
ZERSTÖRUNGSFREIE ABSCHÄTZUNG DER
RESTLEBENSDAUER
METALLISCHER WERKSTOFFE

Dissertation

zur
Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

vorgelegt von
Patrick Christoph Eich
aus
Köln

Bonn 2009

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

Tag der Promotion: 14.12.2009

Erscheinungsjahr 2010

1. Gutachter: Prof. Dr. K. Maier
2. Gutachter: PD Dr. R. Vianden

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Physikalische Grundlagen	5
2.1	Plastizität und Ermüdung	5
2.1.1	Zugversuch	5
2.1.2	Wechselverformung	7
2.1.3	WÖHLER-Verfahren	8
2.1.4	Defekte	10
2.1.5	Ausscheidungshärtung	14
2.1.6	Mikrostrukturelle Abläufe der Versetzungsbewegung	16
2.1.7	Bruchmechanik	16
2.2	Positronen-Annihilations-Spektroskopie	19
2.2.1	Positronenquellen	19
2.2.2	Wechselwirkung der Positronen mit Materie	19
2.2.3	Andere Methoden zur Abbildung plastisch deformierter Bereiche . .	25
3	Versuchs- und Messanordnungen	27
3.1	Detektion der Annihilationsstrahlung und Signalverarbeitung	27
3.2	Zugprüfmaschine	28
3.3	Wechselverformungsapparatur	29
3.4	Bonner-Positronen-Mikrosonde	30
3.4.1	Schematischer Aufbau	30
3.4.2	Quelle und Moderator	31
3.4.3	Strahlführung	32
3.4.4	Probenkammer und Detektor	34
3.4.5	Mikrometerstrahl der BPM - Einzelfehlstellenachweis mit Positronen	35
4	Untersuchte Werkstoffe	39
4.1	Aluminiumlegierungen	39
4.1.1	AlCuMg-Legierungen	39
4.1.2	AlMgSi-Legierungen	39

4.2	Stähle	40
4.2.1	Karbonstahl C45E	40
4.3	Probengeometrien	42
4.4	Probenpräparation	44
5	Messungen	45
5.1	Zugversuche	45
5.1.1	Aluminiumlegierungen	45
5.1.2	Karbonstahl C45E	47
5.2	Bestimmung der Restlebensdauer aus den Frühstadien der Ermüdung . . .	50
5.2.1	Maximaler S-Parameter	52
5.2.2	Abschätzung der Restlebensdauer	53
5.3	Diskussion	59
6	ICE-Achsstahl	61
6.1	Material und Probengeometrie	62
6.2	Zugversuch	63
6.3	Bestimmung des maximalen S-Parameters	67
6.4	Bestimmung der Restlebensdauer	69
7	Zusammenfassung	73

1 Einleitung

Die Lebensdauer von Werkstoffen, die wiederholter mechanischer Beanspruchung ausgesetzt werden, ist begrenzt. In der Tagespresse finden sich zahlreiche Beispiele aus Luftfahrt und Schienenverkehr für das ermüdungsbedingte Materialversagen von Bauteilen, das im leichtesten Fall erhebliche Kosten verursacht und im schlimmsten Fall Menschenleben fordert. Daher ist die präzise Vorhersage der Lebensdauer zyklisch belasteter Werkstoffe für viele technische Anwendungen von größter Bedeutung.

Alle Methoden, die heutzutage eingesetzt werden, um die Lebensdauer von Bauteilen unter zyklischer Belastung abzuschätzen, sind stark an das 150 Jahre alte WÖHLER-Verfahren angelehnt [Wöh58]. Dabei werden die bei der Wechselbelastung eingesetzte Spannungsamplitude und die Lastwechsel bis zum Bruch N_f vieler, möglichst äquivalenter Proben in ein doppel-logarithmisches Diagramm eingetragen, aus dem mit statistischen Methoden die Lebensdauer bei einem bestimmten Lastniveau abgeschätzt wird. Wegen der großen Zahl der dazu notwendigen Proben und Lastwechsel im Bereich von 10^8 bis 10^9 sind derartige Verfahren sehr zeit- und kostenintensiv. Außerdem ist ihre Genauigkeit begrenzt, da die Forderung äquivalenter Proben großer Anzahl nur eingeschränkt zu erfüllen ist.

Das Versagen von Bauteilen durch Ermüdung tritt bereits bei Belastungen auf, die weit im elastischen Bereich des jeweiligen Werkstoffs liegen. Die physikalische Ursache für die Ermüdung und den Bruch eines Werkstücks ist die Akkumulation von Defekten im Kristallgitter. Das Materialversagen tritt ein, wenn lokal eine kritische Defektdichte erreicht wird. Mit den Methoden der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) kann die Defektdichte zerstörungsfrei und mit höchster Empfindlichkeit gemessen werden. Das Positron dient dabei als leicht bewegliches Sondenteilchen, das leerstellenartige Defekte im Kristallgitter bereits ab einer Konzentration von 10^{-6} pro Atom nachweisen kann. Als Signal wird die Energie der Annihilationsquanten ausgewertet. Der aus dem Annihilationspeak des Positron-Dopplerspektrums bestimmte S-Parameter ist dabei ein Maß für die Dopplerverbreiterung der Annihilationsstrahlung und damit für die Defektdichte des untersuchten Probenvolumens.

Frühere Untersuchungen des austenitischen Stahls X6CrNiTi18-10 und des Stahls C45E, die zyklisch belastet wurden, haben gezeigt, dass ein linearer Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und dem Logarithmus der Lastwechsel besteht. Unmittelbar vor Erreichen des Bruchs wurde für den austenitischen Stahl eine Sättigung des S-Parameters beobachtet, die mit dem Erreichen der maximalen Defektdichte des Materials korreliert [Ben02]. Für den Karbonstahl C45E wurde eine derartige Sättigung des S-Parameters,

die mit der maximalen Defektdichte des Materials zusammenhängt nicht beobachtet. Die Ergebnisse des austenitischen Stahls legen die Vermutung nahe, dass der Bruch der Probe -zumindest für ein „einfaches“ einphasiges Material- bereits aus den Frühstadien der Ermüdung vorhergesagt werden kann. Die gemessenen Ermüdungszustände dienen dabei als Vorboten des Materialversagens und können zur Abschätzung der Lebensdauer herangezogen werden.

