise durch neue ersetzt, lange bevor das Ende der eigentlichen Lebensdauer erreicht ist, was mit hohem Aufwand und hohen Kosten verbunden ist. Um diesen Aufwand zu verringern, ist eine einfache und verlässliche Lebensdauervorhersage nötig.

Seit nunmehr fast 150 Jahren wird die Lebensdauer von mechanisch beanspruchten Bauteilen mit dem WÖHLER-Test ermittelt [Wöh58]. In einem WÖHLER-Diagramm wird die Spannung gegen den Logarithmus der Lastwechselanzahl aufgetragen, bei der die Probe durch Ermüdung versagt hat. Die Erstellung eines brauchbaren WÖHLER-Diagramms erfordert eine hohe Anzahl (10^5 bis 10^9) von Wechselverformungs-Versuchen an vielen identischen Bauteilen. Dies ist mit hohem Zeitaufwand und hohen Kosten verbunden, denn es dauert z.T. Monate, bis solch große Lastwechselzahlen erreicht sind.

Die physikalische Ursache der Materialermüdung liegt in der Produktion von Fehlstellen im Kristallgitter, auch wenn unter den äußeren Bedingungen der Vorgang makroskopisch betrachtet umkehrbar ist. Das Materialversagen bzw. ein Riss tritt dann ein, wenn lokal eine kritische Fehlstellendichte erreicht ist. Die Fehlstellendichte kann mit der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) gemessen werden. Als Maß für die Fehlstellendichte im Material verwendet man den S-Parameter, der aus dem Annihilationsspektrum extrahiert wird.

Schon nach wenigen Lastzyklen kann diese Information als Grundlage für eine Vor-

hersage der Lebensdauer genutzt werden. Die Methode ist zerstörungsfrei, erfordert keine aufwändige Probenvorbereitung und kann beispielsweise auch *in situ* während eines Wechselverformungs-Experiments angewendet werden. Aufgrund ihrer Eigenschaften ist die PAS gut für die Lebensdauervorhersage von mechanisch belasteten Bauteilen geeignet. Vergleichbare Verfahren sind die Transmissions-Elektronen-Mikroskopie, Härtemessungen oder interne Spannungsmessungen mit Röntgen-Strahlen oder Neutronen. Die Verfahren sind aber entweder nicht empfindlich genug oder weit entfernt davon, zerstörungsfrei zu sein.

Die Messungen in dieser Arbeit erfolgen mit Proben aus dem ferritischen Stahl C45E (Fe mit 0,45% Gewichtsprozent C), der in der heutigen Industrie vom Hammer bis hin zum Motorbauteil Verwendung findet. Die Geometrie dieser Proben ist so angelegt, dass auf einer einzigen Probe ein ganzes Spannungsfeld abgedeckt wird. So kann man sich auf einer Probe mit Hilfe der PAS ein Bild von dem Grad der Schädigung für die entsprechende Lastwechselzahl bei verschiedenen Spannungen machen. Diese Methode bietet eine enorme Einsparung hinsichtlich Zeit und Kosten verglichen mit der Erstellung eines verlässlichen WÖHLER-Diagramms. Es werden zwei Messmethoden der PAS miteinander verglichen, um zu klären, wie viel Aussagekraft die Messmethode für diese Probengeometrie hat.

Es hat sich gezeigt, dass der S-Parameter als Maß für die Schädigung des hier untersuchten Materials C45E in einem gewissen Bereich ein lineares Verhältnis mit dem Logarithmus der Lastzyklenzahl eingeht, der kurz vor dem Bruch in eine Sättigung übergeht. Der Bruch der Probe erfolgt bei einer kritischen Fehlstellendichte, die bei C45E von der Last abhängig zu sein scheint [Ben02]. Dadurch kann die PAS genutzt werden, um bereits nach wenigen Zyklen eine Aussage über die wahrscheinliche Lebensdauer zu treffen.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Defekte in Metallen

Im Unterschied zu einem idealen Festkörper kommen in einem realen Festkörper immer Fehler und Störungen des Kristallgitters vor, die die physikalischen Eigenschaften des Materials wesentlich beeinflussen.

Die verschiedenen Arten von Defekten lassen sich anhand ihrer Dimension klassifizieren. In diesem Kapitel werden die für diese Diplomarbeit relevanten Defekte in der Reihenfolge ihrer räumlichen Ausdehnung vorgestellt.

2.1.1 Punktdefekte

Als Punktdefekte werden unbesetzte Gitterplätze (Einfach-Leerstellen), mit Fremdatomen besetzte Gitterplätze oder Fremdatome im Zwischengitter bezeichnet (s. Abb. 2.1).

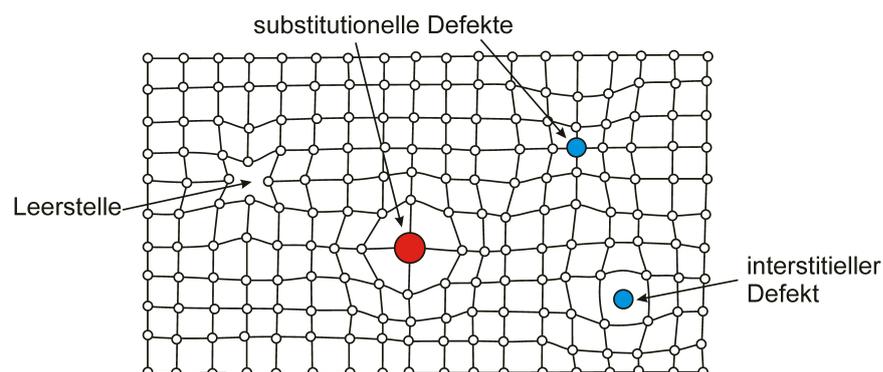


Abbildung 2.1: Eine Auswahl an möglichen Punktdefekten (nach [Joh92]). Schematisch ist ebenfalls dargestellt, dass am Ort einer Störung das Gitter relaxiert, sich also der Störung anpasst.

Fremdatome sind entweder als natürliche Verunreinigungen oder als absichtlich eingebrachte Legierungselemente bzw. Dotierung vorhanden. Bei den reinsten erhältlichen Metallen liegt die Konzentration von natürlichen Verunreinigungen zwischen 10^{-4} und 10^{-7} pro Atom.

Durch plastische Verformung, durch Bestrahlen mit energiereichen Elementarteilchen, oder durch Abschreckung können Leerstellen im thermischen Nichtgleichgewicht erzeugt werden. Thermische Anregung produziert Leerstellen im thermodynamischen Gleichgewicht. Mit der Positronen-Spektroskopie können diese Leerstellen direkt nachgewiesen werden.

Die Konzentration von Leerstellen im thermischen Gleichgewicht C_{1V} wird durch eine BOLTZMANN-Verteilung

$$C_{1V}(T) = e^{-\frac{H_{1V}^F}{k_B T}} e^{\frac{S_{1V}^F}{k_B}}$$

beschrieben, in der H_{1V}^F die Leerstellen-Bildungsenthalpie und S_{1V}^F die Entropie ist. Für viele Metalle ist H_{1V}^F unter anderem aus Positronen-Annihilations-Messungen bekannt. Typische Werte liegen z.B. bei ca. 0,4 eV für Cadmium, ca. 1,6 eV für α -Eisen oder ca. 3,6 eV für Wolfram. Die Bildungsentropie S_{1V}^F kann man sowohl aus theoretischen Überlegungen [Sch81, Sch87] als auch durch Messung der absoluten Leerstellenkonzentration [Heh94] erhalten. Hier liegen typische Werte zwischen $0,6 k_B$ und $1,5 k_B$.

Bei ausreichend hohen Temperaturen beginnen durch plastische Verformung eingebrachte Leerstellen über Platzwechselprozesse zu diffundieren. Sie annihilieren dann an Grenzflächen, wie z.B. Phasengrenzen, Korngrenzen oder an der Oberfläche. Dieser thermisch aktivierte Ausheilprozess hängt über ein ARRHENIUS-Gesetz von der Leerstellen-Wanderungs-Enthalpie H_{1V}^M des Materials ab.

2.1.2 Versetzungen

Wird ein Metall plastisch verformt, so beobachtet man eine Verfestigung, die bei weiterer Belastung zum Bruch führen kann. Die Ursache hierfür ist die Produktion von Versetzungen im Gitter des Metalls. Versetzungen sind eindimensionale, linienhafte Fehler des Kristallgitters. Sie können nicht im Innern des ungestörten Gitters enden und sind somit entweder zu Ringen geschlossen oder enden an einer Grenzfläche bzw. der Kristalloberfläche.

Eine Versetzung wird durch die Versetzungslinie \vec{s} und den BURGERSvektor \vec{b} beschrieben. Steht \vec{b} senkrecht auf \vec{s} , handelt es sich um eine Stufenversetzung, ist \vec{b} parallel zu \vec{s} , handelt es sich um eine Schraubenversetzung. Beide Typen kommen normalerweise nicht rein vor, sondern in einer Überlagerung, die eine gekrümmte Versetzungslinie (s. Abb. 2.2) ergibt [Hul84, Got98].

Die Versetzungsdichte in vollständig ausgeheilten Metallen liegt zwischen $\rho = 10^{10} \text{ m}^{-2}$ und $\rho = 10^{12} \text{ m}^{-2}$. In stark kaltverformten Metallen kann sie bis auf $\rho = 10^{16} \text{ m}^{-2}$

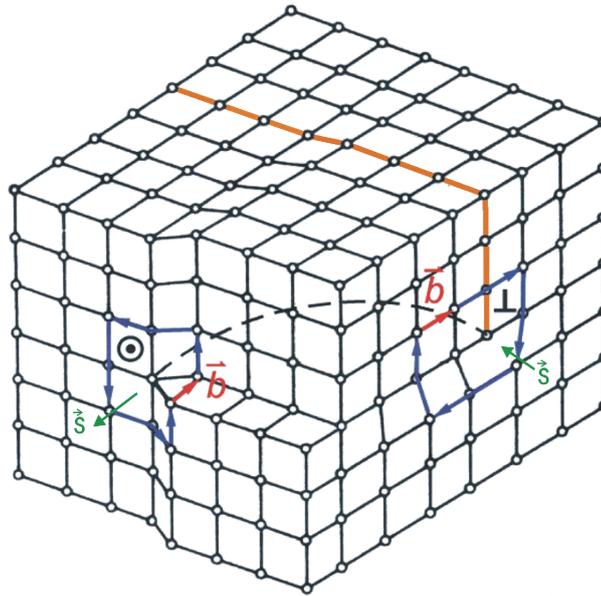


Abbildung 2.2: Teil einer gekrümmten Versetzungslinie (nach [Joh92]). Je nach Richtung in der die Vektoren zueinander stehen, hat die Versetzung den Charakter einer Stufenversetzung (\vec{b} orthogonal zu \vec{s}) oder einer Schraubenversetzung (\vec{b} parallel zu \vec{s}). Die eingeschobene Gitterebene ist farblich gekennzeichnet.

steigen [Joh92].

Durch Einwirkung einer äußeren Kraft können sich Versetzungen durch das Kristallgitter bewegen (s. Abb. 2.3). Mikroskopisch gesehen findet diese Bewegung in einem periodischen Potential statt, dem PEIERLS-Potential [Haa74]). Um die Versetzung zu bewegen, muss die PEIERLS-Spannung τ_p überwunden werden:

$$\tau_p \sim G e^{-\frac{d}{b}}$$

Diese ist proportional zum Schubmodul G und exponentiell vom Gleitebenenabstand d und Betrag des BURGERSVEKTORS b abhängig [Got98]. Mit zunehmendem d und abnehmendem b wird τ_p kleiner. Daher werden die niedrig indizierten, dichtest gepackten Ebenen, die sog. Hauptebenen des Gitters, als Gleitebene bevorzugt. Für Stufenversetzungen wird die Gleitebene durch \vec{b} und \vec{s} aufgespannt, Schraubenversetzungen besitzen keine festgelegte Gleitebene, da hier \vec{b} und \vec{s} parallel verlaufen. Die Bewegung innerhalb der Gleitebene wird *Gleiten* genannt. Bewegt sich eine Versetzung quer zur Gleitebene, heißt dies *Klettern*, wobei sich Stufen in der Versetzung bilden [Kle90]. Besitzt die Versetzung einen Sprung innerhalb der Gleitebene, so wird dieser *Kinke* genannt. Ein Sprung, der aus der Gleitebene herausführt, wird *Jog* genannt (s. Abb. 2.4).

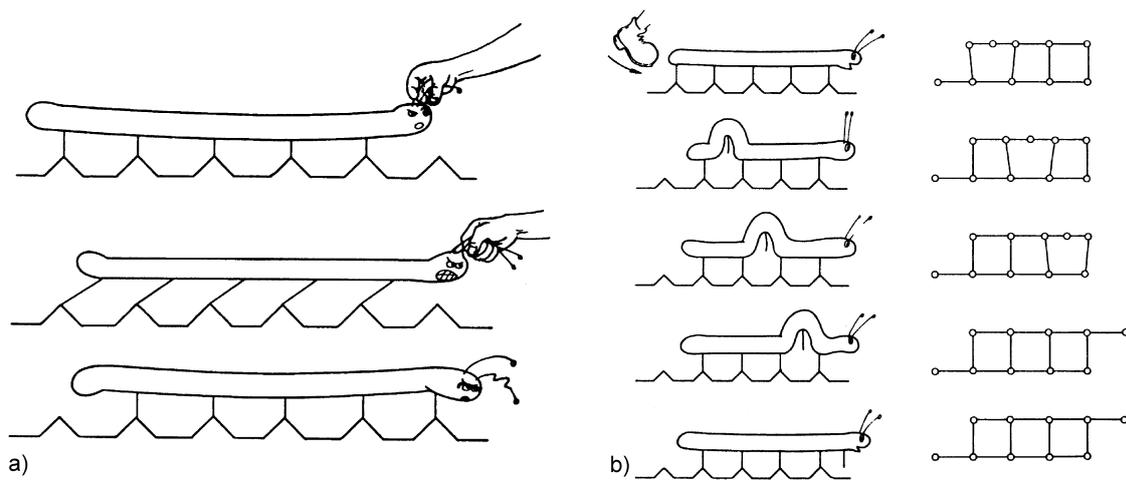


Abbildung 2.3: *Analogie zwischen Raupenbewegung und Versetzungsbewegung* [Got98]. Um zwei Kristallbereiche um einen Atomabstand gegeneinander zu verschieben, ist für das gleichzeitige Verschieben aller Atome (a) eine deutlich höhere Schubspannung nötig (Faktor. ca. 1.000), als wenn eine eingeschobene Halbebene bewegt werden muss (b).

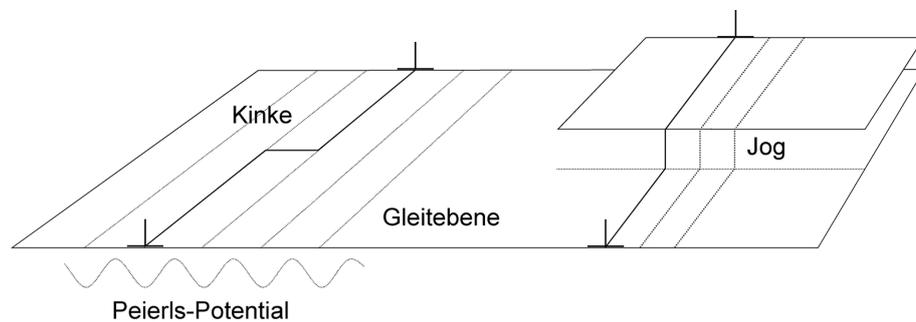


Abbildung 2.4: *Stufen in der Versetzungslinie*. Links: Durch ungleichmäßiges Gleiten innerhalb der Gleitebene entsteht eine Kinke. Rechts: Ein Sprung einer Versetzung in eine andere Gleitebene bildet einen Jog.

Damit sich ein solcher Jog mit der Versetzung bewegen kann, muss er klettern, was als *Jog-Drugging* bezeichnet wird (s. Abb. 2.5). Das behindert die Bewegung der Versetzung und ist die Hauptquelle der Erzeugung von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen bei plastischer Verformung. Je nach Orientierung des Jogs werden so genannte Leerstellen, bzw. Zwischengitteratome emittiert.

einheitliche Struktur besitzen.

Korngrenzen

Bereiche gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung werden durch *Korngrenzen* voneinander getrennt. Ist der Orientierungsunterschied der aneinandergrenzenden Körner kleiner als 4° spricht man von einer Kleinwinkelkorngrenze, die aus einer stabilen Konfiguration von Versetzungen aufgebaut ist. Ist der Kipp- oder Drehwinkel der Korngrenzen größer werden sie Großwinkelkorngrenzen genannt und sind weniger einfach zu beschreiben. Aufgrund der Diskontinuität der Kristallstruktur an Korngrenzen stellen sie für Versetzungen im allgemeinen unüberwindbare Hindernisse dar, so dass es während der plastischen Verformung zum Versetzungsaufstau an den Korngrenzen kommt.

Phasengrenzen

Die untersuchte Eisenlegierung C45E besteht aus mehreren, nebeneinander vorliegenden Phasen (s. Kap 4.1). Im Gegensatz zur Korngrenze unterscheidet sich die Struktur der *Phasengrenze* dadurch, dass die angrenzenden Kristallite nicht nur anders orientiert sind, sondern auch eine andere chemische Zusammensetzung und andere Gitterstruktur besitzen. Je nach Kompatibilität der Gitterkonstanten unterscheidet man kohärente (stark ähnliche Gitterkonstanten), teilkohärente (ähnliche Gitterkonstanten, Differenzen können durch einzelne Anpass-Versetzungen ausgeglichen werden) und inkohärente (völlig inkompatible Gitterkonstanten) Phasengrenzen. Phasengrenzen stellen für die Versetzungsbewegung ein schwer überwindbares Hindernis dar. Zudem sind sie eine Senke für diffundierende Leerstellen. Durch feine Ausscheidungen von Fremdphasen in der Matrix kann die Festigkeit eines Werkstoffes deutlich erhöht werden (Ausscheidungshärtung).

Leerstellencluster

Leerstellen, die nicht im thermischen Gleichgewicht mit dem Gitter sind, können sich bei entsprechend hoher Temperatur bewegen und besitzen in vielen Materialien die Tendenz sich zu *Leerstellenclustern* zusammenzuschließen. Hierbei bilden sich dreidimensionale Hohlräume aus, deren Größe zwischen wenigen Ångström und einigen Nanometern liegen kann.

2.2 Plastizität

Die Verformung von Metallen besteht aus einem makroskopisch reversiblen elastischen Anteil, in dem das HOOKSche Gesetz gilt, und einem makroskopisch irreversiblen plastischen Anteil, der auf Bewegung und Erzeugung von Versetzungen beruht und direkt dauerhaft Gefüge und Textur verändert. Viele technisch wichtige Materialeigenschaften, wie z.B. Härte oder Zugfestigkeit hängen vom plastischen

Verformungszustand des Materials ab. Aufgrund der vielfältigen Anforderungen an Konstruktionen aus metallischen Werkstoffen gibt es eine Reihe von Prüfverfahren, um das Verhalten von Werkstoffen bzw. Bauteilen unter den verschiedensten Einsatzbedingungen zu charakterisieren, dazu gehören z.B. die Härteprüfung nach VICKERS, der Zugversuch oder das Wechselverformungs-Experiment. In dieser Diplomarbeit wurde das Verhalten von C45E Stahl unter Wechselverformung genauer untersucht, wobei ich zunächst zur Herleitung einiger Größen auch auf den Zugversuch eingehen möchte.

