

Ortsaufgelöster Deuteriumnachweis in metallischen Werkstoffen

von
Christian Alexander Lenk

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz - Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch - Naturwissenschaftlichen - Fakultät

der

Rheinischen Friedrich - Wilhelms - Universität Bonn

im

Januar 2006

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

Bonn, den 23. 01. 2006

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Theoretische Grundlagen | 5 |
| 2.1 | Klassifikation der verschiedenen Defekttypen | 5 |
| 2.1.1 | Nulldimensionale Defekte | 6 |
| 2.1.2 | Eindimensionale Defekte | 7 |
| 2.2 | Plastische Verformung | 8 |
| 2.2.1 | Der Zugversuch | 8 |
| 2.2.2 | Das Wechselverformungsexperiment | 10 |
| 2.3 | Bruchmechanik | 11 |
| 2.4 | Ausscheidungshärtung und GP-Zonen | 12 |
| 2.5 | Wasserstoff in Metallen | 15 |
| 2.5.1 | Klassische Diffusion | 15 |
| 2.5.2 | Inkohärentes Tunneln | 16 |
| 2.6 | Diffusionslängen von Wasserstoff in Cu, Ni und Al | 17 |
| 3 | Der experimentelle Aufbau von HSaw | 19 |
| 3.1 | Das Funktionsprinzip von HSaw | 20 |
| 3.2 | Antrieb der Säge | 23 |
| 3.3 | Der Probenvorschub | 24 |
| 3.3.1 | Die Hardware des Probenvorschubs | 24 |
| 3.3.2 | Die Software des Probenvorschubs | 25 |
| 3.4 | Der Span-Abstreifer | 27 |
| 3.5 | Das Trichtersystem | 28 |
| 3.6 | Die Tiegelheizung | 29 |
| 3.7 | Ionisationsvakuummeter und Massenspektrometer | 30 |
| 3.8 | Das Kühlsystem | 32 |
| 4 | Änderungen an der HSaw | 35 |
| 4.1 | Neue Kugellager | 36 |
| 4.2 | Das neue Kühlsystem | 37 |
| 4.3 | Verbesserte Kühlspirale und größerer Dewar | 37 |
| 4.4 | Die neue Vakuumdrehdurchführung | 38 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 5 | Rißerzeugung an Compact-Tension-Proben | 39 |
| 6 | Messungen | 41 |
| 6.1 | Messung ohne Massenspektrometer | 41 |
| 6.2 | Deuteriumnachweis in einer NiCu-Legierung | 42 |
| 6.3 | Schnitt in den beladenen Bereich | 47 |
| 6.4 | Die Streifenprobe Teil I | 51 |
| 6.5 | Die Streifenprobe Teil II | 55 |
| 6.6 | Deuteriumnachweis in Aluminium | 59 |
| 6.6.1 | Der Aufbau des Probenhalters | 60 |
| 6.6.2 | Messung der „10 min“bestrahlten Probe | 61 |
| 6.7 | Deuterium in einer CT-Probe | 65 |
| 7 | Zusammenfassung | 69 |
| 8 | Ausblick | 71 |

Kapitel 1

Einleitung

Im Flugzeugbau wird seit ca. 40 Jahren die Aluminiumlegierung AA2024 im Rumpf- und Flügelbereich verwendet. Durch die lange Einsatzzeit dieser Legierung gibt es einen breiten Erfahrungsschatz über ihr Ermüdungsverhalten unter zyklischer Belastung. Sie wird im kaltausgehärteten Zustand in Niet- bzw. Klebbauweise verarbeitet.

Im letzten Jahrzehnt wurde ein Laserschweißverfahren entwickelt, welches diese konventionelle Art der Verbauung revolutionieren kann. Durch dieses Schweißverfahren kommt es zu einer erheblichen Gewichts- und damit einhergehend zu einer deutlichen Kostenreduktion. Die Legierung AA2024 läßt sich allerdings nicht ausreichend gut schweißen, weshalb eine neue Legierung AA6013 entwickelt wurde, welche den Ansprüchen des neuen Schweißverfahrens genügt.

Zu dieser neuen Legierung gibt es noch nicht so viele Erfahrungswerte zu ihren mechanischen Eigenschaften und speziell zu ihrem Ermüdungsverhalten. Deshalb ist es wichtig und interessant, den Werkstoff in Modellversuchen einer zyklischen Belastung auszusetzen, um so sein Rißbildungs- und Rißausbreitungsverhalten studieren zu können.

Im Flugzeug selbst wird aufgrund des äußeren Druckunterschiedes bei jedem Start- und Landevorgang die Außenhaut einem Verformungszyklus ausgesetzt. Hierdurch wird eine Ermüdung und eine Rißbildung an besonders belasteten Bereichen begünstigt.

Zamponi vergleicht in ihrer Dissertation die beiden Aluminiumlegierungen AA2024 und AA6013 u.a. in Wechselverformungsexperimenten auf ihr Rißausbildungsverhalten miteinander [Zam02]. Hövel hat speziell CT-Proben aus der Legierung AA6013 in der plastischen Zone auf eine erhöhte Wasserstoffkonzentration hin untersucht. Es konnte keine erhöhte Konzentration nachgewiesen werden [Hoe04].

Die hier vorgestellte Diplomarbeit gehört auch in diesen Themenkomplex und knüpft unmittelbar an die Experimente zur Untersuchung der plastischen Zone an. Das Ziel der Diplomarbeit besteht im Nachweis von Wasserstoff bzw. Deuterium in der plastischen Zone einer unter korrosiver Umgebung zyklisch verformten Probe.

Anlaß zur Beschäftigung mit diesem Themengebiet geben die Forschungsergebnisse der Dissertation von Zamponi [Zam02].

Zamponi konnte den eindeutigen Nachweis liefern, daß sowohl die Rißausbreitungsgeschwindigkeit als auch das Ausheilen der Leerstellen in der plastischen Zone davon abhängen, ob die Entstehung des Ermüdungsrisses in Luft oder in korrosiver Umgebung (3,5%iger NaCl-Lösung) stattfindet [Zam04].

Der Effekt des verzögerten Ausheilens von Leerstellen in der plastischen Zone vor der Rißspitze einer in korrosiver Umgebung zyklisch verformten Probe ist in Abbildung 1.1 dargestellt. Die einzelnen Bilder zeigen den Bereich direkt vor der Rißspitze, der mit der Bonner Positronenmikrosonde [Haa03] aufgenommen wurde. In einer Falschfarbendarstellung ist der relative S-Parameter, welcher ein Maß für die vorhandene Fehlstellendichte ist, aufgetragen.

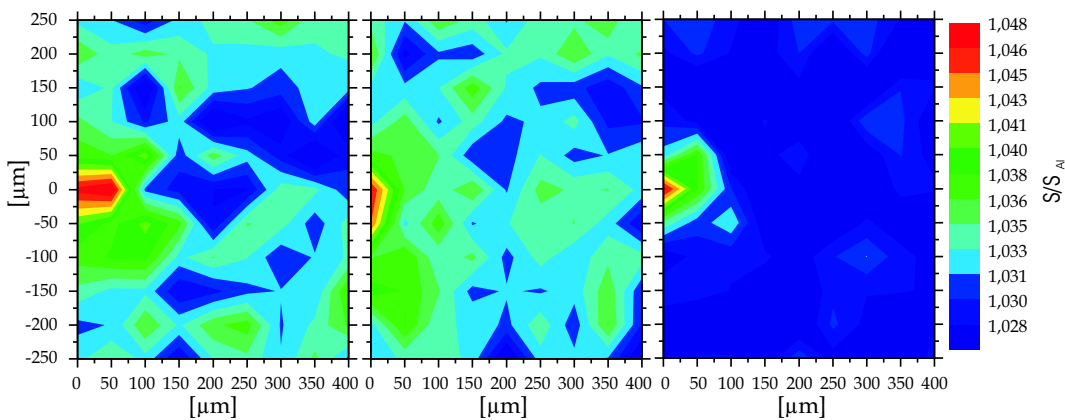


Abbildung 1.1: Die Aufnahmen zeigen in einer Falschfarbendarstellung den relativen S-Parameter einer zyklisch verformten CT-Probe. Der Bereich vor der Rißspitze wurde direkt nach der Verformung (linkes Bild), nach drei Wochen (mittleres Bild) und nach neun Wochen (rechtes Bild) aufgenommen. Die Rißspitze liegt exakt im Koordinatenursprung ($x=y=0$). An dem roten Bereich erkennt man, daß es selbst nach neun Wochen noch nicht zu einem vollständigen Ausheilen der Probe gekommen ist. Dieses Verhalten ist nur bei Proben beobachtet worden, die in NaCl-Lösung verformt wurden. Proben, die unter normaler Atmosphäre verformt wurden, zeigen ein sofortiges Ausheilen der Defekte [Zam04].

Die Aufnahmen wurden der Reihenfolge nach direkt im Anschluß an die Verformung (linkes Bild), nach drei Wochen (mittleres Bild) und nach neun Wochen (rechtes Bild) gemacht.

Die Rißspitze liegt exakt im Ursprung des Koordinatensystems ($x = y = 0$). Wie man am roten Bereich der Bilder sieht, ist die Probe selbst nach neun Wochen nicht vollständig ausgeheilt. Vergleichsmessungen von Proben, die unter normaler Atmosphäre verformt worden sind, zeigen, daß Einzelleerstellen sofort ausheilen oder mit gelösten Fremdatomen Komplexe bilden [Zam04].

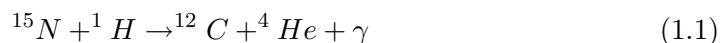
Eine mögliche Erklärung für dieses verzögerte Ausheilverhalten besteht darin, daß Wasserstoff aus der NaCl-Lösung in die plastische Zone diffundiert und sich dort bevorzugt in die Fehlstellen setzt. Dies führt zu einer verminderten Beweglichkeit der Fehlstellen und hat ein verzögertes Ausheilverhalten zur Folge.

Wenn diese Vermutung wirklich zutrifft, sollte sich in der plastischen Zone eine erhöhte Wasserstoffkonzentration nachweisen lassen.

Es gibt mehrere etablierte Methoden, die Wasserstoff in Metallen nachweisen können, allerdings liefern alle nur unbefriedigende Resultate im Bezug auf Auflösung bzw. Empfindlichkeit. Außerdem konnte bisher mit keiner dieser Methoden Wasserstoff in der plastischen Zone nachgewiesen werden.

Nuclear Reaction Analysis (NRA)

Diese Methode wird angewendet, wenn die Wasserstoffkonzentration in einem Festkörper als Funktion der Tiefe aufgenommen werden soll. Für eine zuverlässige und quantitative Bestimmung der Wasserstoffverteilung wird dabei häufig die Kernreaktion



verwendet, die bei der Energie $E({}^{15}\text{N}) = 6,385$ MeV eine scharfe Resonanz besitzt. Als charakteristische Strahlung wird das 4,43 MeV γ -Quant nachgewiesen, das beim Übergang des ${}^{12}\text{C}$ -Kerns vom ersten angeregten Zustand in den Grundzustand emittiert wird. Wird ein γ -Quant mit dieser Energie in einem Detektor registriert, kann auf die obige Reaktion und damit auf Wasserstoff geschlossen werden [Sch97].

Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)

Bei dieser Methode wird durch ein einfallendes Projektil das Targetatom aus der Substanz herausgestoßen und unter dem meist kleinen Rückstoßwinkel ϕ nachgewiesen. Aus der gemessenen Rückstoßenergie E_T schließt man dann auf die Tiefenverteilung der Targetatome. Da man bei der ERDA-Methode einen großen Teil der Energie des Projektils auf das Targetatom übertragen muß, funktioniert diese Technik nur, wenn die Masse des Projektils vergleichbar oder größer ist als die Masse des angestoßenen Atoms [Sch97].

In der vorliegenden Diplomarbeit wird ein an der Universität Bonn entwickeltes Gerät zum Wasserstoff- bzw. Deuteriumnachweis in Werkstoffen verwendet. Es handelt sich um die sogenannte HSaw, die von Hövel in seiner Diplomarbeit entwickelt wurde. Nachfolgend soll das Prinzip, nach dem die HSaw arbeitet, kurz vorgestellt werden.

Bei diesem experimentellen Aufbau wird die Wasserstoffdesorption ausgenutzt. Das bedeutet, daß der Wasserstoff bei hohen Temperaturen aus der Probe ausdiffundiert wird. Findet dies unter Vakuum statt, kann durch die Druckerhöhung auf die Menge des ausdiffundierten Gases geschlossen werden.

Bei dem Aufbau selbst werden aus einer Probe Späne mit einem Sägeblatt herausgesägt. Somit ist die Ortsauflösung des Verfahrens nur durch die Größe der Späne und die apparativ bedingte Nachweisgrenze für Wasserstoff beschränkt.

Während der Diplomarbeit kam es neben baulichen Verbesserungen an der HSaw zu drei entscheidenden Änderungen:

- 1) Ionisationsvakuumeter \Rightarrow Massenspektrometer
- 2) Wasserstoff \Rightarrow Deuterium
- 3) Aluminiumlegierung AA6013 \Rightarrow Nickel-Kupfer-Legierung (50:50)

Neben dem Ionisationsvakuumeter wurde zusätzlich ein Massenspektrometer installiert. Dieses ist um vier Größenordnungen empfindlicher und es besteht die Möglichkeit, auch elementspezifische Partialdrücke zu messen. Mit dem Ionisationsvakuumeter war es bisher lediglich möglich, den totalen Druck im unteren Rezipienten aufzunehmen.

In den durchgeführten Messungen wurden die Proben immer mit Deuterium statt mit Wasserstoff beladen. Die Verwendung von Deuterium ist von Vorteil, weil dieses von Natur aus nicht in einer Metallprobe vorhanden ist. Bei Wasserstoff hat man das Problem, daß dieser trotz Ausheizprozedur unvermeidbar in den zu untersuchenden Proben eingelagert ist. Es kann sein, daß aufgrund dieses erhöhten Untergrundes der Nachweis von Wasserstoff in der plastischen Zone mit der HSaw prinzipiell nicht geführt werden kann.

Des weiteren wurde hauptsächlich eine Nickel-Kupfer-Legierung als Probenmaterial verwendet, weil sich dieses im Gegensatz zu Aluminiumlegierungen einfacher elektrochemisch beladen läßt.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Klassifikation der verschiedenen Defekttypen

Ein realer Kristall besitzt im Gegensatz zu einem idealen Kristall Defekte. Eine passende Definition für Defekte sei hier kurz angegeben:

Falls um ein beliebig herausgegriffenes Atom die unmittelbare Umgebung (im zeitlichen Mittel) eine andere prinzipielle Symmetrie hat als die Umgebung eines Referenzatoms in einem perfekten Teil des Kristalls, haben wir am Aufpunkt einen Defekt [Foe06].

Als einfachstes Beispiel für einen Defekt wäre demnach die Oberfläche eines Kristalls zu nennen, und somit gibt es auf dieser Welt auch keinen einzigen idealen Kristall [Foe06].

Die Defekte können die elektrischen und mechanischen Eigenschaften eines Materials entscheidend verändern. Für diese Diplomarbeit von besonderem Interesse ist der Umstand, daß die Gitterfehler, speziell Leerstellen, ein attraktives Potential für Wasserstoff darstellen. Dieser kann in die Leerstellen springen und somit zu einer verminderten Beweglichkeit selbiger führen.

Um die verschiedenen Defekttypen zu ordnen, bietet sich eine Klassifikation nach ihrer Dimensionalität an.

2.1.1 Nulldimensionale Defekte

Man spricht in diesem Zusammenhang auch von Punktdefekten, Punktfehlern oder atomaren Defekten. Punktdefekte sind Symmetrieverletzungen in atomarer Ausdehnung (nach [Foe06]). Prinzipiell unterscheidet man zwei Arten von Punktdefekten: den intrinsischen und den extrinsischen Defekt. Intrinsische Defekte (siehe Abb. 2.1) werden ohne Hilfe von außen gebildet. Es gibt hier die Leerstellen und die sogenannten Eigenzwischengitteratome (EZA).

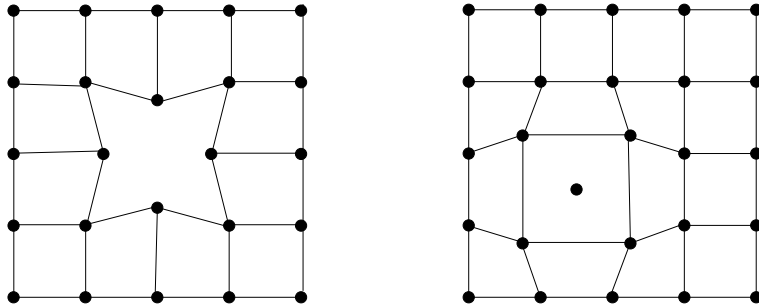


Abbildung 2.1: Die Abbildung zeigt sogenannte intrinsische Defekte: links erkennt man eine Leerstelle und rechts ein Eigenzwischengitteratom (nach [Foe06]).

Extrinsische Defekte (siehe Abb. 2.2) kann man mit Hilfe einer fremden Atomsorte konstruieren. Hierbei gibt es die substitutionellen und die interstitiellen Fremdatome.

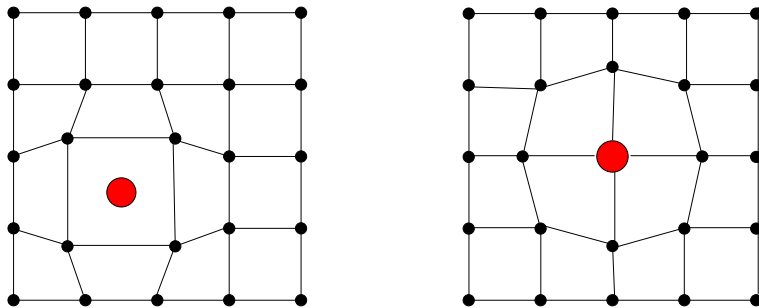


Abbildung 2.2: Die Abbildung veranschaulicht extrinsische Defekte: links erkennt man ein interstitielles Fremdatom und rechts ein substitutionelles Fremdatom (nach [Foe06]).

Ein Kristall, der sich im thermodynamischen Gleichgewicht befindet besitzt, immer und unvermeidbar eine gewisse Anzahl an Leerstellen und EZAs. Außerdem können Leerstellen und EZAs im Nichtgleichgewicht durch plastische Verformung und Teilchenbestrahlung erzeugt werden.

Eine sehr wichtige Bedeutung kommt den Leerstellen bei der Diffusion von substitutionellen Fremdatomen in einem Material zu. Die Diffusion von interstitiellen Fremdatomen hingegen kommt ohne diese Leerstellen aus.

2.1.2 Eindimensionale Defekte

Die einzigen eindimensionalen Defekte sind die Versetzungen. Es gibt zwei Grundtypen von Versetzungen: die Stufenversetzung und die Schraubenversetzung (siehe Abb. 2.3). In einem Kristall ist im Allgemeinen eine Mischung aus beiden Typen vorhanden. Versetzungen werden durch den Burgersvektor und die Versetzungslinie charakterisiert. Stehen der Burgersvektor und die Versetzungslinie parallel zueinander, so liegt eine Schraubenversetzung vor. Stehen sie hingegen senkrecht aufeinander, so handelt es sich um eine Stufenversetzung. Eine weitere Eigenschaft von Versetzungen ist, daß sie keinen Anfangs- und Endpunkt im Inneren des Gitters haben können. Sie sind entweder ringförmig, oder aber sie enden an der Oberfläche des Kristalls.

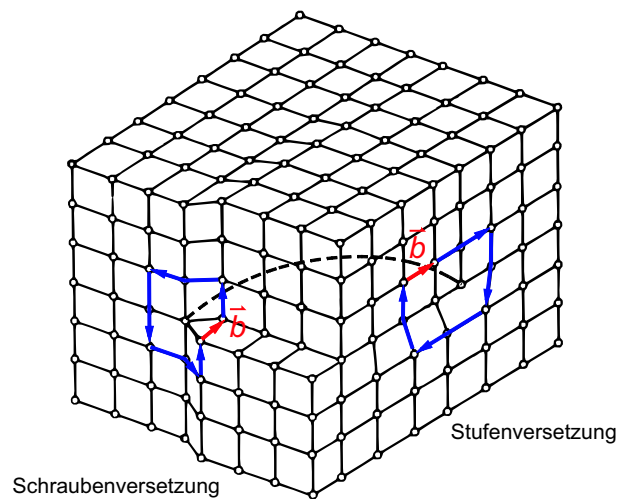


Abbildung 2.3: Versetzungslinien können nicht im Inneren des Gitters enden. Sie bilden entweder sogenannte Versetzungsringe, oder enden an der Oberfläche des Kristalls. Je nachdem, ob der Burgersvektor \vec{b} und die Versetzungslinie (gestrichelt) parallel oder senkrecht zueinander stehen, unterscheidet man zwischen Schraubenversetzung oder Stufenversetzung (nach [Joh92]).

Versetzungen bewegen sich vorzugsweise auf Gleitebenen, welche vom Burgersvektor und der Versetzungslinie aufgespannt werden.

Die herausragende Eigenschaft von Versetzungen besteht darin, daß plastische Verformung einzig und allein mit Hilfe der Versetzungen möglich ist. Ohne Versetzungen wären alle Kristalle spröde wie Glas.

Versetzungen erzeugen ein weitreichendes elastisches Spannungsfeld, wodurch es zu Wechselwirkungen mit anderen Versetzungen oder Ausscheidungen kommt. Die dabei entstehenden Komplexe sind teilweise unbeweglich und stellen Hindernisse für die weitere Versetzungsbewegung dar [Hul84, See65].

Durch Anhäufung solcher unbeweglicher Hindernisse während einer plastischen Ver-

formung kommt es zu einer makroskopischen Verfestigung des Festkörpers [Vol89]. Ein wichtiger Prozeß zur Erzeugung von Versetzungen stellt die sogenannte Versetzungsmultiplikation dar [Foe06].

2.2 Plastische Verformung

Nachdem nun die Defekte, die in einem realen Kristall auftreten können, skizziert worden sind, interessiert uns nun auf welche Art und Weise er reagiert, wenn man gezielt Kräfte auf ihn einwirken läßt. Dieser Abschnitt beschränkt sich hierbei auf die zwei wichtigsten Experimente zur Charakterisierung eines bestimmten Materials: den Zugversuch und das Wechselverformungsexperiment.

Allgemein läßt sich jedoch sagen, daß die Verformung von Metallen makroskopisch gesehen aus einem reversiblen elastischen und einem irreversiblen plastischen Anteil besteht. Im elastischen Bereich verhält sich ein gegebenes Material makroskopisch wie eine Feder. Mikroskopisch betrachtet kommt es jedoch schon zu bleibenden Veränderungen im Material. Bei entsprechend großer Anzahl an Verformungszyklen werden diese Veränderungen dann auch makroskopisch sichtbar. Diese mikroskopischen Veränderungen sind die Ursache für das Phänomen der Materialermüdung. Neben der chemischen Zusammensetzung eines Materials und seinem Gefüge spielt also auch sein aktueller Verformungszustand eine entscheidende Rolle für mechanische Eigenschaften wie Härte, Zugfestigkeit oder Zerspanbarkeit.

2.2.1 Der Zugversuch

Beim Zugversuch wird die Zugprobe einer langsam und stetig zunehmenden Verlängerung Δl unterworfen und die dazu erforderliche Kraft F gemessen. Dabei wird die Dehnrate

$$\dot{\epsilon} = \frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta l}{l} \right) \quad (2.1)$$

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

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (2.2)$$

Dabei wird die Einschnürung der Probe während des Versuchs vernachlässigt. Abbildung 2.4 zeigt den für eine duktile Probe typischen Verlauf der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve [Haa03].

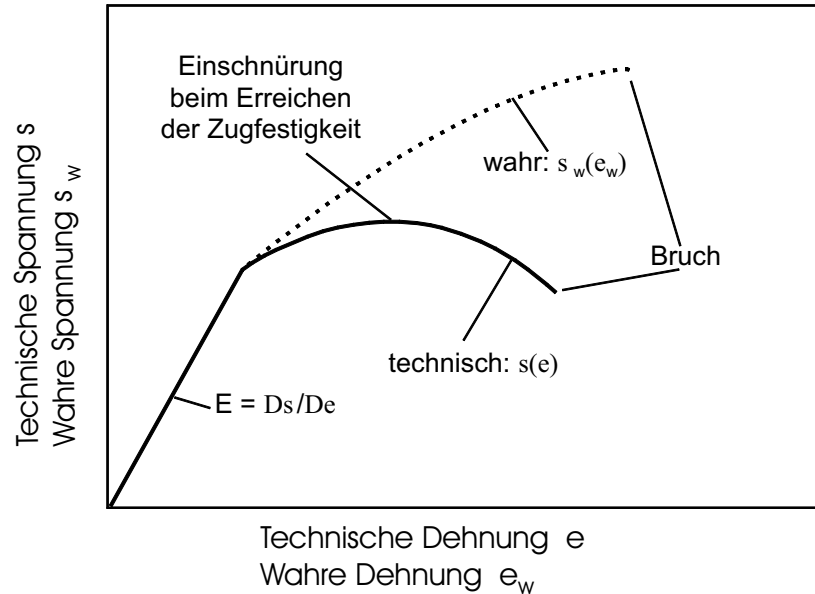


Abbildung 2.4: Technische und wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve für einen typischen unlegierten Stahl. Im Gegensatz zur technischen Spannung σ steigt die wahre Spannung σ_w bis zum Bruch kontinuierlich an ([Haa03] nach [Mit79]).

Man erkennt einen linearen Verlauf der Kurve im Bereich kleiner Dehnungen. Dieser Bereich, in welchem die Spannung proportional zur Dehnung ist, nennt man Hook'schen Bereich.

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

Die Proportionalitätskonstante ist der Elastizitätsmodul E . Die Spannung σ_p , bis zu welcher die Dehnung noch proportional mitwächst, lässt sich nur schwer exakt bestimmen. Aus diesem Grund wurde die sogenannte Streckgrenze eingeführt. Das ist diejenige Spannung, bei der eine bestimmte bleibende Dehnung nach der Entlastung auftritt. Meist verwendet man eine Dehnung von $0,2\%$ ($\sigma_{0,2}$).