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Methode zu entwickeln, die auf diesen Zusammenhängen aufbaut und möglichst allgemein anwendbar ist. Daher wird dieses Verfahren zunächst an zwei unterschiedlichen Modellwerkstoffen, dem Stahl C45E und der Aluminiumlegierung AA6082, auf folgende Weise getestet:

In einem ersten Schritt wird die Empfindlichkeit der Positronen auf die plastische Deformation im Zugversuch an dem ferritischen Stahl C45E und den Aluminiumlegierungen AA2024, AA6013 und AA6082 untersucht. Für die Zugversuche wird ein einfacher Versuchsaufbau eingesetzt, der es ermöglicht, die Defektdichte des Materials in-situ zu messen. Von besonderem Interesse ist hierbei der von den Positronen erfassbare Schädigungsbereich.

Anschließend erfolgen Untersuchungen an wechselbelasteten Proben des Stahls C45E. Dazu wird eine im ingenieurwissenschaftlichen Bereich häufig eingesetzte Standardgeometrie verwendet, die so konzipiert ist, dass die Ermüdung der Probe stark lokalisiert auftritt. Die Wechselbelastung der C45E Stahlproben wird am *Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF*, Darmstadt an einer standardisierten Wechselverformungsapparatur durchgeführt. Mit Hilfe einer FEM-Simulation kann die lokal in der Probe wirkende Spannung berechnet, und auf diese Weise der Bereich des maximal belastete Probenvolumens abgeschätzt werden.

Um die Wechselbelastung andere Werkstoffe an einer einfachen Wechselverformungsmaschine im Labor durchführen zu können, wird für die anschließenden Untersuchungen eine miniaturisierte Probengeometrie gewählt, die stark an die bei dem Stahl C45E eingesetzte Standardgeometrie angelehnt und an die Anforderungen des Versuchsaufbaus angepaßt ist.

Die stark lokalisierte Schädigung der Proben erfordert Messungen der Defektdichte mit hoher räumlicher Auflösung. Der Feinfokusstrahl der Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) erlaubt es, die Schädigung des Materials bis in den Bereich von wenigen μm^2 zu bestimmen. Der Ermüdungszustand der einzelnen Proben kann auf diese Weise zuverlässig gemessen und zur Vorhersage der Lebensdauer des Bauteils herangezogen werden. Die gewonnen Ergebnisse sollen für beide Werkstoffe anhand eines herkömmlichen Ermüdungsversuchs überprüft werden.

Abschließend soll das gesamte Verfahren an einem industriell verwendeten Werkstoff angewendet werden, der im realen Einsatz starker zyklischer Beanspruchung ausgesetzt ist. Ein solcher Werkstoff ist der Achsstahl von Zügen, auf dessen Materialversagen im Laufe der letzten Jahre mehrere Ausfälle zurück zu führen sind. So verursachte z.B. der nicht abzusehende, ermüdungsbedingte Bruch des Achsstahls eines ICE-Zuges am 9.07.2008 in Köln das Entgleisen des Zuges. Daher werden in einem letzten Schritt Proben des Stahls A4T untersucht, aus dem die Achsen des ICE-T gefertigt werden. Ziel ist es, die an den beiden Modellwerkstoffen getesteten Verfahren Schritt für Schritt auf diesen Problemwerkstoff zu übertragen und die Zuverlässigkeit der gewonnenen Methode zu überprüfen.

2 Physikalische Grundlagen

2.1 Plastizität und Ermüdung

Wird ein metallischer Festkörper durch eine äußere Kraft $F = \sigma/A$ belastet, verformt er sich zunächst elastisch nach dem HOOKEschen Gesetz.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.1)$$

Hierbei sind σ die angelegte Normalspannung, ϵ die Dehnung und A die Querschnittsfläche. Die Proportionalitätskonstante E zwischen beiden Größen heißt Elastizitätsmodul oder kurz E -Modul. Im HOOKEschen Bereich verläuft die Verformung makroskopisch reversibel. Wird das Bauteil entlastet, kehrt es in seinen Ausgangszustand zurück. Mit wachsender Spannung geht die Verformung in den irreversiblen plastischen Bereich über, bis der Bruch der Probe eintritt (Abbildungen 2.2 und 2.3).

Das Verhalten von Werkstücken unter mechanischer Beanspruchung hängt in entscheidender Weise von der Art der Belastung ab und wird in verschiedenen Prüfverfahren getestet, um es den technischen Anforderungen des Einsatzes anzupassen. Zu den gängigen Prüfverfahren, die auch in dieser Arbeit benutzt wurden, gehören der Zugversuch, die Wechselbeanspruchung bis zum Ermüdungsbruch und die Risserzeugung an genormten Probengeometrien. Andere wichtige Verfahren, die alltäglich in der Werkstoffprüfung eingesetzt werden, sind z.B. die Härteprüfung nach VICKERS oder BRINELL, die in dieser Arbeit jedoch nicht zum Einsatz kamen und zu deren Beschreibung auf die folgenden Referenz verwiesen wird [DIN00].

2.1.1 Zugversuch

Beim einachsigen Zugversuch wird ein Werkstück entlang einer Achse kontinuierlich bis zum Bruch gedehnt. Als wahre Spannung σ_w bezeichnet man dabei die Kraft F normiert auf die momentane Querschnittsfläche A des Werkstücks. Sie ist deutlich schwieriger zu messen als die technische Spannung, bei der die Kraft auf die ursprüngliche Querschnittsfläche A_0 der Probe normiert wird. Bei Verwendung der technischen Größen bleibt die Einschnürung der Probe während des Zugversuchs unberücksichtigt, was dazu führt, dass die technische Spannung einbricht, sobald sich die Querschnittsfläche der Probe verringert (Abbildung 2.1).