2.2.1 Zugversuch

Die grundlegende Beschreibung von Größen wie Spannung oder Dehnung erfolgt vielfach durch den Zugversuch. Hierbei wird eine Zugprobe einachsigt und kontinuierlich unter ständiger Dokumentation von Kraft F und Verlängerung Δl belastet. Die (technische) *Dehnung* ist gegeben durch die Längenänderung Δl im Verhältnis zur ursprünglichen Länge l_0 der Probe.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$$

Dabei wird die *Dehnrates*

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta l}{l_0} \right)$$

so gering gewählt, dass die Verformung annähernd im Gleichgewicht erfolgt. Die zur Längenänderung nötige (technische) *Spannung* σ wird aus der Kraft F und der Ausgangsquerschnittsfläche A_0 der Probe bestimmt

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

Technisch bedeutet hierbei, dass die Einschnürung der Probe während des Versuchs vernachlässigt wird. Bei kleinen Spannungen bis zur *Streckgrenze* erfolgt die Dehnung reversibel und die Spannung hängt linear von der Dehnung ab, was durch das HOOKSche Gesetz

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

beschrieben wird (elastischer Bereich). Die Proportionalitätskonstante ist der Elastizitätsmodul E .

Bei vielen Materialien (so auch beim hier untersuchten C45E) ist der Übergang von der elastischen zur plastischen Verformung mit einem diskontinuierlichen Fließen des Werkstoffes verbunden, welches sich in einer Unstetigkeit im Spannungs-Dehnungs-Diagramm (ausgeprägte Streckgrenze) äußert. Die dazu gehörige Dehnung heißt LÜDERS-Dehnung ε_L . Bei Materialien mit ausgeprägter Streckgrenze sind die Gleitsysteme der Versetzungen durch Ausscheidungen oder Fremdatome blockiert, so dass, wenn die Spannung weiter ansteigt, es zu einem ruckartigen Losreißen der

Versetzungen von diesen Blockaden kommt. Dies führt zu einer oberen Streckgrenze σ_{SO} , bei der die Versetzungsbewegung beginnt, und zu einer unteren Streckgrenze σ_{SU} , bei der die Versetzungsbewegung vollständig aktiviert ist (s. Abb. 2.6 und Kap. 4.1). Wichtig hierbei ist noch die Tatsache, dass durch die beschriebenen Prozesse im Bereich der Lüdersdehnung nur geringfügige Versetzungsmultiplikation stattfindet. Bei Werkstoffen mit kontinuierlichem Übergang aus dem elastischen in den plastischen Bereich (z.B. reines Al, Cu) fehlen die COTTRELL-Wolken (vgl. Kap. 4.1), und es sind eine große Anzahl von gleitfähigen Versetzungen im Ausgangsmaterial vorhanden. Anstatt der Streckgrenze tritt hier die 0,2%-Dehngrenze $\sigma_{0,2}$ als Werkstoffkenngröße auf (s. Abb. 2.6). Darunter versteht man die Spannung, bei der nach Entlastung noch eine dauerhafte Dehnung von 0,2% zurückbleibt.

Bei beiden Materialtypen steigt danach die Spannung im Laufe der Verformung weiter an (Verfestigung), erreicht ein Maximum σ_B (Zugfestigkeit) bei der Gleichmaßdehnung ε_G und fällt bis zum Erreichen der Bruchdehnung ε_B ab [Ber97, Joh92].¹ Abbildung 2.6 zeigt schematisch den typischen Verlauf einer (technischen) *Spannungs-Dehnungs-Kurve* für zwei verschiedene Materialtypen.

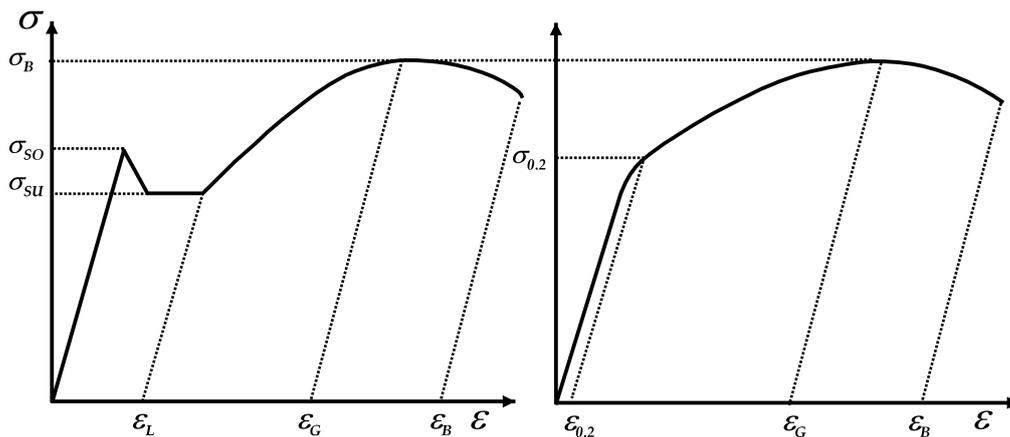


Abbildung 2.6: *Schematischer Verlauf einer technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve* [Haa03]. *links*: Für Metalle mit ausgeprägter Streckgrenze (z.B. C45E). *rechts*: Für Metalle mit kontinuierlichem Übergang (z.B. reines Al, Cu). Bei kleinen Spannungen im elastischen Bereich vor dem Erreichen der Streckgrenze σ_{SO} bzw. $\sigma_{0,2}$ verformt sich das Material makroskopisch reversibel und es gilt das HOOKSche Gesetz. Bei höherer Dehnung ε kommt es zu plastischer Verformung und die Spannung steigt weiter an, erreicht bei der Gleichmaßdehnung ε_G ein Maximum σ_B (Zugfestigkeit) und fällt dann bis zum Bruch hin ab. Die beim Bruch erreichte Dehnung heißt Bruchdehnung ε_B .

¹Der Vollständigkeit halber sei hier erwähnt, dass sich in der technischen Literatur auch folgende Bezeichnungen finden lassen: Streckgrenze R_p , obere bzw. untere Streckgrenze R_{eH} bzw. R_{eL} , Zugfestigkeit R_m und Bruchdehnung A [Dub97].

Wird die Querschnittsverminderung mitberücksichtigt, spricht man von der wahren Spannung. Diese steigt bis zum Bruch kontinuierlich an (s. Abb. 2.7). Die wahre Spannung lässt sich berechnen, solange Volumenkonstanz vorausgesetzt werden kann [Got98]:

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

So kann man auch die wahre Dehnung ε_w als

$$\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon)$$

definieren [Lud09]. Anzumerken ist noch, dass diese Beziehungen nur gelten, wenn keine lokalen Einschnürungen oder Risse auftreten, also für Spannungen, die kleiner als die Zugfestigkeit sind, und für Dehnungen kleiner der Gleichmaßdehnung ε_G .

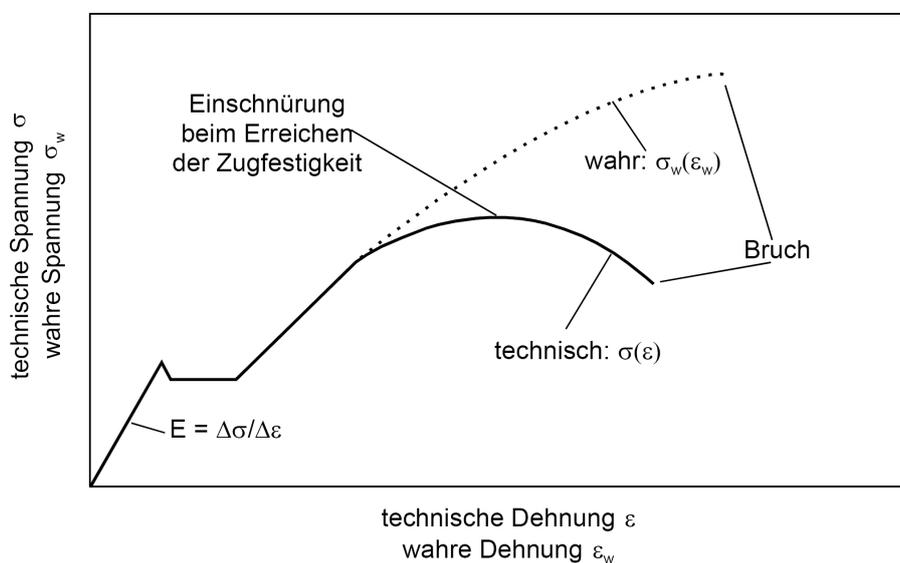


Abbildung 2.7: Vergleich von technischem und wahren Spannungsverlauf (nach [Mit79]). Im Gegensatz zur technischen Spannung σ steigt die wahre Spannung σ_w kontinuierlich bis zum Bruch an.

2.2.2 Wechselformung

Die Beanspruchung realer Bauteile in technischen Anwendungen erfolgt nicht nur statisch sondern tritt oft periodisch auf. Sie wird als zyklische Belastung bezeichnet und ist z.B. bei einem schwingenden oder rotierendem Bauteil zu finden. Am Ende seiner Lebensdauer kommt es zum Versagen des Bauteils, dem Ermüdungsbruch. Seit den ersten Schwingfestigkeitsuntersuchungen von WÖHLER an Eisenbahnachsen im Jahre 1858 [Wöh58] sind eine Vielzahl von Experimenten zur Bestimmung des

Ermüdungsverhaltens von Werkstoffen entwickelt worden. Ein Experiment ist der symmetrische Zug-Druck-Versuch. Die geeignet eingespannte Probe wird hierbei mit konstanter Geschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ gedehnt und dann um den gleichen Betrag gestaucht. Die Belastung erfolgt sinusförmig entweder mit konstanter Dehnungsamplitude ε_a (dehnungskontrolliert) oder mit konstanter Spannungsamplitude σ_a (spannungskontrolliert).

Trägt man den Verlauf der Spannung σ gegen die Dehnung ε während ein oder mehrerer Belastungen auf, ergeben sich Hystereseschleifen, in der die Spannungsamplitude während der Verformung ansteigt (s. Abb. 2.8). Dieses Verhalten wird als zyklische Verfestigung bezeichnet.

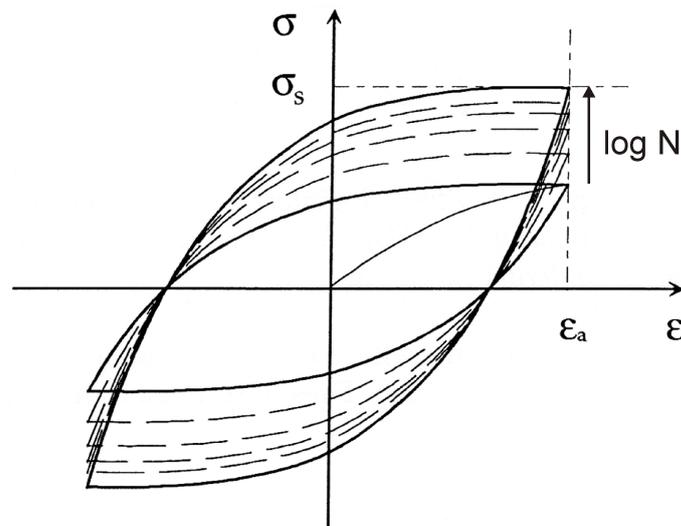


Abbildung 2.8: *Idealisierte Hystereseschleife bei der Wechselverformung mit zyklischer Verfestigung* (nach [Haa97]). Bei dehnungskontrollierten Versuchen steigt die Spannungsamplitude bis zu einem Sättigungswert σ_s an.

Die meisten Metalle zeigen bei Beginn der Wechselbelastung, abhängig von ihrer Vorgeschichte, zunächst zyklische Verfestigung, während bei größeren Lastwechselzahlen oft ein Sättigungszustand erreicht wird. Bei dehnungskontrollierter Versuchsdurchführung bedeutet dies, dass anfangs eine Unsymmetrie im Verlauf der Kurve vorliegt, die in einen symmetrischen geschlossenen Kurvenverlauf übergeht und einen zyklischen Sättigungswert erreicht [Chr91]. In der Regel bleibt die Form der Hysterese dann für einen großen Teil der Lebensdauer in ihrer Form konstant. Zum Ende der Lebensdauer findet oft ein Absinken von σ statt, die so genannte 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. Man nennt sie persistente Gleitbänder. Die Durchstoßpunkte solcher Gleitbänder an der Oberfläche sind häufig Ausgangspunkt für Ermüdungsrisse [Joh92].

Wöhlerversuch

Um das Ermüdungsverhalten zu charakterisieren wird auch heute noch fast ausschließlich das WÖHLER-Verfahren angewendet [Wöh58]. Dabei werden gleichartige Proben in Schwingfestigkeitsversuchen bei verschiedenen, aber jeweils über die Versuchsdauer konstanten Lastamplituden bis hin zum Bruch zyklisch belastet und die jeweiligen Lastwechselzahlen, bei der der Bruch eintritt, die so genannten Bruchlastspielzahlen, ermittelt. Die Ergebnisse werden in WÖHLER-Diagrammen unter Angabe der Spannung der jeweiligen Probe auf der Ordinate und der Lastwechselzahl beim Bruch auf der Abszisse aufgetragen (s. Abb. 2.9). Der Auftrag der Lastwechselzahl erfolgt aufgrund der großen Bandbreite der Ergebnisse meistens logarithmisch. Tritt bis zu einer Grenzlastwechselzahl N_G der Bruch der Probe nicht ein, wird diese Probe als *Durchläufer* gesondert gekennzeichnet (Pfeile in Abb. 2.9) [Ber89].

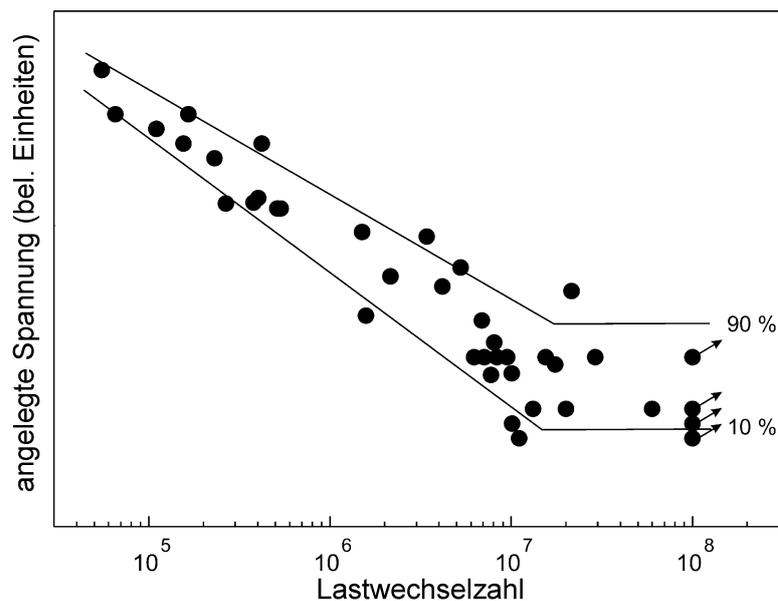


Abbildung 2.9: *Wöhlerdiagramm, schematisch*. Ein Punkt in diesem Diagramm bedeutet, dass eine Probe, die mit der Spannung σ wechselbelastet wurde, bei der Lastwechselzahl N versagt hat. Überlebt die Probe den Versuch, wird sie als Durchläufer mit einem Pfeil gekennzeichnet. Ein Maß für die Streubreite der dynamischen Belastbarkeit eines Werkstoffes ist die Differenz zwischen 10% und 90% Überlebenswahrscheinlichkeit.

In Abbildung 2.9 ist zu sehen, dass selbst bei gleichartigen Proben bei gleicher Lastamplitude relativ große Schwankungen in der Bruchlastzahl auftreten. So werden aus den Ergebnissen eine 10% und eine 90% Überlebenswahrscheinlichkeit berechnet und diese Werte zusätzlich in das WÖHLER-Diagramm eingetragen. Der prinzipielle Verlauf von WÖHLER-Kurven ist für viele Metalle ähnlich. Mit abnehmender Spannung steigt die Lastwechselzahl bis zum Bruch der Proben an, bis in einem Übergangsbereich nicht mehr alle Proben bei einer bestimmten Last brechen. Verringert man weiter die Spannung, brechen keine Proben mehr und die WÖHLER-Linie nimmt im Bereich der *Dauerfestigkeit* einen horizontalen Verlauf an. Die Grenzlasterwechselzahl N_G , oberhalb derer keine Proben mehr brechen, hängt von den untersuchten Werkstoffen ab. Bei Stählen liegt N_G etwa bei 10^7 Zyklen.

2.3 Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie

Ein erster umfassender Artikel über die Möglichkeiten der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) wurde 1973 von WEST veröffentlicht [Wes73]. Die PAS ist heute eine etablierte Methode zur Untersuchung von Metallen und Halbleitern [Kra99].

2.3.1 Das Positron als Fehlstellen-Sonde

Dass Positronen sensitiv auf Defekte im Festkörper sind, wurde schon in den 60er Jahren des letzten Jahrhunderts entdeckt [Dek64, Mac67, Bra68]. In den folgenden Abschnitten werde ich den Weg des Positrons im Festkörper bis hin zur Annihilation mit einem Elektron und die Auswertung der Annihilationsstrahlung beschreiben.

2.3.2 Diffusion im Festkörper

Positronen werden beispielsweise beim β^+ -Zerfall ($p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$) neutronenarmer Kerne wie ^{22}Na oder ^{68}Ge oder bei der Paarbildung erzeugt.

Dringt ein Positron in einen Festkörper ein, so verliert es seine kinetische Energie innerhalb weniger Pikosekunden an das Gitter und befindet sich mit diesem im thermischen Gleichgewicht. Diese Thermalisierung geschieht in drei Schritten: Zuerst reduziert das Positron seine Energie von einigen MeV auf einige 100 keV durch Bremsstrahlung im Coulombfeld der Atomkerne an denen es gestreut wird. Ab hier gibt das Positron Energie durch inelastische Stöße mit Rumpf-Elektronen ab, deren Atome dadurch ionisiert werden. Anschließend wird durch Anregung von weniger stark gebundenen Elektronen weiter Energie abgegeben bis es nur noch eine Energie von einigen eV hat. Die Dauer dieser hochenergetischen Prozesse beträgt ca. 0,1 ps. Von jetzt an dominieren niederenergetische Prozesse, wie die inelastische Streuung an Valenzelektronen mit Elektron-Loch-Paar-Bildung, Plasmonenanregung und die inelastische Streuung an Phononen.

Dieser Prozess dauert ca. 3 ps bei Raumtemperatur. Das Positron befindet sich nun im thermodynamischen Gleichgewicht mit dem Phononengas. Die kinetische Energie

des Positrons beträgt nun $E_{kin} = \frac{3}{2}k_B T \approx 0,04 \text{ eV}$ bei Raumtemperatur. Durch die hier verwendete Quellstärke und die mittlere Lebensdauer von 10^{-10} s des Positrons im Festkörper, befindet sich im Mittel immer nur ein Positron im Festkörper. Daher können alle in den Festkörper eingebrachten Positronen, trotz ihrer fermionischen Eigenschaften, diesen niedrigen Energiezustand einnehmen [Bel83, Nie80]. Danach diffundiert das Positron durch den Festkörper, es legt einen so genannten drei-dimensionalen Random-Walk zurück (s. Abb. 2.10).