Nach dem elastischen Bereich erkennt man in der Abbildung den plastischen Bereich. Die Kurve erreicht schließlich ein Maximum der technischen Spannung, wobei es hier aber noch nicht direkt zum Bruch kommt. Stattdessen reicht im weiteren Verlauf sogar eine kleinere technische Spannung aus, um die Probe noch etwas weiter zu dehnen, bis diese dann doch letztendlich bricht. Die wahre Spannung, bei der die Querschnittsverringeringung berücksichtigt wird, steigt hingegen, anders als die technische Spannung, bis zum Bruch kontinuierlich an. Die wahre Spannung lässt sich berechnen, solange Volumenkonstanz vorausgesetzt werden kann ([Haa03] nach [Got98]):

$$\sigma_w = \frac{F}{A} = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (2.4)$$

Ebenso kann die wahre Spannung ε_w definiert werden [Lud09]:

$$\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon) \quad (2.5)$$

Diese Beziehungen gelten allerdings nur in Abwesenheit lokaler Einschnürungen oder Risse, das heißt für Spannungen kleiner Zugfestigkeit und Dehnungen kleiner der Gleichmaßdehnung ε_G [Haa03].

2.2.2 Das Wechselverformungsexperiment

Dieses Experiment simuliert Belastungen, wie sie an Bauteilen auftreten, die einer periodisch wirkenden Kraft ausgesetzt sind (wie z.B. der Flugzeugaußenhaut oder den Tragflächen). Die Probe wird sowohl unter einer bestimmten Dehnungsamplitude als auch einer definierten Frequenz verformt. Man wählt die angelegte Spannung meist so gering, daß der Hook'sche-Bereich nicht überschritten wird und die dadurch entstehende Verformung makroskopisch betrachtet elastisch bleibt. Hier unterscheidet man zwischen einer dehnungskontrollierten und einer spannungskontrollierten Wechselverformung.

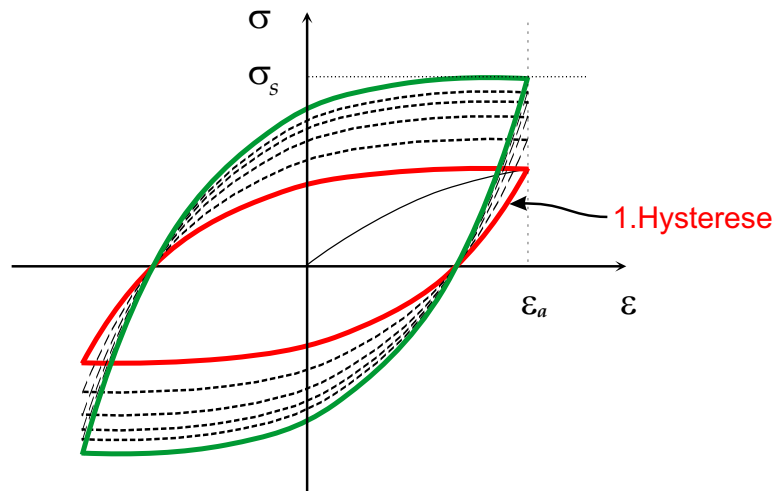


Abbildung 2.5: Idealisierte Hysteresekurven bei einem dehnungskontrollierten Wechselverformungsversuch. Die erste Hysteresekurve ist rot dargestellt. Während des Versuchs steigt die maximale Spannung in der Hysteresekurve aufgrund der Verfestigung bis zu einem Maximum an. Die Hysteresekurve bei maximaler Festigkeit des Materials ist grün dargestellt (nach [Haa03]).

Abbildung 2.5 zeigt eine typische Spannungs-Dehnungskurve einer dehnungskontrollierten Verformung. Man erhält eine Hysterese. Mit wachsender Zyklenzahl wird die Spannung, die man aufwenden muß, um eine bestimmte Dehnung zu erreichen,

immer größer. Der Grund dafür besteht in einer Verfestigung des Materials, man spricht auch von der sogenannten Verformungsfestigung.

2.3 Bruchmechanik

Jedes mechanisch beanspruchte Bauteil bricht irgendwann, sofern entweder die Belastungen oder aber die Lastzahlen groß genug sind. Man unterscheidet die verschiedenen Arten, auf die es zu einem Bruch kommen kann, wie folgt.

Der Sprödbbruch:

Kommt es schon nach einer kurzzeitigen Belastung zum Bruch, so spricht man von einem Sprödbbruch. Außerdem ist die dabei entstandene plastische Verformung nur sehr gering ausgeprägt. Typisches Material für solch einen Bruch sind Keramiken oder aber auch gehärteter Stahl.

Der Duktilbruch:

Auch bei dem sogenannten Duktilbruch ist nur eine kurzzeitige Belastung vorausgegangen. Man unterscheidet diesen aber vom Sprödbbruch deswegen, weil nun eine deutliche plastische Verformung aufgetreten ist. Typische Materialien für diese Art von Bruch sind Aluminium, Baustahl, Blei bzw. allgemein Metalle.

Der Kriechbruch:

Im Gegensatz zu den beiden oben vorgestellten Brucharten geht diesem Bruch eine lang andauernde Belastung voraus (typisches Material hierfür sind Polymere).

Der Ermüdungsbruch:

Unter einem Ermüdungsbruch versteht man einen Bruch, dem eine andauernde Wechselbeanspruchung vorausgeht, deren Spannungsamplitude im Hook'schen Bereich liegt.

Für uns von Interesse ist im folgenden nur der letztgenannte Ermüdungsbruch. Dem finalen Ermüdungsbruch gehen die Stadien der Rißbildung und der Rißausbreitung voraus. Die Rißbildung beginnt meist an einer Unregelmäßigkeit des Kristalls. Dies kann im einfachsten Fall direkt an der Oberfläche sein, aber auch im inneren des Kristalls, wie z.B. an Ausscheidungen, Einschlüssen, Mikrorissen, Hohlräumen oder Korngrenzen. Die Ursache liegt darin, daß an diesen Stellen während des Verformens lokale Spannungsmaxima auftreten.

Die Rißausbreitung selbst kann man nun ebenfalls in drei Stadien einteilen. Im ersten Schritt breiten sich in der Umgebung des Rißkeimes kleine Mikrorisse in Richtung der maximalen Schubspannung (45° zur Lastrichtung) aus. Wenn der Riß nun eine hinreichende Länge erreicht hat, kommt es zu einer Änderung des Spannungszustandes (von Schub- zu Normalspannung) und der Riß schwenkt senkrecht zur äußeren Lastrichtung um. Damit befindet sich der Riß auch schon im zweiten Stadium, in

dem der Fortschritt von der Spannungskonzentration an der Rispitze bestimmt wird. Wie man in Abbildung 2.6 erkennt, bildet sich vor der Rispitze die sogenannte plastische Zone aus, welche ein Bereich mit erhohter Versetzungsdichte ist ([Irw58], [Bro78]). Man spricht in diesen ersten beiden Stadien auch von einer stabilen Riausbreitung.

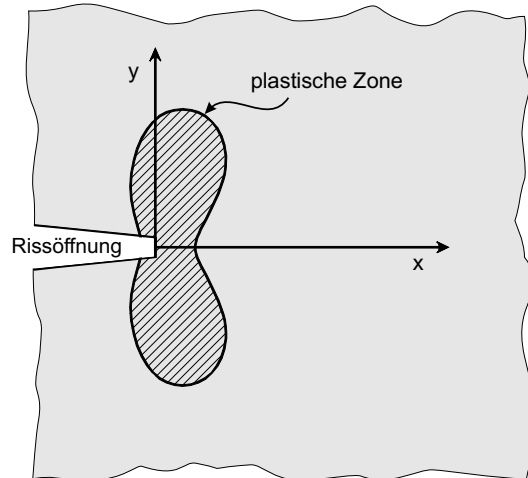


Abbildung 2.6: Typische berechnete Form der plastischen Zone vor einem Ermdungsriss nach Dugdale [Dug60].

Im dritten und letzten Stadium kommt es dann ohne weitere Erhohung der Spannung zu einem Fortschreiten des Risses bis zum Bruch. Man kann dieses instabile Verhalten dadurch erklren, da sich der tragende Querschnitt soweit verringert hat, da im Restquerschnitt die Zugfestigkeit des Materials berschritten ist (nach [Ber97,Fin80]).

2.4 Ausscheidungshrtung und GP-Zonen

Am Beispiel der Aluminiumlegierungen AA2024 und AA6013, die von Zamponi und Hvel intensiv untersucht wurden, soll das Phnomen der Ausscheidungshrtung beschrieben werden.

In diesen Legierungen ist neben dem Hauptbestandteil Aluminium auch noch Kupfer (zwischen 1 bis 4 Gewichtsprozent) vertreten. Durch das Hinzufgen des Kupfers erreicht man eine Hrtung des Materials, ohne die man sich die Verwendung von Aluminium im Flugzeugbau gar nicht vorstellen kann. Es handelt sich in diesem Fall um die sogenannte Ausscheidungshrtung.

Als Beispiel einer solchen Hrtung, und um die Ursache der Hrtung, die Guinier-Preston-Zonen, zu erklren, wird hier das Verhalten einer Al-Cu-Legierung vorgestellt.

Unter Guinier-Preston-Zonen versteht man zunächst einmal nur geordnete Gefügebereiche, die sich unter bestimmten Bedingungen in Al-Cu-Legierungen bilden können. Die maximale Löslichkeit von Kupfer in Aluminium beträgt 5,56 % bei 548°C (Abb. 2.7). Unterhalb einer Temperatur von 300°C ist die Löslichkeit kleiner als 1 % [Got98].

Um nun eine Härtung der Legierung durch Ausscheidungsbildung zu erreichen, wird eine Zusammensetzung verwendet, die bei hohen Temperaturen als Mischkristall α , bei tieferen Temperaturen jedoch als Phasengemenge $\alpha + \theta$ vorliegt. Hierbei ist θ die intermetallische Phase AlCu_2 , die eine tetragonale Kristallstruktur hat. Schreckt man im nächsten Schritt den Mischkristall α von 548°C auf Raumtemperatur ab, so entsteht ein übersättigter Mischkristall. Dieser gewinnt durch Auslagern bei entsprechender Temperatur noch beträchtlich an Härte.

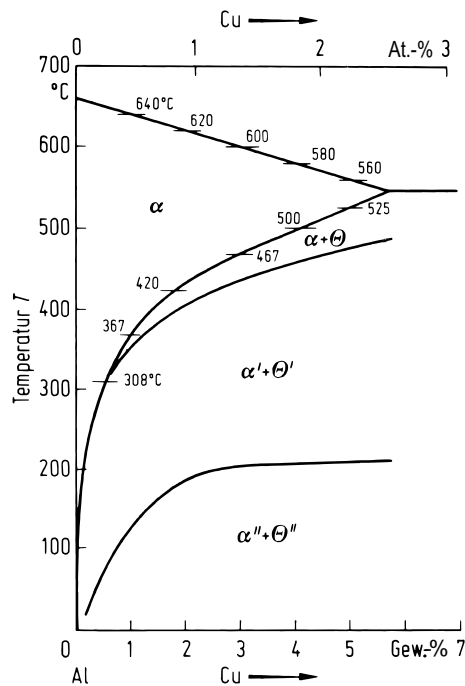


Abbildung 2.7: Löslichkeit von Kupfer in Aluminium. Ebenfalls eingezeichnet sind die metastabilen Phasen θ'' und θ' [Haa74].

Allerdings kommt es beim Phasenübergang $\alpha \rightarrow \alpha + \theta$ nicht direkt zur Bildung von einer θ -Phase. Stattdessen kommt es zu einem Durchlaufen von metastabilen Phasen, deren Grenzflächen entweder kohärent oder teilkohärent sind. Dies soll in Abbildung 2.8 veranschaulicht werden.

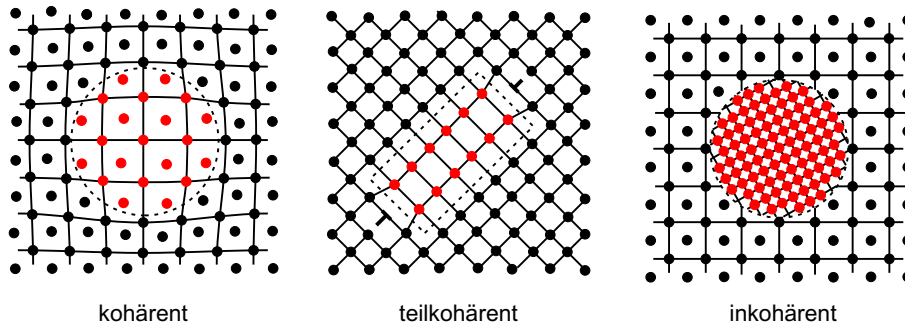


Abbildung 2.8: Bei kohärenten Ausscheidungen (θ'') setzen sich die Gitterebenen der Matrix stetig in der Ausscheidung fort. Bei teilkohärenten (θ') Ausscheidungen kommt es zur Bildung von Anpaßversetzungen, die die elastischen Verzerrungen in den Grenzflächen kompensieren. Bei inkohärenten (θ) Ausscheidungen sind die Kristallstrukturen der beiden Phasen unterschiedlich [Got98].

Die Ursache hierfür liegt darin, daß die θ -Phase eine Kristallstruktur hat, die von der Aluminiummatrix verschieden ist. Dies bedeutet, daß die Grenzflächenenergie und damit auch die Arbeit zur Keimbildung sehr groß ist. Gerade bei tiefen Temperaturen ist somit eine direkte Keimbildung stark behindert.

Die Phasen, die in der Zwischenzeit beim Auslagern durchlaufen werden, bezeichnet man auch in dieser Reihenfolge als θ'' und θ' (Guinier-Preston: GP1-Zone und GP2-Zone).

Diese GP-Zonen sind geordnete Gefügebereiche, die aufgrund ihrer elastischen Spannung im Material die Versetzungsbewegung behindern ([Gui39, Pre38]) und so zu einer Verfestigung des Materials führen. Die GP1-Zonen sind einschichtige Atomlagen von Cu auf $\{100\}$ -Ebenen in der Aluminium-Matrix (siehe Abb. 2.9). GP2-Zonen sind Anhäufungen von mehreren parallelen Cu-Schichten auf $\{100\}$ -Ebenen, die zu einer tetragonalen Verzerrung führen [Haa74, Got98].

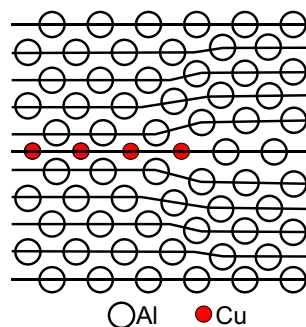


Abbildung 2.9: Schnitt durch eine GP1-Zone in Al-Cu [Got98].

2.5 Wasserstoff in Metallen

Im folgendem Abschnitt wird das Verhalten von Wasserstoff in Metallen behandelt. Das Ziel dieser Diplomarbeit besteht darin, eine erhöhte Wasserstoffkonzentration in der plastischen Zone vor der Ripitze nachzuweisen. Deshalb ist es sinnvoll einen nheren Blick auf das Verhalten von Wasserstoff in Metallen zu werfen.

Zunchst kann z.B. in einer NaCl-Lsung atomarer Wasserstoff in das Metall eindringen, sofern dieser Proze nicht durch eine Oxidschicht an der Metalloberflche verhindert wird. Im Metall angekommen, geben die Wasserstoffatome ihr Elektron an das Elektronengas ab und bewegen sich im folgendem auf Zwischengitterpltzen. Dies fhrt zu einer Vernderung der elektronischen Bandstruktur des Metalls. Auerdem wird die positive Ladung des Wasserstoffs durch eine Wolke von Leitungselektronen teilweise abgeschirmt. Es kommt zur sogenannten „Selbstlokalisierung“. Darunter versteht man, da sich das Gitter aufgrund von elektrostatischer Wechselwirkung mit dem Wasserstoff lokal aufweitet und dadurch die potentielle Energie des Wasserstoffs abgesenkt wird.[Sch97]

Der Wasserstoffkern bildet zusammen mit seiner Abschirmwolke und seinem Verzerrungsfeld ein Quasiteilchen. Dieses Quasiteilchen ist gemeint, wenn von Wasserstoff in Metallen die Rede ist.[Maj00]

2.5.1 Klassische Diffusion

Es wird allgemein die klassische Vorstellung von der Diffusion eines interstitiellen Teilchens in einem Festkrper beschrieben. Diese relativ simple Vorstellung kann auf unseren Fall des Wasserstoffs in Metallen problemlos angewendet werden. Abbildung 2.10 zeigt schematisch den Vorgang der klassischen Diffusion.

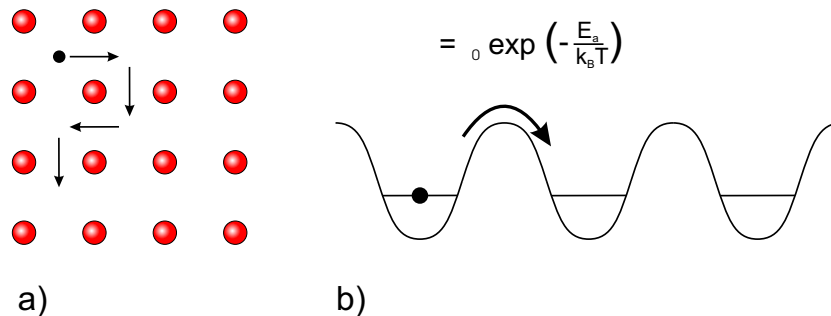


Abbildung 2.10: a) Diffusion von Wasserstoff als interstitielles Teilchen im Festkrper b) Bei der klassischen Modellvorstellung der Diffusion geht man von Sprngen ber eine Potentialbarriere der Energie E_a aus. Als Ma fr die Diffusion kann die Sprungfrequenz ν angegeben werden. ν_0 bezeichnet man als Versuchsfrequenz. ([Hoe04] nach [Sch97])

Das Teilchen bewegt sich auf Zwischengitterpltzen durch den Festkrper. Es befindet sich in einem Potentialfeld, welches von dem Gitter aufgebaut wird. Um nun

einen Platzwechsel durchführen zu können, muß das Teilchen auf dem Weg von einem Potentialminimum zum anderen eine Barriere der Höhe E_a überwinden. Die Wahrscheinlichkeit, daß das Teilchen die dafür erforderliche Energie besitzt, wird durch Boltzmann-Verteilung beschrieben. Damit erhält man für die Sprungfrequenz ν und für den Diffusionskoeffizienten D ein Arrhenius-Gesetz [Sch97]:

$$\nu = \nu_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \quad (2.6)$$

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) \quad (2.7)$$

ν_0 bezeichnet man als Versuchsfrequenz; sie hat einen Wert in der Größenordnung der Debye-Frequenz ($\nu_0 \approx 10^{13} \text{s}^{-1}$).

2.5.2 Inkohärentes Tunneln

In den später vorgestellten Experimenten wird die zu untersuchende Metallprobe während der laufenden Messung gekühlt. Der Grund dafür besteht darin, daß eine weitere Diffusion des Wasserstoffs in der Probe während der Messung verhindert werden soll. Obwohl nach der obigen Gleichung bei tieferen Temperaturen die Sprungfrequenz so klein wird, daß praktisch keine Diffusion mehr stattfinden sollte, friert die Diffusion trotzdem nicht komplett ein. Die Ursache für diesen Sachverhalt ist, daß die Diffusion nun über einen Tunnelprozess stattfindet. Die Gesamtwahrscheinlichkeit für einen solchen Tunnelprozeß setzt sich zusammen aus der Wahrscheinlichkeit einer sogenannten Koinzidenzkonfiguration W_K und der Tunnelwahrscheinlichkeit W_T . Die folgende Abbildung 2.11 veranschaulicht den Sachverhalt.

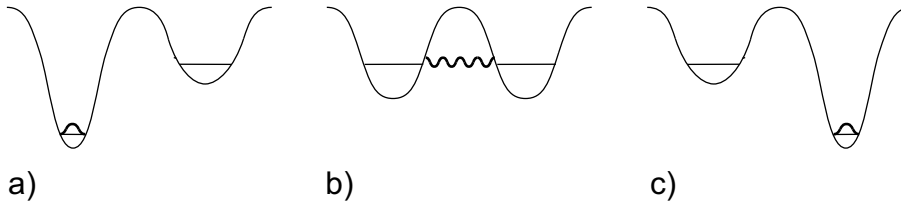


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung des inkohärenten Tunnelprozesses. Aufgrund der Selbstlokalisierung und der damit verbundenen Absenkung des Potentials (a) kann es nicht direkt zu einem Tunneln zum Nachbarplatz kommen. Die Selbstlokalisierung muss zuerst durch thermisch angeregte Schwingungen der Gitteratome aufgehoben werden (b), bevor es zu einem Tunneln durch die Potentialbarriere kommen kann (nach [Sch97]).

Wie schon weiter oben beschrieben, reagiert das Gitter auf die Anwesenheit eines Teilchens in Form einer lokalen Aufweitung. Dadurch wird die Energie des Teilchens abgesenkt. Das bedeutet aber, daß das besetzte Niveau gegenüber den benachbarten unbesetzten Niveaus energetisch abgesenkt ist. Soll es aber trotzdem zu einem

Tunnelprozeß kommen, müssen zunächst beide Niveaus durch thermische Energie auf gleiche Höhe gebracht werden, bevor das Tunnelmatrixelement wirksam werden kann (nach [Sch97]). Befinden sich beide Niveaus auf gleicher Höhe, spricht man von einer „Koinzidenzkonfiguration“.

Die Wahrscheinlichkeit für gleiche Niveaulage wird bei nicht zu kleinen Temperaturen im wesentlichen durch ein Arrhenius-Gesetz gegeben [Sch97]:

$$W_K \propto \exp\left(-\frac{E'_a}{k_B T}\right) \quad (2.8)$$

Hierbei ist die Aktivierungsenergie E'_a jedoch wesentlich kleiner als für Sprünge über die Barriere (E_a).

Die reine Tunnelwahrscheinlichkeit, falls die Koinzidenzkonfiguration bereits vorliegt, wird nach der Störungsrechnung durch das Quadrat des Tunnelmatrixelements J bestimmt.

$$W_T \propto J^2 \quad (2.9)$$

Falls nun beide Wahrscheinlichkeiten klein sind, erhält man die Gesamtwahrscheinlichkeit, die der Sprungrate ν entspricht, als Produkt der Einzelwahrscheinlichkeiten. Damit gilt [Sch97]:

$$\nu \propto J^2 \exp\left(-\frac{E'_a}{k_B T}\right) \quad (2.10)$$

2.6 Diffusionslängen von Wasserstoff in Kupfer, Nickel und Aluminium

Nachdem nun das allgemeine Verhalten von Wasserstoff in Metallen näher betrachtet wurde, soll nun im speziellen auf die eigentliche Diffusionslänge als eine besonders wichtige Größe eingegangen werden. Allerdings handelt es sich hierbei eher um eine Abschätzung der Größenordnungen.

Die Diffusionslänge L von Wasserstoff wird mit folgender Formel abgeschätzt:

$$L \approx \sqrt{6 \cdot D \cdot t} \quad (2.11)$$

Die Diffusionskonstante D ist hierbei eine Funktion der Temperatur. Abbildung 2.12 zeigt verschiedene Messungen für D von Wasserstoff in Kupfer, Nickel und Aluminium.

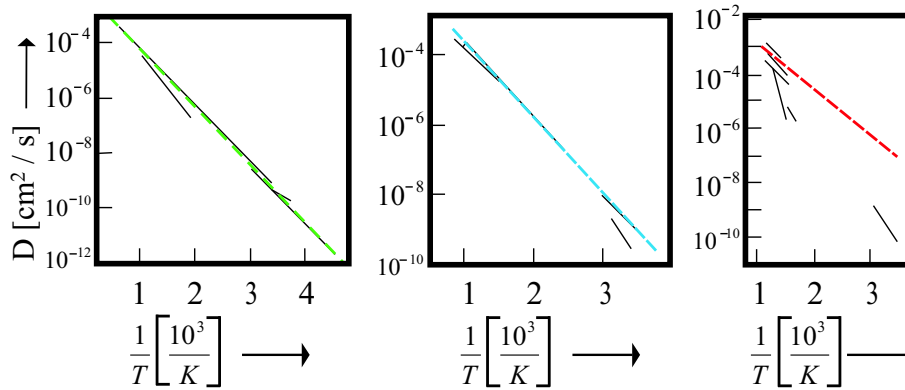


Abbildung 2.12: Diffusionskoeffizient für Wasserstoff in Nickel (grün), Kupfer (blau) und Aluminium (rot) von Messungen verschiedener Autoren [Wip97]. Die gestrichelten Geraden wurden zur Abschätzung des Diffusionskoeffizienten als Funktion der Temperatur per Hand in das Diagramm gelegt. Sie dienen als Basis für die weitere Betrachtung (nach [Wip97]).

Die gestrichelten Geraden wurden zur Abschätzung des Diffusionskoeffizienten als Funktion der Temperatur per Hand in das Diagramm eingezeichnet. Es wurde jeweils die zu dieser Geraden gehörende Funktion ermittelt und mit deren Hilfe dann die zu einer Temperatur von $T=100^\circ\text{C}$ gehörende Diffusionskonstante berechnet. Abbildung 2.13 zeigt exemplarisch den Zusammenhang zwischen der Diffusionslänge L und der Zeit t .

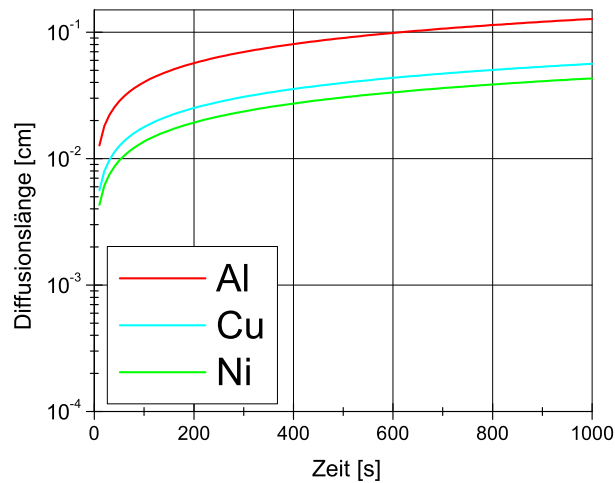


Abbildung 2.13: Abschätzung der Diffusionslänge von Wasserstoff in Nickel (grün), Kupfer (blau) und Aluminium (rot) bei 100°C .

Kapitel 3

Der experimentelle Aufbau von HSaw

In diesem Kapitel wird der Aufbau der HSaw vorgestellt. Es bietet sich hierbei an, zunächst einen groben Überblick über den prinzipiellen Aufbau von HSaw zu geben, um sich dann anschließend den einzelnen Komponenten detailliert zuzuwenden. Abbildung 3.1 zeigt den Aufbau der HSaw zu Beginn der Diplomarbeit. Im Laufe der Zeit wurde der Aufbau etwas geändert.