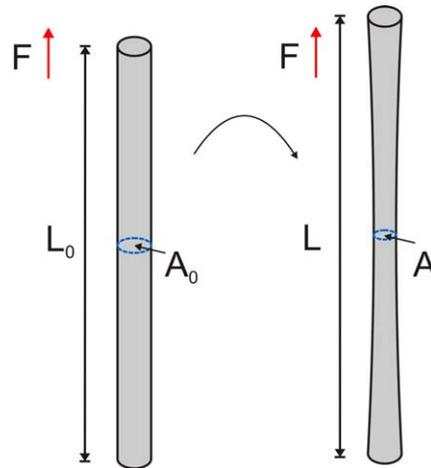


Abbildung 2.1: Veranschaulichte Einschnürung unter Zugbelastung anhand eines einfachen Stabes. Bei Verwendung der technischen Größen wird die Verringerung des Probenquerschnitts nicht berücksichtigt.

Durch Auftragen der Spannung σ gegen die Dehnung ϵ ergibt sich das so genannte Spannungs-Dehnungs-Diagramm (schematische Darstellung in Abbildungen 2.2 und 2.3). Beim Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich wird zwischen Werkstoffen mit ausgeprägter Streckgrenze σ_{SO} (Abbildung 2.2) und solchen unterschieden, die keine Unstetigkeit im Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigen (Abbildung 2.3).

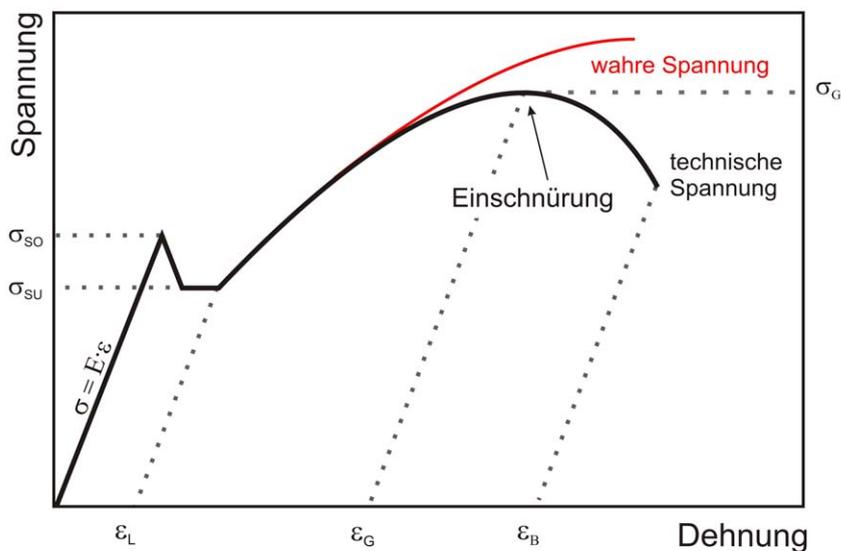


Abbildung 2.2: Schematisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm für Materialien mit ausgeprägter Streckgrenze σ_{SO} , wie z.B. dem in dieser Arbeit untersuchten Karbonstahl C45E. Zunächst verläuft die Deformation elastisch und es gilt das HOOKEsche Gesetz. Ab der Spannung σ_{SO} setzt plastisches Verhalten ein und die Spannung bricht auf σ_{SU} ein. Bis zur Dehnung ϵ_L kommt es zur Ausbildung des so genannten LÜDERS-Bandes (siehe auch Abschnitt 2.1.6). Danach setzt das „normale“ plastische Verhalten ein. Bei der Gleichmaßdehnung ϵ_G wird die maximale technische Spannung σ_G , die Zugfestigkeit, erreicht und die Spannung fällt bis zum Bruch bei ϵ_B ab [Ber97].

Für Materialien mit kontinuierlichem Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich (Abbildung 2.3), wie z.B. den üblichen Aluminiumlegierungen, tritt anstelle der Streckgrenze als Kenngröße die 0.2 %-Dehngrenze $\sigma_{0,2}$, bei der nach Entlastung des Werkstoffes eine Dehnung von 0.2 % verbleibt.

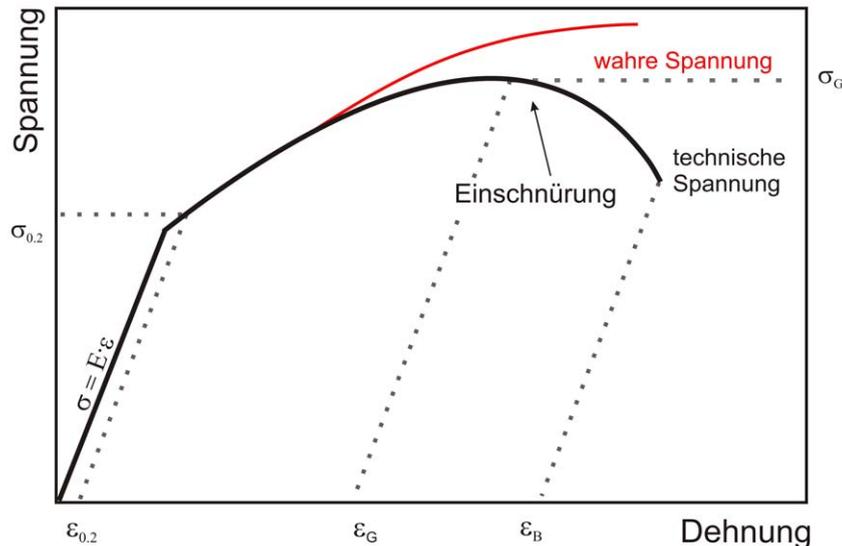


Abbildung 2.3: Schematisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm für Materialien ohne ausgeprägte Streckgrenze (z.B. reines Al, Cu). Die für eine irreversible Dehnung von 0.2 % nötige Spannung $\sigma_{0,2}$ wird zur Abgrenzung zwischen elastischem und plastischem Bereich eingeführt. Die technische Spannung steigt bis zur Zugfestigkeit σ_G an, und beim Erreichen der Bruchdehnung ϵ_B tritt der Bruch der Probe ein.

2.1.2 Wechselverformung

Bei vielen technischen und industriellen Anwendungen unterliegen Bauteile einer zyklischen Belastung. Um unter solchen Bedingungen die Eigenschaften und vor allem die Lebensdauer von Bauteilen abschätzen zu können, werden Wechselverformungsversuche durchgeführt.