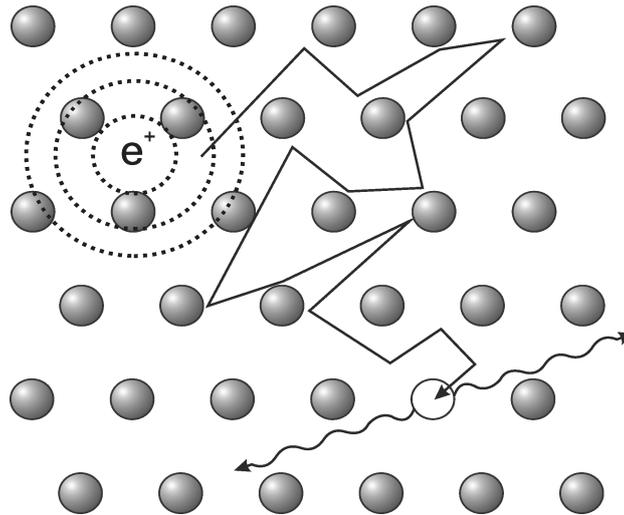


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des drei-dim. Random-Walk eines Positrons in Metallen [Zam02]. Im Durchschnitt wird das Positron bei Raumtemperatur mehrere tausend mal an Atomrümpfen während seiner Diffusion gestreut (die freie Weglänge beträgt einige tausend Gitterkonstanten).

Der Diffusionsweg endet mit der Zerstrahlung von Positron und Elektron. Dies passiert entweder im Zwischengitter oder in einer Haftstelle. Die dazugehörige Diffusionsgleichung ist:

$$\dot{n}_{e^+}(\vec{x}, t) = D_{e^+} \Delta n_{e^+}(\vec{x}, t)$$

$$D_{e^+} \approx 10^{-4} \frac{\text{m}^2}{\text{s}} \quad \text{bei Raumtemperatur}$$

Der Diffusionskoeffizient D_{e^+} wird durch die mittlere freie Weglänge und die thermische Energie festgelegt [Nie83].

Mit einer Lebensdauer von $\tau_{e^+} \approx 100 \dots 200 \text{ ps}$ ergibt sich eine Diffusionslänge mittels $\langle x \rangle_{r.m.s} = \sqrt{6D_{e^+}\tau_{e^+}}$ von ca. 200 nm.

2.3.3 Positronenfallen

Die Atomrümpfe haben dasselbe Vorzeichen der elektrischen Ladung wie die Positronen, und stellen somit ein repulsives Potential für die Positronen dar. Ist die Dichte der Atomrümpfe in der Nähe des Diffusionsweges geringer, so ist dies ein attraktives Potential für die Positronen. Da das Positron eine niedrige Energie hat ($E_{th} = \frac{3}{2}k_B T \approx 0,04 \text{ eV}$ bei Raumtemperatur) kann es ein Potential mit einer Tiefe von 1 eV nicht mehr verlassen. Es verweilt dort bis zur Annihilation mit einem Elektron [Häk90].

Ob das Positron einem Defekt verlassen kann, ist abhängig von der Tiefe des Potentials dieses Defektes. Ist es für das Positron nach dem Einfang (*trapping*) nicht mehr möglich, diese Haftstelle bei Raumtemperatur zu verlassen, wird diese Haftstelle als tief bezeichnet. Bei flachen Haftstellen kann das Positron wieder entweichen. Das *Standard-Trapping-Modell* gibt diese temperaturabhängigen Raten an (s. Abb. 2.11) [Ber70, Con71, Bra72, Fra74].

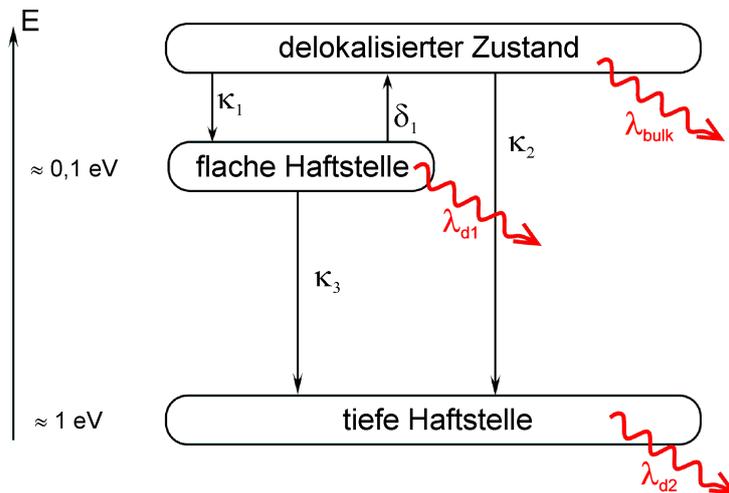


Abbildung 2.11: *Ein einfaches Trapping-Modell.* Ein Positron im Zwischengitter kann mit einer Einfangwahrscheinlichkeit von κ_1 in einer flachen Fehlstelle gefangen werden. Von dort kann es mit der Rate κ_3 in eine tiefe Falle gelangen, mit der Rate δ_1 wieder ins Zwischengitter entweichen oder mit einem e^- annihilieren. Das e^+ kann mit einer Rate κ_2 auch direkt in eine tiefe Fehlstelle gelangen, aus der es nicht mehr entweichen kann. Die Annihilation findet in allen 3 Zuständen mit den entsprechenden Raten λ_{bulk} , λ_{d1} , λ_{d2} statt.

Dabei geht man davon aus, dass der Einfang von schnellen Positronen im Vergleich zu thermalisierten vernachlässigt werden kann. Sind die Defekte innerhalb des Diffusionsvolumens homogen verteilt, so gilt, dass die Einfangrate proportional zur Defektdichte ist. Zum Schluss wird noch angenommen, dass die Positronen untereinander nicht wechselwirken. Dies wird durch die Tatsache gestützt, dass sich unter

experimentellen Bedingungen im Durchschnitt immer nur ein Positron im Festkörper befindet.

Die Einfangraten für die verschiedenen Haftstellentypen sind nach der Gleichung

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

temperaturabhängig, wobei $\mu \approx 10^{14} - 10^{15} \text{ s}^{-1}$ die spezifische Einfangdichte [Wes73] und c_d die Defektdichte ist.

Eine Einfachleerstelle hat zum Beispiel eine Tiefe von ca. 1 eV [Sch81]. Daher kann kein Positron diese mehr verlassen, selbst wenn die Temperatur knapp unter dem Schmelzpunkt des Metalls liegt. Versetzungen hingegen sind flache Haftstellen mit einer Potentialtiefe von ca. 50-100 meV [Dau74, Häk89, Häk90, Wid99]. Hier kann das Positron bei Raumtemperatur zwar wieder entweichen, es wird aber vermutet, dass sie als Weg zu den assoziierten Leerstellen der Versetzung dienen. Dadurch erhöhen sie das Diffusionsvolumen und somit die Einfangrate in leerstellenartige Defekte (s. Abb. 2.12) [Wid99].

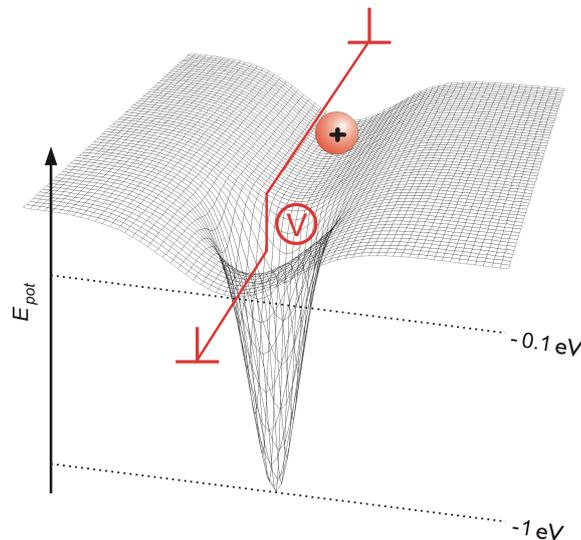


Abbildung 2.12: *Skizzierter Verlauf der potentiellen Energie von Positronen im Einflussbereich einer Versetzung* (nach [Wid99]). Entlang der Versetzungslinie liegt das Potential geringfügig unter dem des ungestörten Gitters. Sie stellt bei Raumtemperatur eine flache Fehlstelle dar, aus dem das Positron wieder entweichen kann. Allerdings könnte sie dem Positron als Weg zu einer tiefen Falle (assoziierte Leerstelle) dienen in der es anschließend annihiliert. So kann die Übergangsrates der Positronen in derartige Fehlstellen vergrößert werden.

2.3.4 Die Annihilation

Trifft ein Positron auf sein Antiteilchen, ein Elektron, so zerstrahlen beide und senden γ -Strahlung aus. Die Energie der γ -Quanten entspricht der Ruhe- und Be-

wegungsenergie von Elektron und Positron. Dabei ist die Annihilation in zwei γ -Quanten die häufigste. Die 1- γ - und 3- γ -Annihilation sind stark unterdrückt.

Im Schwerpunktsystem annihilieren Positron und Elektron unter Aussendung von zwei γ -Quanten mit 511 keV in einem Winkel von 180° . Beim Übergang in das Laborsystem mit Hilfe einer LORENTZ-Transformation gibt es zwei wesentliche Änderungen. Die von uns betrachteten Positronen haben einen sehr kleinen Impuls, da sie schon thermalisiert sind. Daher liefert im Laborsystem das Elektron den Hauptanteil des Impulses.

Zerlegt man den Impuls des Elektrons in einen longitudinalen und transversalen Anteil (Auszeichnung einer Richtung, z.B. im Labor durch Aufstellen eines Detektors), so sorgt der longitudinale Anteil für eine Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie um $\Delta E = \pm \frac{1}{2} p_L c$, wobei p_L der Longitudinalimpuls des Elektrons und c die Lichtgeschwindigkeit ist.

Der transversale Anteil des Impulses führt zu einer Abweichung von der 180° Winkelkorrelation (s. Abb. 2.13) [Deb49].

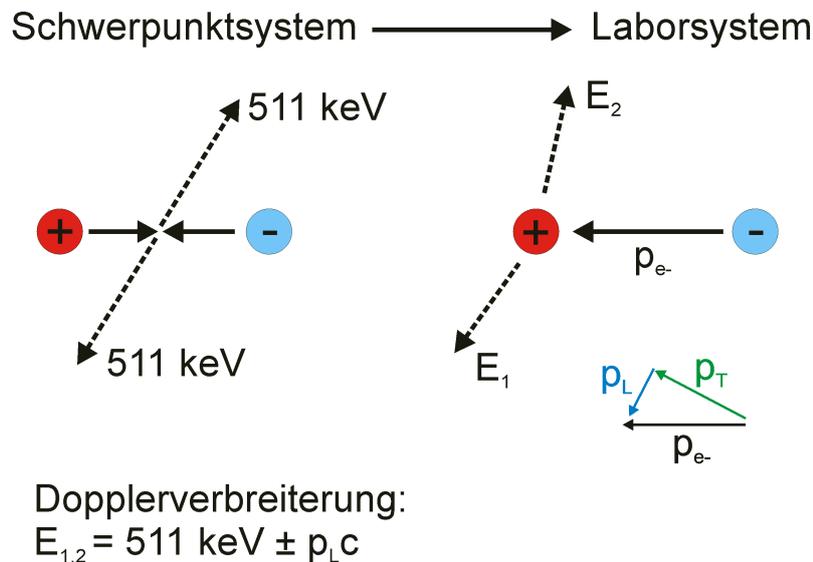


Abbildung 2.13: *Impulsbetrachtung* (nach [Mül05]). Im Laborsystem liefert das Elektron den Hauptanteil des Impulses. Der Longitudinal-Impuls des Elektrons sorgt für die von uns untersuchte Dopplerverbreiterung des Photopeaks, während der Transversal-Impuls für eine Störung der Winkelkorrelation verantwortlich ist.

2.3.5 Der S-Parameter

Die Energie der Elektronen von ca. 1 eV führt durch die Dopplerverbreiterung zu einer Energieverschiebung von ca. 1.5 keV der γ -Quanten. Diese kann mit einem Germaniumdetektor gemessen werden, da die Energieauflösung des in dieser Arbeit

verwendeten Detektors bei ca. 1.13 keV liegt. Die Energie der γ -Strahlung ist davon abhängig, mit welchem Elektron das Positron annihiliert. Es kann mit schnellen kernnahen oder langsamen Valenzelektron zerstrahlen. War das Positron im Zwischengitter lokalisiert, zerstrahlt es überwiegend mit einem kernnahen Elektron. War das Positron in einer Leerstelle gefangen, annihiliert es hingegen bevorzugt mit einem Valenzelektron. Genau genommen ist die Wahrscheinlichkeit für das Positron mit einem kernnahen Elektron zu annihilieren, im Zwischengitter um ein Vielfaches größer als in der Leerstelle.

Durch die unterschiedliche Dopplerverbreiterung ist das Positron somit sensitiv für seine Umgebung und die Dopplerverbreiterung ein Maß für die Leerstellendichte. Um dies zu beschreiben, wird der *S-Parameter* (Shape Parameter) als Observable für die Dopplerverbreiterung eingeführt. Er beschreibt die Linienform der Dopplerkurve (siehe Abb. 2.14).

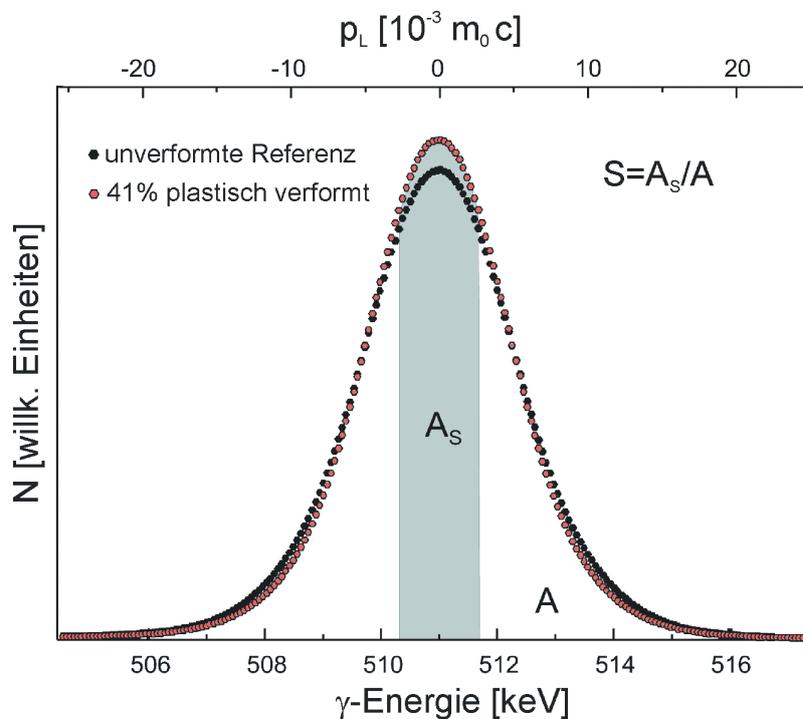


Abbildung 2.14: Zur Definition des *S-Parameters* am Beispiel von reinem Eisen [Haa03]. Der *S-Parameter* (Shape Parameter) ist eine Möglichkeit, die Dopplerverbreiterung des 511 keV Photopeaks zu beschreiben. Hier am Beispiel einer plastisch verformten Reinst-Eisenprobe. Die rote Kurve hat einen schärferen Peak, da mehr Positronen mit Valenzelektronen in Leerstellen annihiliert sind und die Dopplerverbreiterung damit kleiner ist. Das Gesamtintegral beider Kurven ist auf eins normiert.

Der S-Parameter ist wie folgt definiert und beschreibt anschaulich die Änderung der Dopplerkurve:

$$S = \frac{\int_{E_0-\delta E}^{E_0+\delta E} N(E)dE}{\int_{E_{min}}^{E_{max}} N(E)dE}$$

Hierbei bedeuten E_0 die Energie der Peakmitte (511 keV) und δE die halbe Breite der für die S-Parameter-Definition benutzten Fläche. Diese Flächenbreite symmetrisch um die Peakmitte ist zunächst willkürlich. Um die Vergleichbarkeit von Messdaten zu erhöhen, wird sie so definiert, dass der S-Parameter bei ausgeheiltem (unverformten) Material ca. 0,5 beträgt. Dieser S-Parameter der ausgeheilten Probe wird dann als Referenz für die weiteren Messungen benutzt. Teilt man dann den gemessenen S-Parameter einer belasteten Probe (bei gleicher Fläche um den Peak) durch den Referenzwert der ausgeheilten Probe, erhält man den *relativen S-Parameter*.

Kapitel 3

Die Geräte

Für die Wechselverformung der Proben habe ich die Verformungsapparatur, die in der Diplomarbeit von Tobias Wider entwickelt wurde, benutzt [Wid97]. Zur Messung standen mir der so genannte *Positronen-Topf* und die *Bonner-Positronen-Mikrosonde* (BPM) zur Verfügung. In den folgenden Kapiteln werde ich kurz auf die eingesetzten Geräte eingehen.

3.1 Die Wechsel-Verformungs-Apparatur

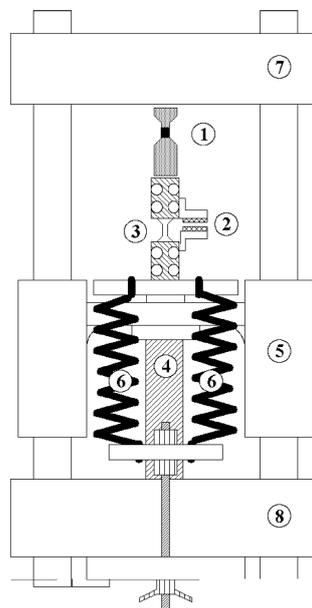


Abbildung 3.1: *Die Wechsel-Verformungs-Apparatur, schematisch* [Wid97]. 1) Kraftmessdose, 2) kapazitiver Wegsensor, 3) Probe, 4) Piezotranslator, 5) justierbares Mitteljoch, 6) Federn für Vorspannung, 7)+8) oberes und unteres Joch.

Abbildung 3.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau der Wechsel-Verformungs-Apparatur (WVA) (alles nach [Wid97]). Der Antrieb der Verformung im Mikrometerbereich basiert auf einem Piezotranslator. Um eine kontrollierte Verformung durchzuführen, werden die auf die Probe einwirkende Kraft F und die Längenänderung Δl gemessen.

Der Piezotranslator

Der Piezotranslator ist der Antrieb für die WVA. Er besteht aus einem Stapel dünner Piezokeramiken, die elektrisch parallel geschaltet sind. Der inverse piezoelektrische Effekt bewirkt, dass eine angelegte Spannung zu einer mikroskopischen Ausdehnung der Keramikscheibchen führt.

Somit kann der Piezotranslator nur Druckkräfte aufbringen. Für die Zugkräfte wurden Stahlfedern so in der Apparatur eingebaut, dass sie den Translator mit einer konstanten Kraft zusammendrücken. Der Stellweg wird dadurch nicht beeinflusst, da die Längenänderung des Piezos verglichen mit der Ausdehnung der Federn vernachlässigbar gering ist. Verlegt man also die Nullstellung in einen ausgedehnten Zustand des Piezotranslators, so ist um diesen Punkt eine symmetrische Wechselverformung möglich. Die Federn bewirken dann die Zugverformung, während der Piezotranslator die Druckkräfte ausübt.