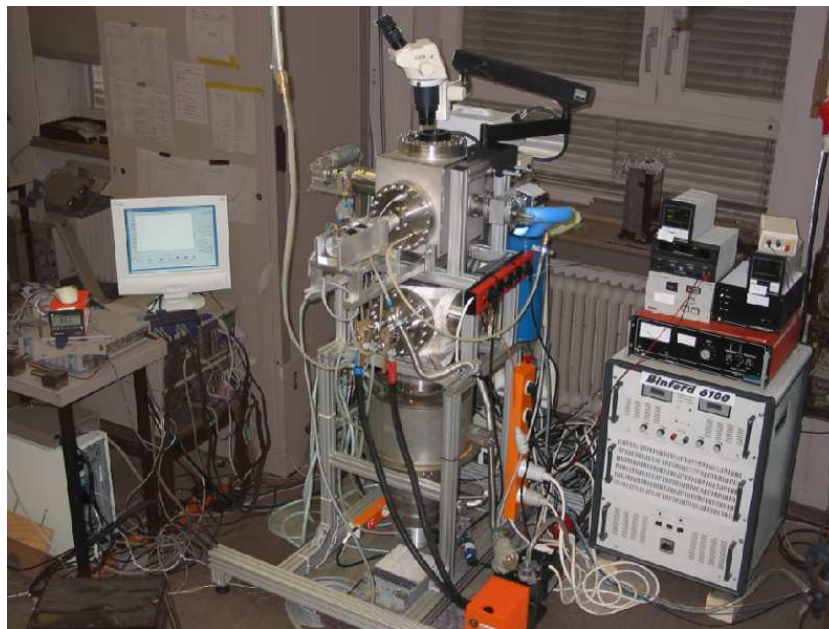


Abbildung 3.1: Dieses Photo zeigt die HSaw zu Beginn der Diplomarbeit. In einem der folgenden Kapitel wird ein Photo des aktuellen Zustandes von HSaw gezeigt (nach [Hoe04]).

3.1 Das Funktionsprinzip von HSaw

Anhand der schematischen Abbildung 3.2 wird das Prinzip, nach dem HSaw arbeitet, vorgestellt.

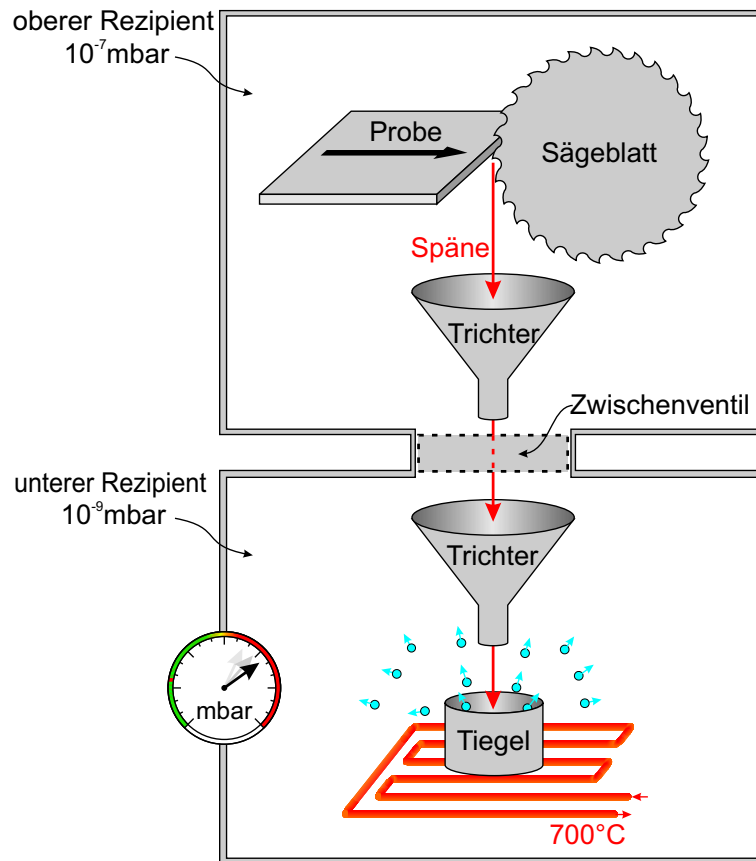


Abbildung 3.2: Die im oberen Rezipienten aus der Probe herausgesägten Späne fallen durch das Trichtersystem und durch das Zwischenventil in den beheizten Tiegel des unteren Rezipienten. Durch das Ausdampfen des Wasserstoffes aus den Spänen kommt es zu einer nachweisbaren Druckerhöhung. Durch die Zuordnung der gemessenen Druckerhöhung zur Position, an welcher der Span ausgesägt wurde, erhält man ein Wasserstoffprofil der gesamten Probe (nach [Hoe04]).

Im wesentlichen besteht die HSaw aus zwei über ein Zwischenventil miteinander verbundenen Vakuumrezipienten. Im oberen Rezipienten befindet sich sowohl die zu untersuchende Probe als auch die Säge, mit deren Hilfe die Späne aus der Probe herausgesägt werden. Die nach unten fallenden Späne werden mit Hilfe eines Trichtersystems durch das Zwischenventil in den beheizbaren Tiegel des unteren Rezipienten geleitet. Bei genügend hoher Temperatur des Tiegels kommt es zu einem schlagartigen Ausdampfen des Wasserstoffes aus dem Span, was zu einer meß-

baren Druckerhöhung im unteren Rezipienten führt. Zur Aufnahme von Meßdaten ist im unteren Rezipienten ein Druckmeßgerät und ein Massenspektrometer eingebaut. Mit Hilfe des Massenspektrometers kann auf die Zusammensetzung des für die Druckerhöhung verantwortlichen Gasgemisches geschlossen werden, weil nicht nur allein Wasserstoff aus den Spänen ausdampft.

Um nun ein Wasserstoffprofil der Probe zu erhalten, wird die Probe mit Hilfe eines beweglichen Tisches (in der schematischen Abbildung nicht eingezeichnet) schrittweise auf das an einer fest fixierten Achse montierte Sägeblatt schrittweise zugescho-
ben.

In Abbildung 3.3 sind die einzelnen Details der HSAW zu erkennen. Hierbei ist jedoch das Zwischenventil und das Massenspektrometer nicht explizit eingezeichnet.

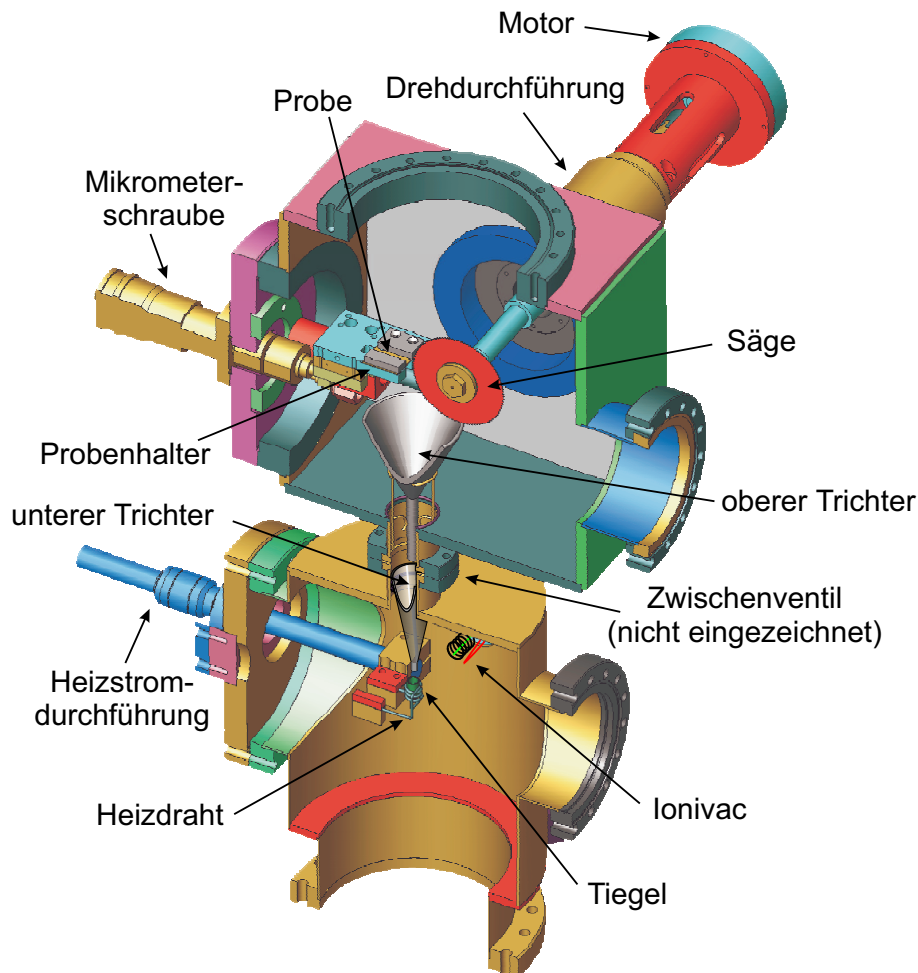


Abbildung 3.3: Über eine Mikrometerschraube kann der Vorschub der Probe von außen gesteuert werden. Die Säge wird von einem Motor über eine Drehdurchführung betrieben. Die Späne werden aus der Probe gesägt, vom oberen Trichter aufgefangen und fallen in den unteren Rezipienten. Hier werden sie vom unteren Trichter zum Tiegel geführt, wo sie erhitzt werden und der enthaltene Wasserstoff ausdiffundiert. Der Heizdraht wird über eine Stromdurchführung mit Strom versorgt und fungiert gleichzeitig als Halterung für den Tiegel. Der durch den Wasserstoff erhöhte Druck im unteren Rezipienten kann über ein Ionisations-Vakuummeter (Ionivac) und ein Massenspektrometer gemessen werden (nach [Hoe04]).

3.2 Antrieb der Säge

In Abbildung 3.4 sind zwei Bauteile, die sich am oberen Rezipienten befinden, detailliert dargestellt. Es handelt sich um den Teil, der für den Probenvorschub verantwortlich ist, und auf den im folgenden Kapitel näher eingegangen wird, sowie um die Vakuumdrehdurchführung mit dem Sägeblatt.

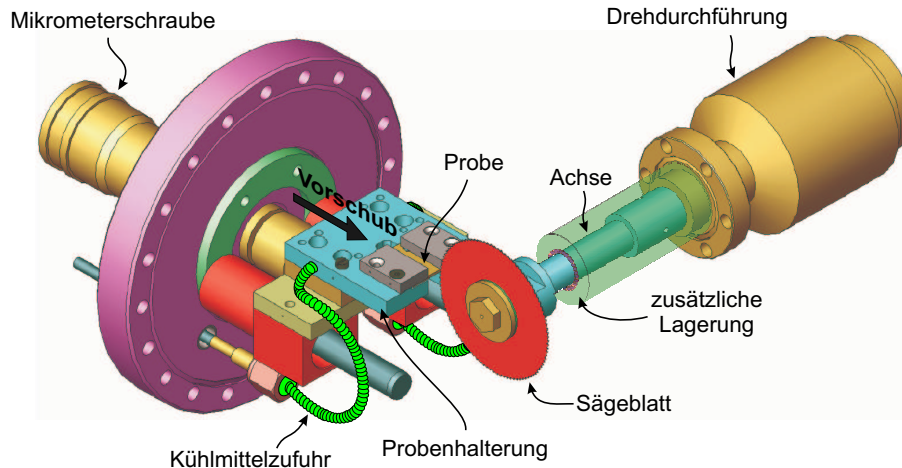


Abbildung 3.4: Die Drehbewegung des Motors wird mittels einer speziellen Vakuumdrehdurchführung auf die eingezeichnete Achse und somit auf das Sägeblatt übertragen. Die zusätzliche Lagerung wurde erst nachträglich angebracht und ist in dieser Zeichnung transparent dargestellt. Diese Drehdurchführung musste, wie später gezeigt wird, durch eine neue Konstruktion ersetzt werden (nach [Hoe04]).

Die Drehung des Sägeblattes kann über die Versorgungsspannung des Sägenmotors stufenlos eingestellt werden. Die maximale Drehfrequenz beträgt 1,6 Hz. Wählt man die Frequenz zu niedrig, so kann es passieren, daß sich das Sägeblatt auf der Probe festhakt. Allerdings sollte die Frequenz auch nicht zu groß eingestellt werden, weil dies die Spanausbeute negativ beeinflusst. Denn dann werden die Späne in erhöhtem Maße nach hinten über den Auffangtrichter hinweggeschleudert und landen somit nicht im Tiegel. Aus diesen Gründen wird eine Frequenz von ca. 0,8 Hz eingestellt. Damit der Sägemotor ein ausreichend hohes Drehmoment übertragen kann, ist er mit einem Schneckengetriebe im Verhältnis von 50:1 untersetzt.

Das Sägeblatt besteht aus Vollhartmetall und verfügt über einen seitlichen Hohl-schliff. Es hat einen Durchmesser von 80 mm, eine Dicke von 0,5 mm und besitzt 64 Zähne.

3.3 Der Probenvorschub

Wie schon einleitend dargestellt, ist die Säge im oberen Rezipienten fest fixiert und kann nicht auf die Probe zubewegt werden. Somit muß die Probe in Richtung des Sägeblattes bewegt werden. Es ist sinnvoll, diesen Probenvorschub zur Erklärung in zwei Abschnitte zu zerlegen: den mechanischen Aufbau und die elektronische bzw. softwaremäßige Steuerung.

3.3.1 Die Hardware des Probenvorschubs

Der Aufbau des Probenvorschubs ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Die Probe kann auf dem Probentisch mit Hilfe zweier Klemmbacken fest fixiert werden. Der Probentisch selbst kann über eine Kühlmittelzuführung auf eine gewünschte Temperatur herabgekühlt werden, was dazu dient, eine weitere Diffusion des Wasserstoffs zu verhindern.

Mit Hilfe einer linearen Vakuumdurchführung kann der komplette Probentisch, auf zwei Schienen laufend, auf das Sägeblatt hinzubewegt werden. Die lineare Durchführung besitzt atmosphärenseitig eine Mikrometerschraube, welche nach dem Prinzip eines Differenzgewindes arbeitet. An diese Mikrometerschraube ist als letztes Bauteil ein Schrittmotor fest angeschlossen, welcher sich auf einer Art Schlitten in einem U-Profil relativ leicht bewegen läßt.

Die Baugruppe der Mikrometerschraube zusammen mit dem Schrittmotor, der Kopplung sowie dem U-Profil sind in Abbildung 3.5 zu sehen. Der Schrittmotor selbst arbeitet mit einer 8:1-Getriebe-Untersetzung und erzeugt damit eine minimale Schrittweite von $0,045^\circ$. Dies entspricht einem effektiven Vorschub der Probe von $0,125 \mu\text{m}$ pro Schritt [Hoe04].

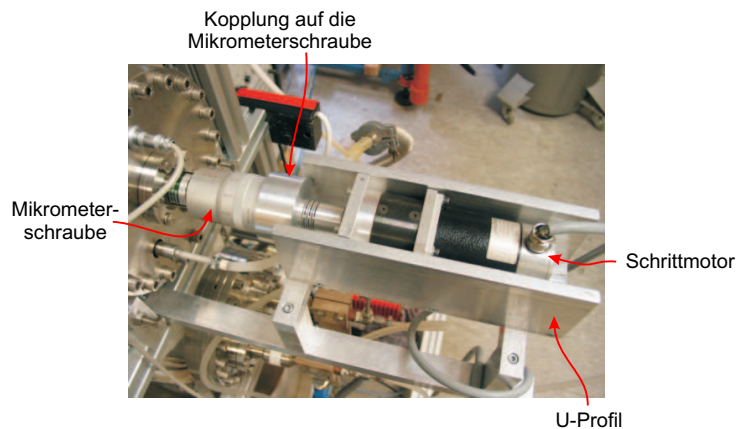


Abbildung 3.5: Der Schrittmotor ist auf einem Schlitten in einem U-Profil gelagert, um der Bewegung der Mikrometerschraube zu folgen [Hoe04].

3.3.2 Die Software des Probenvorschubs

Das komplette Zusammenspiel zwischen Sägeblattantrieb und Probenvorschub wird elektronisch mit Hilfe eines Computerprogramms geregelt nach [Hoe04]).

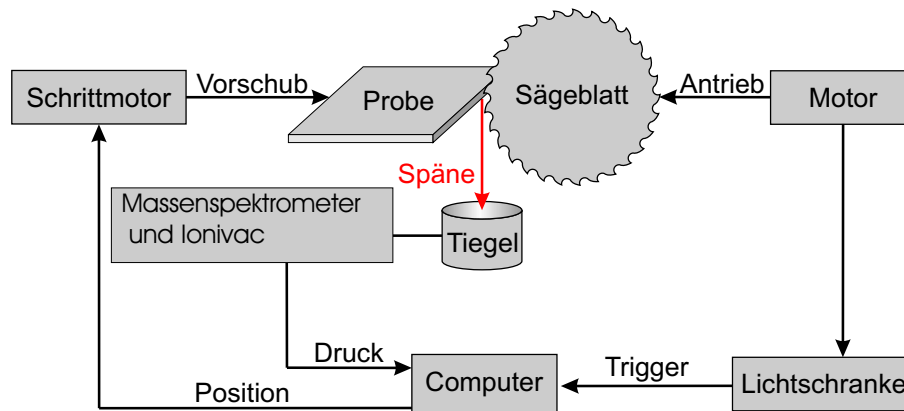


Abbildung 3.6: Die Steuerung läuft größtenteils über einen Computer, der die Drehung des Sägeblattes überwacht, den Schrittmotor für den Vorschub der Probe steuert und den Druck des Ionivacs protokolliert (nach [Hoe04]).

Abbildung 3.6 veranschaulicht die Funktionsweise der Steuerung. Sowohl der Schrittmotor, das Massenspektrometer, als auch das Druckmeßgerät (Ionivac) sind mit dem Computer verbunden.

Auf der Sägeachse ist zwischen den Backen einer Gabellichtschranke eine Lochscheibe fest montiert (s. Abb. 3.7 und Abb. 3.8). Wenn diese Scheibe zusammen mit dem Sägeblatt rotiert, werden in konstanten Zeitintervallen Signale über den Computer an den Schrittmotor gesendet.

Dieser bewegt sich in Richtung Probe, aus welcher dann Späne herausgesägt werden. Der Wasserstoff dampft im Tiegel aus den Spänen heraus. Der Druck (bzw. Partialdruck) im unteren Rezipienten wird kontinuierlich von dem Ionivac bzw. dem Massenspektrometer aufgezeichnet. Aus der als konstant angenommenen Vorschubgeschwindigkeit des Probentisches und der seit dem Start der Messung vergangenen Zeit läßt sich dann die Probenposition errechnen.

Außerdem wird mit der Synchronisation zwischen der Sägeblattrotation und dem Probenvorschub der Störfall eines in der Probe verkanteten Sägeblattes abgefangen. Denn in diesem Fall bleibt mit dem Sägeblatt auch gleichzeitig die Lochscheibe stehen. Dadurch werden an den Schrittmotor keine Signale zum Vorschub mehr gesendet.

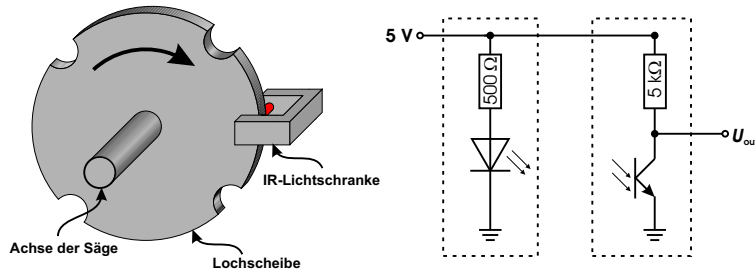


Abbildung 3.7: Die Achse der Säge ist mit einer Lochscheibe und einer Gabellichtschranke versehen. Dreht sich die Achse mit der montierten Lochscheibe, so fällt auf den Phototransistor in der Gabellichtschranke immer genau dann Licht, wenn sich ein Loch zwischen LED und Phototransistor befindet. Dies erlaubt die Synchronisation der Geschwindigkeit der Säge und des Vortriebs. Rechts befindet sich das Schaltbild der Lichtschranke. Der Sender ist eine infrarote LED. Der Empfänger ist ein Phototransistor. Wenn auf den Phototransistor kein Licht fällt, dann ist der Widerstand des Phototransistors weit größer als $5k\Omega$. Somit fällt fast die gesamte Spannung über dem Phototransistor ab. Für die Ausgangsspannung gilt $U_{out} \approx 5V$. Bei Lichteinfall wird der Phototransistor leitend und sein Widerstand wird gegenüber dem $5k\Omega$ Widerstand klein. Somit ist $U_{out} \approx 0V$ (nach [Hoe04]).

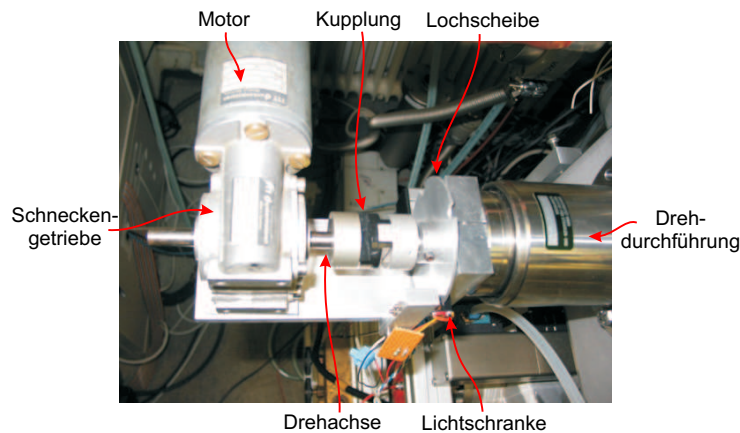


Abbildung 3.8: Um ein größeres Drehmoment auf die Säge übertragen zu können, läuft der Motor mit einer Drehzahl von 40 Umdrehungen pro Sekunde. Über ein Schneckengetriebe wird dies auf 0,8 Umdrehungen pro Sekunde heruntersetzt. Eine relativ weiche Kupplung zwischen Getriebe und Achse der Säge fängt radiale Kräfte auf. Über eine Vakuumdurchführung wird die Drehung auf das Sägeblatt im Rezipienten übertragen. An der Achse ist eine Lochscheibe befestigt, die durch eine Gabellichtschranke läuft. Diese Lichtschranke sendet bei Drehung der Lochscheibe laufend Triggersignale an ein Steuerungsprogramm. Auf diese Weise kann der Vortrieb mit der Drehgeschwindigkeit der Säge synchronisiert werden [Hoe04].

3.4 Der Span-Abstreifer

Die HSaw verfügt über einen sogenannten „Span-Abstreifer“, welcher unmittelbar am Sägeblatt unter einem sehr spitzen Winkel montiert ist (siehe Abb. 3.9).

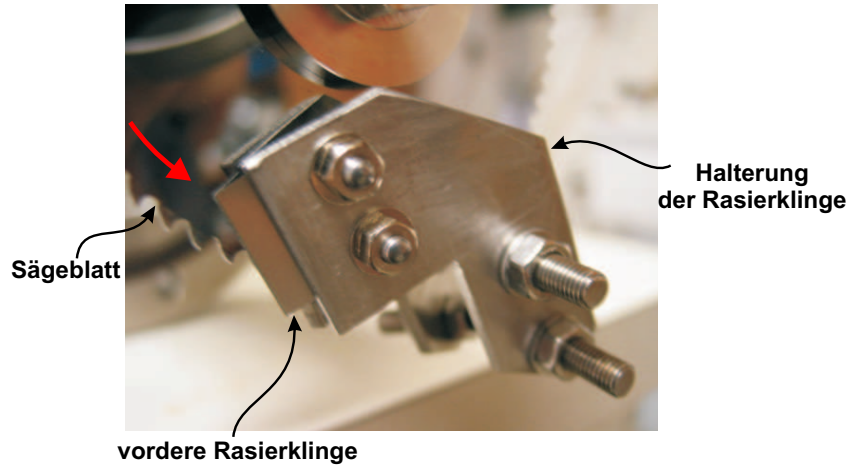


Abbildung 3.9: Zum Abstreifen von Spänen dienen zwei Rasierklingen, die jeweils auf einer Seite des Sägeblattes unter einem spitzen Winkel gegen das Blatt drücken. So wird verhindert, dass an den Zähnen hängengebliebene Späne nach einem Umlauf des Sägeblattes auf der Probe abgestreift werden und zu einem späteren Zeitpunkt in den Trichter fallen, was die Messung verfälschen würde [Hoe04].

Der Span-Abstreifer besteht aus zwei Rasierklingen, welche direkt am Sägeblatt anliegen und dort sowohl für eine Stabilisierung des Blattes sorgen als auch dafür, daß Späne, die zwischen den Sägezähnen hängenbleiben, abgestreift werden und in das Trichtersystem fallen. Ohne diesen Span-Abstreifer passiert es des öfteren, daß Späne zwar abgesägt werden, aber dann am Sägeblatt hängenbleiben und nach einer kompletten Drehung auf der Oberseite der Probe landen. Von dort aus fallen sie dann zu einem späteren Zeitpunkt schließlich doch in den Trichter und werden somit vom Computer einer falschen Position zugeordnet. Dies ist natürlich nicht im Interesse der Messung und wird durch den Span-Abstreifer effektiv verhindert.

3.5 Das Trichtersystem

Das Trichtersystem besteht aus zwei Trichtern (siehe Abb. 3.10). Im oberen Rezipienten hat der Trichter eine relativ weite Öffnung, damit möglichst alle Späne - sowohl die direkt herausgesägten als auch die vom Span-Abstreifer kommenden - in den zweiten Trichter geleitet werden können. Der zweite Trichter befindet sich im unteren Rezipienten direkt unter dem Zwischenventil und besitzt eine sehr schmale Geometrie. Er endet unmittelbar über dem Tiegel, wodurch alle Späne, die es bis zum zweiten Trichter geschafft haben, auch in dem Tiegel landen. Der Vorteil dieser Konstruktion im Vergleich zu einem einzigen großen Trichter besteht darin, daß der obere Rezipient problemlos belüftet werden kann, ohne das Vakuum im unteren Rezipienten aufgeben zu müssen.