In einem Wechselverformungsexperiment wird die Probe bei einer bestimmten Frequenz abwechselnd systematisch um eine Mittellage be- bzw. entlastet. Findet der Versuch bei festgelegter maximaler Spannung σ_{max} statt, spricht man von spannungskontrollierter Wechselverformung, im Unterschied zur dehnungskontrollierten Verformung, bei der die Dehnung ϵ_{max} konstant gehalten wird. Durch Auftragen der Spannung σ gegen die Dehnung ϵ , ergeben sich Hystereseschleifen (Abbildung 2.4). Im dehnungskontrollierten Versuch steigt die maximale Spannung jedes Zyklus zu Beginn der Verformung an, selbst wenn die Last deutlich unter der Elastizitätsgrenze liegt. Dieses Verhalten bezeichnet man als zyklische Verfestigung.

Abhängig von der Vorgeschichte des geprüften Werkstücks, ist bei den meisten Metallen eine Verfestigung unter Wechselbeanspruchung zu beobachten, die bei größer werdenden Lastwechselzahlen einen Sättigungszustand erreicht. Kurz vor dem Bruch zeigt sich in der Hystereseschleife ebenfalls ein Absinken der Spannungsamplitude σ , Entfestigung

genannt, bis schließlich bei der Bruchlastwechselzahl N_f der Ermüdungsbruch des Bauteils eintritt.

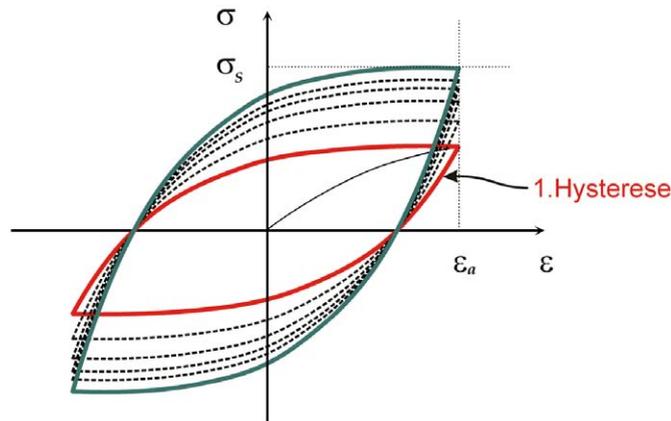


Abbildung 2.4: Schematische Hysterese im Spannungs-Dehnungs-Diagramm während einer dehnungskontrollierten Wechselbelastung. Entspricht die Mittellage nicht der vollständigen Entlastung der Probe, spricht man von Wechselverformung mit Unterspannung. Der rote Verlauf zeigt den ersten Zyklus. Die ersten Hystereseschleifen sind nicht geschlossen und durch die zyklische Verfestigung des Materials steigt die Spannungsamplitude bis zum Erreichen des Sättigungswertes σ_S an (grüner Zyklus).

2.1.3 WÖHLER-Verfahren

Die ersten systematischen Wechselverformungsversuche gehen auf AUGUST WÖHLER zurück, der bereits 1858 das Ermüdungsverhalten von Eisenbahnachsen untersuchte [Wöh58].

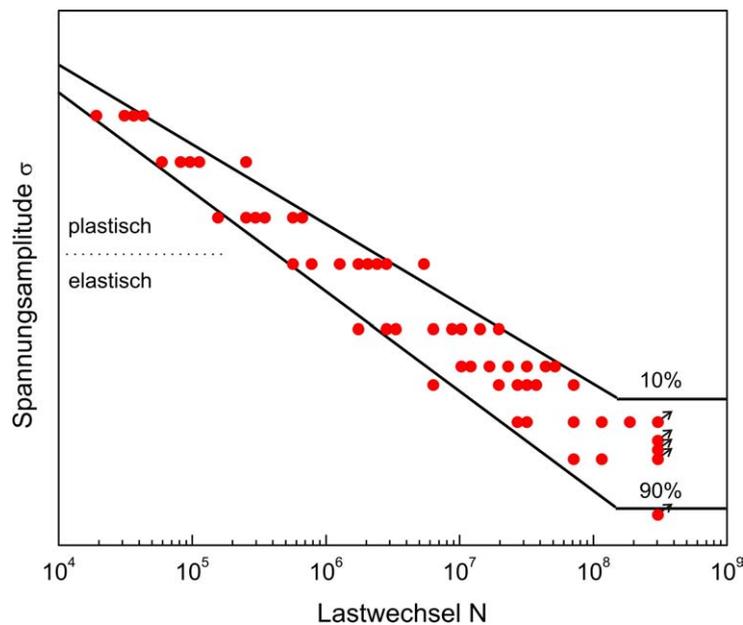


Abbildung 2.5: Im WÖHLER-Diagramm wird die Bruchlastwechselzahl N_f beim Bruch der Probe, die mit der Spannung σ wechselbelastet wurde, eingetragen. Mit statistischen Methoden wird die Lebensdauer abgeschätzt (10-90% Grenze). Die Pfeile markieren Proben, die den Versuch ohne Bruch überstanden haben, sogenannte *Durchläufer*.

Bis in die heutige Zeit werden zur Vorhersage der Lebensdauer Methoden angewendet, die stark an das WÖHLER-Verfahren angelehnt sind. Dabei werden gleichartige Proben bei verschiedenen, aber konstanten Lastamplituden bis zum Ermüdungsbruch zyklisch belastet.

Doppel-logarithmisches Auftragen der Spannung gegen die Lastwechselzahl bei Eintritt des Bruchs ergibt das so genannte WÖHLER-Diagramm (Abbildung 2.5). Proben, die bis zu einer gewissen Grenzschriftspielzahl N_G keinen Bruch aufweisen, werden gesondert gekennzeichnet (Pfeile in Abb. 2.5) und als *Durchläufer* bezeichnet. Typische, für die Wechselverformung übliche Frequenzen, liegen, abhängig von der Größe der Proben, zwischen 0.1 und 200 Hz. Je nach Spannungsamplitude können dabei Lastwechselzahlen von 10^8 bis 10^9 auftreten, was einer Belastungsdauer von einigen Monaten entsprechen kann.