Die Kraftmessdose

Die Kraft wird mit einer Kraftmessdose aufgenommen. Ihr Prinzip basiert auf Dehnmessstreifen (DMS), die auf einem Messing-Zylinder angebracht sind, und die über eine WHEATSTONESche Brücke verschaltet sind. Dadurch, dass zwei DMS parallel zur Kraftachse und zwei senkrecht dazu montiert sind, wird der Effekt der Querdehnung bzw. Querkontraktion automatisch kompensiert. Liegt keine Kraft an, so ist die Brücke ausgeglichen. Wird durch eine Kraft der Messing-Zylinder verformt, so ändert sich der Widerstand der einzelnen Dehnmessstreifen und die Widerstandsbrücke wird verstimmt. Die Änderung wird durch die zugehörige Software ausgewertet. Sie kann nur dann zuverlässig arbeiten, wenn die Belastung axial verläuft und Biegemomente vermieden werden. Daher wurde sie entlang der Verformungsachse in die Apparatur integriert und der freie, verbiegungsanfällige Teil möglichst kurz gehalten.

Der Wegsensor

Die Längenänderung der Probe Δl wird während der Verformung durch ein kapazitives Verfahren gemessen. Zwei parallele, polierte Platten aus Aluminium bilden einen Kondensator mit einem Luftspalt. Ein zugehöriger Ladungs-Messverstärker besitzt intern einen Referenzkondensator der gleichen Kapazität. Ändert sich nun

der Abstand zwischen den Platten, so bewirkt dies eine Kapazitätsänderung¹, die der Verstärker in eine der Abstandsänderung proportionalen Ausgangsspannung umwandelt.

Die Steuerung und Auswertung

Alle obigen Komponenten sind nach Abb. 3.2 über eine AD-DA-Wandlerkarte mit dem PC verbunden und werden über eine Software gesteuert bzw. ausgewertet.

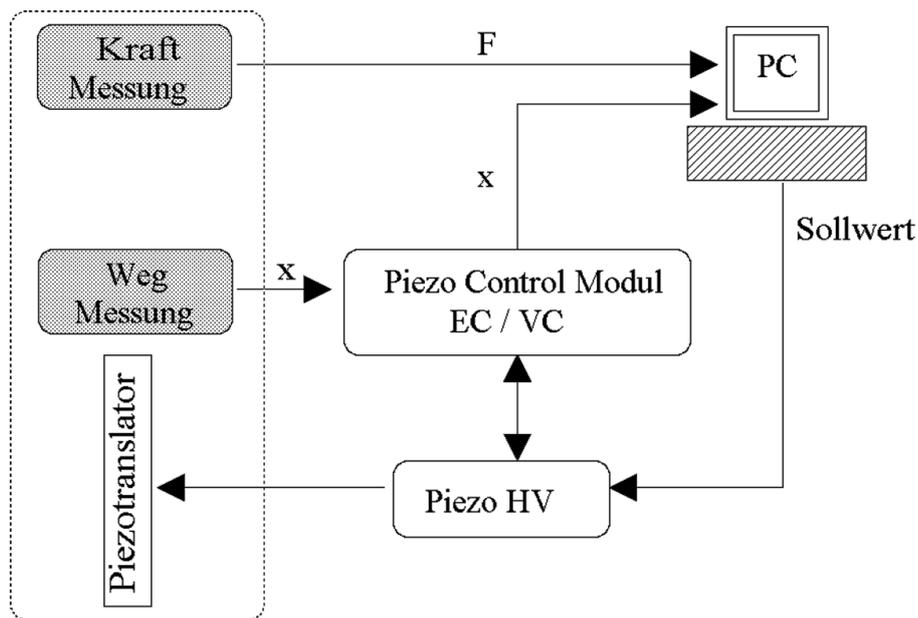


Abbildung 3.2: Steuerung des Piezotranslators, schematisch [Wid97].

Die Spannungssignale der Wandlerkarte werden durch die Regeleinheit des Piezos, das Piezo-Control-Modul, in Hochspannungen für die Ausdehnung des Translators umgesetzt. Wie sich das Signal auf den Hochspannungsausgang und somit auf den Translator auswirkt, hängt von dem Modus ab, in dem das Modul betrieben wird. Arbeitet das Modul im *VC*-Modus (Voltage Control), wird das Signal direkt in eine dazu proportionale Ausgangsspannung des Hochspannungsverstärkers umgewandelt. Die Bewegung des Piezos erfolgt also spannungsgeregelt (über die elektrisch angelegte Spannung).

Der zweite Modus, in dem die eigentlich Verformung durchgeführt wird, ist der *EC*-Modus (Expansion Control). In diesem Modus wird eine durch den Rechner vorge-

¹Die Änderung der Kapazität C eines Plattenkondensators ist umgekehrt proportional zum Abstand der Platten d , also $C \sim \frac{1}{d}$. Unter der Annahme, dass die Ladung auf dem Kondensator konstant bleibt, ergibt sich aus $U = \frac{Q}{C}$, dass sich die Spannung an den Platten mit $U \sim d$ ändert.

gebene Längenänderung, die über die Wegsensor in den PC zurückgekoppelt wird, direkt auf die Probe übertragen. Die in dieser Arbeit benutzte Wechselverformung wird also dehnungskontrolliert durchgeführt.

Die Messung der Längenänderung erfolgt nicht Piezo, sondern an der Probe selbst. Dadurch werden elastische Anteile der Apparatur automatisch kompensiert. Die Auflösung der Stellgenauigkeit der WVA beträgt etwa $0,07 \mu\text{m}$.

Die Sollfunktion, die hier für die Verformung benutzt wird, ist eine Sinusfunktion. Mit der Software ist eine Frequenz von $0,05 \text{ Hz}$ bis etwa $4,9 \text{ Hz}$ realisierbar. Leider begrenzt die Messwerterfassung die Geschwindigkeit der möglichen Verformung, doch sind so immerhin Zyklen von 10^6 in einigen Tagen möglich.

Die maximale Ausdehnung des Translators beträgt etwa $\pm 75 \mu\text{m}$.

3.2 Die Bonner-Positronen-Mikrosonde

Die Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) ist eine Kombination eines Raster-Elektronen-Mikroskops (REM) und einer Positronenquelle mit kleinem Phasenraum. Beide Quellen befinden sich auf den gegenüberliegenden Seiten eines magnetischen Prismas (s. Abb. 3.3).

Die aus der Öffnung des Moderators austretenden Positronen werden von einem Zwischenpotential abgesaugt und von einer auf Erdpotential liegenden Elektrode auf 30 keV beschleunigt. Quelle und Moderator liegen dabei auf dem Beschleunigungspotential. Die Kondensorlinse fokussiert den Positronenstrahl in die Eingangsebene des Prismas und verkleinert den Strahl lateral. Die spezifische Ladung m/q von Positronen und Elektronen ist vom selben Betrag, aber von umgekehrtem Vorzeichen. Somit werden beide Strahlen von entgegengesetzter Richtung kommend, durch dasselbe Feld im Prisma um 90° nach unten in die Eingangsebene der REM-Säule abgebildet.

Die weitere Strahlverkleinerung und Fokussierung übernehmen der Kondensorzoom und die Objektivlinse der REM-Säule. Der Strahldurchmesser auf der Probe beträgt ca. $50 \mu\text{m}$. Die Probe befindet sich unterhalb des Objektivs in einer Vakuumkammer auf einem automatisierten Zwei-Achsen-Motortisch mit einer Genauigkeit von $\Delta x = \Delta y = 1 \mu\text{m}$. Das Energiespektrum der Annihilationsstrahlung wird mit einem Germanium-Detektor in ca. 10 mm Abstand unterhalb der Probe aufgenommen. Der Detektor deckt einen relativen Raumwinkel von $\Omega = 0,31 \cdot 4\pi$ ab. Mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit des Germanium-Detektors von ca. $0,35$ bei 511 keV ergibt sich eine Gesamtnachweiswahrscheinlichkeit von $0,11$ für Gamma-Quanten aus dem Photopeak. Das heißt ca. jedes neunte Positron, das in der Probe annihiliert, steht der Messung zur Verfügung [Haa97].

Im Elektronenbetrieb wird der Elektronenstrahl mittels im Objektiv befindlicher Scan-Spulen über die Probe gerastert. 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

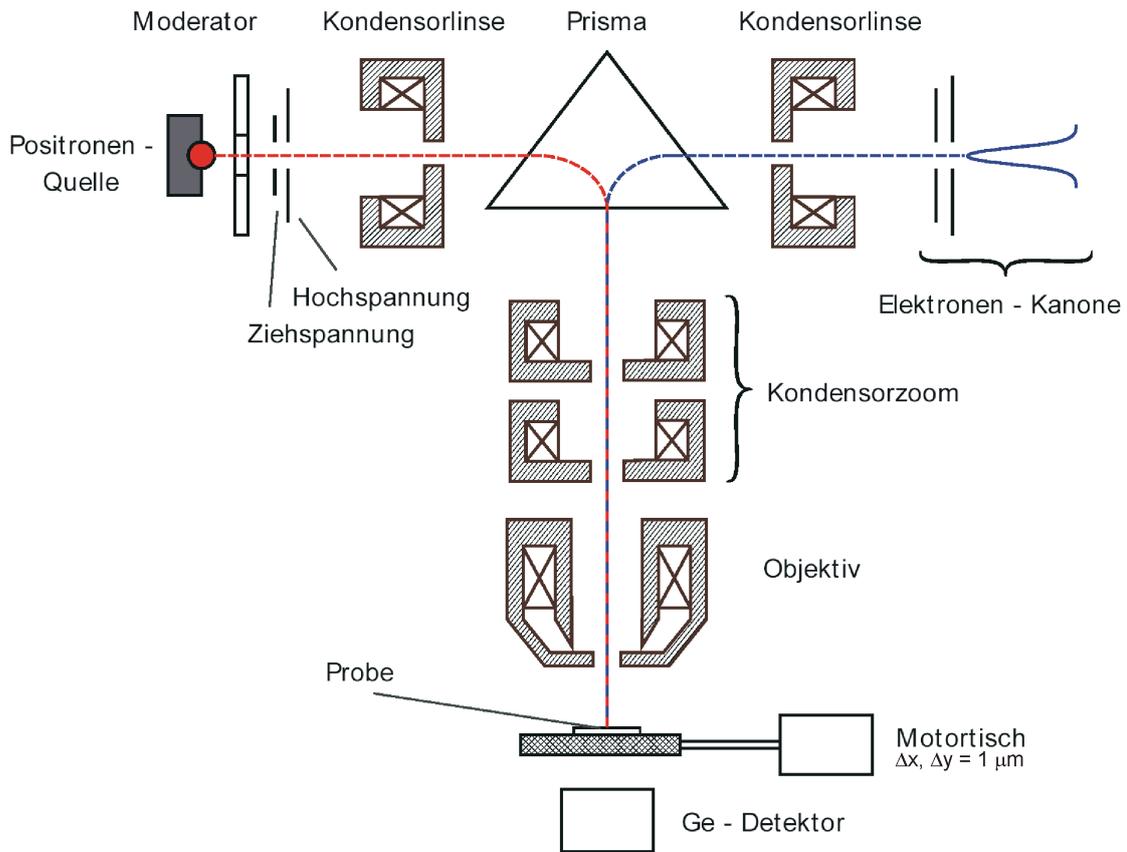


Abbildung 3.3: Die Bonner-Positronen-Mikrosonde, schematisch [Haa03] Die von der Positronenquelle bzw. der Elektronenkanone erzeugten Teilchenstrahlen werden durch Kondensorlinsen auf die Eingangsebene eines symmetrischen magnetischen Prismas abgebildet. Kondensorzoom und Objektivlinse einer REM-Säule fokussieren die Strahlen auf die Probe, die auf einem Zwei-Achsen-Motortisch mit einer Positioniergenauigkeit von $\Delta x = \Delta y = 1 \mu\text{m}$ montiert ist. Ein in ca. 10 mm Abstand unter der Probe angebrachter Ge-Detektor registriert die Annihilationsstrahlung.

Positronen im magnetischen Feld der Linsen vermieden. Zur Aufnahme von REM-Bildern stehen ein Sekundär-Elektronen-Detektor und ein Rückstreu-Detektor zur Verfügung [Haa97].

3.3 Der Positronen-Topf

Messungen mit den moderierten Positronen aus der Positronen-Mikrosonde haben den Vorteil der hohen Ortsauflösung, allerdings den Nachteil, dass die Eindringtiefen gering sind (ca. $1 \mu\text{m}$) und evtl. überwiegend oberflächennahe Effekte gemessen werden. Die Eindringtiefe ist so definiert, dass die Anzahl der Positronen bis zu dieser

Tiefe auf 10% abgesunken ist. Somit ist es sinnvoll, Messungen mit höher energetischen Positronen zu machen. Die Messungen mit Positronenquellen liefern somit Informationen aus dem Probeninneren.

Um solche Messungen durchzuführen, wurde der so genannte *Positronen-Topf* aufgebaut, bei dem es sich um einen Vakuumrezipienten mit einem Durchmesser von 40 cm und einer Höhe von 25 cm handelt (s. Abb. 3.4).



Abbildung 3.4: *Der Positronen-Topf.*

In dem Topf werden die Proben in der Mitte des Bodens platziert. Die Positronenquelle (^{68}Ge eingebettet in GaP) wird hierbei direkt auf die Probe gelegt. Sie ist ein flacher Zylinder mit einem Durchmesser von ca. 1,8 mm und einer Höhe von ca. 0,5 mm. Die in den unteren Halbraum emittierten Positronen gelangen vollständig in die Probe. Die Zerstrahlungsquanten werden dann mit einem Germaniumdetektor registriert, der fast die Hälfte des Raumwinkels erfasst. Die in den oberen Halbraum emittierten Positronen zerstrahlen in der Wand oder dem Deckel des Topfes. Der Raumwinkelanteil des Detektors liegt für die hier entstehenden Gammaquanten bei ca. 0,15%. Der durch diese Quanten entstehende Fehler kann daher vernachlässigt werden. Genauere Details zum Aufbau des Positronen-Topfes sind in [Bom00] beschrieben.

Der Vorteil dieses Aufbaus liegt darin, dass die Quelle einfach auf die Probe gelegt werden kann. Die Größe der Quelle und die Eindringtiefe der Positronen verringert jedoch die Ortsauflösung.

Kapitel 4

Das Material

Eisenwerkstoffe stellen mit Abstand die am meisten verwendeten metallischen Werkstoffe dar. Dies liegt zum einen daran, dass an Eisenerzvorkommen kaum ein Mangel besteht und die Verarbeitung dieser Erze zu Eisen und Stahl in großem Maße relativ billig erfolgt, zum anderen an den besonderen mechanischen und magnetischen Eigenschaften des Eisens [Ber89].

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

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

4.1 Der Stahl C45E

Der ferritische Stahl C45E enthält als wichtigstes Legierungselement ca. 0,45% C (Kohlenstoff) und zählt zu der Gruppe der unlegierten Vergütungsstähle [EN083]. Tabelle 4.1 zeigt die chemische Zusammensetzung des benutzten Probenmaterials.

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
EN 10083	0,42-0,5	$\leq 0,4$	0,5-0,8	$\leq 0,035$	$\leq 0,035$	$\leq 0,4$	$\leq 0,1$	$\leq 0,4$
OES	0,49	0,26	0,67	0,017	0,004	0,10	0,02	0,09

Tabelle 4.1: *Chemische Zusammensetzung von C45E*. Die Zusammensetzung nach EN 10083-1 [EN083] und einer OES Analyse [Ben02]. Alle Angaben in Gew.-%.

Durch unterschiedliche Wärmebehandlungen können verschiedene Gefügestände eingestellt werden, welche die mechanischen Eigenschaften entscheidend beeinflussen. Abbildung 4.1 zeigt das Eisen-Kohlenstoff-Phasen-Diagramm mit dem metastabilen System Fe-Fe₃C als Teilsystem und einem Teil des stabilen Fe-C-Zustandsdiagrammes.

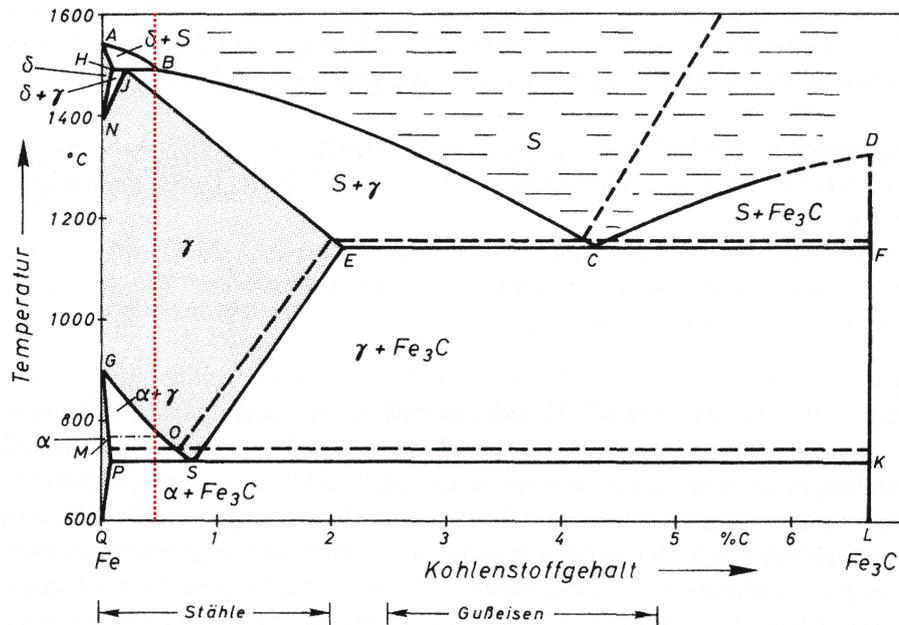


Abbildung 4.1: Phasendiagramm Fe-Fe₃C [Ber89]. Die gestrichelten Diagrammlinien entsprechen dem stabilen System Fe-C.

Für das Einstellen der verschiedenen Gefügestände ist die allotrope Umwandlung des γ -Eisens in α -Eisen von besonderer Bedeutung. Die γ -Phase wandelt sich bei einem Kohlenstoffgehalt von 0,8% während des Abkühlens bei 723°C eutektoid in Perlit um. Perlit besteht aus dicht nebeneinander liegenden Ferrit- (α -Eisen) und Zementitlamellen (Fe₃C) (s. Abb. 4.2).