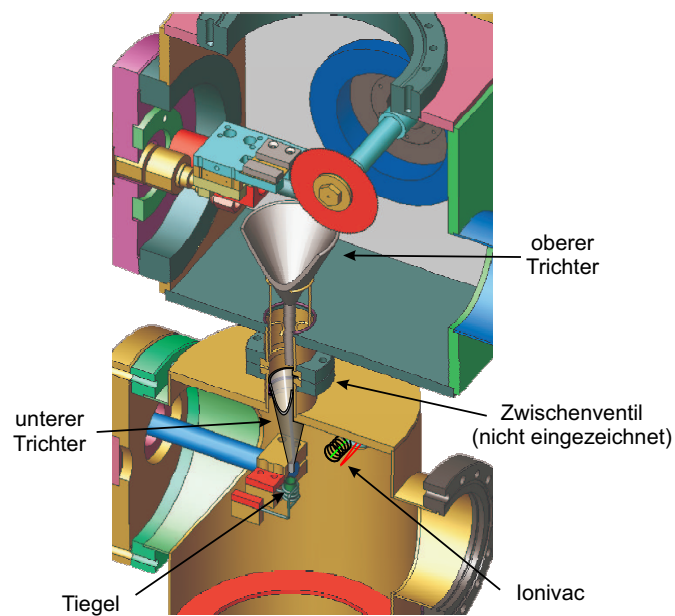


Abbildung 3.10: Die Späne werden aus der Probe gesägt und vom oberen Trichter aufgefangen. Durch das geöffnete Zwischenventil gelangen sie in den unteren Trichter und damit in den Tiegel [Hoe04].

3.6 Die Tiegelheizung

Nachdem die Späne das Trichtersystem verlassen haben, fallen sie direkt in den Tiegel (siehe Abb.3.11). Dieser besteht aus Zirkonoxid (teilstabilisiert mit Y_2O_3) und hat eine Temperaturbeständigkeit bis 1500°C . Ein weiterer Vorteil liegt in seiner Säurebeständigkeit, wodurch eine Reinigung ohne Probleme durchzuführen ist.

Der Tiegel ist von einem 2 mm dicken Tantaldraht umwickelt, welcher gleichzeitig die Halterung darstellt. Bei einem Strom von mehr als 35 Ampere beginnt der Draht zu glühen (das entspricht einer Drahttemperatur von ca. 600°C). Für die späteren Messungen wird eine Stromstärke von 40 Ampere verwendet, was in etwa 700°C entspricht.

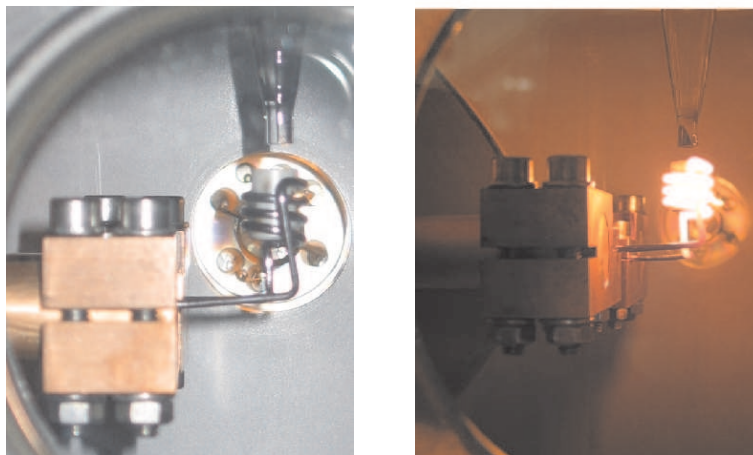


Abbildung 3.11: In der linken Abbildung ist der Trichter, durch den die Späne fallen, zu erkennen. Der Tiegel hat eine Innendurchmesser von 8 mm. Die rechte Abbildung zeigt den Heizdraht im Messbetrieb, wenn er von 40 Ampere durchflossen wird (nach [Hoe04]).

3.7 Die Nachweisgeräte Ionisationsvakuummeter und Massenspektrometer

Zu Beginn dieser Diplomarbeit konnte der Druck im Rezipienten lediglich mit einem Ionisationsvakuummeter (Ionivac) gemessen werden. Die mit dem Ionivac durchgeführten Messungen konnten keinen signifikanten Anstieg des Druckes im Bereich der plastischen Zone einer wechselverformten CT-Probe nachweisen. Die Ursache dafür könnte in einer zu geringen Empfindlichkeit des Ionivacs liegen.

Aus diesem Grund wurde zusätzlich ein Massenspektrometer zur Druckmessung eingebaut. Mit diesem ist es nun möglich, die elementspezifischen Partialdrücke im Rezipienten zu messen. Aufgrund der geringen Aussagekraft der mit dem Ionivac aufgenommenen Meßdaten dient dieses lediglich nur noch zum Protokollieren des Gesamtdruckes sowie zur Überwachung der Güte des Vakuums beim Einschalten des Massenspektrometers.

Bei dem hier eingebauten Massenspektrometer handelt es sich um den Typ eines sogenannten Quadrupol-Massenspektrometers. In Abbildung 3.12 ist dessen Funktionsweise schematisch dargestellt.

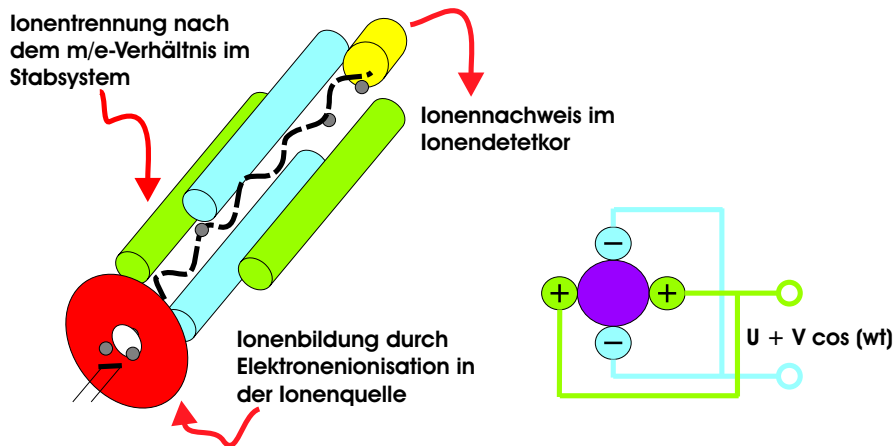


Abbildung 3.12: Das Quadrupol-Massenspektrometer besteht im wesentlichen aus drei Komponenten: der Ionenquelle, dem Stabsystem und dem Detektor. Die Gasatome werden von Elektronen, die aus der Kathode austreten und in einem elektrischen Feld beschleunigt werden, ionisiert. Über ein Blendensystem fliegen die Gasionen in Richtung Stabsystem. Bei diesem sind gegenüberliegende Elektroden jeweils auf gleichem Potential. Mit Hilfe einer zusätzlich angelegten Wechselspannung können nur noch Gasionen einer bestimmten Masse durch das Stabsystem gelangen. Diese müssen dann noch von einem Detektor aufgefangen werden (nach [PVac02]).

Das zur Partialdruckmessung eingesetzte Massenspektrometer ist grundsätzlich ein Ionisationsvakuummeter, allerdings mit einer zusätzlichen Einrichtung, dem Stabsystem, welche die beim Ionisierungsprozeß entstandenen Ionenarten zuerst nach ihrem Masse-Ladungs-Verhältniss (m/e) trennt, bevor sie mit einem Ionendetektor nachgewiesen werden.

Die Trennung der Ionen erfolgt dabei in einem hochfrequenten elektrischen Quadrupolfeld zwischen den vier Stabelektroden mit dem Feldradius r_0 . Die Spannung zwischen den Elektroden setzt sich aus einer hochfrequenten Wechselfeldspannung $V \cos(\omega t)$ und einer überlagerten Gleichspannung U zusammen.

Werden Ionen in Richtung der Feldachse senkrecht zur Bildebene in das Trennsystem eingeschossen, so führen sie unter dem Einfluß des Hochfrequenzfeldes Schwingungen senkrecht zur Feldachse aus. Bei bestimmten Werten von U , V , ω und r_0 können nur Ionen mit einem bestimmten Verhältnis von (m/e) das Trennfeld passieren und dann mit dem Ionendetektor registriert werden. Ionen mit einem anderen Verhältnis von m/e werden durch das Quadrupolfeld ausselektiert und erreichen den Detektor nicht.

Der Massendurchlauf kann durch Variation der Frequenz ($m/e \sim 1/\omega^2$) oder, wie es aus technischen Gründen fast immer der Fall ist, durch Veränderung der Spannung ($m/e \sim V$) erfolgen [PVac02].

3.8 Das Kühlsystem

Die HSAW verfügt über ein spezielles Kühlsystem im oberen Rezipienten. Dieses besteht aus einer Kühlspirale und aus der Kühlung des Probetisches. Zunächst wird der Zustand dieses Kühlsystems zu Beginn der Diplomarbeit vorgestellt. Es kam, wie später im Kapitel „Änderungen am experimentellen Aufbau“ vorgestellt wird, zu einem verbesserten Umbau dieses Systems.

Bei der Kühlspirale (siehe Abb. 3.13) handelt es sich um eine Kupferkapillare, die sich im Rezipienten befindet und von Stickstoff durchflossen wird. Der Stickstoff wird von einem Dewar aus mit Hilfe einer Pumpe durch die Kapillare gesaugt. Der Ausgang der Spirale ist mit dem Kühlmittleingang des Probetisches verbunden. Der Stickstoff fließt von dem Ausgang des Tisches direkt zur Pumpe. Die Kühlung der Spirale ist somit an die Kühlung des Probetisches gekoppelt.



Abbildung 3.13: Die Kupferkapillare wird von flüssigem Stickstoff durchspült und dadurch gekühlt. Dadurch erreicht man innerhalb von 30 Minuten ein für eine Messung ausreichend gutes Vakuum. Ohne die Spirale dauert dies ca. 2 Stunden [Hoe04].

Mit Hilfe der Spirale erreicht man zum einen eine Verbesserung des Vakuums im oberen Rezipienten, und zum anderen wird ein gutes Vakuum sehr viel schneller erreicht, wenn der Rezipient zuvor belüftet worden ist. Das Prinzip, nach dem die Spirale arbeitet, besteht darin, daß Gasatome, die in ihrer zufälligen Bewegung im Vakuum auf der Oberfläche der Spirale landen, dort aufgrund der Kälte haften bleiben bzw. kondensieren.

Während laufender Messungen ist es immer wieder zu sehr starken Vibrationen der Kühlfalle gekommen, welche für eine Verschlechterung des Vakuums gesorgt haben. Der Grund dafür besteht darin, daß die festgeklebten Gasatome durch die Vibrationen von der Spirale abgeschüttelt wurden.

Die Kühlung des Probenisches unterdrückt eine Diffusion des Wasserstoffs in der Probe während einer laufenden Messung. Zur besseren Vorstellung über die Probenischkühlung sei auf Abbildung 3.4 hingewiesen.

Je kälter die Spirale ist, um so besser wird das obige Vakuum. Kühlt man die Spirale aber durch einen erhöhten Stickstoffdurchfluß sehr stark ab, so wird automatisch auch der Probenisch stark herabgekühlt.

Diese Tatsache führte im Verlauf einer Messung zu einem weitreichenden Problem, welches im Kapitel „Änderungen des Aufbaus“ ausführlich dargestellt wird.

Kapitel 4

Änderungen an der HSaw

Vorweg wird ein Bild des aktuellen Aufbaus von HSaw vorgestellt (siehe Abb. 4.1). Rot eingekreist sind die nach außen sichtbaren Neuerungen (Drehdurchführung (links), Kühlmaschine (im Vordergrund), Stickstoff-Dewar (rechts)).

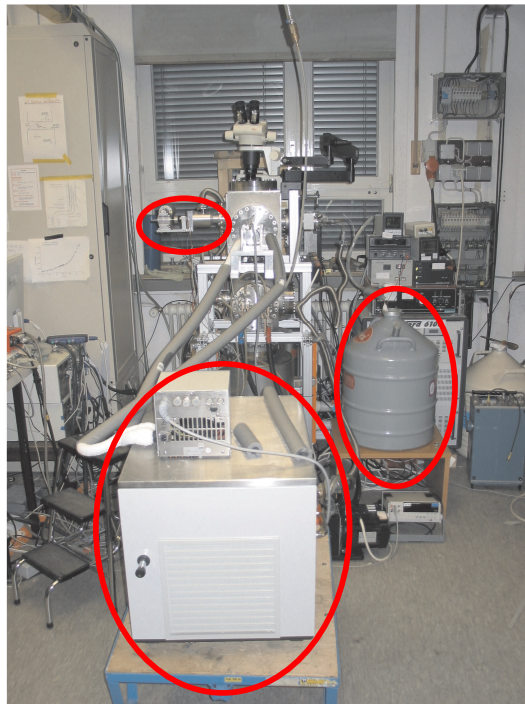


Abbildung 4.1: Das Foto zeigt den aktuellen Aufbau von HSaw. Die rot eingekreisten Objekte zeigen die auffälligsten Neuerungen. Dabei handelt es sich um eine Kühlmaschine (im Vordergrund), die für die alleinige Probenstischkühlung zuständig ist. Im rechten Teil der Abbildung erkennt man einen großen Stickstoff-Dewar, der eine im inneren neu konstruierte Kühlspirale versorgt. In der linken Bildhälfte ist die verbesserte Vakuumdrehdurchführung erkennbar.

4.1 Neue Kugellager

Wie weiter oben beschrieben, kam es während einer Messung zum plötzlichen Zusammenbruch des Vakuums im oberen Rezipienten. Zunächst war die Ursache dafür unklar. Die naheliegendsten Erklärungen waren ein plötzlich aufgetretenes Leck im Rezipienten selbst oder aber in einem der Anschlußflansche bzw. undicht gewordene Kupferdichtungen. Außerdem hätte das Leck im Teil der Kühlfalle oder aber im Anbauteil des Probestisches sein können. Nach systematischer Fehlersuche blieben als letztes Bauteil, welches zu überprüfen war, die Kugellager im Probestisch übrig (siehe Abb. 4.2). Wie sich später herausstellte, waren diese die Ursache für den Einbruch des Vakuums.

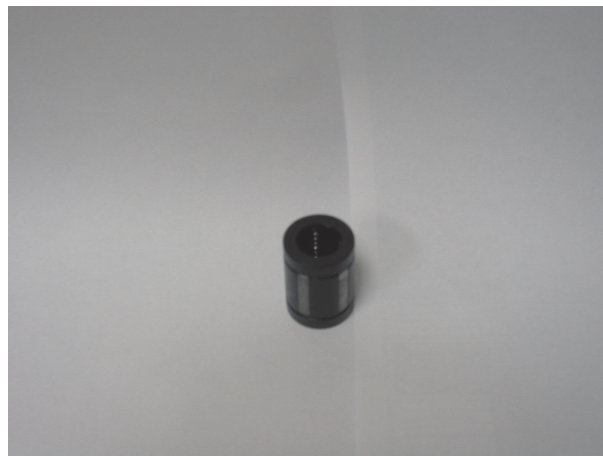


Abbildung 4.2: Es handelt sich hier um ein axialsymmetrisches Kugellager, das in Kunststoff gefaßt ist. Aufgrund einer zu starken Kühlung des Probestisches ist das Kugellager etwas geschrumpft und die Oberfläche wurde spröde und rissig. Verunreinigungen, die durch die Risse in das Vakuum ausdampfen konnten, haben die Durchführung einer Messung unmöglich gemacht.

Im Laufe dieser einen Messung wurde der Probestisch so stark heruntergekühlt, daß die Kugellager (in Plastik gefaßte Axialkugellager), ihre Struktur verändert haben. Sie sind an der Oberfläche spröde und rissig geworden. Insgesamt sind sie etwas geschrumpft. Durch die rissige Oberfläche konnten nun Verunreinigungen in das Vakuum ausgasen, welche es unmöglich machten, ein besseres Vakuum als 2×10^{-5} mbar zu erreichen.

Nachdem die Kugellager als Verursacher ausgemacht waren, wurde überlegt, wie man dieses Problem in Zukunft ausschalten könnte. Eine Möglichkeit wäre es gewesen, auf Plastik­kugellager zu verzichten und sich eine andere Konstruktion auszudenken. Aus Zeit- und Kostengründen wurde darauf verzichtet und stattdessen neue Kugellager des gleichen Typs gekauft.

4.2 Das neue Kühlsystem

Um das gleiche Problem mit den Kugellagern im weiteren Untersuchungsverlauf zu vermeiden, wurde eine Kühlmaschine (Bad-Umwälzthermostat) an die HSaw angeschlossen, die ausschließlich nur den Probenisch kühlt.

Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß diese Kühlmaschine auf das Zehntelgrad einstellbar ist und die eingebaute Probe somit auf eine definierte Temperatur herabgekühlt werden kann. Außerdem kann somit auch ausgeschlossen werden, daß der Probenisch unter die für die Kugellager kritische Temperatur gekühlt wird.

4.3 Verbesserte Kühlspirale und größerer Dewar

Im Zuge der Fehlersuche wurde außerdem die Kühlspirale neu gebaut. Dazu wurde eine etwas dickwandigere Kupferkapillare verwendet.

Der Grund hierfür bestand in der Tatsache, daß es bei der zuvor eingebauten Spirale häufig zu unerwünschten Vibrationen kam. Dadurch konnten sich die an der Kühlspirale festgeklebten Verunreinigungen lösen und das Vakuum konnte sich im oberen Rezipienten um bis zu eine halbe Größenordnung verschlechtern. Dies führte dann auch jeweils zu einem nachweisbar schlechterem Vakuum im unteren Rezipienten.

Mit der dickeren und schwereren Kapillare sind mit bloßem Auge keine Vibrationen mehr zu erkennen, und auch das Druckmeßgerät im oberen Rezipienten zeigt keine plötzlichen Schwankungen mehr an. In den Messungen, die seit dem Neubau der Spirale durchgeführt worden sind, konnten keine Meßartefakte mehr beobachtet werden.

Des weiteren wurde die Spirale vor dem Umbau von ein Stickstoff-Dewar gespeist, der nur die begrenzte Menge von 2 Litern aufnehmen konnte, und deshalb während einer laufenden Messung mehrmals nachgefüllt werden mußte. Wenn dieses Nachfüllen zu spät durchgeführt wurde, konnte Wasserdampf aus der Luft in die Kapillare gesaugt werden, und dies führte zu einem Vereisen der Spirale von innen. Dadurch wurde das Vakuum ebenfalls schlechter. Durch die Verwendung eines größeren Dewars, der so dimensioniert ist, daß er im Laufe einer ganzen Messung kein einziges Mal nachgefüllt werden muß, ist ein Vereisen der Spirale seitdem ausgeschlossen.

Durch diese beiden Verbesserungen ist während einer ganzen Messung ein konstant gutes Vakuum im oberen Rezipienten garantiert.

4.4 Die neue Vakuumdrehdurchführung

Nachdem die Reparaturarbeiten am Probenstisch und am Kühlsystem abgeschlossen waren, hat sich herausgestellt, daß die Vakuumdrehdurchführung der Säge einen Defekt hatte.

Diese Durchführung ist nach dem Katzenschwanzprinzip aufgebaut. Der Faltschlauch, der für die Abdichtung des Vakuums gegen die äußere Atmosphäre sorgt, hat einen Riß bekommen. Das Vakuum war für weitere Messungen zu schlecht.

Es wurde eine komplette Neukonstruktion der Drehdurchführung in Auftrag gegeben (siehe Abb. 4.3). Auf einen Faltschlauch wurde verzichtet, weil es bekannt ist, das dieser nach einer gewissen Betriebszeit einen Riß bekommt.

Bei der neuen Durchführung wurde die Abdichtung durch zwei Simmerringe verwirklicht. Zusammen mit der Vakuumvorkammer sorgen diese für ein konstant gutes Vakuum im oberen Rezipienten. Mit diesem Neubau sind alle Veränderungen am experimentellen Aufbau HSaw während der Diplomarbeitszeit abgeschlossen.

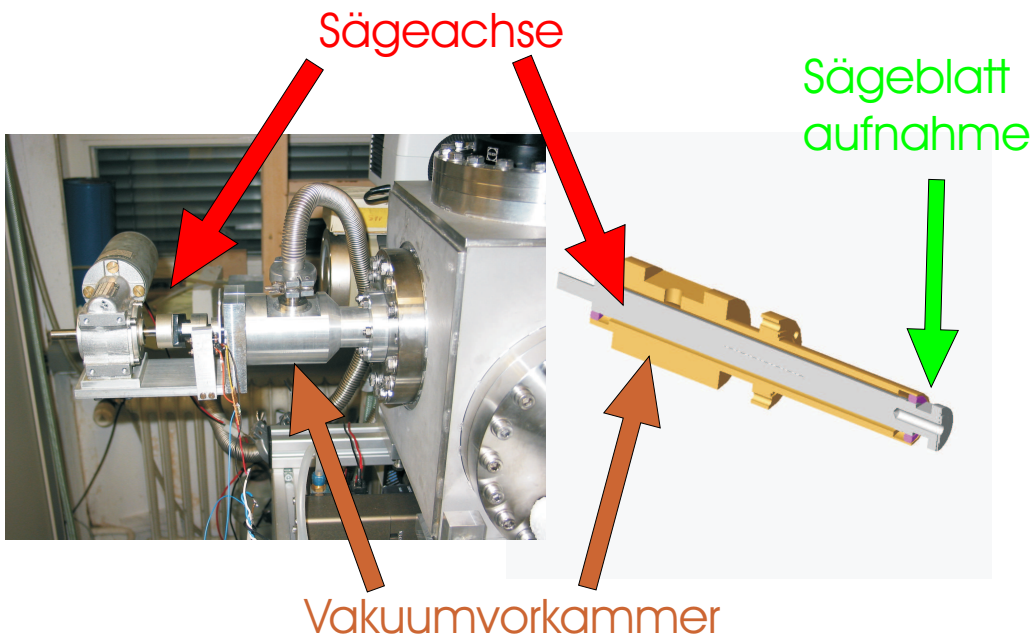


Abbildung 4.3: Die alte Drehdurchführung mußte ersetzt werden, weil die Abdichtung gegen die äußere Atmosphäre einen Riß bekommen hat und es somit nicht möglich war, ein ausreichend gutes Vakuum im oberen Rezipienten zu erzeugen. Mit der hier dargestellten neuen Drehdurchführung ist aufgrund ihrer Konstruktion ein derartiges Problem für die Zukunft ausgeschlossen.

Kapitel 5

Rißerzeugung an Compact-Tension-Proben

In den später folgenden Messungen soll die plastische Zone vor der Rißspitze einer zyklisch verformten Probe untersucht werden. Dieser Riß wird in einer standardisierten Probe, einer sogenannten Compact-Tension-Probe, erzeugt. In Abbildung 5.1 ist die Geometrie einer solchen Probe wiedergegeben.

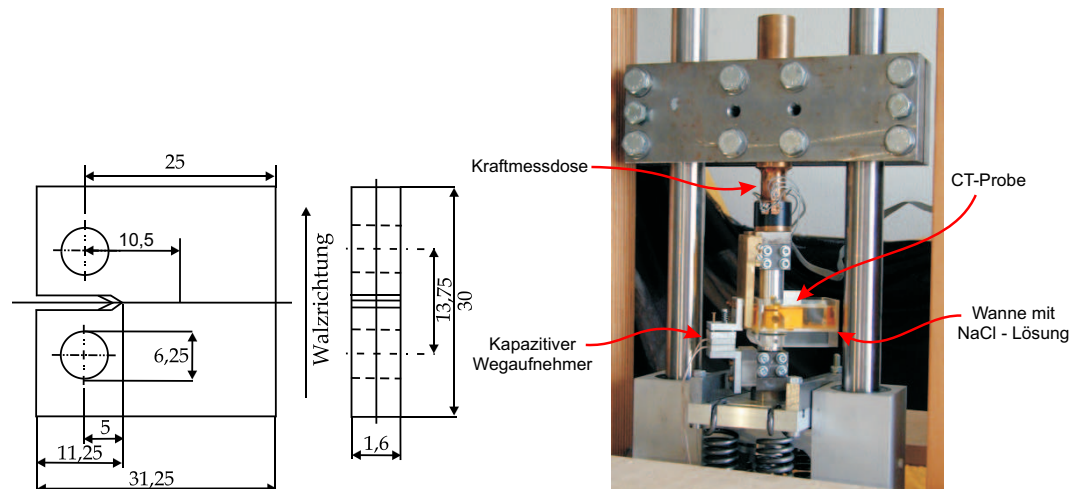


Abbildung 5.1: Das linke Bild zeigt die Probengeometrie einer Compact-Tension (CT)-Probe. Das rechte Bild zeigt die Wechsellastmaschine. Während der Verformung bleibt das obere Joch unbeweglich. Die untere Plattform wird von einem Piezostellelement nach oben gedrückt. Die Edelstahlfedern fungieren als rückstellende Kraft. Zu erkennen ist eine CT-Probe, die unter korrosiven Bedingungen ermüdet wird. Die Wanne mit der NaCl-Lösung gewährleistet eine ständige Benetzung der Probe ([Hoe04] nach [Zam02]).

Der Ri wird mit Hilfe einer Wechselverformungsmaschine erzeugt, wie sie ihn Abbildung 5.1 zu sehen ist. Der Aufbau dieser Maschine wird in der Diplomarbeit von Wider [Wid97] genau beschrieben. Es soll hier nur grob die Funktionsweise dieser Maschine dargestellt werden.

Mit Hilfe zweier Glasstifte, die durch die Bohrungen der CT-Probe gesteckt werden, kann man diese in zwei groen Stahlbolzen fest fixieren. Diese Stahlbolzen knnen sich nun gegeneinander bewegen und somit die Probe einer Verformung aussetzen. ber ein Computerprogramm kann man die Frequenz und die Amplitude der Verformung einstellen. Die Bewegung der Stahlbolzen gegeneinander erfolgt mit Hilfe eines Piezostellelements und vier groen Stahlfedern. Die fr eine bestimmte Dehnung notwendige Kraft kann ber eine Kraftmedose ermittelt und vom Computer gespeichert werden. Die Dehnungsamplitude wird mit Hilfe eines kapazitiven Wegaufnehmers gemessen.

Kapitel 6

Messungen

In diesem Kapitel werden die durchgeführten Messungen vorgestellt. Zunächst ist es aber sinnvoll, eine Messung, die von Hövel aufgenommen wurde, zu zeigen. Die Messwerte konnten zu diesem Zeitpunkt nur mit einem Ionisationsvakuummeter aufgezeichnet werden.

6.1 Messung ohne Massenspektrometer

Das Ziel dieser Messung bestand im Nachweis von Wasserstoff in der plastischen Zone. Aus der Aluminiumlegierung AA6013 wurde eine CT-Probe hergestellt und in die bereits in Kapitel 4 vorgestellte Wechselverformungsmaschine eingebaut. Die Erzeugung des Risses fand in 3,5%iger Natriumchloridlösung (pH-Wert ≈ 6) statt.