Ein WÖHLER-Versuch erfolgt immer dehnungskontrolliert. Je nach Aufbau wird die Last sinus-, dreieck-, oder rechteckförmig an die Probe angelegt. Die Gesamtheit der für den Versuch eingesetzten Spannungsamplituden heißt Spannungskollektiv $\hat{\sigma}$. Die WÖHLER-Kurve wird in zwei unterschiedliche Bereiche unterteilt: Dem Bereich der Dauerschwingfestigkeit, in dem die Proben auch höchste Lastwechselzahlen überstehen, und dem Bereich höherer Spannungen, in dem sich das Spannungskollektiv $\hat{\sigma}$ durch die BASQUIN-Beziehung $\hat{\sigma} = A \cdot N_G^{-m}$ (siehe Abbildung 2.6) annähern lässt [Gas54].

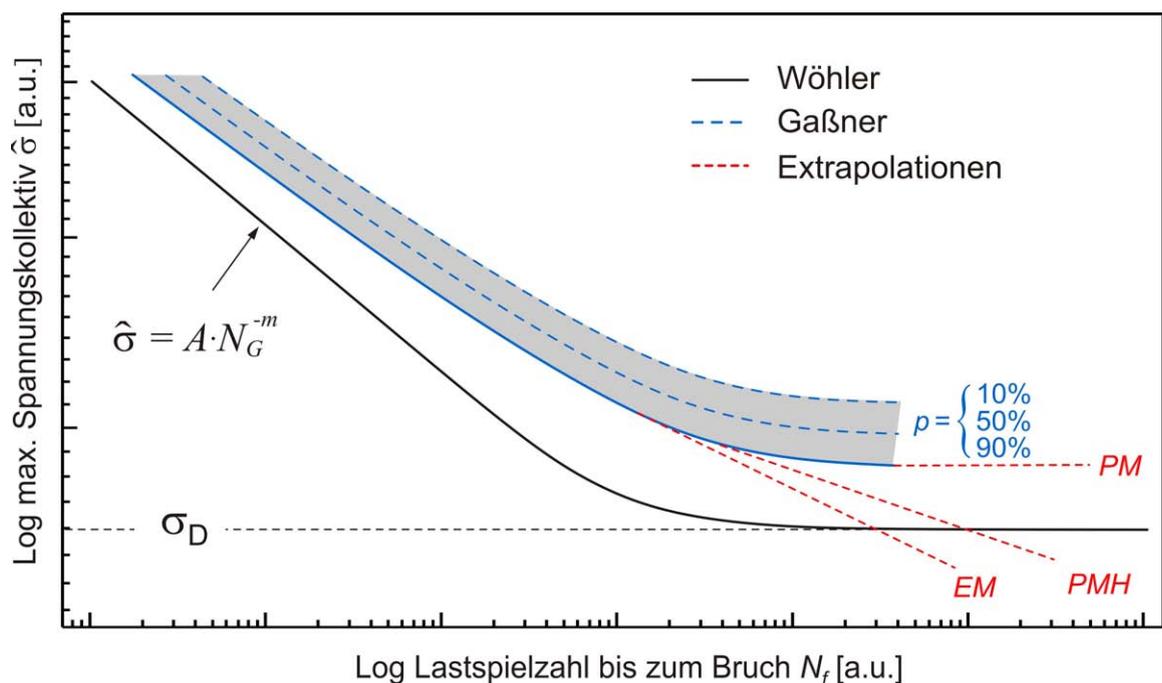


Abbildung 2.6: Darstellung unterschiedlicher Methoden zur Bestimmung der Restlebensdauer unter Wechselbelastung. Das Maximum des Spannungskollektivs $\hat{\sigma}$ für WÖHLER- (schwarz) und GASSNER-Kurve (blau) mit den Grenzen der Überlebenswahrscheinlichkeit von 10 – 90 %. Die Spannung σ_D ist die Belastungsgrenze für die Dauerschwingfestigkeit. Die roten Linien zeigen die Abschätzung der Restlebensdauer nach der Elementar-Miner- (EM), Palmgren-Miner- (PM) und der modifizierten Palmgren-Miner-Regel (PMH) nach Haibach [Min45, Joh05, Hai79, Zen00].

Im realen Einsatz unterliegen Bauteile meistens sehr unterschiedlichen Lastamplituden. Um dies zu berücksichtigen, wurde von GASSNER ein Spannungskollektiv ein-

geführt, das verschiedene Amplituden mit unterschiedlicher Häufigkeit berücksichtigt [Pal24, Hai79, Gas54]. In Abbildung 2.6 ist die GASSNER-Kurve, für welche die maximale Lastamplitude des Spannungskollektivs $\hat{\sigma}$ aufgetragen wird, blau dargestellt. Deswegen liegt die GASSNER-Kurve immer oberhalb der WÖHLER-Kurve. Aus der Extrapolation der GASSNER-Kurve lässt sich der Bereich der Dauerschwingfestigkeit abschätzen. Dabei werden verschiedene Regeln zu Grunde gelegt: Die Elementar-Miner-Regel (EM) [Min45] setzt die Steigung der GASSNER-Kurve fort und führt dadurch zu unrealistisch ungünstigen Abschätzungen. Der umgekehrte Fall gilt bei der Palmgren-Miner-Regel [Joh05], die eine Schädigung durch kleine Lastamplituden vernachlässigt und dadurch zu übertrieben guten Grenzwertspielzahlen führt. Bessere Abschätzungen ergeben sich durch die Modifikation von Haibach und Liu-Zenner [Hai79, Zen00].

Für die Lebensdauer eines Bauteils ist nicht nur die angelegte Spannungsamplitude von Bedeutung, sondern vor allem auch seine gesamte Vorgeschichte. Faktoren wie Temperaturbehandlung, Auslagerung, Vordeformation oder auch Materialinhomogenitäten bis hin zu Einkerbungen der Oberfläche wirken sich erheblich auf die Lebensdauer aus. Um die Messungen von diesen Einflüssen frei zu halten, ist eine reproduzierbare Probenpräparation zwingend erforderlich.