C45E liegt über 780°C vollständig in der γ -Phase vor. Beim Abschrecken auf Raumtemperatur wird die Perlitbildung unterdrückt und der Austenit wandelt sich in tetragonal verspannten Martensit um. Bei langsamerem Abkühlen (<1 K/min), wie zum Beispiel beim Normalglühen (siehe Kapitel 5.1.5), bildet sich unterhalb von 780°C zunächst Ferrit mit 0,02% C an den Korngrenzen der Austenitkörner und der Austenit reichert sich mit Kohlenstoff an. Unterhalb von 723°C zerfällt der verbleibende Austenit (mit 0,8% C) in Perlit. Bei sehr langsamer Abkühlung ($\approx 0,5$ K/min) besteht das Gefüge von C45E bei Raumtemperatur aus 60% α -Eisen (Ferrit) und 40% Perlit. Wird schneller als 1 K/min abgekühlt, wird die voreutektoide Ferritausscheidung unterdrückt und der Anteil von Perlit am Gefüge nimmt entsprechend zu [Rie97]. Die Abbildung 4.2 zeigt das ferritisch-perlitische Gefüge des Werkstoffs. Der

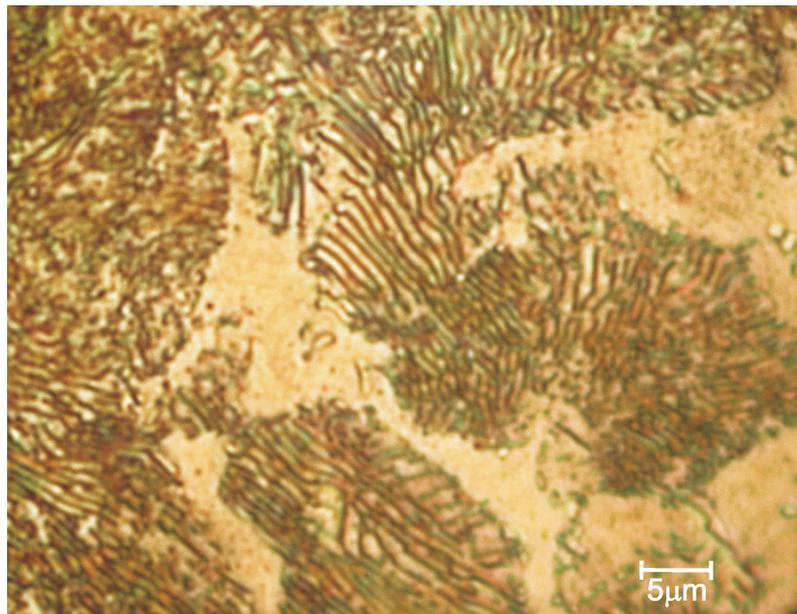


Abbildung 4.2: C45E: Lichtmikroskopaufnahme mit 1000-facher Vergrößerung (mit 20%-iger Salpetersäure und 3%-iger Salzsäure geätzt). Deutlich sind die ausgeprägten Zementitlamellen zu erkennen.

Ferritanteil beträgt etwa 55%.

Mit diesem Wissen über das Gefüge des Werkstoffes bietet sich nun ein mikroskopischer Blick auf die LÜDERS-Dehnung (s. Kap. 2.2.1) an. Nach Überschreiten der (oberen) Streckgrenze (σ_{SO} in Abb. 2.6) fällt die Fließspannung zunächst leicht ab und bleibt dann für einen gewissen Bereich der plastischen Dehnung nahezu konstant (LÜDERS-Dehnung). An der Probenoberfläche bilden sich so genannte LÜDERS-Bänder aus. Erst wenn die LÜDERS-Bänder den gesamten minimalen Probenquerschnitt durchsetzt haben, beginnt die Verfestigung. Dieses Phänomen beruht auf der Anordnung der C-Atome im kubisch raumzentrierten Gitter von α -Eisen. Die C-Atome befinden sich bei kubischen Strukturen auf Zwischengitterplätzen in Oktaederlücken. Beim kubisch raumzentrierten α -Eisen sind die Oktaederlücken kleiner als beim kubisch-flächenzentrierten γ -Eisen. Dadurch wird das bcc-Gitter durch C-Atome elastisch verspannt. In der Umgebung einer Versetzung sind die Oktaederlücken jedoch etwas größer und die Anordnung von C-Atomen ist daher hier energetisch günstiger. Durch Diffusion, welche bereits bei Raumtemperatur oder leicht erhöhten Temperaturen (ca. 150°C) abläuft, ordnen sich die C-Atome in so genannten COTTRELL-Wolken um die Versetzung [Cot53], die dadurch elastisch an diese gebunden wird (s. Abb. 4.2) [Ber89, Ben02].

Die Versetzungsblockierung erhöht im Zugversuch die kritische Spannung, bei der das plastische Fließen einsetzt. Für das Losreißen der Versetzungen aus den Verankerungen ist eine höhere Spannung notwendig als für ihre Weiterbewegung. Eine los-

gerissene Versetzung gleitet daher infolge der äußeren Spannung durch den Kristall, bis sie auf ein Hindernis wie z.B. eine Korngrenze, die Kristalloberfläche oder andere Versetzungen trifft. Dieses in einem lawinenartigen Vorgang von Versetzungslosreißen und -erzeugen ablaufende, hoch lokalisierte Gleiten, verfestigt den abgeglittenen Bereich. Bei Weiterbeanspruchung starten aufgrund der lokalen Spannungserhöhung nun die Losreißprozesse in den Nachbarbereichen. Dieser Prozess setzt sich durch die ganze Probe oder das Werkstück fort und es kommt an der Ableitungsfront zum Ausbilden eines LÜDERS-Bandes. Erst wenn das LÜDERS-Band das gesamte beanspruchte Werkstoffvolumen durchsetzt hat, liegt ein einheitlicher Verformungs- und Verfestigungszustand vor [Ber89, Ben02].

Kapitel 5

Die Probe

Wie eingangs schon erwähnt, ist die Erstellung eines WÖHLER-Diagramm sehr zeit- und kostenaufwändig. Dabei muss eine große Anzahl an Proben zerstört werden. Die Idee der Probengeometrie die in dieser Arbeit verwendet wurde beruht nun darauf, nicht nur eine Spannung pro Probe und Durchlauf zu benutzen, sondern mit einer Probe einen ganzen Spannungsbereich abzudecken. So erhält man auf einer einzigen Probe den Schädigungsverlauf für viele verschiedene Spannungen. Voraussetzung hierfür ist ein berechenbarer Querschnittsflächenverlauf, welcher einen berechenbaren Spannungsverlauf ergibt. Der Zeit- und Kostenaufwand für eine Schadensvorhersage wird mit dieser Form von Proben um ein Vielfaches reduziert.

5.1 Die Herstellung und die Probengeometrie

5.1.1 Herstellung

In eine etwas mehr als 1 cm mal 4 cm großen Scheibe C45E werden im Abstand von 3 cm Löcher von einem Durchmesser von 4 mm gebohrt, so dass das Probenstück auf einem Halter befestigt werden kann. Der Halter mit der Probe wird nun in eine Oberfräse eingespannt. Mit einer Vierkant-Fräse mit einem Durchmesser von 20 mm wird die endgültige Probenform herausgefräst.

Danach wurde die Probe in mehreren Stufen auf einer Drehteller-Poliermaschine hochglanzpoliert. Die Diamantgröße des Endpolierens betrug hierbei $1\ \mu\text{m}$. So wird gewährleistet, dass die Oberfläche eben und ohne Kratzer ist.

5.1.2 Die erste Probengeometrie

Um einen kontinuierlichen berechenbaren Querschnittsflächenverlauf entlang der Probe zu erhalten, wird eine Probengeometrie mit kreisförmigen Ausschnitten hergestellt (s. Abb. 5.1).

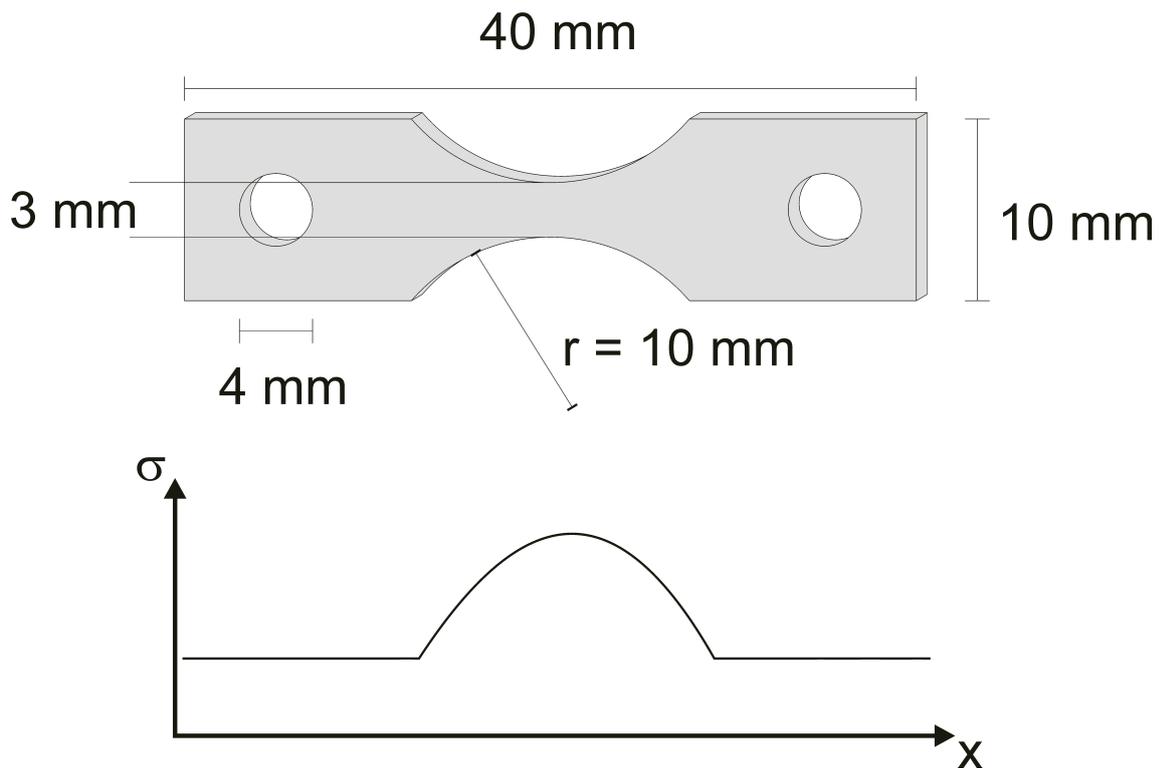


Abbildung 5.1: *Die erste Probenform.* Durch den kreisförmigen Ausschnitt ergibt sich mit der kontinuierlichen berechenbaren Querschnittsfläche ein kontinuierlicher Spannungsverlauf entlang der Längsachse der Probe.

Die Probe wird in die WVA eingespannt und dann wechselbelastet. Die maximale Kraft mit der an den Enden der Probe gezogen wird, wird so berechnet, dass an der kleinsten Querschnittsfläche die gewünschte Maximalspannung anliegt. Durch den kontinuierlichen Querschnittsverlauf kommt es also zu einem kontinuierlichen Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse. Somit wird durch eine einzige Probe ein großer Spannungsbereich abgedeckt.

Die ersten Haltebacken für die WVA

Damit die Belastung gleichmäßig erfolgt, ist ein gerader Einbau in die WVA wichtig. Bei den ersten Haltebacken sorgte zunächst eine durchgehende Schraube für die Zentrierung auf den Backen und eine darum gesetzte größere Schraube sollte die Probe fest in die Backen einspannen (s. Abb. 5.2).

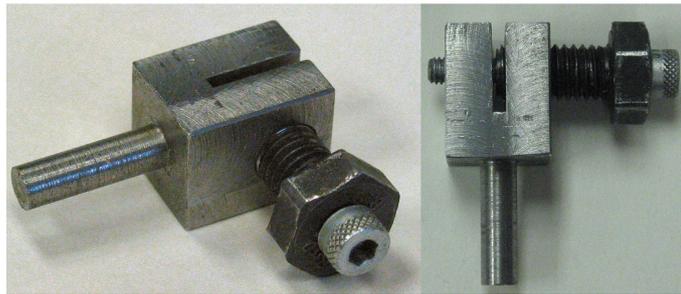


Abbildung 5.2: *Die erste Form der Haltebacken.* Die innere Schraube diente zur Zentrierung, die äußere zum festen Einspannen der Probe.

Dadurch, dass die Probe sehr fest eingespannt werden muss, damit bei der Belastung im Versuch später die Probe nicht durchrutscht, musste mit der Halteschraube ein großes Drehmoment aufgebracht werden. Das hat im Laufe der ersten Versuche jedoch eine so starke Belastung auf die Probe ausgeübt, dass sie bereits beim Einspannen mechanisch geschädigt und damit für weitere Messungen unbrauchbar wurde.

5.1.3 Die zweite Probengeometrie

Eine Idee, die Belastung direkt an der Probe beim Einspannen zu verhindern war nun, die Probe in die Haltebacken einzukleben. Die Angriffsfläche für den Klebstoff sollte so groß wie möglich sein, worauf die Probengeometrie auf eine Größe von 2 cm mal 4 cm geändert wurde (s. Abb. 5.3).

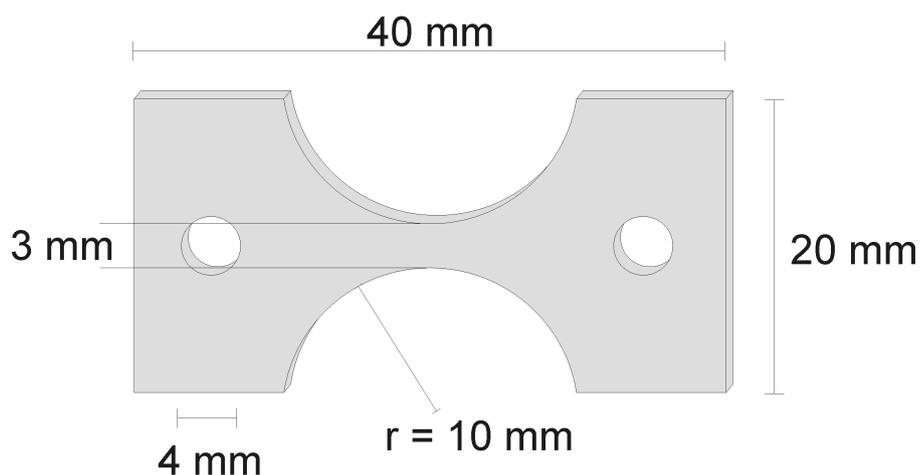


Abbildung 5.3: *Die zweite Probenform.* Durch die vergrößerte Endfläche bietet sich eine größere Angriffsfläche für den Kleber.

Die zweiten Haltebacken für die WVA

Die Haltebacken waren nun direkt an die Probe gebunden und sollten dafür einfach herzustellen und an unterschiedliche Probendicken anzupassen sein (s. Abb. 5.4).



Abbildung 5.4: *Die zweite Form der Haltebacken.* Der Stift dient zur Zentrierung und verschwindet vollständig in der Haltebacke. Die Breite des Schlitzes wird an die Probendicke angepasst.

Diese Anpassung konnte einfach durch die Schlitzbreite gewährleistet werden. Der Klebstoff wurde auf die Probe aufgebracht, und diese in die Halter eingeführt. Ein Loch mit 4 mm Durchmesser diente zur Zentrierung, die durch einen eingesteckten Stift vorgenommen wurde. Da die Haltebacken nun auch während der Messungen an die Probe geklebt waren, musste die Dicke der Halter so gewählt werden, dass die Probe samt Halter unter das Objektiv der Mikrosonde passten.

Die Probe wurde mit der Halterung für ca. eine Stunde auf 150°C erhitzt, um den Kleber auszuhärten. Dieses Vorbereitungsverfahren war jedoch im Vergleich zur alten Halterung sehr aufwändig, da man für jede Probe eigens ein Paar Haltebacken anfertigen musste.

Die dritten Haltebacken für die WVA

Ziel war schließlich eine Haltebacke, die beim Einspannen der Probe keine direkte Drehbelastung auf die Probe ausüben sollte, und die nicht mit der Probe verklebt werden musste. Das Ergebnis sieht man in Abbildung 5.5.



Abbildung 5.5: *Die dritte Form der Haltebacken.* Sie Schraube dient hier zur Zentrierung und zum Festklemmen der Probe. Die Sägezahnstruktur der Innenseiten garantiert ein Festhalten bei beiden Belastungsrichtungen. Durch die verbreiterte Probenform werden Drehbewegungen der Probe beim Festspannen minimiert.

Sie besteht aus gehärtetem Werkzeugstahl. Im hinteren Teil der Backe ist ein Gewinde eingeschnitten, so dass durch Festschrauben der vordere Teil der Backe die Probe gegen den hinteren Teil drückt. Die größere Breite der neuen Form der Probe minimiert zusätzlich eine mögliche Drehbewegung beim Festziehen. Die Probe wird mit einer sägezahnförmigen Struktur festgeklemmt, die ein Festhalten und eine Kraftübertragung in beide Belastungsrichtungen garantiert.

5.1.4 Die Wahl der Probendicke und ihre Auswirkung

Die Dicke der Proben muss so gewählt sein, dass möglichst alle Positronen auch innerhalb der Probe zerstrahlen. Zunächst wurde die Standarddicke von 1,6 mm gewählt. Die ersten Versuche zeigten jedoch nicht das gewünschte Ergebnis (s. Kap. 7.1). Um die angelegte Maximalkraft bei gleichem Stellweg noch zu erhöhen, wurden die nachfolgenden Proben mit einer Dicke von ca. 0,9 mm hergestellt.

Dabei ergab sich bei einer Probe das Problem, dass sie bei Druckbelastung einknickte, geschädigt wurde und somit für weitere Messungen nicht mehr zu gebrauchen war. Die Lösung des Problems ist die Wechselbelastung mit Unterspannung. Dabei wird die Umkehrlinie der Wechselbelastung nicht bei einer Kraft von Null Newton angesetzt, sondern so gewählt, dass auf der einen Seite die Maximalbelastung erreicht wird und auf der anderen Seite die minimale Spannung bei ca. 5% der Maximalspannung liegt (s. Abb. 5.6).

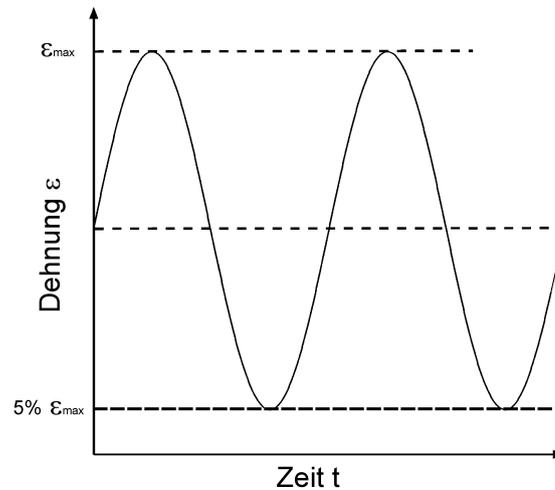


Abbildung 5.6: *Der Dehnungsverlauf mit Unterspannung.* Die Nulllage der Wechselverformung ist so gelegt, dass die geringste angelegte Dehnung 5% der Maximaldehnung entspricht.

5.1.5 Die Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung von Werkstoffen dient in erster Linie dem Einstellen des gewünschten Gefügestandes. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Wärmebehandlung weiterhin dazu genutzt, die durch die mechanische Bearbeitung in die Randschicht und in das Volumen der Probe eingebrachten Fehler auszuheilen, und vor den Untersuchungen einen Ausgangszustand vergleichbarer Fehlstellendichte bei den unterschiedlichen Proben einzustellen.

Da der verwendete Werkstoff C45E bei den hierfür notwendigen Temperaturen an Luft eine Zunderschicht bildet, welche anschließend wieder mechanisch entfernt werden müsste, wurde die abschließende Wärmebehandlung in einem Vakuum-Rohr-Ofen bei einem Vakuum besser $5 \cdot 10^{-6}$ hPa durchgeführt. Der Wärmeübertrag im Vakuumofen erfolgt im wesentlichen durch Strahlung und zu einem geringen Anteil durch Wärmeleitung. Deshalb sind nur kleine Aufheiz- und Abkühlgradienten in der Probe realisierbar [Ben02].