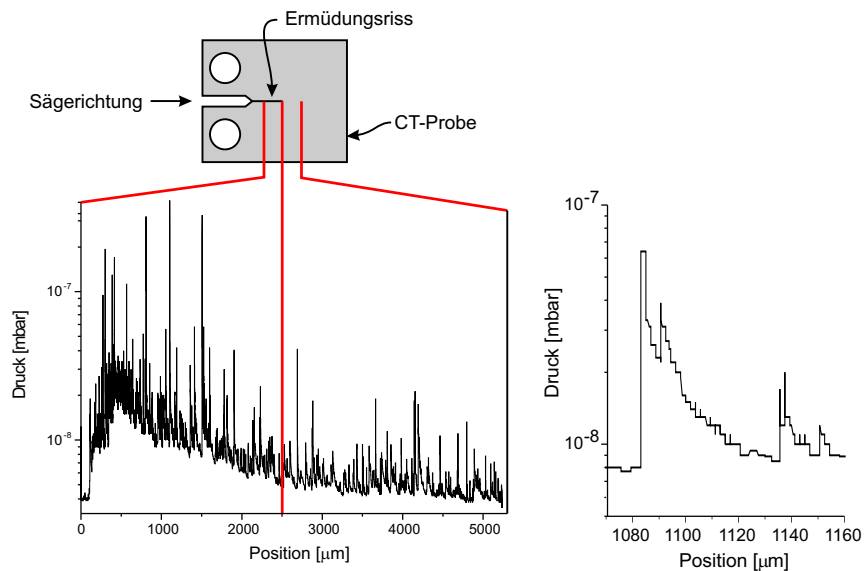


Abbildung 6.1: Messung einer CT-Probe, die unter korrosiver Lösung ermüdet wurde. Es wurde entlang des Risses gesägt. Das Reißende liegt bei 2500 μm . [Hoe04]

Das Reißende liegt bei der Position $2500 \mu\text{m}$. Gesägt wurde entlang des Risses (nach [Hoe04]).

In Abbildung 6.1 ist der Druck über der Position der Probe aufgetragen. Die zahlreichen Peaks kommen durch das Ausdampfen des Wasserstoffes aus den einzelnen Spänen zustande. Das rechte Bild zeigt einen Peak in Vergrößerung. Immer wenn ein Span in den Tiegel fällt, erhält der Wasserstoff soviel Energie, daß er schlagartig aus dem Span ausdampft. Der Druck steigt fast um eine Größenordnung an und fällt anschließend nach einem Exponentialgesetz ab.

Im Bereich der Reißspitze, also bei einer Position von ca. $2500 \mu\text{m}$, erkennt man keinen erhöhten Druck. Somit ist der Nachweis von Wasserstoff in der plastischen Zone in diesem Experiment nicht gelungen.

Schließlich konnten auch weitere Experimente, die auf diese Weise durchgeführt wurden, keine erhöhte Wasserstoffkonzentration in der plastischen Zone nachweisen. Aus diesem Grund wurde über mögliche Veränderungen des experimentellen Verlaufs nachgedacht.

6.2 Deuteriumnachweis in einer NiCu-Legierung

Es gibt zwei Möglichkeiten, weshalb der Nachweis mit der oben vorgestellten Messung nicht funktionieren konnte.

1. Geht man davon aus, daß in der plastischen Zone der Probe tatsächlich eine erhöhte Wasserstoffkonzentration vorhanden ist, so kann es sein, daß das Ionivac nicht empfindlich genug ist, um diese Erhöhung anzeigen zu können.
2. Andererseits könnte es sein, daß der Wasserstoffuntergrund in der Probe viel zu groß ist, und somit keine Konzentrationserhöhung in der plastischen Zone vorhanden ist. Der erhöhte Untergrund kann seine Ursachen in einem von Natur aus hohen, atomaren Wasserstoffgehalt der Probe haben, aber auch organische Substanzen auf der Oberfläche sorgen für einen erhöhten Wasserstoffgehalt.

Aus diesen beiden Gründen wurde zusätzlich ein Massenspektrometer installiert. Es ist um vier Größenordnungen empfindlicher als das Ionivac, und erst mit ihm ist es sinnvoll, für den Nachweis einer erhöhten Konzentration von dem Element Wasserstoff zum Deuterium überzugehen.

Deuterium ist von Natur aus in Metallen und Legierungen nicht vorhanden. Somit gibt es keinen Untergrund, der eine eventuell vorhandene Konzentrationserhöhung überdeckt. Außerdem kommt Deuterium nicht in organische Verbindungen vor, was einen weiteren Vorteil darstellt.

Bei den folgenden Experimenten wurden die Proben mit Deuterium beladen. Dazu war es erforderlich, ein Probenmaterial zu verwenden, von dem bekannt ist, daß es sich elektrochemisch beladen läßt. Somit wurde der Werkstoff AA6013 durch eine Nickel-Kupfer-Legierung (50:50) ersetzt.

In einem ersten Modellversuch wurde ein Probenplättchen aus der Nickel-Kupfer-Legierung mit den Maßen $30\text{ mm} \times 30\text{ mm} \times 1,6\text{ mm}$ mechanisch geschliffen und anschließend für 40 min in einem Bad aus schwerem Wasser und NaOH mit Deuterium elektrochemisch beladen. Die Probe wurde nur zur Hälfte in dieses Bad eingetaucht. Deshalb sollte es auf dieser Probe einen beladenen und einen unbeladenen Bereich geben.

Die Probe wurde direkt nach der Beladung in die Säge eingebaut. Das Massenspektrometer wurde auf die Massen 1, 2, 3 und 4 eingestellt. Dies bedeutet:

| | | |
|---------|---------------|-----------------------|
| Masse 1 | \Rightarrow | H |
| Masse 2 | \Rightarrow | H ₂ bzw. D |
| Masse 3 | \Rightarrow | (H-D) |
| Masse 4 | \Rightarrow | D ₂ |

Um das charakteristische Massenspektrometer-Signal eines Spans zu sehen, in welchem kein Deuterium vorhanden ist, wurde zunächst in die unbeladene Hälfte der Probe gesägt. Fällt ein Span in den Tiegel, so wird ein Signalanstieg in den Massen 1 und 2 erwartet. Aufgrund der Tatsache, daß in die unbeladene Hälfte der Probe gesägt wird, sollte man in den Massen 3 und 4 kein erhöhtes Signal erwarten. Die aufgenommenen Daten werden in den Abbildungen 6.2 und 6.3 gezeigt.

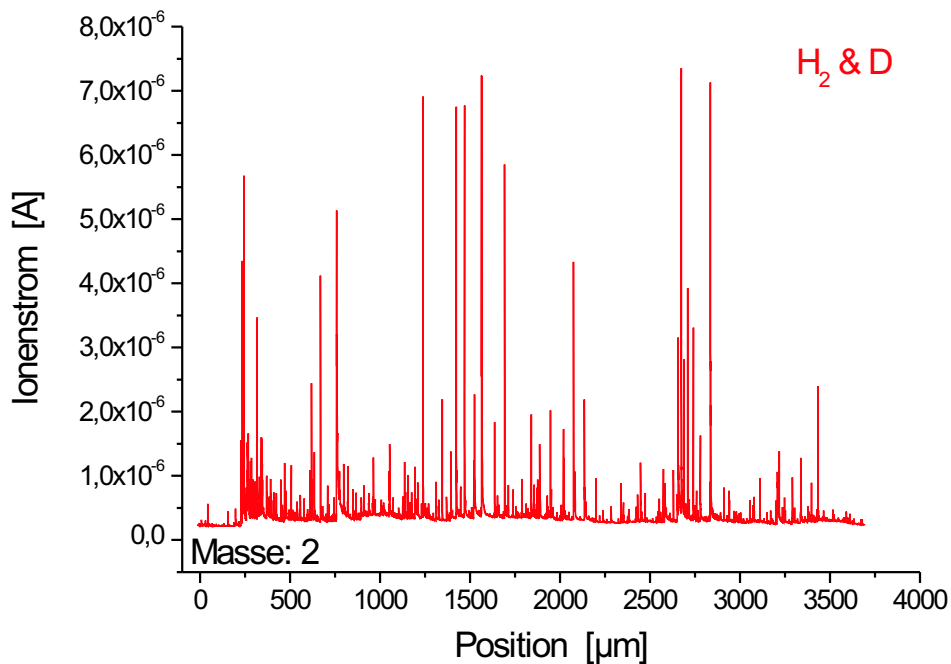
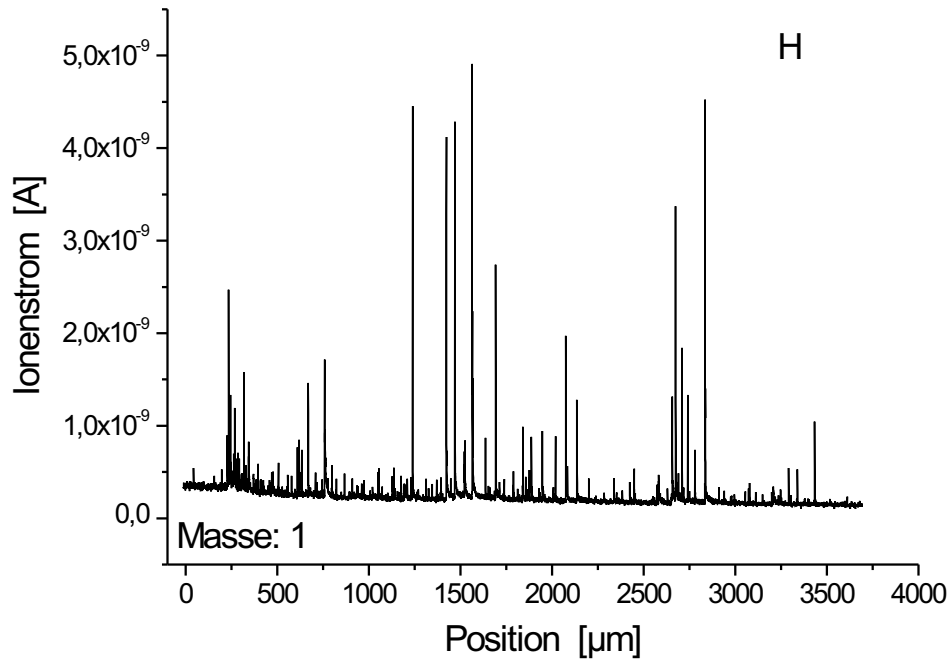


Abbildung 6.2: Auf dieser Doppelseite sind die mit dem Massenspektrometer aufgezeichneten Meßwerte der Massen 1,2,3 und 4 abgebildet. Masse 1 bedeutet atomarer Wasserstoff(H), Masse 2 ist die Summe aus molekularem Wasserstoff (H_2) und atomarem Deuterium (D_2), Masse 3 stellt ein Molekül aus einem Wasserstoff- und einem Deuteriumatom dar und Masse 4 bedeutet molekulares Deuterium(D_2). Gesägt wurde in den unbeladenen Teil einer Probe aus einer Nickel-Kupfer-Legierung (50:50)...

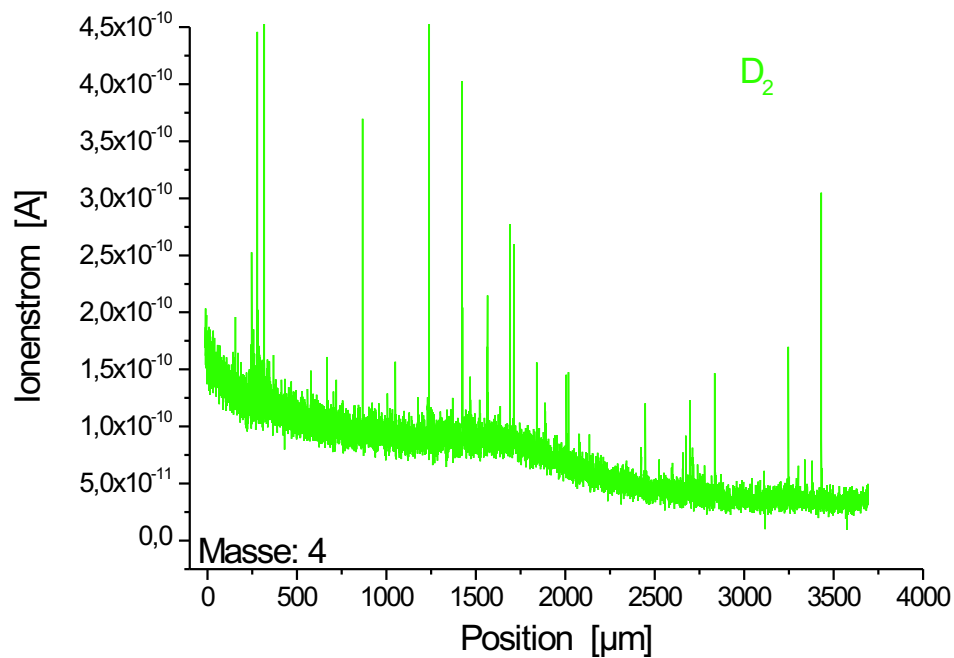
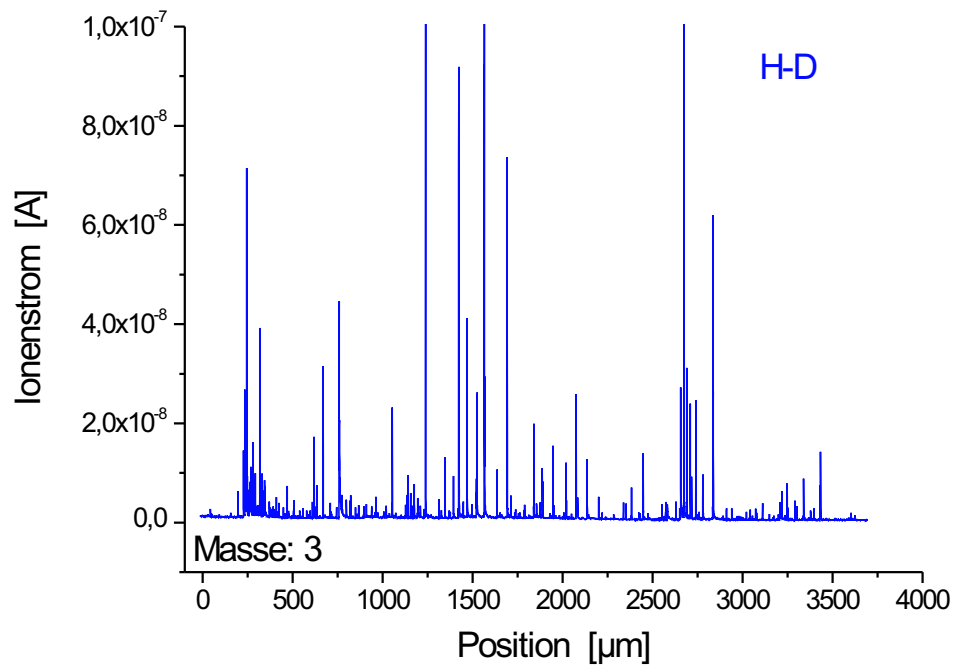


Abbildung 6.3: ...Gut zu erkennen sind die Peaks der einzelnen Späne, die sich teilweise um das 5- bis 10-fache in ihrer Höhe unterscheiden. Die Masse-4-Linie zeigt im Vergleich zu den anderen Massen eine stärkere Streuung im Untergrund. Interessant ist die Vergrößerung auf einen einzelnen Span, wie es in Abbildung 6.4 gezeigt wird. Im folgenden wird der Übersichtlichkeit halber in den doppelseitigen Darstellungen aller vier Massen auf die explizite Darstellung des Massenkanallabels zum jeweiligen Element bzw. Molekül verzichtet.

In den Graphen ist jeweils der Ionenstrom für die Massen 1, 2, 3 und 4 über der Probenposition aufgetragen. Der Ionenstrom ist ein lineares Maß für den im unteren Rezipienten herrschenden Druck. Die Massen 1, 2 und 3 zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf. Es ist ein konstanter Untergrund zu erkennen, der von den einzelnen Peaks der Späne überlagert ist. Diese einzelnen Peaks sind auch bei Masse 4 vorhanden, in welcher der Untergrund auch stärker streut. Wie sich später bei der Kontrolle der eingestellten Parameter zur Datenaufnahme gezeigt hat, liegt die Ursache in dieser verbreiterten Linie in einer für diesen Meßkanal kürzer eingestellten Meßzeit. Um einen einzelnen Meßpunkt zu erhalten, wurde in den ersten drei Massen eine Meßzeit von 20 ms gewählt, bei Masse 4 hingegen eine Meßzeit von 10 ms. Dies führt zu einem größeren Rauschen in den Daten.

In allen vier Massen liefern die großen Peaks ein Signal, welches ca. 5- bis 10-mal größer ist als das der kleinen Peaks. Dies könnte zum einen an unterschiedlich dicken Spänen liegen, oder aber an unterschiedlich starken Konzentrationen des entsprechenden Stoffes innerhalb eines Spans.

Es ist interessant, den typischen Signalverlauf einzelner Späne in vergrößerter Darstellung in der Abbildung 6.4 zu betrachten.

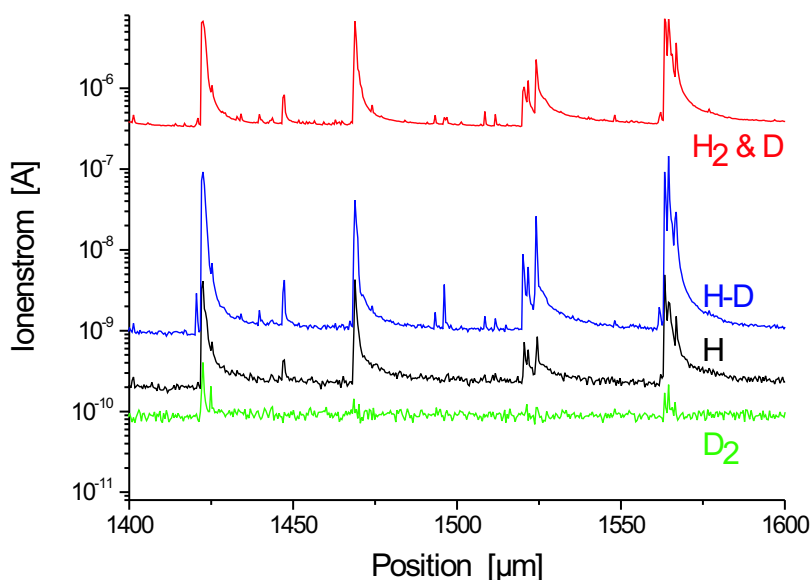


Abbildung 6.4: In dieser Darstellung ist ein Ausschnitt aus den Abbildungen 6.2 und 6.3 in Vergrößerung zu sehen. Es sind alle vier Massenlinien innerhalb eines Graphen eingezeichnet, damit die einzelnen Peakhöhen besser verglichen werden können. Die in der D_2 -Linie relativ selten zu verzeichnenden Peaks treten wenn überhaupt nur in Kombination mit einem besonders großen Peak in den anderen Massen auf. Daß in den Massen 3 und 4 überhaupt ein Signal zu erkennen ist, obwohl in den unbeladenen Bereich der Probe gesägt wurde, liegt wahrscheinlich an einem Übersprechen der Kanäle des Massenspektrometers.

Die Massen 1, 2 und 3 zeigen einen ähnlichen, fast identischen Signalverlauf. Bei Masse 4 erkennt man sehr viel seltener einen hohen Peak als bei den anderen Massen. Wenn überhaupt, erkennt man einen Masse-4-Peak immer nur in Kombination mit einem sehr großen Peak in den anderen Kanälen, wie dies beispielsweise an den Positionen $1425 \mu\text{m}$ und $1570 \mu\text{m}$ der Fall ist. Aber wie an Position $1475 \mu\text{m}$ zu sehen ist, kann es auch vorkommen, daß die Massen 1, 2 und 3 einen großen Peak haben, ohne daß es bei Masse 4 zu einem Ausschlag kommt. Sind die Signale schon in den ersten drei Massen vergleichsweise klein, so zeigt Masse 4 nie einen Peak.

Eigentlich sollte das Massenspektrometer keine Ausschläge in den Massen 3 und 4 zeigen, weil in den unbeladenen Bereich der Probe gesägt wurde und somit auch kein Deuterium in den Spänen zu erwarten ist. Die aufgezeichneten Peaks in diesen Massen kann man aber durch ein übersteuerndes Verhalten des Massenspektrometers erklären. Das bedeutet, daß diesen Massenkanälen Signale von benachbarten Massenkanälen zugeschrieben werden. Dieses Verhalten läßt sich bauartbedingt nicht vollständig unterdrücken.

6.3 Schnitt in den beladenen Bereich

Nachdem nun klar ist, wie die Signale des Massenspektrometers bei Spänen im unbeladenen Bereich zu verstehen sind, wurde in diesem Experiment in den beladenen Bereich der zuvor beschriebenen Probe gesägt. Das ursprüngliche Ziel bestand darin, zu zeigen, daß es möglich ist, eine Probe mit Deuterium zu beladen und diese Beladung mit der HSaw nachzuweisen. Es ist also nun die Frage, welches Aussehen von den einzelnen Linien, die das Massenspektrometer ausgibt, erwartet werden soll. Wenn die Beladung funktioniert hat, sollten sich in der Probe Stellen befinden, in denen Deuterium eingelagert ist. Werden Späne aus diesen Bereichen herausgesägt, sind deutliche Signale in den Massen 3 und 4 mit gleichzeitig normal hohen Peaks in den Massen 1 und 2 zu erwarten. Diese zuletzt genannten Massen sollten durch eine Deuteriumbeladung keine veränderte Signalcharakteristik im Vergleich zur vorigen Messung aufweisen.

Der Gesamtverlauf des Signals in den Abbildungen 6.5 und 6.6 entspricht der Erwartung einer konstanten Linie, die von den einzelnen Peaks der Späne überlagert ist. Außerdem sind bei Masse 4 im Vergleich zu der Messung im unbeladenen Bereich eine erhöhte Anzahl Peaks zu erkennen.

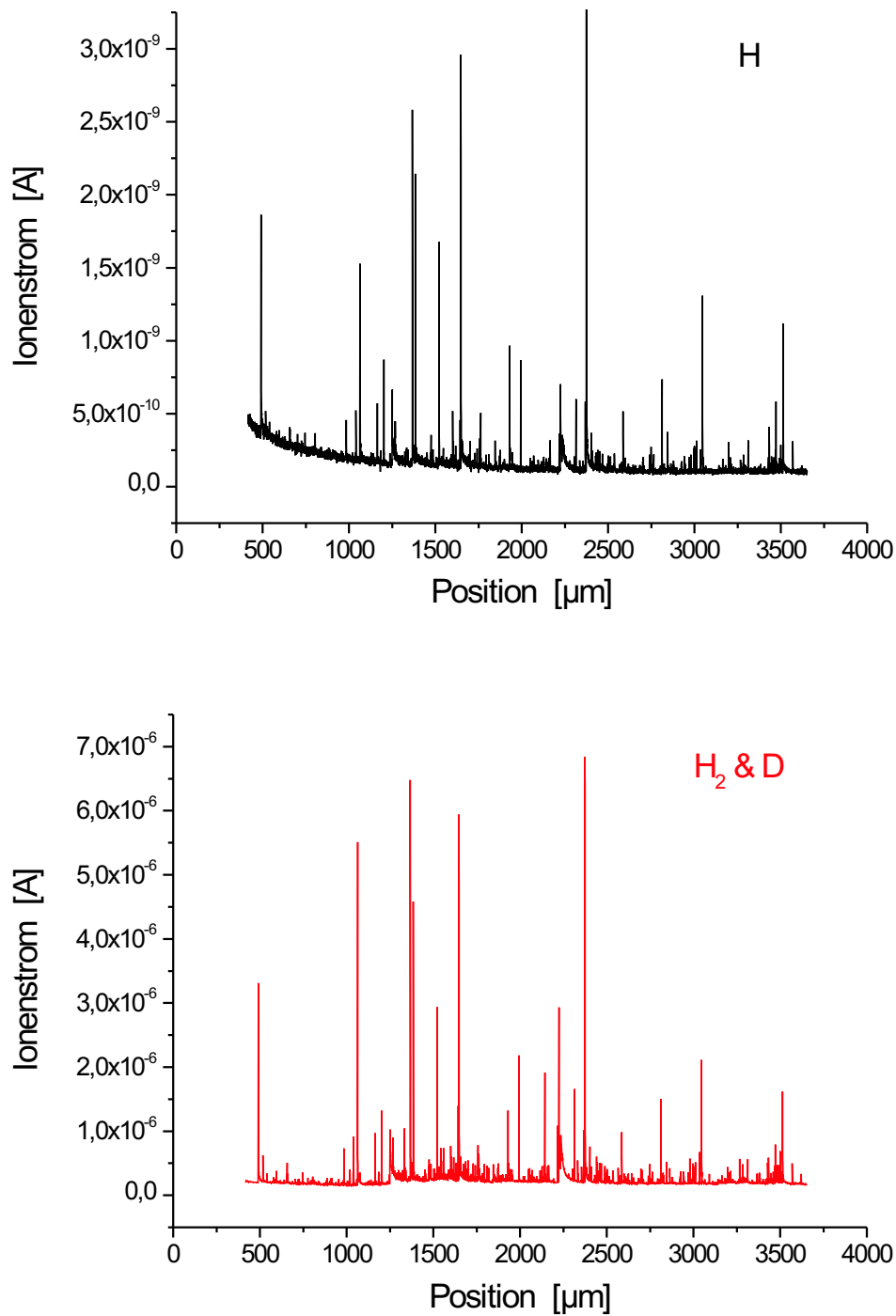


Abbildung 6.5: Auf dieser Doppelseite sind die Meßwerte einer Säugung in den beladenen Bereich einer Probe zu sehen. In dem Gesamtverlauf der Masse 1 und Masse 2 erkennt man an der Position 2250 μm einen etwas höheren Untergrund; dies ist durch eine Ansammlung von Spänen, die gleichzeitig in den Tiegel gefallen sind zu erklären....