Die statistischen Methoden zur Abschätzung der Restlebensdauer von Bauteilen sind bis heute Gegenstand der Forschung. In allen Fällen erfordern sie jedoch eine enorme Zahl von Lastwechseln und eine Vielzahl möglichst äquivalenter Proben, wodurch sie zeit- und kostenintensiv sind, und ihre Genauigkeit begrenzt ist.

2.1.4 Defekte

Grundlegend für das Verständnis verschiedener makroskopischer Eigenschaften metallischer Werkstoffe ist die Untersuchung von Fehlern der Kristallstruktur. Diese Störungen bestimmen beispielsweise optische und elektrische, aber vor allem auch mechanische Eigenschaften kristalliner Festkörper. Die verschiedenen Defekttypen lassen sich nach ihrer Dimension klassifizieren [Got98, HB84, Ber89].

Punktdefekte

Als Punktdefekte werden Einfachleerstellen (unbesetzte Gitterplätze), Zwischengitteratome oder Fremdatome bezeichnet, die sich entweder auf Gitterplätzen oder im Zwischen-gitter befinden (Abbildung 2.7). Die reinsten heutzutage erhältlichen Metalle enthalten Fremdatome mit einer minimalen Konzentration von 10^{-4} bis 10^{-7} pro Atom. Fremdatome treten als natürliche Verunreinigungen auf oder werden absichtlich als Legierungselemente bzw. Dotierungen eingebracht, um die Materialeigenschaften unterschiedlichen Anforderungen anzupassen.

Im thermodynamischen Gleichgewicht folgt die Konzentration von Leerstellen der BOLTZMANN-Verteilung:

$$c_{1V}(T) = \exp\left(-\frac{H_{1V}^F}{k_b T}\right) \exp\left(\frac{S_{1V}^F}{k_b}\right) \quad (2.2)$$

Hierbei ist H_{1V}^F die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie und S_{1V}^F die Entropie. Es ist unmittelbar ersichtlich, dass die Leerstellenkonzentration c_{1V} niemals vollständig verschwindet. H_{1V}^F ist für verschiedene Metalle unter anderem aus Positronen-Annihilations-Messungen

bestimmbar, wobei die Entropie S_{1V}^F aus theoretischen Überlegungen [Sch81, Sch87] oder durch Messung der absoluten Leerstellenkonzentration gewonnen werden kann. Die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie liegt typischer Weise im Bereich von 0.4 – 3.6 eV [Got98, LB91].

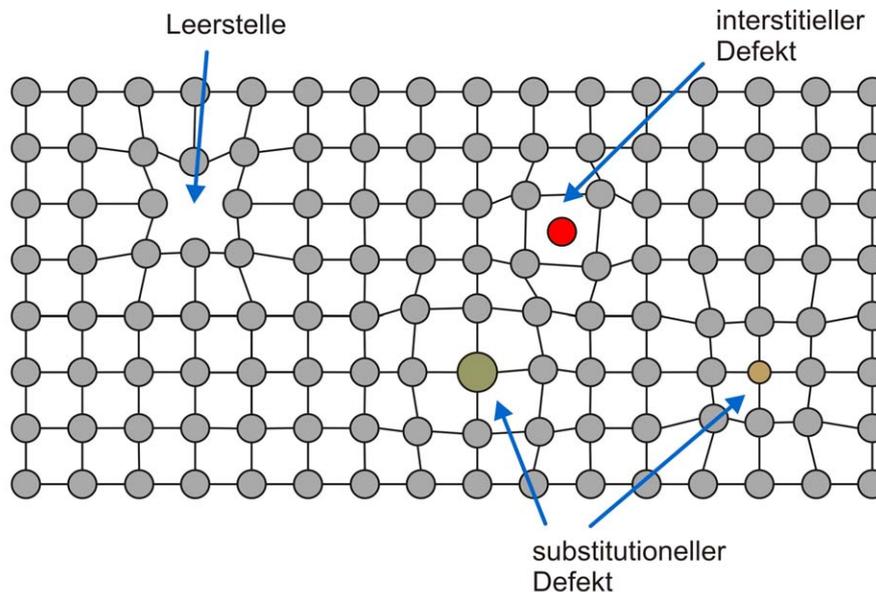


Abbildung 2.7: Einige null-dimensionale Defekte im Gitter. Leerstellenartige Defekte bilden tiefe Positronenfallen und spielen dadurch für die Untersuchung und den Nachweis von Defekten mittels Positronen-Annihilations-Spektroskopie eine entscheidende Rolle (Vergleich Abschnitt 2.2.2).

Im Material vorhandene Fehlstellen können bei ausreichend hohen Temperaturen durch den Kristall diffundieren und mit Zwischengitteratomen oder an Oberflächen annihilieren. Dieser Prozess wird thermisch aktiviert und hängt von der Leerstellenwanderungsenthalpie H_{1V}^M ab [Sch81], die für Eisen bei Raumtemperatur ≈ 1.3 eV und für Aluminium ≈ 0.6 eV [LB91] beträgt. Leerstellen in Eisen sind bei Raumtemperatur nahezu unbeweglich. Je nach der Leerstellenwanderungsenthalpie des jeweiligen Materials, kann ein Teil der Leerstellen aufgrund des breiten Wanderungsenergiespektrums bei Raumtemperatur durch den Kristall diffundieren und an der Oberfläche annihilieren oder sich an inneren Senken, wie Versetzungen und Korngrenzen an lagern.

Liniendefekte

Eindimensionale, linienförmige Störungen der Kristallstruktur bezeichnet man als Versetzungen. Sie werden durch die Versetzungslinie \vec{s} und den BURGERS-Vektor \vec{b} beschrieben. Dabei ist der BURGERS-Vektor \vec{b} der Vektor, der benötigt wird, um einen beliebigen gleichschrittigen Umlauf im gestörten Gitter zu schließen. Stehen \vec{s} und \vec{b} senkrecht aufeinander, spricht man von einer Stufenversetzung. Stehen sie parallel zu einander, liegt eine Schraubenversetzung vor (siehe Abbildung 2.8). In den meisten Fällen ist die Versetzungslinie gekrümmt, was als Überlagerung beider Versetzungstypen interpretiert werden kann [Hul84, Got98]. Versetzungslinien können nicht im ungestörten Gitter enden. Sie sind entweder zu Ringen geschlossen oder enden an einer Grenzfläche [Nab52].