Die Proben wurden 1 h bei 860°C lösungsgeglüht und anschließend mit $0,5 \text{ K/min}$ abgekühlt, was dem Normalglühen nach EN 10083-1 entspricht [EN083]. Durch das Normalglühen werden Gefügeungleichmäßigkeiten beseitigt und es stellt sich ein feinkörniges, ferritisch-perlitisches Gefüge (s. Abb. 4.2) ein.

Ausheilversuche in der Vergangenheit zeigten, dass sämtliche Fehler, welche durch plastisches Verformen induziert wurden, durch das Normalglühen beseitigt werden konnten [Ben02].

Kapitel 6

Die Messmethoden

Die Messungen fanden mit mehreren Proben parallel in der Positronen-Mikrosonde und im Positronen-Topf statt. Es sollten beide Messmethoden gegenübergestellt, verglichen und Aspekte wie z.B. räumliche Abbildung ergänzt werden. Auch eine gute Ausnutzung der Zeit ist so gewährleistet, da insbesondere bei hohen Lastwechsellagen die Verweildauer einer Probe in der Wechselverformungsmaschine sehr groß ist, und so gleichzeitig Messungen durchgeführt werden konnten.

Bei Messungen im Positronen-Topf wird die Positronen-Quelle direkt auf die Probe aufgelegt. Die Messung erfolgt zunächst in der Mittelposition und dann von dort aus jeweils auf zwei Punkten nach rechts und links. Die Mittelpunkte der Messpositionen haben einen Abstand von 1,5 mm (s. Abb. 6.1).

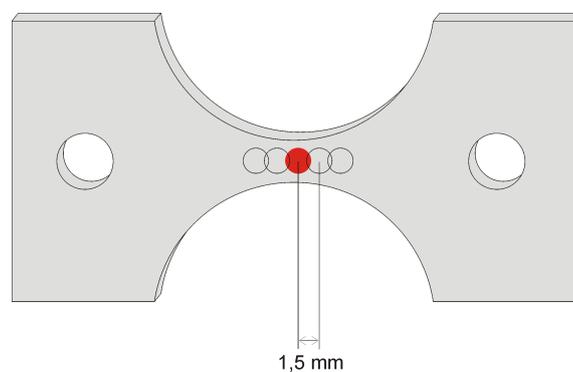


Abbildung 6.1: *Die Positionen der Quelle auf der Probe.* Die Mittelpunkte der Positionen haben einen Abstand von 1,5 mm.

In der Positronen-Mikrosonde erfolgen die Messungen mit einer höheren Ortsauflösung mit einem Strahldurchmesser von ca. $40 \mu\text{m}$. Hierbei wird die Probe mit einem Mikrometertisch unter dem Positronenstrahl bewegt, um so einzelne Punkte anzufahren und zu messen.

Die einfachste Messung ist hierbei die Messung entlang der Probenlängsachse auf

der *Mittellinie*, um einmal das Spannungsprofil der Wechselbelastung abzufahren (s. Abb. 6.2).

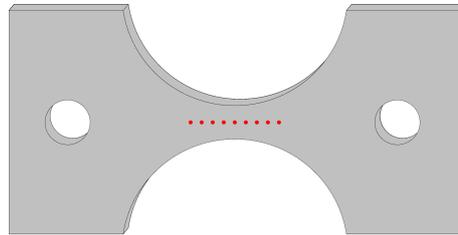


Abbildung 6.2: Die Messpunkte liegen entlang der Probenlängsachse auf einer Linie. Diese Linie werde ich von nun an als *Mittellinie* bezeichnen.

Bei einer Probe mit konstanter Querschnittsfläche beginnt die Bildung der Fehlstellen hauptsächlich am Rand. Eine Messung von Matz Haaks (s. Abb. 6.3) an einer Probe mit konstantem Querschnittsflächenprofil bestätigte eine Entwicklung der Schädigung im Metall von der Seite aus [Haa05].

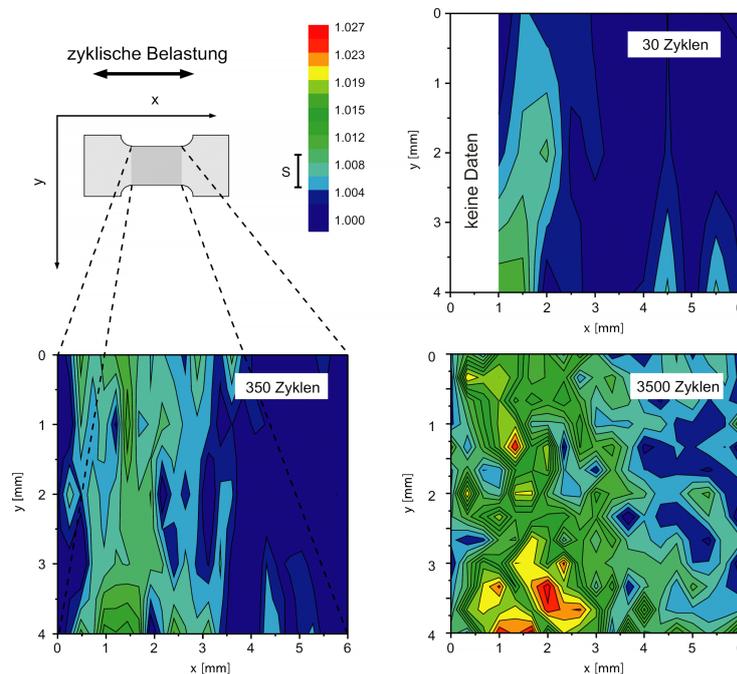


Abbildung 6.3: Entwicklung der Schädigung von einem Keim an der Seite aus [M. Haaks 2005]. Die Graphen geben die Messung nach 30, 350 und 3500 Zyklen wieder. Rot bedeutet eine hohe, blau eine geringe Schädigung.

Sie beginnt willkürlich an einem Keim (jegliche Art von Unregelmäßigkeit der Probe, z.B. Kerbe, Kratzer oder Mikropore) am Rand der Probe. Es ist anzunehmen, dass dieses Verhalten auch bei der Probengeometrie mit einem radialen Ausschnitt auftritt.

Um dies zu überprüfen, werden die Messungen an der Positronen-Mikrosonde auch nahe des Randes entlang der kreisförmigen Ausschnitte gemacht (s. Abb. 6.4). Diese *Bögen* werde ich von nun an als *oberen Bogen* und *unteren Bogen* bezeichnen.

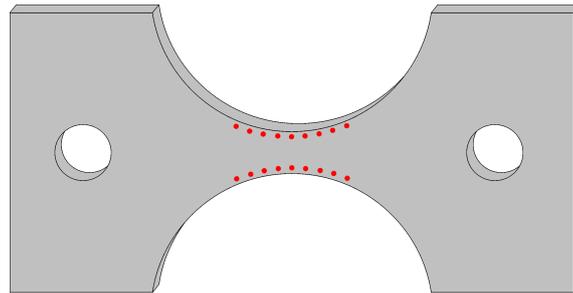


Abbildung 6.4: *Die Bögen-Messpunkte liegen entlang der kreisförmigen Ausschnitte. Diese Bögen werde ich von nun an als oberen und unteren Bogen bezeichnen.*

Kapitel 7

Die Ergebnisse

7.1 Positronen-Mikrosonden-Messung 1

Bei der ersten Probe, die ich hier vorstelle, erfolgte zunächst eine Messung des relativen S-Parameters entlang der Mittellinie, um die Annahme eines kontinuierlichen Spannungsprofils entlang der Probenlängsachse zu bestätigen. Die Haltebacken, um die Probe in die WVA einzuspannen, sind bei diesem Versuchsablauf die der ersten Generation gewesen (s. Kap. 5.1.2). Leider wurde durch einen Software-Fehler in der WVA ein unbekannter Faktor in die Kraftmessung eingebracht, so dass keine genaue Aussage über die maximal angelegte Spannung gemacht werden kann. Wie man in Abb. 7.1 sieht, war nach 100 Zyklen so gut wie noch nichts passiert, die Werte schwanken um 1,000, was einer unverformten Probe entspräche. Nach 10.000 Zyklen sah es nicht viel anders aus. Erst nach 500.000 Zyklen der Wechselverformung tritt eine Erhöhung des relativen S-Parameters auf, die aber weitaus geringer ausfällt als erwartet (max. etwa 0,8%). Auch ist kein Spannungsprofil zu erkennen, wie in Kapitel 5.1.2 angenommen.

Zusätzlich wurden die Bögen gemessen, um - falls vorhanden - eine Entwicklung wie in Kapitel 6 beschrieben, zu belegen. In Abbildung 7.2 und 7.3 ist der gemessene relative S-Parameter entlang des radialen Ausschnittes in einem Abstand von $200\ \mu\text{m}$ zum Rand dargestellt. Beim oberen Bogen erkennt man deutlich einen Spannungsverlauf, der allerdings nach außen hin immer weiter von den Messwerten abweicht. Eine Entwicklung der Schädigung mit steigender Lastwechselzahl ist deutlich zu erkennen. Der Anstieg im relativen S-Parameter beträgt hier etwa 2,2%. Das bedeutet, dass die Schädigung im Stahl hier größer ist als auf der Mittellinie.

Ein Blick auf die Messung des unteren Bogens zeigt hier einen flacheren, aber gut zu erkennenden Spannungsverlauf. Der Maximalwert beträgt hier ca. 1,3% im Vergleich zum unverformten Material. Auch hier ist der relative S-Parameter kleiner als erwartet.

Die größte Schädigung erfolgte also am oberen Bogen, am unteren Bogen ist sie geringer und die Mittellinie befindet sich nahezu im Ausgangszustand.

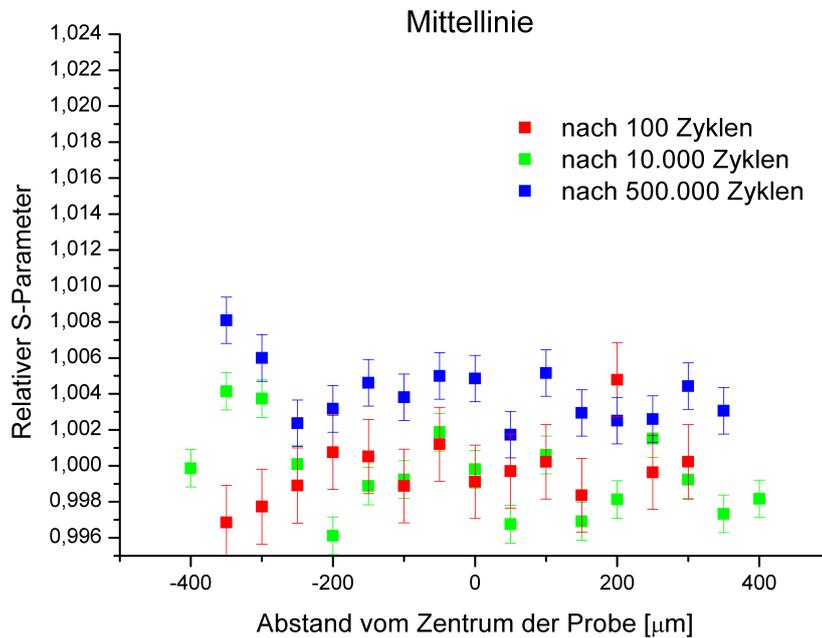


Abbildung 7.1: *Messung entlang der Mittellinie.* Aufgetragen ist der relative S-Parameter gegen die Position auf der Probenlängsachse. Ein Wert von 1,000 entspricht dem unverformten Material. Die Messwerte nach 100 Zyklen und nach 10.000 Zyklen schwanken um diesen Wert. Erst nach 500.000 Zyklen ist der relative S-Parameter um maximal 0,8% erhöht, viel geringer als erwartet. Im Nachhinein stellte sich heraus, dass ein Software-Fehler bei der WVA vorlag, der einen unbekanntem Faktor in die Kraftmessung einbrachte (s. Text).

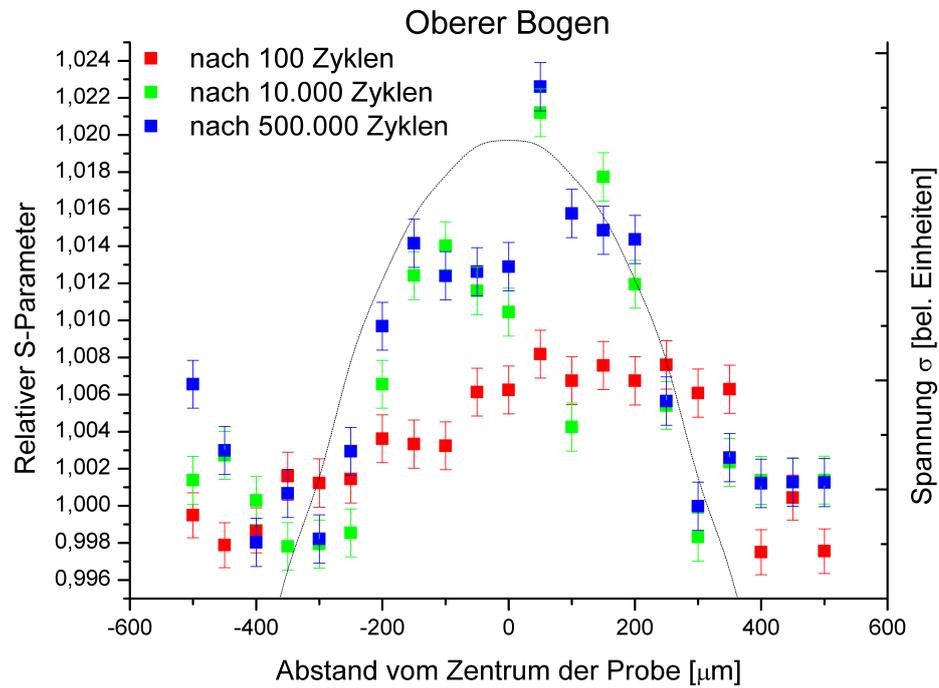


Abbildung 7.2: *Messung entlang des oberen Bogens.* Aufgetragen ist der relative S-Parameter gegen die Position auf der Probenlängsachse (vgl. Abb. 6.4). Hier kann man den Spannungsverlauf fast erahnen. Gut zu erkennen ist auch die Entwicklung der Schädigung mit steigender Lastwechselzahl. Der Wert der angelegten Spannung ist nicht zu ermitteln, da durch einen Software-Fehler bei der WVA ein unbekannter Faktor in die Kraftmessung eingebracht wurde. Anhand des rel. S-Parameters lässt sich aber abschätzen, dass die Spannung an diesem Bogen dem angelegten Spannungsprofil am nächsten kommt.

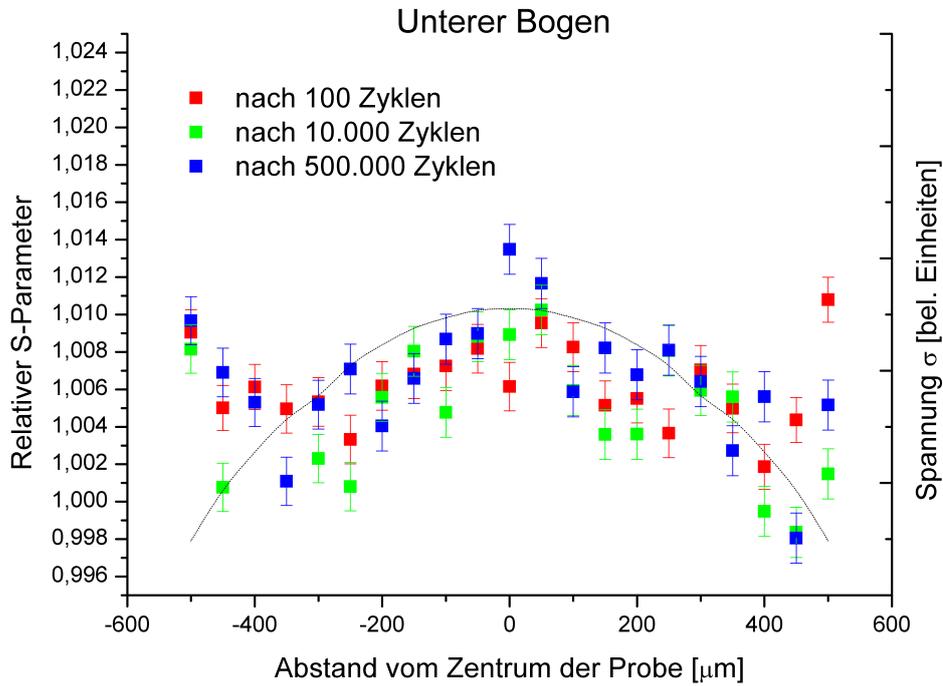


Abbildung 7.3: *Messung entlang des unteren Bogens.* Aufgetragen ist der relative S-Parameter gegen die Position auf der Probe (vgl. Abb. 6.4). Ein Wert von 1,000 entspricht dem unverformten Material. Hier ist Spannungsbogen zu erkennen, jedoch kann durch einen Software-Fehler bei der WVA kein absoluter Spannungswert angegeben werden. Auffällig ist hier, dass sich der Wert des rel. S-Parameters im Verlauf des Versuchs nicht weiter ändert, d.h. die Schädigung hat schon nach 100 Zyklen einen bestimmten Wert angenommen und ist im weiteren Verlauf nicht weiter gewachsen.

Der hohe Wert des relativen S-Parameters an der linken Seite des unteren Bogens kann dadurch erklärt werden, dass an dieser Stelle ein Loch im Material vorhanden war. Dies wurde durch eine Aufnahme mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop der Mikrosonde bestätigt (s. Abb. 7.4).

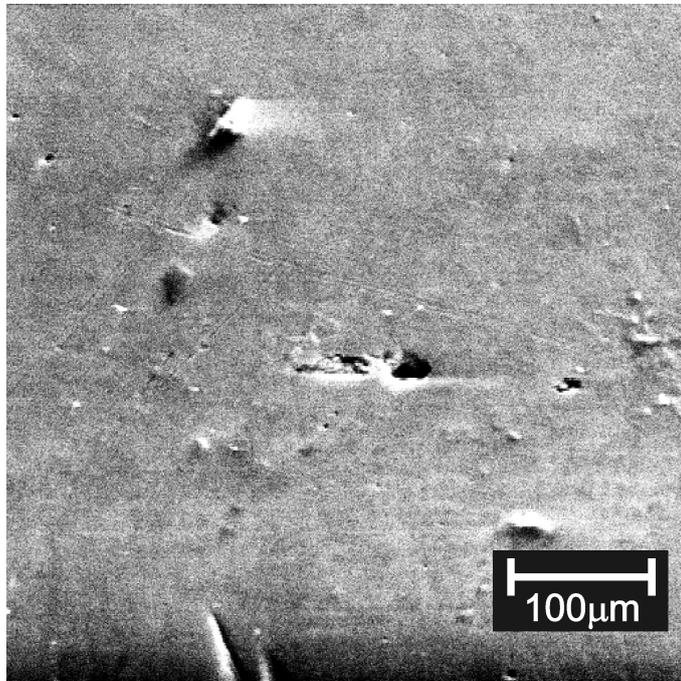


Abbildung 7.4: *Ein Loch in der Probe.* Dieses Loch liegt genau am linken Rand des Bogens, der in Abb. 7.3 gemessen wurde.