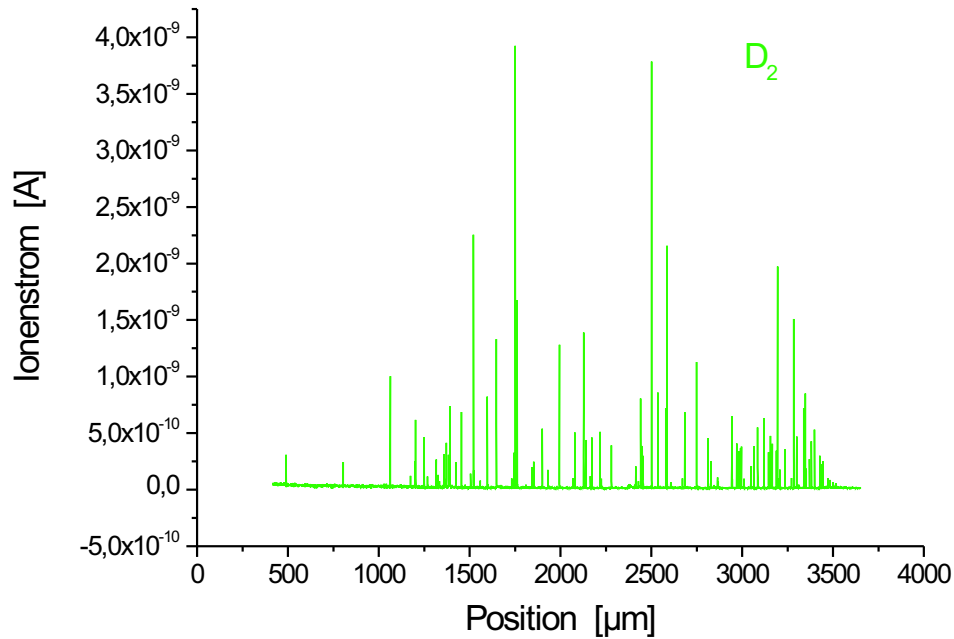
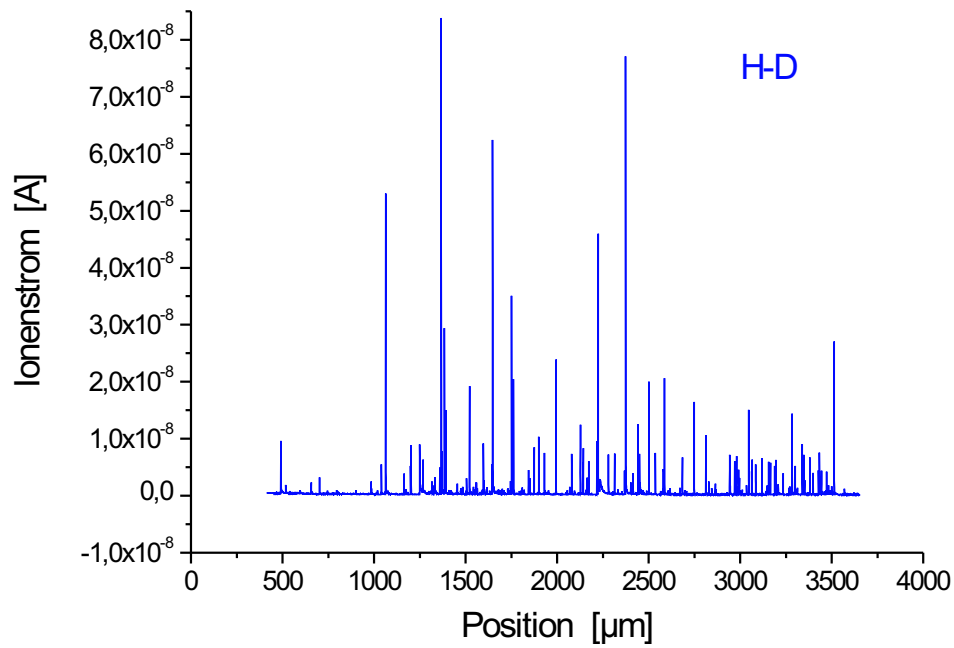


Abbildung 6.6: ...Die höchsten Peaks der D₂-Linie sind ca. 4×10^{-9} A hoch, verglichen mit den höchsten Peaks in Abbildung 6.3 ist das ein um den Faktor 10 größeres Signal. Dies war allerdings auch zu erwarten, weil es sich hier um den mit Deuterium beladenen Bereich der Probe handelt, in den gesägt wurde. Besonders interessant ist bei dieser Messung ein Blick auf das charakteristische Signal eines Spans, welcher in Abbildung 6.7 dargestellt wird.

Interessant ist wieder die Vergrößerung auf einzelne Späne (siehe Abb. 6.7). Es ist ein vollkommen anderes Signal als bisher zu erkennen. An Position $2945 \mu\text{m}$ gibt es einen großen Peak in den Massen 3 und 4 bei gleichzeitig kleinem Ausschlag in den Massen 1 und 2. Bei der vorherigen Messung war für eine Signalerhöhung um 2 Zehnerpotenzen in Masse 3 eine entsprechende Erhöhung um ca. 1,5 Zehnerpotenzen in Masse 2 nötig. Somit kann der Anstieg an dieser Position in Masse 2 von nur ca. 0,3 Zehnerpotenzen nicht verantwortlich sein für den hohen Peak in Masse 3 und 4. Deshalb bleibt nur noch die Interpretation übrig, daß in diesem Span tatsächlich Deuterium eingelagert war.

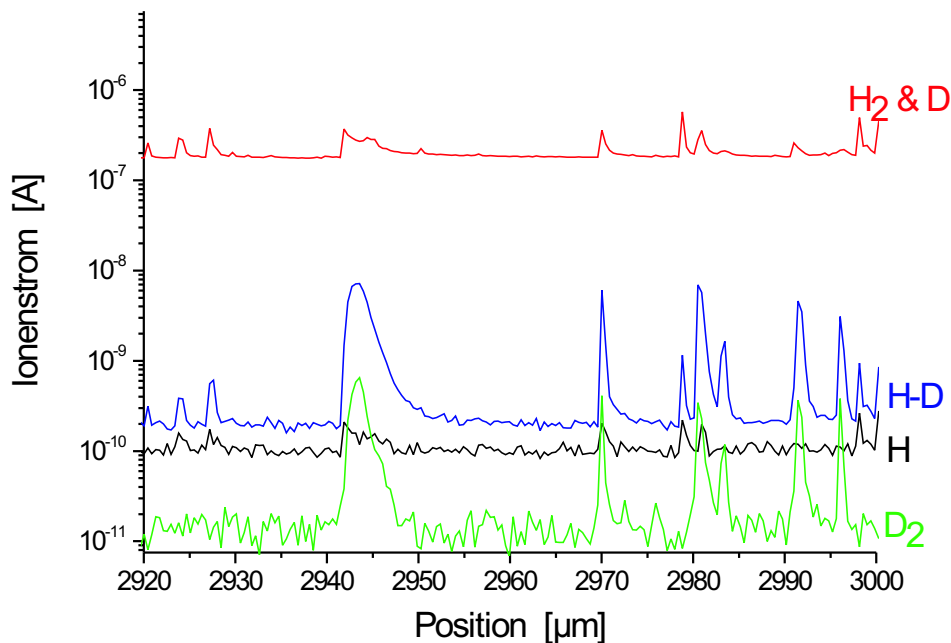


Abbildung 6.7: In dieser Darstellung aller vier Massen ist das charakteristische Signal eines Spans zu sehen, welcher aus dem mit Deuterium beladenen Bereich einer Probe stammt. Deutlich zu erkennen ist ein Signalanstieg um ca. 1,5 Größenordnungen in den Massen 3 und 4. In Kombination mit einem relativ kleinen Signal in den Massen 1 und 2 bedeutet dies, daß in dem Span tatsächlich Deuterium vorhanden gewesen sein muß.

6.4 Die Streifenprobe Teil I

Bei der zweiten Messung der NiCu-Probe konnte nachgewiesen werden, daß in dieser Deuterium vorhanden war. Um zu beweisen, daß eine gezielte, orts aufgelöste Beladung möglich ist, soll in diesem Experiment eine Probe streifenförmig mit Deuterium beladen werden.

Bevor das Probenplättchen (NiCu) in die Säge eingebaut werden konnte, mußte es einen längeren Präparations-Zyklus durchlaufen.

Im ersten Schritt wurde die rechteckige Probe mit den Maßen $30 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} \times 1,6 \text{ mm}$ mechanisch mit Hilfe von SiC-Schleifpapier bis zu einer 4000er Körnung geschliffen. Um die oberflächennahe geschädigte Schicht abzutragen, wurde die Probe chemisch poliert. Dies geschah in einem Säuregemisch aus Salpetersäure (30%), Schwefelsäure (10%), Essigsäure (50%) und Phosphorsäure (10%). Nach dem chemischen Polieren wurde die Probe für eine Stunde bei 600°C ausgeheizt. Anschließend wurde mit einem speziellen Lack ein Streifenmuster mit einer Streifenbreite von ca. 3 mm aufgetragen. Der Lack verhindert das Eindringen von Deuterium in die Probe. Im nicht lackierten Bereich kann hingegen eine Beladung stattfinden. Um Deuterium in die Probe zu bringen, wurde sie in einem Bad aus schwerem Wasser und NaOH elektrochemisch beladen. Im letzten Schritt wurden die Lackstreifen mit Ethanol von der Probe entfernt. Erst nach dieser Prozedur konnte die Probe in die Säge eingebaut werden. Die Abbildungen 6.8 und 6.9 zeigen die Meßdaten, wobei die Sägerichtung quer zu den Streifen lag. Wenn man eine Streifenprobe quer durchsägt, so sollte man idealerweise ein rechteckförmiges Signal erwarten.

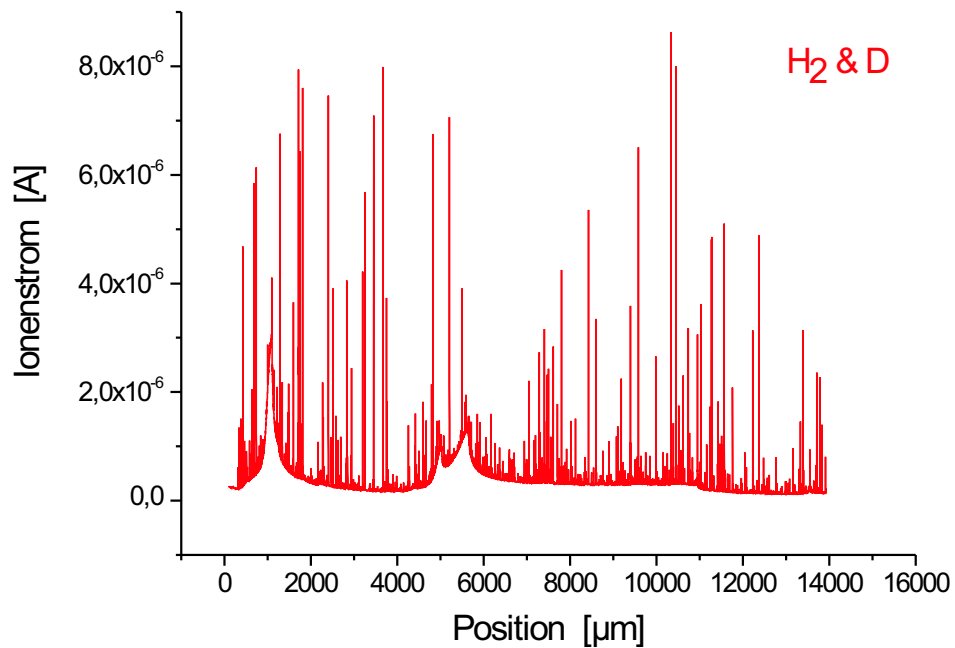
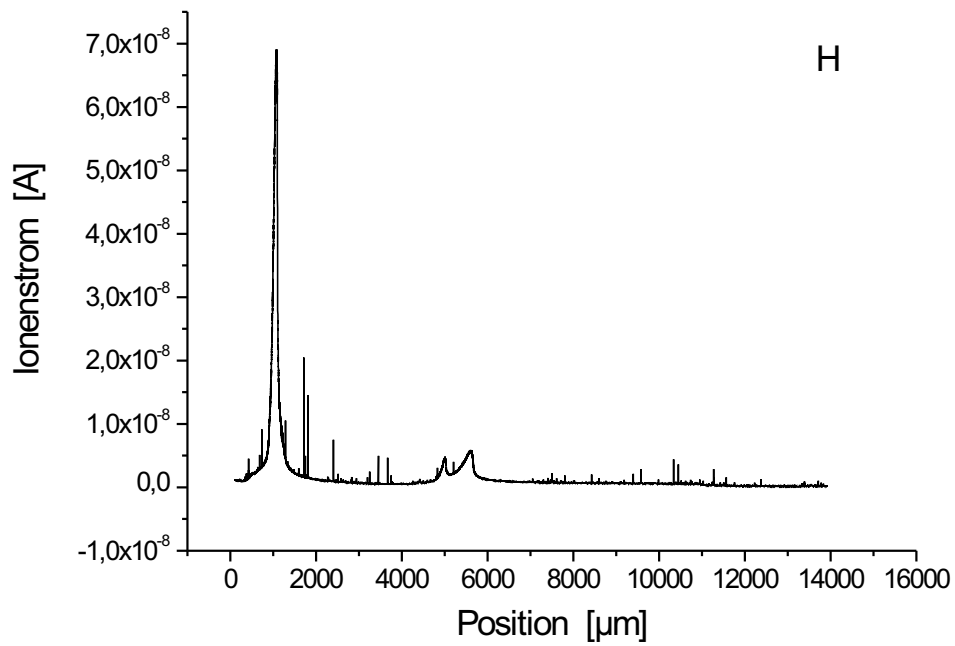


Abbildung 6.8: In den Massen 1 und 2 sind deutlich Meßartefakte zu erkennen (Position 1000 und 5000 μm). Die Ursache für diese Artefakte liegt in der Kühlfalle. Bei dieser Messung war noch die alte Kühlschleife im Rezipienten eingebaut. Durch starke Vibrationen der Spirale wurden Gasatome von deren Oberfläche abgeschüttelt, und führten so zu einem verschlechterten Vakuum...

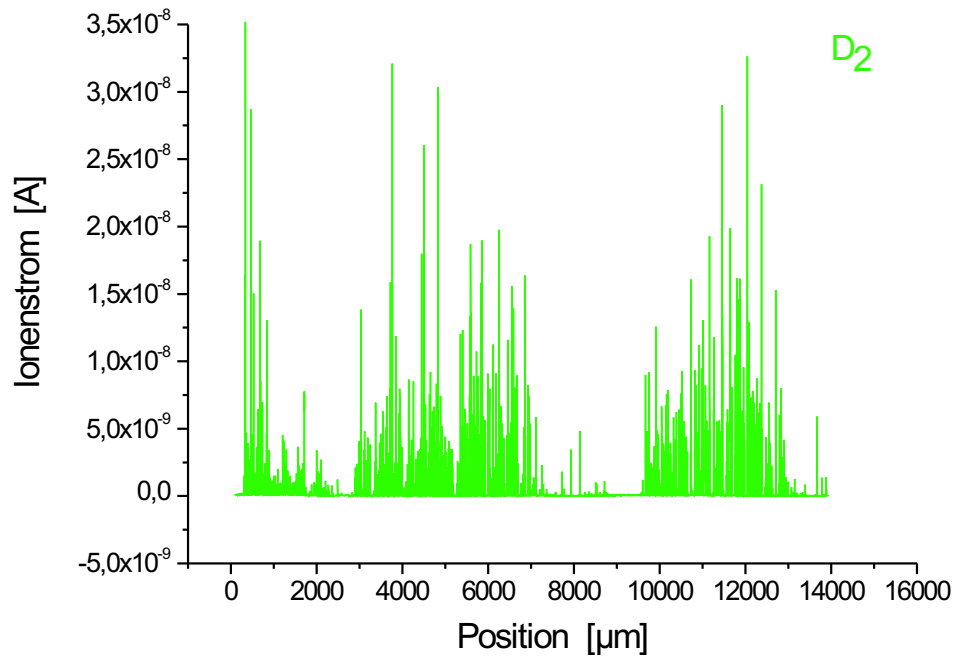
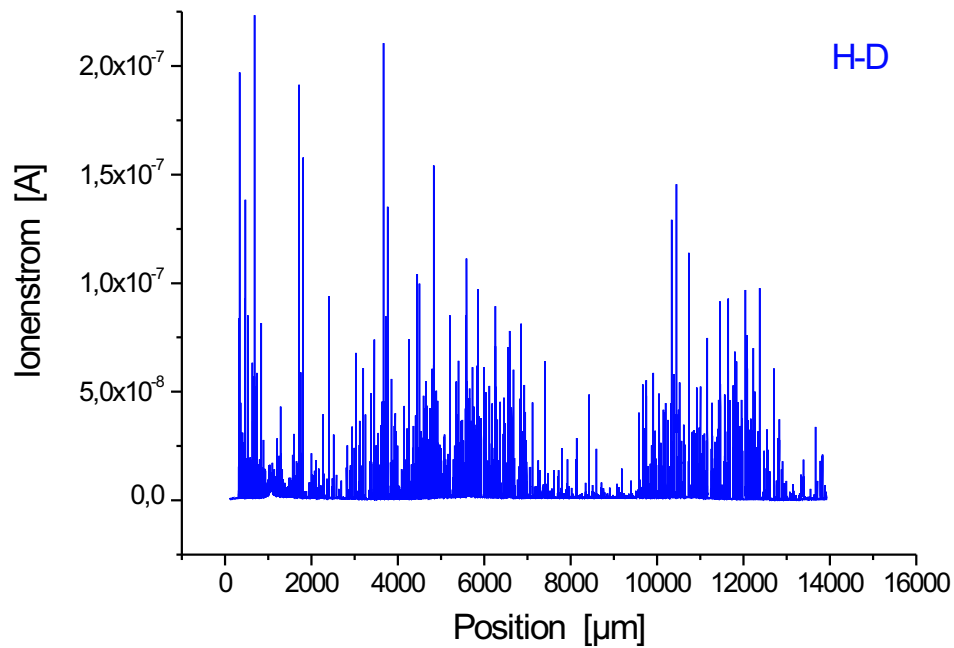


Abbildung 6.9: ...Die gesägte Probe wurde streifenförmig mit Deuterium beladen, und somit sollte sich in den Massen 3 und 4 dieses Streifenmuster widerspiegeln. Schon auf einen ersten Blick kann man ca. 3 mm breite beladene und unbeladene Streifen erkennen. Das erhöhte Signal im Bereich zwischen 0-3000 μm ist dadurch zu erklären, daß die Probe an den Kanten nicht mit Lack überzogen wurde, wodurch Deuterium in diesen Bereich der Probe eindiffundieren konnte.

Die Vergrößerung auf einzelne Späne zeigt im Vergleich zu den weiter vorne beschriebenen Signalmustern keine neuen Eigenschaften, weshalb hier auf eine erneute Darstellung verzichtet wird. Bei dieser Messung ist der Gesamtverlauf des Signals über den gesamten Sägeschnitt von Interesse. Wieder gibt es einige Auffälligkeiten zu bemerken. An der Position $1000 \mu\text{m}$ ist in den Massen 1, 2 und 3 ein Anstieg in der Kurve zu erkennen. Des Weiteren sind in Masse 1 und 2 auch an der Position zwischen $5000\text{-}6000 \mu\text{m}$ zwei höhere Peaks zu finden. Diese Artefakte sind durch die in Kapitel 3 beschriebene, vibrierende Kühlfalle zu erklären. Der Gesamtverlauf von Masse 3 und 4 zeigt aber den eigentlich interessanten Teil der Messung. Das Ziel bestand darin, ein streifenförmiges Profil nachzuweisen. Dieses ist bei Masse 3 zu erkennen, besonders ausgeprägt ist es aber erst in Masse 4.

Die beladenen Streifen befinden sich in einem Bereich zwischen $3000\text{-}7000 \mu\text{m}$ und zwischen $10000\text{-}13000 \mu\text{m}$. Ein sehr kleines Signal erhält man im Bereich zwischen $7000\text{-}10000 \mu\text{m}$, weil hier der Lack ein Eindiffundieren des Deuteriums verhindert hat. Im Anfangsbereich zwischen $0\text{-}3000 \mu\text{m}$ sollte kein Signal zu erwarten sein. Daß man in diesem Abschnitt trotzdem ein Signal erhält, liegt daran, daß die Probe an den Kanten nicht mit Lack überzogen war, und somit Deuterium über diese ungeschützte Kante in die Probe gelangen konnte.

In den Meßwerten ist das Streifenprofil der Probe wiederzufinden. Die gewonnenen Daten können mit einem Auswertungsprogramm geglättet werden, um so eine rechteckförmige Kurve zu erhalten. Es wurde die Methode des Moving Window Average benutzt und das gesamte Mittelungsintervall wurde gaußgewichtet (Haa06).

Bei einem Mittelungsintervall von $50 \mu\text{m}$ erkennt man in der Abbildung 6.10 steil abfallende Flanken zwischen den beladenen und unbeladenen Streifen. Allerdings sind die Plateaus relativ schlecht ausgeprägt. Die Plateaus werden bei einem Mittelungsintervall von $400 \mu\text{m}$ deutlich glatter. Dies führt aber zwangsläufig zu weicheren Kanten im Rechteckprofil.

Die glatten Plateaus der blauen Kurve machen eine Aussage über den durchschnittlichen Deuteriumgehalt in dem beladenen Bereich. Die Plateaus liegen um fast eine Größenordnung höher als der Untergrund. Allerdings kann der Deuteriumgehalt nach dem momentanen Stand der Experimente nicht in Teilchenzahlen ausgedrückt werden. Dazu ist eine Eichung erforderlich, die angibt, welche Ionenstromänderung einer bestimmten Teilchenzahländerung entspricht. Auf der Probe sind bei einer Streifenbreite von 3 mm insgesamt 5 beladene und 5 unbeladene Streifen. Ein Sägeschnitt ist bauartbedingt auf maximal 15 mm begrenzt, weshalb es nicht möglich war, die komplette Probe in einer einzigen Messung durchzusägen und so das Profil noch besser herauszuarbeiten. Aus diesem Grund wurde die Probe ausgebaut und anschließend in die andere Seite gesägt. Zwischen beiden Messungen sind ca. 45 Stunden vergangen. Innerhalb dieses Zeitraums konnte das Deuterium in der Probe in die unbeladenen Streifen diffundieren (bei 20°C).

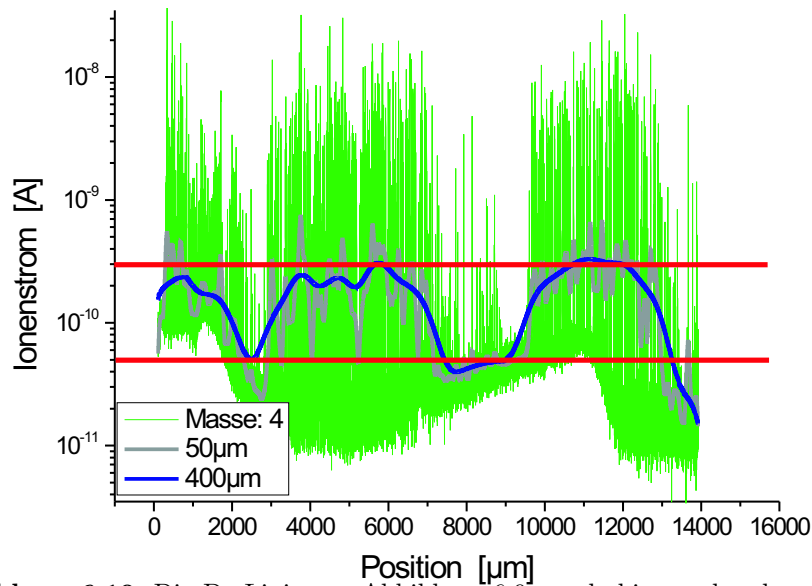


Abbildung 6.10: Die D_2 -Linie aus Abbildung 6.9 wurde hier nochmals zusammen mit einer logarithmisch eingeteilten y-Achse aufgetragen. Um das erwartete Rechteckprofil noch deutlicher herauszuarbeiten, wurde eine gauengewichtete Kurvenglättung durchgeführt. Die blaue Linie zeigt relativ glatte Plateaus, wobei die Übergänge zwischen beladenen und unbeladenen Streifen nicht mehr so steil abfallen, wie dies bei der grauen Glättungslinie zu sehen ist. Um die Lage der Plateaus zu verdeutlichen, wurden zwei rote Geraden eingezeichnet.

6.5 Die Streifenprobe Teil II

Die Probe wurde in dieser Messung von der gegenüberliegenden Seite eingesägt, um zu sehen, ob sich auch hier ein rechteckförmiges Signal nachweisen läßt. Sollte dies der Fall sein, so ist bei dieser Messung ebenfalls interessant, wie sehr sich die Diffusion des Deuteriums in die unbeladenen Streifen hinein ausgewirkt hat. Die Abbildungen 6.11 und 6.12 zeigen zu Beginn erneut die großen Peaks bei den Massen 1, 2 und 3. Ansonsten erkennt man bei Masse 4 das Streifenmuster der Probe wieder. In dem Bereich zwischen 0-4000 μm und im Bereich zwischen 7000-10000 μm erkennt man deutlich die mit Deuterium beladenen Streifen. In den dazwischenliegenden Streifen sollte idealerweise kein Signal vorhanden sein, allerdings sind kleine Peaks sichtbar. Diese sind in der zuvor durchgeführten Messung nicht so deutlich ausgeprägt. Die Ursache dafür liegt, wie schon oben angedeutet, in der Diffusion des Deuteriums innerhalb der Probe in dem vergangenen Zeitraum zwischen beiden Messungen. Interessant ist, daß die Diffusion so stark war, daß das Deuterium in den ganzen, ursprünglich unbeladenen, 3 mm breiten Bereich hineindiffundiert ist.