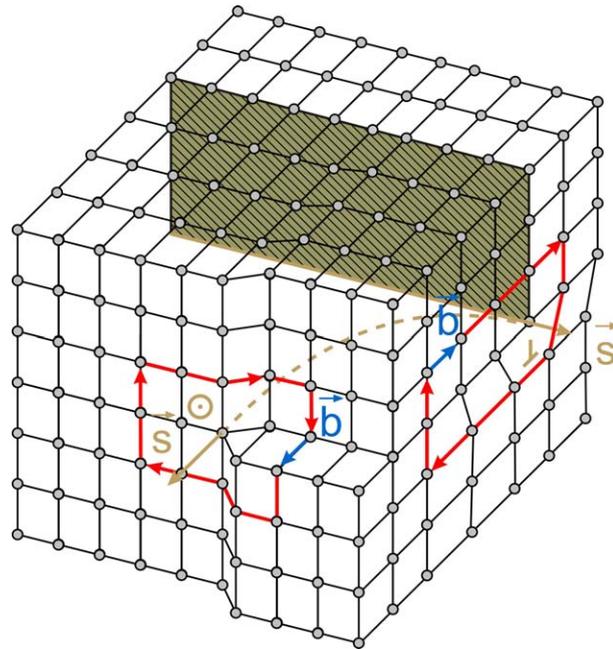


Abbildung 2.8: Eine Versetzungslinie \vec{s} in einem primitiven kubischen Gitter nach [Joh92]. Steht der blau eingezeichnete BURGERS-Vektor senkrecht zur Versetzungslinie $\vec{b} \perp \vec{s}$, spricht man von einer Stufenversetzung (rechts). Für eine Schraubenversetzung gilt $\vec{b} \parallel \vec{s}$ (links). Versetzungen können nicht im ungestörten Kristallgitter enden und treten meistens nicht als reine Schrauben- bzw. Stufenversetzung auf. Dies wird durch die gestrichelte Versetzungslinie angedeutet. Sie verzerren das Gitter und wechselwirken über weitreichende Spannungsfelder miteinander [Haa74].

Typische Versetzungsdichten liegen zwischen $\rho = 10^{10} \text{ m}^{-2}$ für sehr gut ausgeheilte und $\rho = 10^{16} \text{ m}^{-2}$ für stark kalt verformte Metalle [Joh92]. Wirkt eine ausreichend große äußere Spannung auf den Kristall, führt dies zu einer Bewegung der Versetzungen, die als *Gleiten* bezeichnet wird (Abbildung 2.9).

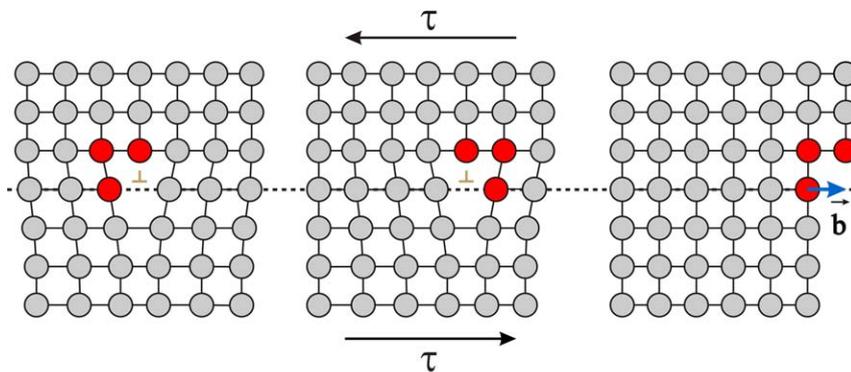


Abbildung 2.9: Unter der Schubspannung τ gleitet die Versetzung durch den Kristall entlang der Gleitebene (gestrichelte Linie). Tritt sie an der Oberfläche aus, entsteht eine Stufe mit der Höhe des BURGERS-Vektors.

Das Gleiten der Versetzung kann vereinfacht als Bewegung im periodischen PEIERLS-Potential verstanden werden und erfordert das Überschreiten einer kritischen Spannung τ_p . Diese PEIERLS-Spannung ist proportional zum Schubmodul G des Materials und

hängt exponentiell vom Gleitebenenabstand d und dem Betrag des BURGERS-Vektors b ab [Cot53]. Mit der Poissonzahl ν gilt:

$$\tau_p = \frac{2G}{1-\nu} \cdot \exp\left(-\frac{4\pi d}{b}\right) \quad (2.3)$$

Aus Gleichung 2.3 ist ersichtlich, dass niedrig indizierte Gleitebenen bei der Versetzungsbewegung bevorzugt sind [Got98]. Verläuft die Versetzungsbewegung ungleichmäßig, entstehen Stufen entlang der Versetzungslinie, die als KINKEN bezeichnet werden (Abbildung 2.10).

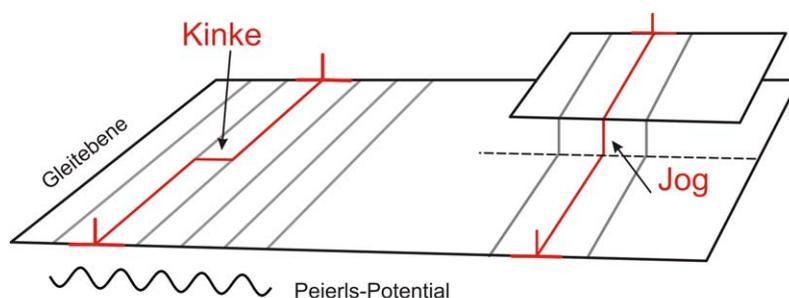


Abbildung 2.10: Durch ungleichmäßiges Gleiten einer Versetzung entstehen Stufen entlang der Versetzungslinie, die als KINKEN bezeichnet werden. Beim KLETTERN bzw. QUERGLEITEN kommt es zum Sprung der Versetzungslinie zwischen zwei Gleitebenen, wobei eine Leerstelle emittiert wird [Kle90]. Das Hinterherziehen von JOGS (JOG-DRAGGING) während der Versetzungsbewegung führt auf diese Weise zur Emission von Leerstellen.