7.2 Positronen-Topf-Messung

Die folgende Probe wurde dünner dimensioniert (s. Kap. 5.1.4), im Positronen-Topf gemessen, und in der WVA mit den neuesten Haltebacken eingespannt (s. Kap. 5.1.3). Hierbei wurde eine GaP-„Pille“ mit einem Durchmesser von 1,8 mm, in die ^{68}Ge als Positronenquelle durch Bestrahlung mit Deuteronen erzeugt wurde, als Quelle verwendet, die direkt auf der Probe aufliegt. Jede Messung erfolgte in fünf Positionen im Abstand von 1,5 mm auf der Probe. Zuerst wurde das Zentrum und dann jeweils zwei weitere Position nach außen entlang der Mittellinie der Probe für mindestens ca. eine Stunde gemessen. Die maximal angelegte Spannung, die nur in der Mitte der Probe erreicht wird, betrug 300 MPa.

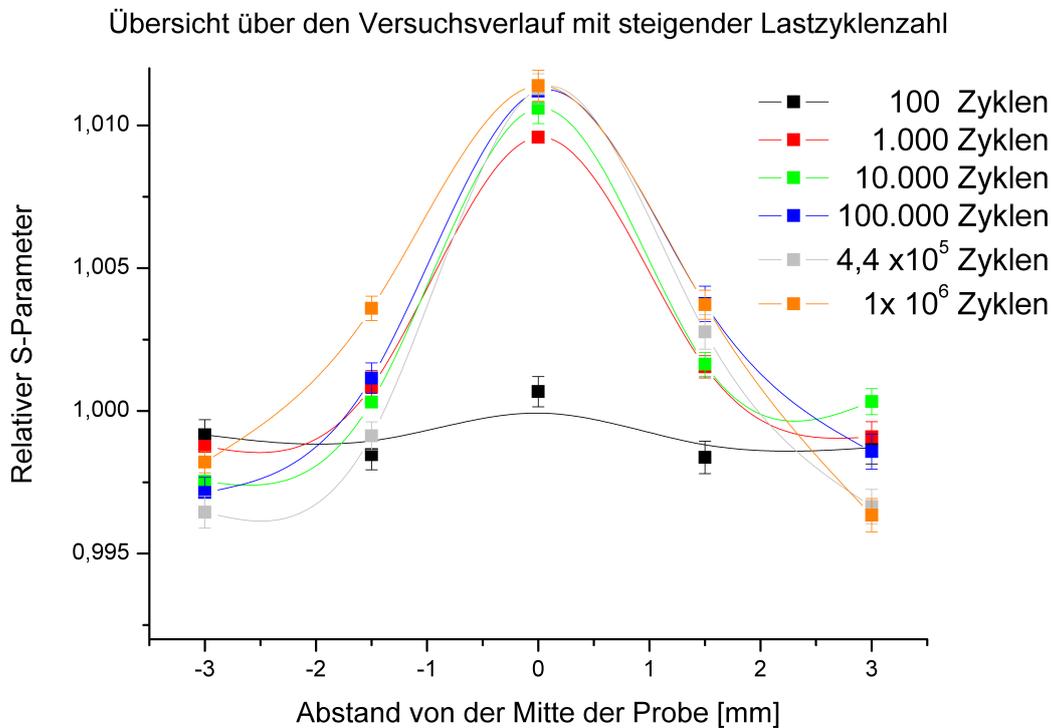


Abbildung 7.5: *Übersicht über die Topfmessungen.* Aufgetragen ist der rel. S-Parameter gegen die Position auf der Probenlängsachse. Die eingezeichneten Linien dienen nur zur besseren Unterscheidung der einzelnen Messungen. Die Mindestzählrate lag bei $2,6 \cdot 10^6$ im 511 keV-Peak. Die Halbwertsbreite des Monitorpeaks lag bei 1,23 keV.

Aus der Übersicht in Abbildung 7.5 ist zu erkennen, wie die sich Schädigung mit steigender Lastwechselzahl entwickelt. Im weiteren Verlauf des Versuchs ist der An-

stieg des relativen S-Parameters bei bis zu 10^6 Zyklen Wechselbelastung jedoch nur sehr gering.

Nimmt man den Verlauf des relativen S-Parameters aus der Mitte der Probe (Position 0) heraus und trägt diesen gegen den Logarithmus der Lastwechselzahl auf, erhält man Abbildung 7.6.

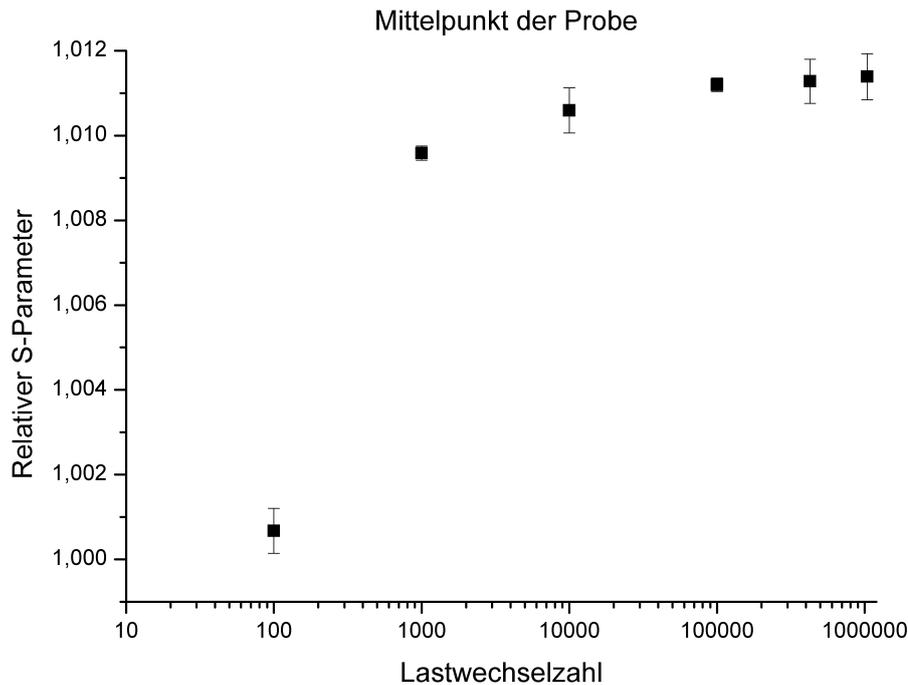


Abbildung 7.6: *Relativer S-Parameter in der Probenmitte gegen die Lastwechselzahl.* Der relative S-Parameter steigt zunächst steil an und ändert sich nach 1.000 Zyklen nur noch wenig. Dies kann auf das sehr große Mittellungsvolumen der Quelle zurückgeführt werden. Die Schädigungsstrukturen sind vermutlich viel kleiner.

Hier würde man zunächst einen linearen Zusammenhang erwarten [Ben02], der dann später in die Sättigung übergeht. Deutlich zu erkennen ist der steile Anstieg des relativen S-Parameters nach 100 Zyklen, der im weiteren Verlauf des Versuchs nur noch langsam ansteigt. Eine Erklärung hierfür bildet die Form und Art der Quelle. Mit einem Durchmesser der Quelle von 1,8 mm ist das Messvolumen der Positronen im Vergleich zur Änderung im Spannungsprofil groß. Da die maximale Eindringtiefe der Positronen aus dem β -Spektrum von ^{68}Ge in Stahl ungefähr $500\ \mu\text{m}$ beträgt wird eine Art Kegelstumpf in der Probe mit einem maximalen Durchmesser von etwa 2,7 mm gemessen. Dies ist zwar noch weniger als die schmalste Stelle der Probe, jedoch erfolgt eine Messung im Positronen-Topf als Mittelung über das gesamte

Volumen, das unter der Quelle bzw. etwas darüber hinaus liegt. Der Verlauf zeigt zwar, dass im Mittel der relative S-Parameter noch gering ansteigt, aber Aussagen, die kleinere orts aufgelöste Skalen betreffen, können mit dieser Messmethode nicht gemacht werden. Es muss also angenommen werden, dass die Änderungen der Schädigung in dieser Probengeometrie auf kleineren Skalen stattfindet (s.a. Abb. 6.3). Deshalb wurde die Probe nach 10^6 Zyklen in der Positronen-Mikrosonde gemessen (s. Kap. 7.3).

Betrachtet man noch einmal die Messungen nach 10^6 Zyklen separat und trägt den relativen S-Parameter zusammen mit Spannungsverlauf über die Geometrie der Probe auf, so sieht man, dass diese durch die Messung im Positronen-Topf gut wiedergegeben wird (s. Abb 7.7).

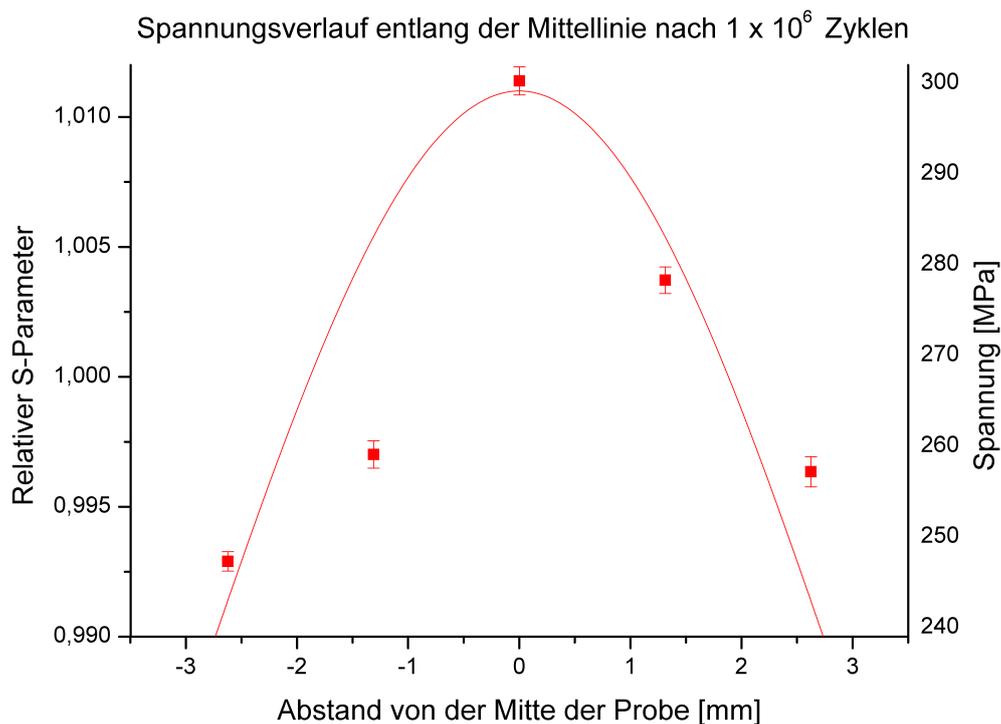


Abbildung 7.7: Vergleich von rel. S-Parameter mit dem Spannungsverlauf entlang der Mittellinie. Mit dieser Messung wird deutlich, dass der Spannungsverlauf über die Probengeometrie schon mit der Ortsauflösung von ca. 2 mm, die im Positronen-Topf möglich ist, wiedergegeben wird.

7.3 Positronen-Mikrosonden-Messung 2

Die Probe aus Kapitel 7.2 wurde nach 10^6 Zyklen in die Positronen-Mikrosonde eingebaut, um eine orts aufgelöste Messung durchzuführen.

Zunächst wurden die Mittellinie und die Bögen im Abstand von $500 \mu\text{m}$ vom Rand gemessen (s. Abb. 7.8, 7.9, 7.10).

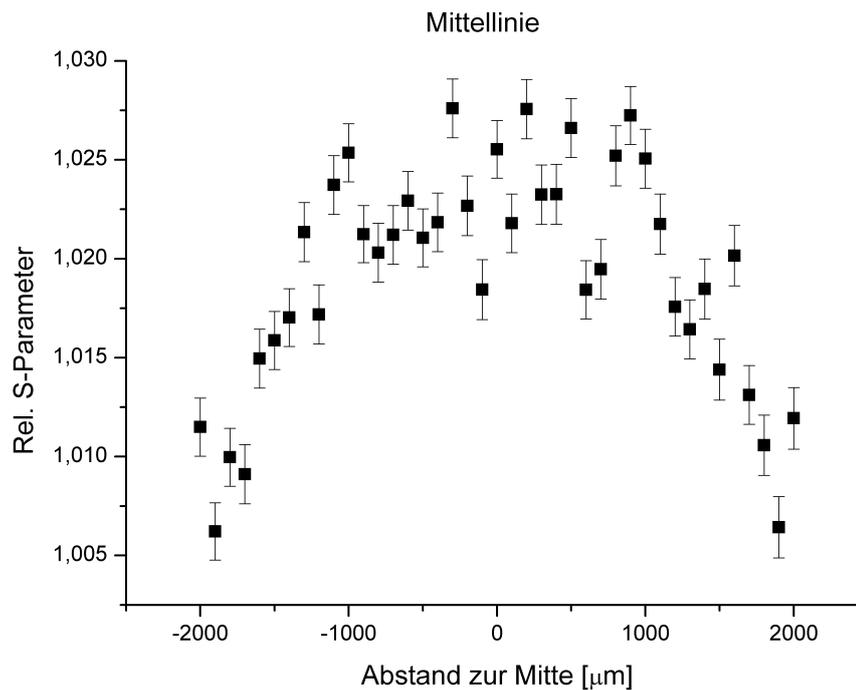


Abbildung 7.8: Messung entlang der Mittellinie nach 10^6 Zyklen. Die Maximalbelastung in der Mittelquerschnittsfläche betrug 300 MPa. Die Mindestzählrate lag bei 400.000 im 511 keV-Peak. Die Halbwertsbreite der Monitorlinie lag bei 1,23 keV.

Dann wurde eine Matrix über die Mittelfläche der Probe gemessen, um die räumliche Verteilung der Schädigung im Material zu untersuchen. Das Ergebnis ist in Abbildung 7.11 zu sehen.

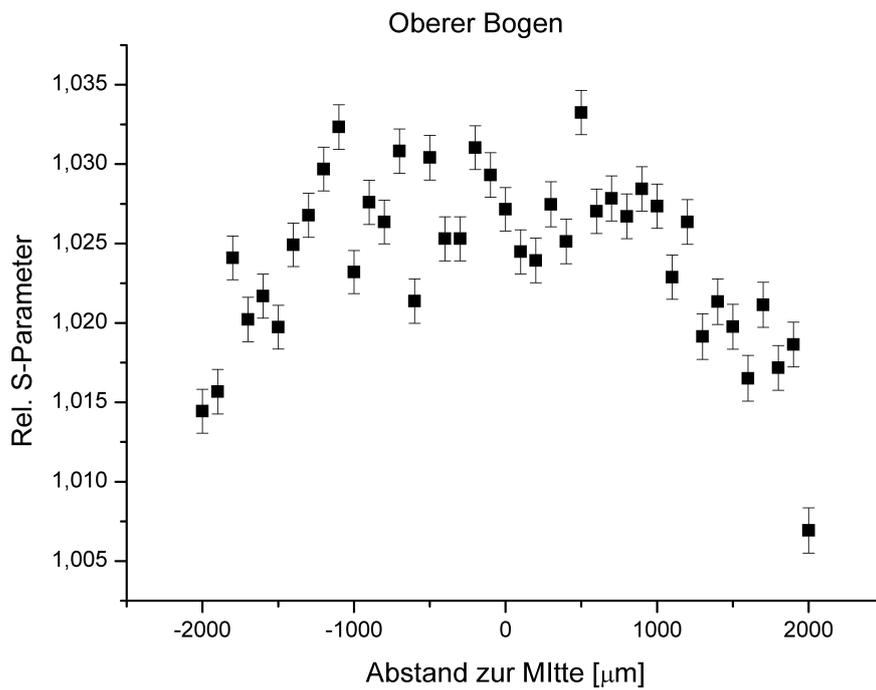


Abbildung 7.9: Messung entlang des oberen Bogens nach 10^6 Zyklen. Die Maximalbelastung in der Mittelquerschnittsfläche betrug 300 MPa. Die Mindestzählrate lag bei 440.000 im 511 keV-Peak. Die Halbwertsbreite der Monitorlinie lag bei 1,23 keV.

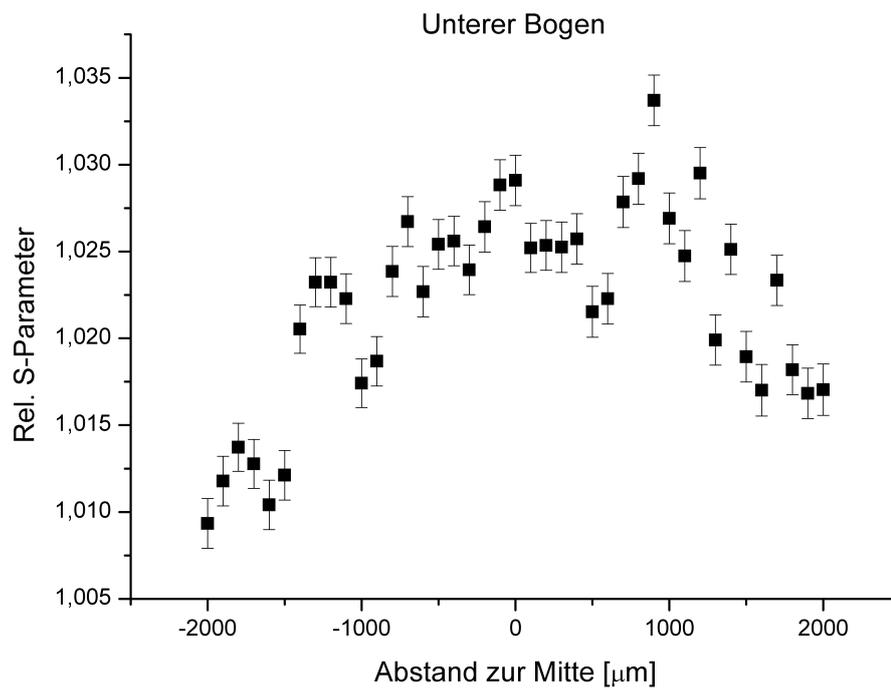


Abbildung 7.10: Messung entlang des unteren Bogens nach 10^6 Zyklen. Die Maximalbelastung in der Mittelquerschnittsfläche betrug 300 MPa. Die Mindestzählrate lag bei 440.000 im 511 keV-Peak. Die Halbwertsbreite der Monitorlinie lag bei 1,23 keV.