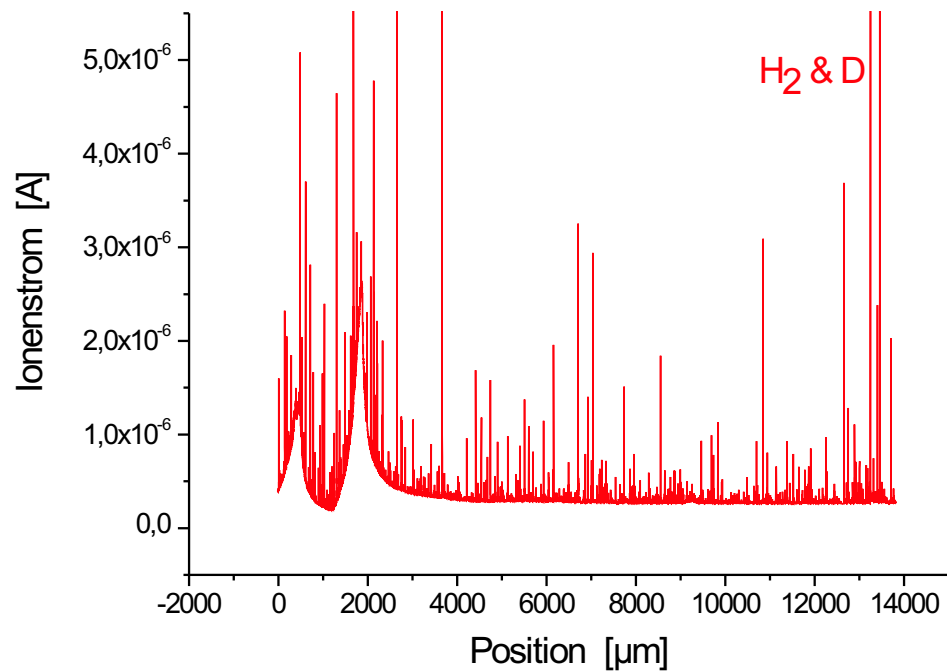
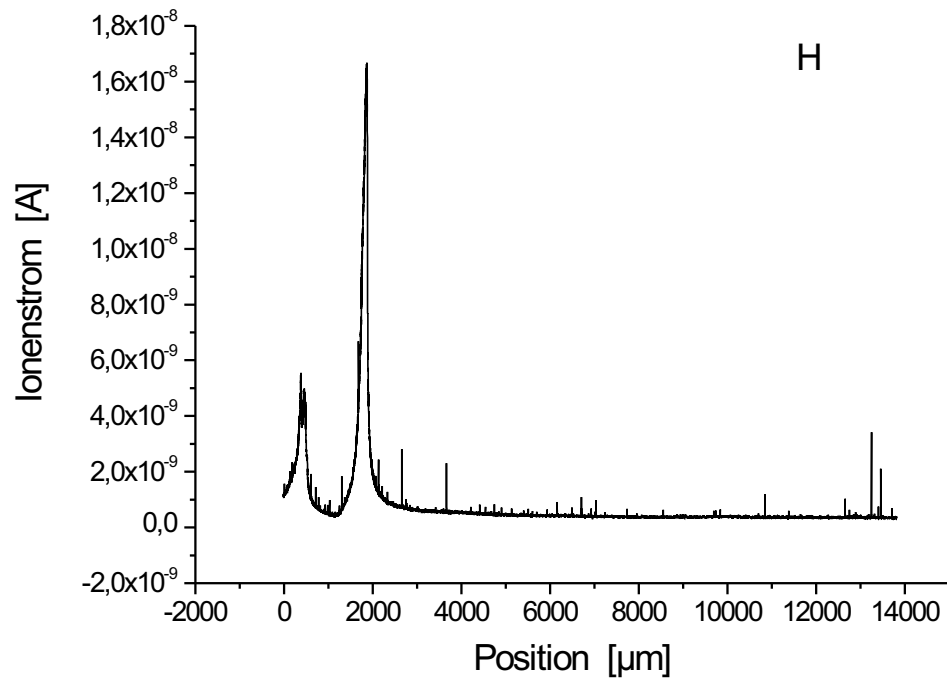


Abbildung 6.11: Auch in dieser Messung sind zu Beginn wieder Meßartefakte zu verzeichnen. Ansonsten erkennt man, wie zu erwarten war, ebenfalls ein Streifenmuster...

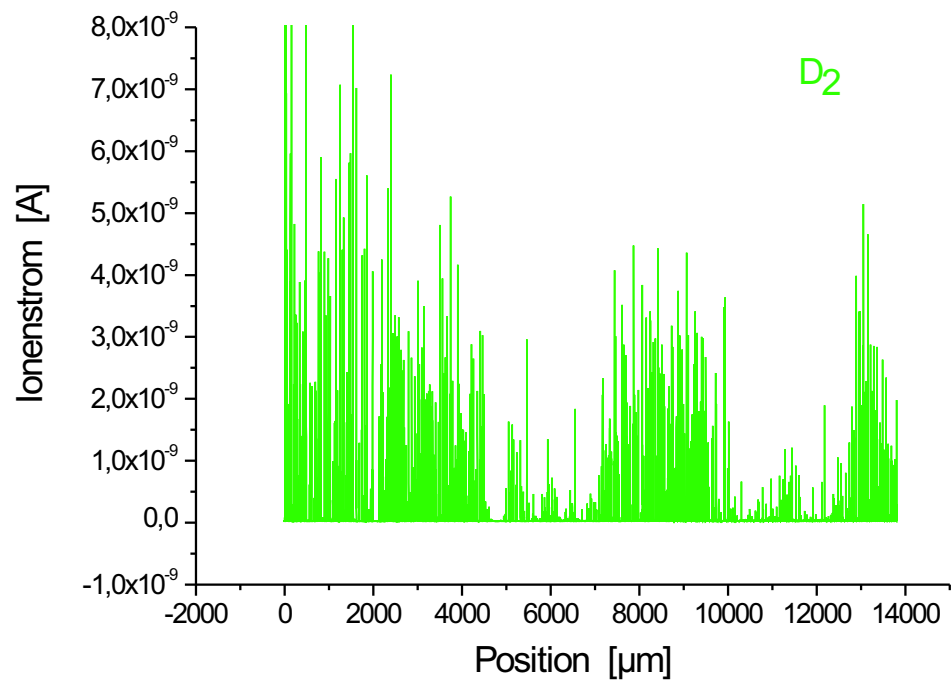
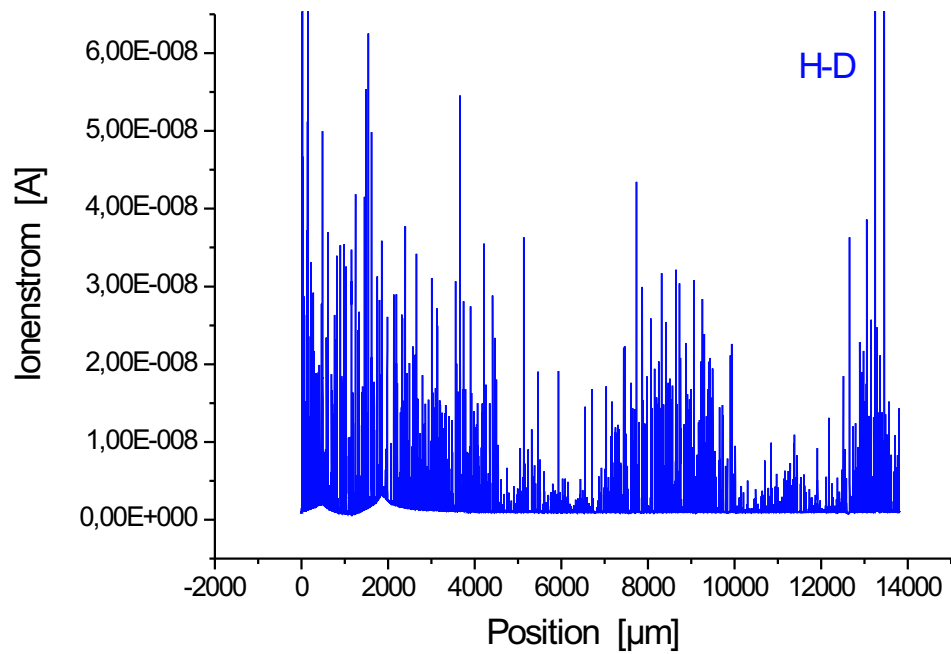


Abbildung 6.12: ...Im Vergleich zu Abbildung 6.9 erkennt man in den Bereichen, die eigentlich unbeladen sein sollten, eine erhöhte Anzahl an kleineren Peaks. Diese lassen sich durch die Diffusion des Deuteriums in der Probe erklären.

In Abbildung 6.13 wurden die Meßdaten aus Masse 4 wieder geglättet. Die blaue Linie mit einem Mittelungsintervall von $400 \mu\text{m}$ ist im Vergleich zu Abbildung 6.10 an den Kanten deutlich aufgeweicht, was durch die Diffusion des Deuteriums im vergangenen Zeitraum zu erkläraren ist. Die graue Kurve mit einem Mittelungsintervall von $50 \mu\text{m}$ zeigt hingegen sehr viel glattere Plateaus als in Abbildung 6.10. Die Differenz zwischen den roten Geraden ist in Abbildung 6.10 ca. dreimal größer als bei der zweiten Messung. Dies drückt aus, wie stark sich die Diffusion ausgewirkt hat.

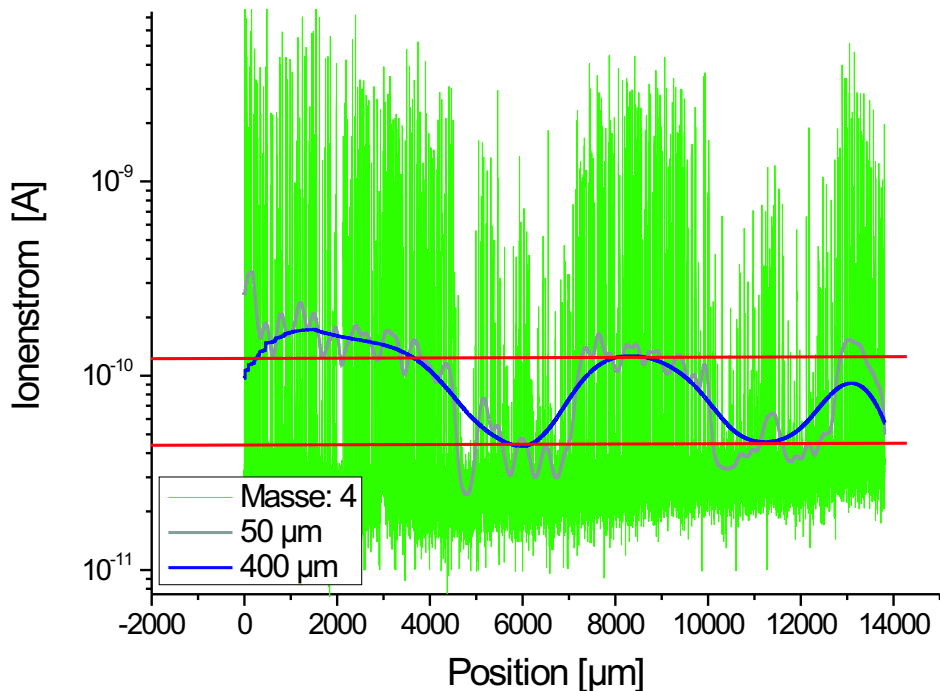


Abbildung 6.13: ...Im Vergleich zu Abbildung 6.13 erkennt man in den Bereichen, die eigentlich unbeladen sein sollten, eine erhöhte Anzahl an kleineren Peaks. Diese lassen sich durch die Diffusion des Deuteriums in der Probe erklären. Die blaue Kurve ist im Vergleich zu Abbildung 6.10 stark aufgeweicht. Die graue Kurve besitzt glattere Plateaus als in Abbildung 6.10.

6.6 Deuteriumnachweis in Aluminium

Durch das Streifenexperiment konnte gezeigt werden, daß es möglich ist, eine NiCu-Probe gezielt mit Deuterium zu beladen, und diese Beladung orts aufgelöst nachzuweisen.

In diesem Experiment wird untersucht, ob der Deuteriumnachweis auch im Werkstoff Aluminium vollzogen werden kann, und ob es möglich ist, die obigen Ergebnisse zu quantifizieren. Dazu werden verschiedene, bekannte Mengen an Deuterium in eine Aluminiumprobe eingebracht mit dem Ziel, auf diese Art die Nachweisgrenze der HSaw bestimmen zu können.

Das HSKP verfügt über ein Zyklotron, mit dem es möglich ist, eine gewünschte Anzahl an Deuteronen in ein Target zu schießen. Die minimale Energie der Deuteronen beträgt 15 MeV. Aufgrund dieser hohen Energie ist es notwendig, Reinstaluminium als Probenmaterial zu verwenden. Bei Aluminiumlegierungen, die Kupfer enthalten, käme es durch den Beschuß mit 15-MeV-Deuteronen zu einer unerwünschten Aktivierung der Kupferkerne.

6.6.1 Der Aufbau des Probenhalters

Um die Aluminiumprobe mit Deuteronen beschießen zu können, mußte ein spezieller Probenhalter gebaut werden, der mehrere Aufgaben gleichzeitig erfüllt.

In Abbildung 6.14 ist der Aufbau und die Funktionsweise des Probenhalters in einem Querschnitt schematisch dargestellt. Der gesamte Probenhalter wird mit einem Flansch am Vakuumrezipienten, der mit dem Zyklotron verbunden ist, festgeschraubt. Rechts vom Flansch befindet sich der vakuumseitige Teil des Halters.

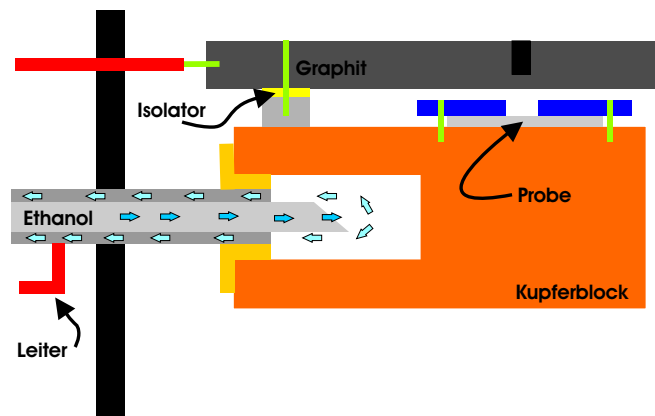


Abbildung 6.14: Die Probe wird mit einem Klemmplättchen auf den gekühlten (-60°C) Kupferblock fixiert. Dadurch kann die Wärme, die sich durch den Deuteronenbeschuß in der Probe entwickelt, abtransportiert werden. Das im Durchmesser 3 mm breite Sackloch im Graphitabsorber läßt eine Restdicke von $800\ \mu\text{m}$ stehen. Dies bremst die Deuteronen von 15 MeV auf knapp 6 MeV. Die Ladung der Deuteronen wird nach außen abtransportiert, und daraus kann die Anzahl der in der Probe deponierten Teilchen über eine Bestrahlungszeit berechnet werden.

Die eingeschossenen Deuteronen sollen im Aluminium nicht diffundieren, weshalb die Probe auf -60°C gekühlt wird. Damit dies möglich ist, muß die Probe, die sich auf dem von Ethanol durchflossenen Kupferblock befindet, einen ausreichenden Wärmekontakt zu diesem haben. Dies ist durch ein Klemmplättchen realisiert worden. In diesem Klemmplättchen befinden sich zwei Bohrungen, durch die nur diejenigen Deuteronen fliegen können, die es geschafft haben, den Graphitabsorber zu passieren.

Der Absorber ist von seiner Dicke her so bemessen, daß alle Deuteronen, die nicht die Sacklöcher im Graphit treffen, von diesem vollständig absorbiert werden. Die Bohrungen im Graphit lassen eine Restdicke von ca. $800\ \mu\text{m}$ stehen. Diese Restdicke wurde so dimensioniert, damit die Deuteronen zu wenig Energie besitzen, um die Aluminiumkerne anzuregen. Die Eindringtiefe in die 16 mm dicken Proben beträgt bei der so gewählten Energie ca. $160\ \mu\text{m}$. Es wurden zwei Proben in den Halter eingesetzt und die eine für 10 min, die andere für 100 min mit Deuteronen beschossen. Über die Ladung, welche die Deuteronen mit sich führen, und den bekannten Strahl-

strom auf der Probe (ca. $1 \mu\text{A}$) kann man die Anzahl der Teilchen bestimmen, welche innerhalb einer Bestrahlungszeit in der Probe gelandet sind. Bei einer Zeit von 10 min entspricht dies ca. 10^{15} Teilchen, bei 100 min ca. 10^{16} Teilchen. Im Aufbau wird die Ladung der Deuteronen über das äußere Kühlrohr abgeführt. In Abbildung 6.15 ist ein Photo des Probenhalters zu sehen.

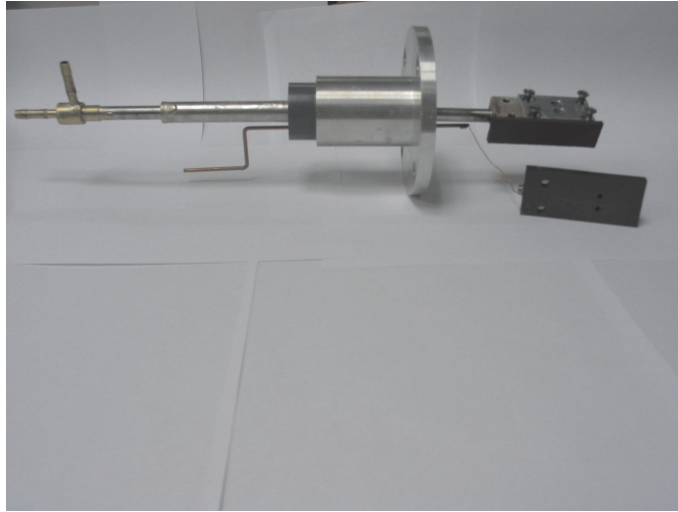


Abbildung 6.15: Links sind der Zu- und Rücklauf für die Kühlflüssigkeit zu erkennen. Der rechte Teil befindet sich im Vakuum. Auf dem Kupferblock ist das Klemmplättchen mit vier Schrauben fixiert. Auf dem Graphitblock im Vordergrund sind die zwei Sacklöcher zu erkennen, durch welche der Strahldurchmesser der Deuteronen auf maximal 3 mm begrenzt ist.

6.6.2 Messung der „10 min“bestrahlten Probe

Beim Einbau der Probe in die HSaw war darauf zu achten, daß der Sägeschnitt durch das mit Deuteronen beschossene, im Durchmesser 3 mm große Gebiet geht. Die Meßwerte sind in den Abbildungen 6.16 und 6.17 dargestellt. Der gesamte Sägeschnitt ist ca. 8,3 mm lang.

An der x-Achse ist die Größe Cycle aufgetragen. Das ist die Größe, die das Massenspektrometer ausgibt. Damit auf der x-Achse die Probenposition aufgetragen werden kann, muß erst eine Eichung durchgeführt werden. Dies setzt aber eine konstante Drehfrequenz des Sägeblattes voraus, da mit diesem bzw. mit der daran montierten Lichtschranke der Probenvorschub gesteuert wird. Während der laufenden Messung wurde die Frequenz aus weiter unten genannten Gründen stark variiert. Aus diesem Grund ist eine Eichung hier nicht möglich. Bei dieser Messung interessiert nur der Gesamtverlauf des Ionenstroms, und deshalb ist mit der Größe Cycle kein Nachteil verbunden.

Cycle ist eine kleine Zeitspanne. Es ist genau die Zeit, die das Massenspektrometer benötigt, um einmal jeden Massenwert zu durchlaufen.

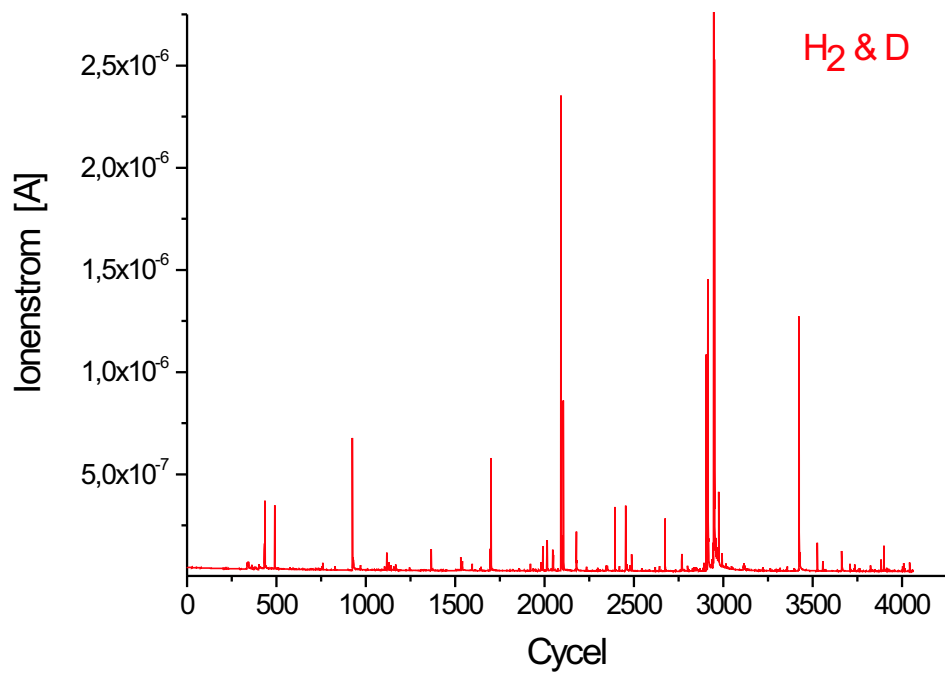
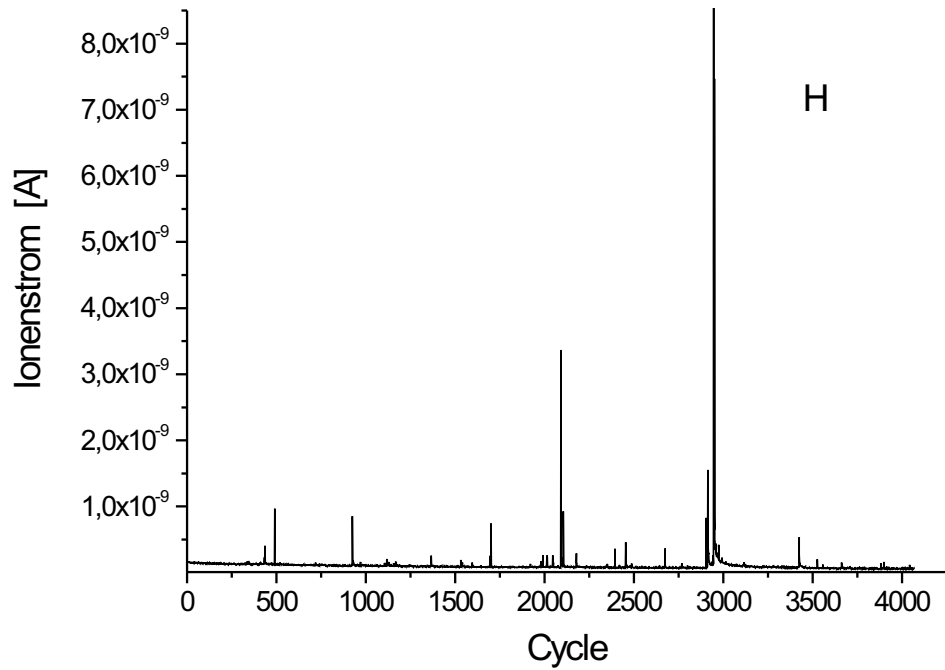


Abbildung 6.16: Alle vier Graphen zeigen einen anderen Verlauf als erwartet. Der Gesamtverlauf über den ganzen Sägeschnitt zeigt eine konstante Untergrundlinie mit zwei besonders großen Peaks in den Massen 1 und 2 an der Stelle ca. 2100 Cycle und 2950 Cycle. Diese Peaks sind wieder durch eine Ansammlung von Spänen zu erklären, die gleichzeitig in den Tiegel gefallen sind...

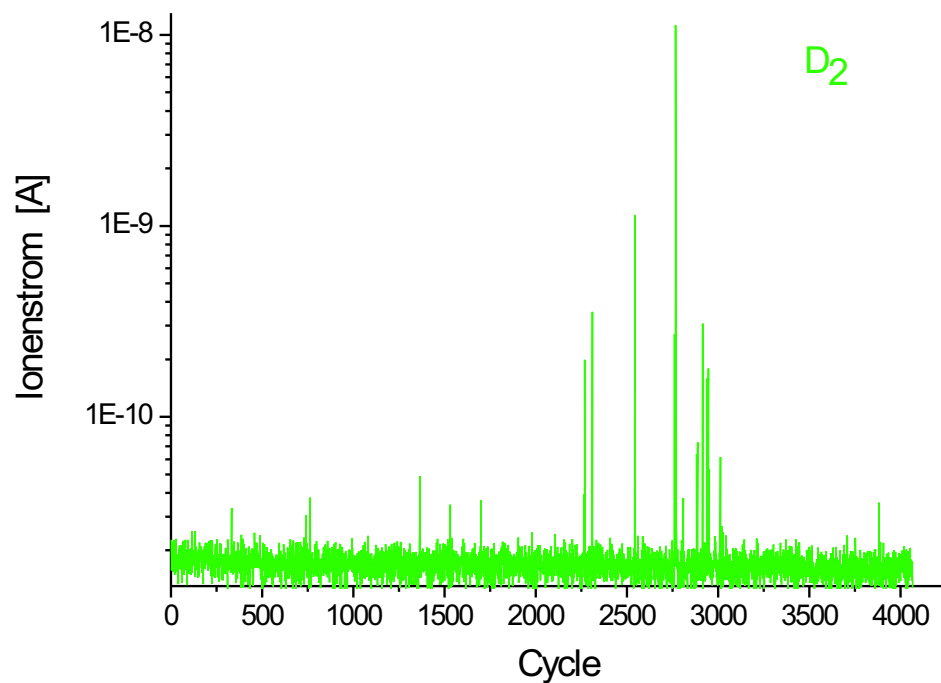
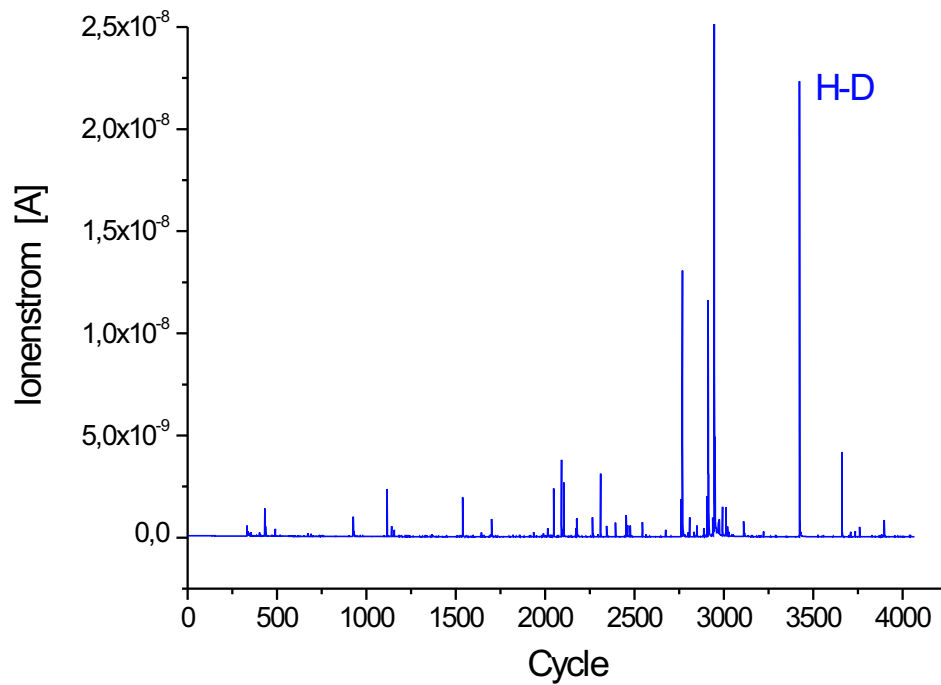


Abbildung 6.17: ...In Masse 3 und 4 sind an der Stelle 2940 Cycle ebenfalls die großen Peaks zu erkennen. Bei Masse 4 hingegen ist bei Cycle 2100 kein erhöhtes Signal sichtbar. Insgesamt waren bei dieser Messung die Signale von einzelnen Spänen sehr klein. Die Ursache war, wie sich beim Ausbau der Probe herausgestellt hat, daß das Probenmaterial auf die Unterseite abgeschmiert wurde anstatt als Span in den Tiegel zu fallen.

Die Meßergebnisse entsprechen nicht der Erwartung. Die großen Peaks bei einer Stelle von 2100 Cycle und 2950 Cycle sind durch eine Ansammlung von Spänen, die gleichzeitig als Klumpen in den Tiegel gefallen sind, zu erklären.

Das Problem bei dieser Messung bestand darin, daß es in dem erwarteten ca. 3 mm großen Bereich zu keiner signifikanten Signalerhöhung in Masse 4 gekommen ist. Aufgrund dieser Meßergebnisse liegt die Vermutung nahe, daß der mit Deuteronen beschossene Bereich nicht angesägt wurde. Dies steht im Widerspruch zu einer exakten Positionierung der Probe.

Mit der folgenden Abschätzung der Größenordnungen wird gezeigt, daß die Anzahl der in der Probe deponierten Deuteronen weit über der Nachweisgrenze des Massenspektrometers liegt, weshalb eine zu geringe Konzentration der Deuteronen in einem Span ausgeschlossen werden kann.

Die minimal nachweisbare Druckänderung des Massenspektrometers beträgt:

$$\Delta p_{min} = 1 \cdot 10^{-14} \text{ mbar} \quad (6.1)$$

Mit Hilfe der idealen Gasgleichung kann dies direkt in eine Teilchenzahländerung umgerechnet werden:

$$\Delta p_{min} = \frac{k_B T}{V} \cdot \Delta N_{min} \quad (6.2)$$

Das bedeutet, daß aus einem Span mindestens die Teilchenzahl ΔN_{min} ausdampfen muß, um vom Massenspektrometer als Span nachgewiesen werden zu können.

$$\Delta N_{min} \approx 3.5 \cdot 10^6 \quad (6.3)$$

Es muß noch abgeschätzt werden, wieviele Deuteronen in einem Span deponiert sind. Der Deuteronenstrahl hat einen Durchmesser von 3 mm, was einer bestrahlten Fläche von 7 mm^2 entspricht. Auf dieser Fläche sind bei einer Bestrahlungszeit von 10 min insgesamt 10^{15} Deuteronen gelandet.

Der Span hat aufgrund des Sägeblattes eine Breite von $500 \mu\text{m}$. Unter einer angenommenen Spandicke von $10 \mu\text{m}$ entspricht dies einer bestrahlten Spanfläche von $5000 \mu\text{m}^2$.

In einem einzigen Span ist somit die Zahl N_{Span} enthalten:

$$N_{Span} \approx 7 \cdot 10^{11} \quad (6.4)$$

Die im Span vorhandene Teilchenzahl ist um 5 Größenordnungen höher, als zum Nachweis mit dem Massenspektrometer erforderlich ist.

Ein Hinweis zur Lösung des Widerspruchs ergab sich beim Ausbau der Probe. Es hat sich herausgestellt, daß ein Großteil des Probenmaterials nicht als Sägespan in den Tiegel gefallen ist, sondern auf die Unterseite der Probe abgeschmiert wurde. Der Grund für dieses schlechte Abspanverhalten ist der extrem weiche Werkstoff Aluminium.

Um das Problem zu lösen, muß man sich die vorliegenden Größenverhältnisse anschauen. Die Aluminiumprobe hat eine Dicke von 16 mm. Die Eindringtiefe der Deuteronen beträgt 160 μm . Das bedeutet, daß sämtliche Deuteronen im oberen Zehntel der Probe konzentriert sind. Weiter Messungen haben gezeigt, daß nur 40% des erwarteten Probenmaterials in den Tiegel fallen. Es ist möglich, daß bei einem Span die oberen 10%, in dem die Deuteronen deponiert sind, nicht zu den 40% des Materials gehören, die in den Tiegel fallen, sondern auf die Unterseite der Probe abgeschmiert werden.

Das es prinzipiell mit der Deponierung von Deuteronen in der Probe geklappt hat erkennt man in Masse 4 an den Stellen 2500 Cycle und 2750 Cycle. Dort ist zufälligerweise doch Deuterium aus den oberen Schichten im Tiegel gelandet. Dies bestätigt die obige Rechnung, daß in der Probe eine nachweisbare Menge an Deuterium vorhanden ist.

Ob bevorzugt Material aus den unteren Schichten der Probe in den Tiegel fällt, kann dadurch getestet werden, daß bei einem weiteren Experiment die Probe umgedreht in die HSaw eingebaut wird.

6.7 Deuterium in einer CT-Probe

In diesem Kapitel wird die ursprüngliche Zielstellung der Diplomarbeit wieder aufgegriffen. Ziel ist es, eine erhöhte Deuteriumkonzentration in der plastischen Zone vor der Reißspitze einer unter korrosiver Umgebung zyklisch verformten Probe nachzuweisen. Als Probenmaterial wurde die anfangs untersuchte NiCu-Legierung verwendet, weil mit dieser bereits ein orts aufgelöster Nachweis von Deuterium gelungen ist.

In diesem Experiment wurde eine CT-Probe in einer Lösung aus schwerem Wasser und NaCl zyklisch verformt. Nachdem sich in der Probe ein kleiner Riß ausgebildet hat, wurde sie direkt in die Säge eingebaut. Es wurde darauf geachtet, daß das Sägeblatt durch die plastische Zone vor der Reißspitze sägt. Gesägt wurde quer zur Ausbreitungsrichtung des Risses. Falls es funktioniert hat, Deuterium auf diese Art in die Probe zu bringen, sollten die Messwerte an der Position der plastischen Zone ein erhöhtes Masse-3- und Masse-4-Signal zeigen. Die Massen 1 und 2 hingegen sollten an dieser Stelle kein erhöhtes Signal ausgeben. Mit dieser Erwartung wurden die Proben gesägt. Die Meßdaten sind in den Abbildungen 6.18 und 6.19 dargestellt.

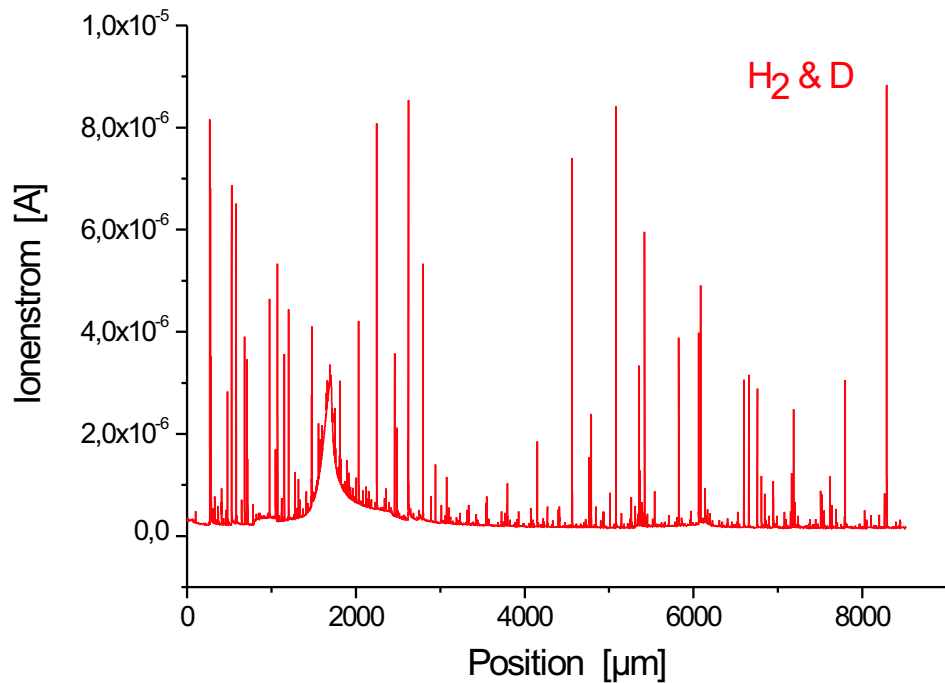
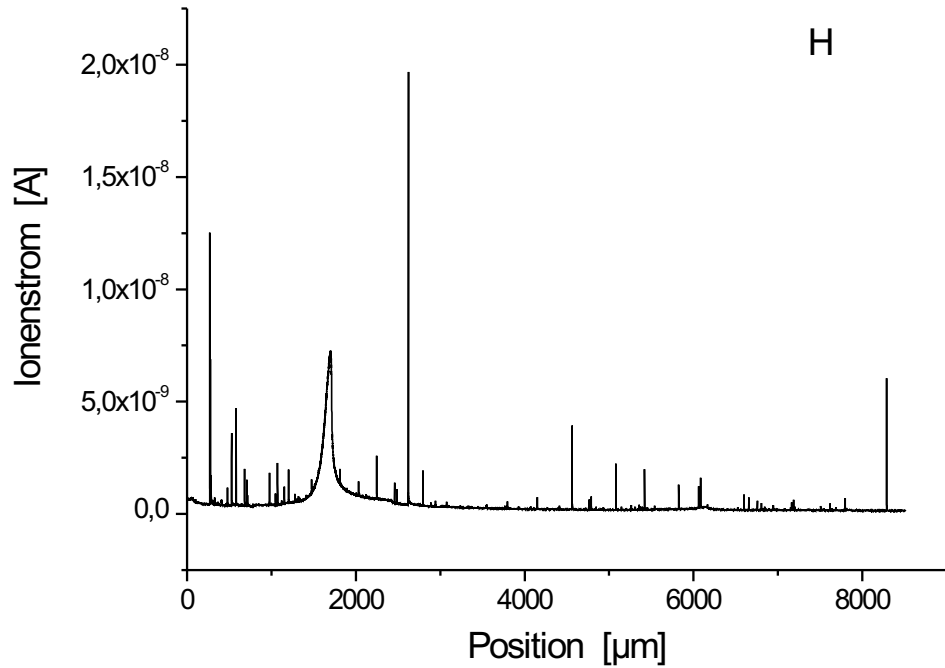


Abbildung 6.18: Bei diesem Experiment wurde eine in Natriumchloridlösung zyklisch verformte CT-Probe quer zur Riausbreitungsrichtung gesgt. Die Probe wurde so auf dem Proben­tisch ausgerichtet, das die plastische Zone vor der Rispitze getroffen werden sollte. Die Meergebnisse zeigen zwei Aufflligkeiten. An der Positon 1800 μm erkennt man das typische durch die Khlfalle hervorgerufene Meartefakt, welches in den Massen 1, 2 und 3 zu einem erhhten Untergrund fhrt...

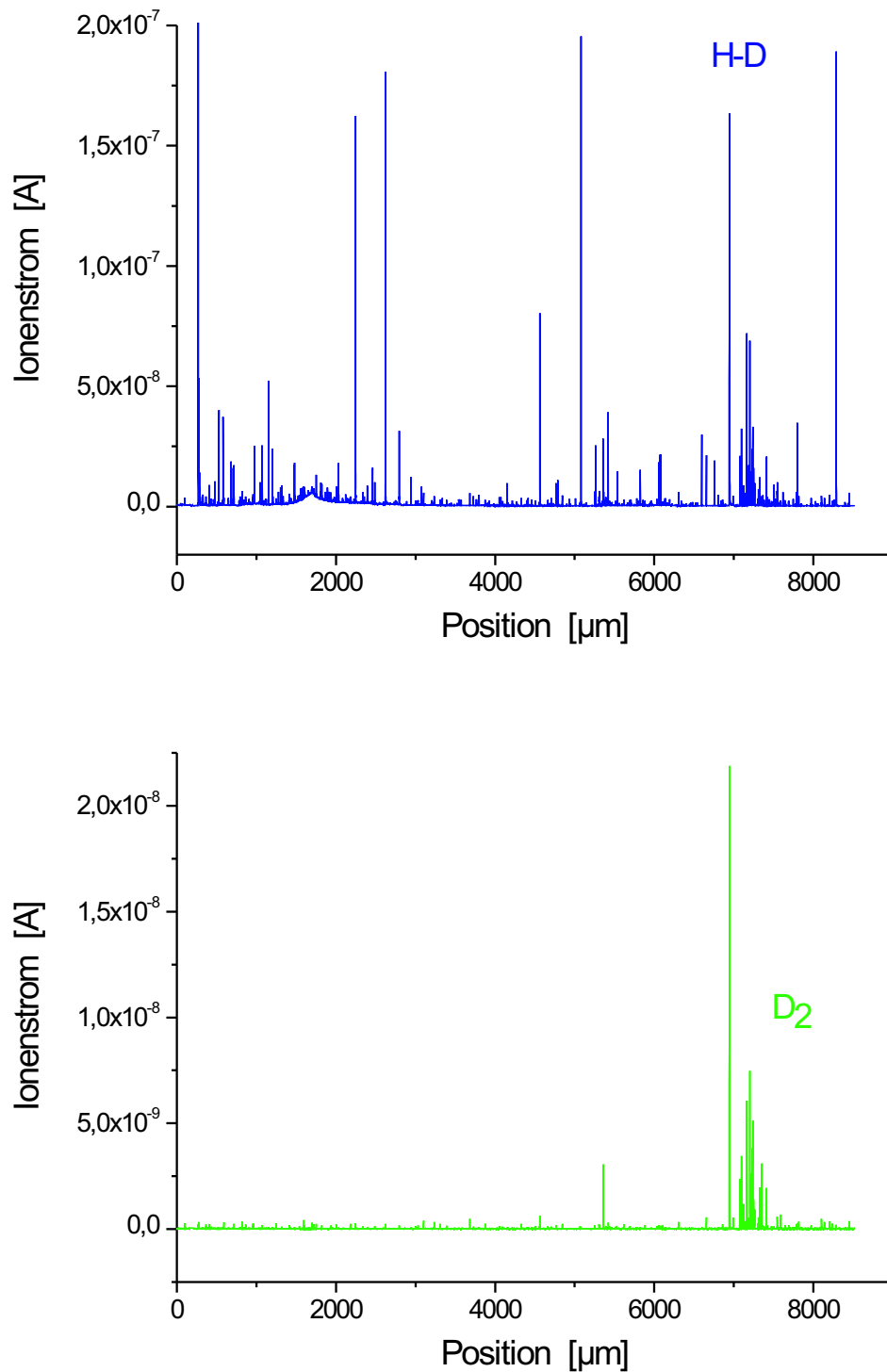


Abbildung 6.19: ...Die D₂-Linie zeigt eindeutig ein Signal im Bereich der plastische Zone. Dies ist ein starkes Indiz für einen gelungenen Nachweis von Deuterium in der plastischen Zone. Das erhöhte Signal ist ebenfalls in der Masse 3 klar zu erkennen. Nach bisherigem Kenntnisstand gab es bisher noch keine einzige Messung, die jemals eine erhöhte Deuteriumkonzentration in der plastischen Zone vor der Reißspitze nachgewiesen hat.

Die Messung zeigt an der Position $1800 \mu\text{m}$ wieder das von der Kühlfalle stammende Meßartefakt. An der Position $7100 \mu\text{m}$ ist in den Massen 3 und 4 ein deutliches Signal zu sehen. Ein Vergleich dieser Position mit der exakten Position der Rißspitze zeigt eindeutig, daß das Signal von der plastischen Zone des Risses stammt.

Diese Messung ist ein sehr starkes Indiz dafür, daß der Nachweis von Deuterium in der plastischen Zone gelungen ist.

Kapitel 7

Zusammenfassung

Mit dem zu Beginn der Diplomarbeit bestehenden experimentellen Aufbau konnte gezeigt werden, daß ein Span, der im Tiegel des unteren Rezipienten landet, dort für einen Druckanstieg sorgt.

Auf dieser Basis konnten die weiteren Experimente geplant werden.

Im Laufe der Diplomarbeit kam es zu baulichen Veränderungen und zu Verbesserungen des experimentellen Aufbaus HSaw, die hier dargestellt werden.

Seit dem Einbau einer neuen Kühlspirale sind in den Meßdaten die großen, bereits mehrfach beschriebenen Artefakte verschwunden. Des weiteren wurde ein größer dimensionierter Stickstoff-Dewar installiert, was nicht nur den Bedienungskomfort während einer laufenden Messung erhöht, sondern auch das Vereisen der Kühlspirale praktisch ausschließt.

Es wurde eine Trennung des Kühlsystems, bestehend aus Kühlspirale und Proben-tischkühlung, realisiert. Der Proben-tisch wird jetzt mit einer eigenen Kühlmaschine (Bad-Umwälzthermostat) gekühlt. Dies schließt auch die Gefahr aus, daß die im Proben-tisch verbauten Kugellager unter ihre kritische Temperatur gekühlt werden, bei der es zu strukturellen Veränderungen kommt.

Als letzte bauliche Veränderung sei hier noch die Neukonstruktion der Vakuumdreh-durchführung des Sägeblattes erwähnt. Diese Drehdurchführung ist aufgrund ihres Aufbaus sehr viel langlebiger und wartungsfreundlicher als ihr Vorgänger.

Mit Beginn dieser Diplomarbeit wurde nicht mehr der Weg verfolgt, Wasserstoff (H) in der plastischen Zone einer Aluminiumlegierung nachzuweisen.

Stattdessen bestand das Ziel der Diplomarbeit in dem Nachweis von Deuterium in der plastischen Zone vor der Reißspitze einer unter korrosiver Umgebung zyklisch verformten Probe.

Zunächst wurde getestet, ob es möglich ist Deuterium in eine Nickel-Kupfer-Legierung einzubringen und dieses mit der HSaw nachzuweisen. Nachdem dies erfolgreich gezeigt werden konnte, wurde eine Probe streifenförmig mit Deuterium beladen, um den Nachweis orts aufgelöst zu führen. Die Meßergebnisse zeigen, daß dies funktio-

niert. Die Messung der im Zyklotron bestrahlten Probe sollte die Beladung mit Deuterium quantifizieren. Mit dem Zyklotron kann eine wohldefinierte Anzahl an Deuteronen in die Probe geschossen werden. Der Werkstoff Aluminium ist, wie die Messung gezeigt hat, für dieses Experiment aufgrund seines schlechten Abspannverhaltens nicht geeignet. Schließlich wurde eine CT-Probe hergestellt, um zu testen, ob Deuterium in der plastischen Zone einer zyklisch verformten Probe nachweisbar ist. Die Ergebnisse dieser Messung sind ein sehr starkes Indiz dafür, daß der Nachweis von Deuterium in der plastischen Zone gelungen ist.

Nach bisherigem Kenntnisstand gab es weltweit noch keine einzige Messung, die Deuterium in der plastischen Zone nachweisen konnte. Somit könnte dieser Messung in Zukunft in der physikalischen Fachwelt eine große Bedeutung zukommen. Des weiteren wurde mit diesem Messergebnis das große Ziel dieser Diplomarbeit erreicht!

Kapitel 8

Ausblick

Es bietet sich an, diesen Abschnitt in einen Messungsteil und einen Teil, der sich mit baulichen Veränderungen beschäftigt, zu unterteilen.

Das Vakuum im unteren Rezipienten könnte durch die Verwendung von Stickstoff als Kühlmittel anstelle von Wasser deutlich verbessert werden.

Außerdem ist es sinnvoll um diesen Rezipienten dauerhaft ein entsprechend starkes Heizband zu wickeln, weil es so möglich wäre, den Rezipienten für mehrere Stunden bei hohen Temperaturen auszuheizen.

Mit dem momentanen Entwicklungsstand der HSaw ist es, wie in den Messungen gezeigt werden konnte, möglich, einen prinzipiellen Verlauf einer erhöhten Deuteriumkonzentration nachzuweisen, aber die Ortsauflösung läßt sich wahrscheinlich noch deutlich verbessern.

Dazu müßte zusätzlich eine Lichtschranke knapp oberhalb des Tiegels installiert werden, damit überprüft werden kann, ob an der vom Computer aufgeschriebenen Position wirklich auch ein Span in den Tiegel gefallen ist.

Das komplette Zusammenspiel von Probenstischvorschub, Sägeblattgeschwindigkeit und der neuen Lichtschranke müßte neu durchdacht werden.

Des weiteren stellt sich in diesem Zusammenhang die Frage, ob am Konzept des rotierenden Sägeblattes festgehalten werden soll, oder ob es besser ist, parallel zu obigen Umbauarbeiten die Entwicklung einer Stanze in Gang zu bringen. Damit würden eventuell viele Probleme, die das Sägeblatt von Natur aus mitbringt, nicht mehr auftreten, wie z.B. dem extremen Abschmierverhalten von weichen Werkstoffen.

Neben der Beschäftigung mit diesen baulichen Veränderungen ist es interessant, einen Blick auf zukünftige Messungen zu werfen.

Es ist sehr wichtig, mit einer weiteren CT-Probe aus NiCu das bereits erhaltene Ergebnis zu reproduzieren.

Anschließend wäre es interessant, zu CT-Proben aus Aluminiumlegierungen zurückzukehren, um auch dort eine erhöhte Deuteriumkonzentration nachzuweisen.

Eine Eichung des Massenspektrometers würde wichtige Informationen über absolute Teilchenzahländerungen liefern können. Dazu könnten kleine Metallpartikel mit

definierten Mengen Deuterium beladen und die dadurch ausgelöste Druckerhöhung gemessen werden.

Bisher wurden noch keine ausführlichen Messungen zu der Spancharakteristik einzelner Werkstoffe durchgeführt. Diese Messungen könnten dann vielleicht konkrete Aussagen über typische Spandicken machen. Für eine bessere Ortsauflösung sind solche Messungen ebenfalls unverzichtbar.

Eine Kombination mit Untersuchungen an der Bonner Positronenmikrosonde könnten weitere interessante Ergebnisse liefern. Es wäre möglich, eine Probe zunächst in korrosiver Umgebung zyklisch zu verformen. Anschließend würde die plastische Zone mit Hilfe der Mikrosonde untersucht und danach in diese Zone gesägt. Eine erneute Untersuchung mit der Mikrosonde könnte dann zeigen, wie gut die plastische Zone getroffen wurde.

Literaturverzeichnis

- [Asm97] S. Lampman[Ed.], J. Völk[Ed.], Topics in Applied Physics, Hydrogen in Metals II Application-Oriented Properties, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1997)
- [Ber92] R. Wilhelm [Ed.], Bergmann-Schaefer, Lehrbuch der Experimentalphysik -Band 6 - Festkörper, Walter de Gruyter (1992)
- [Ber97] C. Berger, A. Burr, K. Habig, G. Harsch, K. Kloos, H. Speckhardt, „Werkstofftechnik“ in [Dub97] E1
- [Bro78] D. Broek, „Elementary Engineering Fracture Fracture Mechanics“, Sijthoff & Noordhoff, (1978)
- [Dug60] D. Dugdale, Jour. Mech. Phys. Soc. A, 8 (1960) 100
- [Dub97] H. Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau, Springer (1997)
- [Fin80] M. Fine, Y. Chung, R. McCormick, „Fatigue Failure in Metals“, in [Asm97], p. 63
- [Foe06] Internet, <http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1-ge/> (2006-01-17)
- [Got98] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer (1998)
- [Gui39] A. Guinier, „La diffraction des rayons X aux très petits angles: Application a l'étude de phénomènes ultramicroscopiques“, Ann. Phys. 12 (1939) 161
- [Haa03] M. Haaks, „Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln“, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Haa74] P. Haasen, „Physikalische Metallkunde“, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1974)
- [Haa06] M. Haaks, Auswertungsprogramm zur Messdatenglättung (persönlich übergeben.), Universität Bonn (2006)

- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, „Introduction to Dislocations“, 3rd ed., Butterworth & Heinemann (1984)
- [Hoe04] M. Hoevel, „Ortsaufgelöster Wasserstoffnachweis in technischen Legierungen,,“, Diplomarbeit Universität Bonn (2004)
- [Irw58] G. Irwin, Fracture, in: „Handbuch der Physik“Vol.6, Springer (1958)
- [Joh92] V. John, „Introduction to Engineering Materials“,3rd ed., MacMillian Press (1992)
- [Lud09] P. Ludwik. Elemente der technologischen Mechanik, 1. Auflage. Springer-Verlag(1909)
- [Maj00] G. Majer, „Die Methoden der Kernspinresonanz zum Studium der Diffusion von Wasserstoff in Metallen und in intermetallischen Verbindungen“, Habilitationsschrift, Cuvillier Verlag Göttingen (2000)
- [Pre38] G.D. Preston,“The Diffraction of X-rays by Age hardening Alloy of Aluminium and Copper. The Structure of an Intermediate Phase“, Phil. Mag. 26 (1938) 855
- [PVac02] Handbuch für das Massenspektrometer (2002-2004) Pfeiffer Vacuum, Bestellnr.: PK 0065 PD (August 2002)
- [Sch97] G. Schatz, A. Weidinger, „Nukleare Festkörperphysik“, B.G. Teubner Stuttgart (1997)
- [See65] A. Seeger, „Moderne Probleme der Metallphysik“, Springer (1965)
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, „Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur,,“, Karl Hanser Verlag (1989)
- [Wid97] T. Wider, „In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer“, Diplomarbeit, Universität Bonn (1979)
- [Wip97] H. Wipf [Ed.], „Hydrogen in Metals III Properties and Applications“,topics in Applied Physics Vol. 73, Springer (1997)
- [Zam02] Ch. Zamponi, „Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern“, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Zam04] Ch. Zamponi, St. Sonneberger, M. Haaks, I. Müller, T. Staab, G. Tempus, K. Maier, Journ. of material science, 39 (2004) 6951