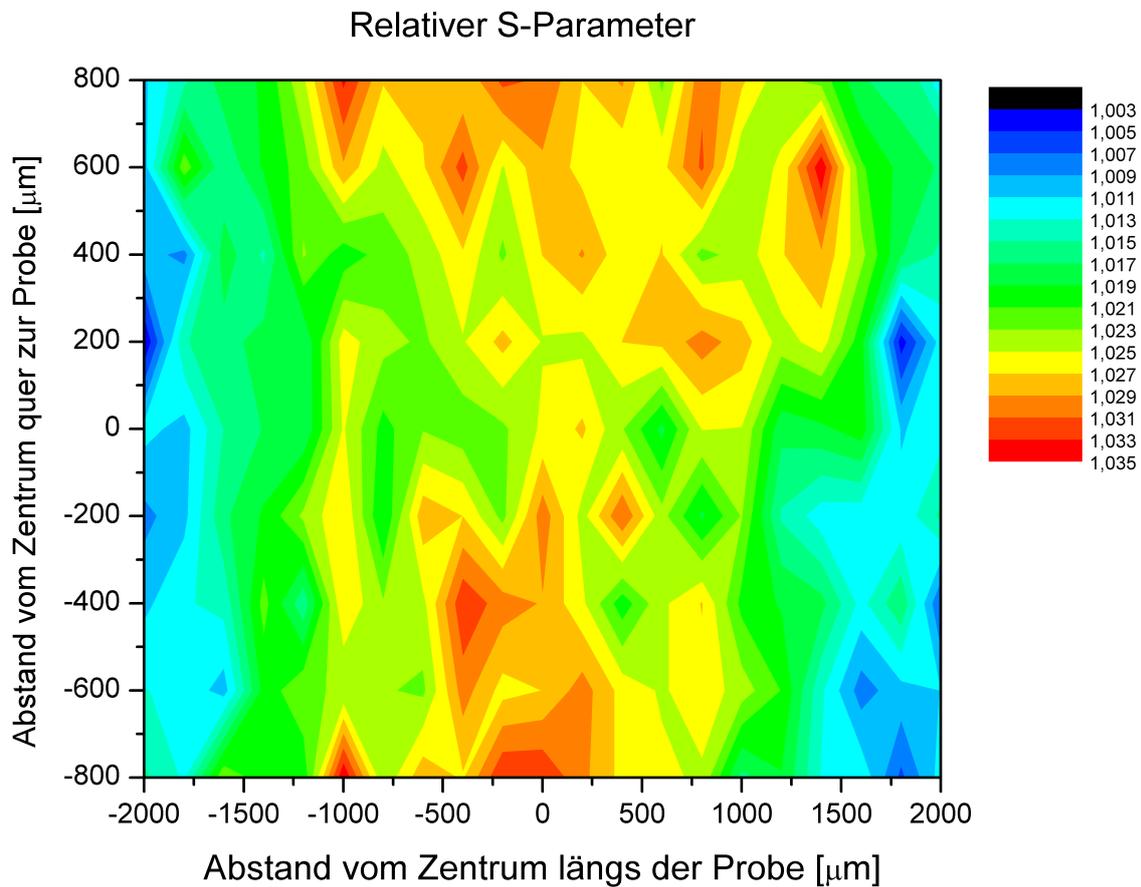


Abbildung 7.11: *Matrixmessung der Probenmitte nach 10^6 Zyklen.* Der S-Parameter ist farblich kodiert. Rot bedeutet ein hoher, blau ein niedriger rel. S-Parameter nahe des Ausgangszustandes. Die Schrittweite dieser Messung betrug $100\ \mu\text{m}$ bei einer maximalen Strahlausdehnung von ca. $40\ \mu\text{m}$. Die Mindestzählrate lag bei 300.000 im 511 keV-Peak. Die Halbwertsbreite der Monitorlinie lag bei 1,23 keV. Die Maximalbelastung in der Mittelquerschnittsfläche betrug 300 MPa.

Kapitel 8

Diskussion

Bei der ersten Messung mit der Mikrosonde hat sich gezeigt, dass durch einen Software-Fehler in der WVA ein unbekannter Faktor in die Kraftmessung eingebracht wurde. Man konnte hier keine genaue Aussage über die wirklich angelegte Spannung machen. Sie war so gering, dass sich die Mittellinie nach 500.000 Zyklen noch nahezu im Ausgangszustand befindet (Änderung des S-Parameters um ca. 0,8%). Auf den gemessenen Bögen lag die S-Parameteränderung auf einer Seite bei ca. 2,2%, auf der anderen bei ca. 1,3%. Somit ist die Probe wahrscheinlich schief und nicht mit der gewünschten Spannung belastet worden, man erkennt aber die Ausbreitung der Schädigung vom Rand her und am oberen Bogen lässt sich der Spannungsverlauf erahnen.

Bei der Messung im Positronen-Topf wird der Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse wiedergegeben. Die maximale Spannung auf der kleinsten Querschnittsfläche lag nach Reparatur der WVA bei 300 MPa. Die Größe der Quelle zusammen mit der Eindringtiefe der Positronen aus dem ^{68}Ge - β -Zerfall stellt für die hier verwendete Probengeometrie einen einschränkenden Faktor dar. Die Quelle hat einen Durchmesser von 1,8 mm. Es wird unter der Quelle ein Volumen von maximal ca. 2,8 mm mal 0,5 mm gemessen. Der mit dieser Quellengröße abgedeckte Spannungsbereich, der durch die Probengeometrie vorgegeben wird, ist für diese Messung zu groß. Würde man die Größe der Quelle stark verringern, so würde durch die Eindringtiefe der Positronen immer noch ein Volumen mit einem maximalen Durchmesser von 1 mm mit Positronen gemessen. Auch dies wäre für den Spannungsverlauf dieser Probe noch sehr groß. Die typischen Korngrößen in C45E liegen um 20 μm . Es wird also bei dieser Methode über eine große Anzahl von Körnern im Material und unterschiedliche lokale Spannungen gemittelt.

Die einzige Möglichkeit, um das Verhältnis zwischen Quellengröße und dem abgedeckten Spannungsbereich zu verbessern, wäre ein kreisförmiger Ausschnitt mit größerem Radius, der eine kleinere Spannungsänderung entlang der Probenlängsachse bedeuten würde.

Bei der zweiten Mikrosondenmessung wird zunächst bei den Messungen der Mittelli-

nie und den Bögen der Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse deutlich. Die Bögen weisen hierbei einen größeren S-Parameters (Maximalwert ca. 1,037) als die Mittellinie auf (Maximalwert ca. 1,028). So ist der willkürliche Startort der Schädigung bei der Messung von Matz Haaks, die bei einer Probengeometrie mit konstantem Spannungsverlauf stattfand, durch die hier verwendete Probengeometrie auf die geringste Querschnittsfläche festgelegt worden.

Die Ausbreitung der Schädigung vom Rand aus macht deutlich, dass eine Messung über die Mittellinie alleine nicht ausreicht, um eine Aussage über die Schädigung zu machen. Man muss die räumliche Verteilung der Schädigung über die gesamte Querschnittsfläche betrachten. Die größte Schädigung wird an der kleinsten Querschnittsfläche am Rand der Probe erreicht. Von hier wird demnach ein Versagen bzw. ein Bruch seinen Ausgangspunkt haben.

Auch wird eine Struktur der Schädigung bei den Messungen deutlich. Durch den geringen Strahldurchmesser bei der Positronen-Mikrosonde und die geringe Eindringtiefe dieser Positronen erfasst man maximal etwa fünf oberflächennahe Körner. Die Messung zeigt, dass auf dieser Skala eine Struktur in der Schädigung zu erkennen ist, d.h. das unterschiedliche Gefügestrukturen unterschiedlich auf die angelegte Spannung reagieren.

Einen Überblick über die räumliche Ausbreitung der Schädigung kann also nur durch eine Messung über mehrere Linien, wie in der Matrixmessung, gegeben werden. Der Strahldurchmesser darf bei einer solchen Messung nicht zu groß sein, da sonst wieder eine Mittelung über einen zu großen Spannungsbereich erfolgen würde. Die Matrixmessung zeigt auch, dass der für diese Probengeometrie interessante abgedeckte Spannungsbereich eine Ausdehnung von 4 mm besitzt.

Kapitel 9

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die Schädigung unter wechselnder Beanspruchung im ferritischen Stahl C45E untersucht. Die hierbei verwendete Probengeometrie bietet die Möglichkeit zur gleichzeitigen Untersuchung verschiedener mechanischer Spannungen.

Das Positron diente hierbei als Sondenteilchen zum zerstörungsfreien Nachweis von Defekten im kristallinen Aufbau. Ausgewertet wurde der S-Parameter als Maß für die Defektdichte. Hierbei dienten 4 cm mal 2 cm große, ca. 1 mm dicke Plättchen aus C45E mit zwei kreisförmigen Ausschnitten als Probe. Der Vorteil dieser Geometrie liegt darin, dass über die Probenlängsachse ein berechenbarer kontinuierlicher Querschnittsflächenverlauf vorliegt. Die angelegte Spannung wird so berechnet, dass an der schmalsten Stelle der Probe die gewünschte Maximalbelastung anliegt. So erhält man einen kontinuierlichen Spannungsverlauf entlang der Probe.

Die Proben müssen aufgrund der geringen Eindringtiefe der Positronen eine möglichst glatte Oberfläche aufweisen. Dies wird durch Schleifen und Polieren bis zu einer Diamantkorngröße von 1 μm gewährleistet. Anschließend werden die Proben normalgeglüht, um bei allen Proben einen gleichartigen Ausgangszustand mit einer Fehlstellenkonzentration einzustellen, die unter der Nachweisgrenze der PAS liegt.

Für die Messungen wurde zum einen der Positronen-Topf und zum anderen die Bonner-Positronen-Mikrosonde verwendet. Beide Messgeräte haben Vor- und Nachteile. So zeigte sich, dass die Messungen im Positronen-Topf relativ schnell durchzuführen sind, da die Messung eines Punktes minimal eine Stunde dauert. Als Quelle dient hier ^{68}Ge , welches in eine GaP-Pille von einem Durchmesser von 1,8 mm eingebettet wurde. Diese Quelle wurde in dem Positronen-Topf direkt auf die Probe gelegt. Unterhalb des Positronen-Topfes nahm ein Ge-Detektor die Annihilationsspektren auf. Durch die hohe Energie der Positronen aus dem β -Spektrum von ^{68}Ge und die Größe der Quelle im Bezug zu der Probengröße kann bei dieser Messmethode nur eine grobe Aussage über die Schädigung in der Probe gemacht werden. Der durch die Geometrie der Probe vorgegebene Spannungsverlauf konnte allerdings

auch mit dieser Methode schon sehr gut wiedergegeben werden.

Die Messungen in der Positronen-Mikrosonde liefern ein deutlicheres, da höher orts-aufgelöstes Bild der Schädigung. Hier ist der Zweck der Geometrie, einen Spannungsbereich entlang der Probe abzudecken, sehr deutlich bestätigt. Die größte Schädigung erfolgte an der schmalsten Stelle, wobei hier ein weiterer Aspekt aufgedeckt wurde. Eine Entwicklung der Schädigung vom Rand her, wie sie schon durch Messungen von Matz Haaks an einer Probe mit konstantem Spannungsverlauf gezeigt wurde, ist hier eindeutig bestätigt worden. Die Schädigung ist am Rand der Probe am größten. Somit genügt es nicht anzunehmen, dass die Schädigung auf der kleinsten Querschnittsfläche gleichmäßig stattfindet. Es muss immer auch am Rand der Probe gemessen werden, um sich ein Bild über die Schädigung auf der jeweiligen Querschnittsfläche zu machen.

Literaturverzeichnis

- [EN083] EN Norm 10083-1, *Vergütungsstähle - technische Lieferbedingungen für Edeltähle*, Beuth (1996)
- [Asm97] S. Lampman ed., *Metals Handbook, Vol 19: Fatigue and Fracture*, Am. Soc. of Metallurgy (1997)
- [Bau86] J. Bauschinger, *Mittheilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der königlichen Hochschule in München*, 13 (886) 1
- [Bel83] E.M. Belotti et al., *A New Experimental Limit on Electron Stability*, Phys. Lett. B, 124 (1983) 435
- [Ben02] K. Bennewitz, *Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Ber70] M. Bertolaccini, A. Dupasquier, *Phys. Rev. B*, 1 (1972) 2896
- [Ber89] W. Bergmann, *Werkstofftechnik*, Band 1 u. 2, Hansen (1989)
- [Ber92] W. Raith ed., *Bergmann-Schaefer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 6, Festkörper*, Walter de Gruyter (1992)
- [Ber97] C. Berger, K. Kloos, *Werkstoffprüfung*, in [Dub97], E24
- [Bom00] Ch. Bommas, *Diplomarbeit*, ISKP, Universität Bonn (2000)
- [Bra68] W. Brandt H. Waung, P. Levy, *Proceedings of an International Symposium on Color Centers in Alkali Halides*, (1968) 48
- [Bra72] W. Brandt, R. Paulin, *Phys. Rev. B*, 5 (1972) 2430
- [Chr91] H.-J. Christ, *Wechselverformung von Metallen*, Springer (1991)
- [Con71] D. Connors, V. Crisp, R. West, *J. Phys. F, : Met. Phys*, 1 (1971) 355
- [Cot53] A.H. Cottrell, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, Oxford University Press (1953)
- [Dau74] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet, D. Seeger, *Appl. Phys.*, 5 (1974) 117

- [Deb49] S. DeBenedetti, C. Cowan, W. Konneker, *Phys. Rev.*, 76 (1949) 440
- [Dek64] I. Dekthyar, D. Levina, V. Mikhalenkov, *Soviet Phys. Dokl.*, 9 (1964) 492
- [Dub97] H. Dubbel, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, Springer (1997)
- [Ehr86] P. Erhart, K. Robrock, H. Schober, in [Joh86], 3
- [Flü55] S. Flüge, *Handbuch der Physik - Kristallphysik*, Band 7, Teil 1 (1955)
- [Fra74] W. Frank, A. Seeger, *Appl. Phys.*, 3 (1974) 66
- [Got98] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer (1998)
- [Häk89] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1989) 809
- [Häk90] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1990) 12441
- [Haa74] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1974)
- [Haa97] M. Haaks, *Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen*, Diplomarbeit, ISKP, Universität Bonn (1997)
- [Haa03] M. Haaks, *Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln*, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Haa05] M. Haaks, K. Maier, *Lifetime Predictions of Steels*, in [Jen05]
- [Heh94] T. Hehenkamp, *Journ. Phys. Chem. Solids*, 55 (1994) 907
- [Hir61] P. Hirsch, D. Warrington, *Philos. Mag.*, 6 (1961) 735
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 3rd ed., Butterworth & Heinemann (1984)
- [Jen05] V. Jentsch et al., *Extreme Events*, Springer, to be published in 2005
- [Joh86] R. Johnson, A. Orlow, *Physics of Radiation Effects in Crystals*, Elsevier Scientific Publ. (1986)
- [Joh92] V. John, *Introduction to Engineering Materials*, 3rd ed., MacMillan Press (1992)
- [Kle90] I. Kleber, H. Bausch, J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag Technik (1990)

- [Kra99] R. Krause-Rehberg, H.S. Leipner, *Positron Annihilation in Semiconductors - Defect Studies*, Springer (1999)
- [Lud09] P. Ludwik, *Elemente der technologischen Mechanik*, 1. Aufl., Springer (1909)
- [Män00] U. Männig, *Fehlstellenuntersuchungen an Festkörpern mit der Bonner Positronen Mikrosonde*, Dissertation, Universität Bonn (2000)
- [Mac67] I. MacDonald, P. Kaufmann, B. Mckee, *Phys. Rev. Lett.*, 19 (1967) 946
- [Mit79] M. Mitchell, *Fundamentals of Modern Fatigue Analysis for Design*, in [Asm97], p. 228
- [Mül05] T. Müller, *Magnetfeld induzierte Diffusion von Positronen in Metallen*, Diplomarbeit, HISKP, Universität Bonn (2005)
- [Nie80] R.M. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev. B*, 22 (1980) 2226
- [Nie83] R.M. Nieminen, *Defect and Surface Studies with Positrons*, in Proceedings of the International School of Physics "Enrico Fermi" – Positron Solid State Physics, North Holland (1983), pp. 359-407
- [Rie97] M. Riehle, E. Simmchen, *Grundlagen der Werkstofftechnik*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1997) S. 273
- [Saa61] G. Saada, *Acta Metal.*, 9 (1961) 965
- [Sch81] H. Schäfer, Habilitation, Universität Stuttgart (1981)
- [Sch87] H. Schäfer, *Phys. Stat. Sol. A*, 102 (1987) 47
- [Sch92] W. Schilling, in [Ber92], S.297
- [See55] A. Seeger, *Theorie der Gitterfehlstellen*, in [Flü55], 383 ff
- [See65] A. Seeger, *Moderne Probleme der Metallphysik*, Springer (1965)
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, *Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur*, Karl Hanser Verlag (1989)
- [Wes73] R. West, *Adv. Phys.*, 22 (1973) 263
- [Wid97] T. Wider, *In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer*, Diplomarbeit, ISKP, Universität Bonn (1997)
- [Wid99] T. Wider, *Der Einfluss von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung*, Dissertation, ISKP, Universität Bonn (1999)

- [Wöh58] A. Wöhler, *Bericht über die Versuche, welche auf der Königlich-Niederschlesischen-Märkischen Eisenbahn mit Apparaturen zum Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt*, Zeitschrift für Bauwesen, 8 (1858) 642
- [Zam02] Ch. Zamponi, *Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern*, Dissertation, Universität Bonn (2002)

Danksagung

Besonderer Dank gilt Herrn Prof. Karl Maier für die interessante Aufgabenstellung. Seine Tür stand immer offen, wie er es so oft auszudrücken pflegte, und er hat sich immer die Zeit für nötige Erklärungen genommen und konnte dabei oft den entscheidenden Gedanken für ein Weiterkommen in Richtung der Lösung eines Problems geben. Sein Engagement für die Gruppe ging weit über die Grenzen des Instituts hinaus und reichte von der ein oder anderen Festivität bis hin zu persönlichen Lektionen für meinen Sohn Aaron, wie man am besten aus einem Strohalm ein Blasrohr für Papierkügelchen bastelt. Er sorgte immer für ein sehr angenehmes und aufgelockertes Arbeitsklima.

Herrn Dr. Vianden danke ich für die Übernahme des Korreferates dieser Diplomarbeit.

Mein Dank gilt ebenfalls der gesamten Arbeitsgruppe Maier, von denen jeder sehr hilfsbereit und immer offen für Fragen war.

Besonders hervorheben möchte ich hierbei zunächst Matz Haaks, der mir jederzeit mit Rat und Tat zur Seite stand, sei es bei Programmierfragen oder Tipps, die die richtige Behandlung der Mikrosonde betreffen.

Ebenso möchte ich Ingo Müller hervorheben, der für mich bei Problemen jeglicher Art immer der erste Ansprechpartner war und den ich jederzeit um Hilfe und Unterstützung bitten konnte. Er trug mit seiner unglaublich ausdauernden Hilfsbereitschaft entscheidend zum guten Arbeitsklima bei. Auch die gemeinsam erlebten Basketballspiele werden mir noch lange in Erinnerung bleiben.

Auch Martin Hövel möchte ich besonders erwähnen, da er mit seiner heiteren und freundlichen Art zur Auflockerung der Arbeitsatmosphäre beitrug und der mir geduldig Fragen bezüglich Programmierung und Grafikbearbeitung beantwortete.

Thorsten Müller möchte ich für die nette Kamaradschaft und der immer lockeren Betrachtungsweise einiger auch ernsterer Tatsachen danken.

Den Mitarbeitern der Feinmechanischen Werkstatt sowie der Elektronikwerkstatt danke ich für die tatkräftige und teils schnelle Unterstützung bei der Fertigung einiger Ideen.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mir dieses Studium ermöglicht haben und mich bei all meinen Taten unterstützten.

Ich möchte mich ganz herzlich bei meiner lieben Frau Anja und meinem Sohn Aaron für deren tolle Unterstützung bedanken!

Ebenfalls möchte ich mich bei meinen Schwiegereltern Erika und Rainer bedanken.

Ich danke allen, die mir während meines Studiums und meiner Diplomarbeit geholfen haben!