Ist die angelegte Spannung groß genug, kann sich die Versetzung auch quer zur Gleitebene bewegen. Dies geschieht entweder durch KLETTERN oder QUERGLEITEN der Versetzung [Kle90]. Beim Quergleiten handelt es sich um Schraubenversetzungen, die beim Wechsel der Gleitebene unbewegliche Sprünge, so genannte Jogs, erzeugen.

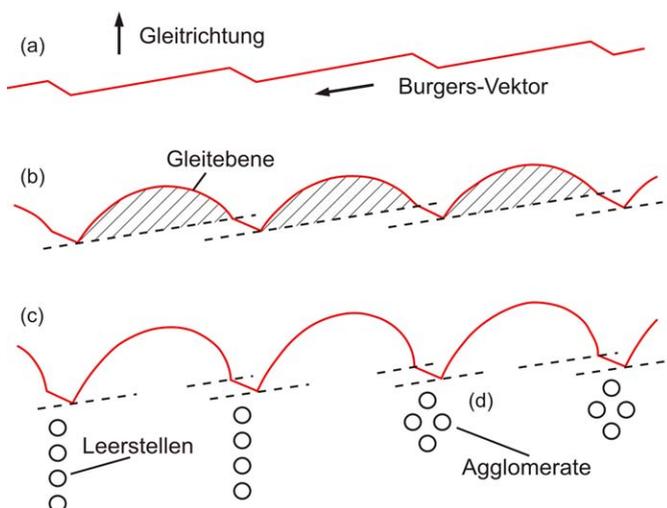


Abbildung 2.11: Bewegung einer Schraubenversetzung, die Sprünge außerhalb der Gleitebene (Jogs) aufweist. (a) zeigt die Versetzungslinie und die Gleitrichtung. Steigt die Spannung an, wölbt sich die Versetzungslinie zwischen den Jogs aus (b) und erzeugt beim Gleiten Ketten von Leerstellen (c), die sich zu Agglomeraten zusammenschließen können (d) [Hul68].

Über den Prozess des JOG-DRAGGING entstehen dabei Ketten von Leerstellen und Zwischengitteratomen. Bei der Versetzungsbewegung durch das Kristallgitter bilden sich auf diese Weise immer auch leerstellenartige Defekte (Abbildung 2.11), die sich an die Versetzung anlagern. Durch weitreichende Spannungsfelder kommt es zu Wechselwirkungen von Versetzungen untereinander und mit anderen Gitterfehlern, welche die Versetzungsbewegung behindern. Bei der Ausscheidungshärtung wird dieses Verhalten genutzt, um die Festigkeit von Werkstoffen zu erhöhen.

2.1.5 Ausscheidungshärtung

Zu den höherdimensionalen Gitterfehlern zählen unter anderem Korngrenzen, Phasengrenzen und Leerstellencluster. Im folgenden wird insbesondere auf die an Ausscheidungen auftretenden Phasengrenzflächen und deren Einfluss auf die Versetzungsbewegung eingegangen.

Das Abschrecken eines homogenen Mischkristalls führt zur Bildung einer übersättigten Lösung, in der sich Ausscheidungen bilden, deren Kristallstruktur sich aufgrund der abweichenden chemischen Zusammensetzung stark vom Grundgitter unterscheiden kann. Je nach dem Grad der Abweichung der Gitterkonstanten und Gitterstruktur vom eigentlichen Grundgitter spricht man von kohärenten, teilkohärenten und inkohärenten Phasengrenzen (siehe Abbildung 2.12). Wie auch Korngrenzen behindern Phasengrenzen die Bewegung von Versetzungen. Durch Ausscheidungen von Fremdphasen im Gitter kann auf diese Weise die Festigkeit eines Werkstoffes deutlich erhöht werden. Beispiele dafür sind die Härtung von Eisen durch die Zugabe von Kohlenstoff, wodurch Fe_3C und Martensit entsteht, oder auch das Härten von Aluminiumlegierungen [Ost07].

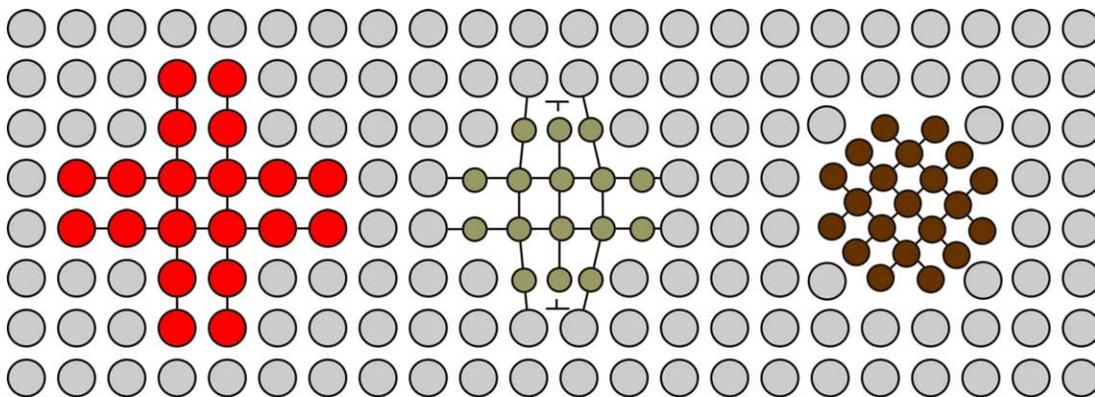


Abbildung 2.12: Schematisch dargestellte Phasengrenzflächen einer kohärenten, teilkohärenten und inkohärenten Ausscheidung. Je höher die Inkohärenz mit dem Grundgitter ist, desto energetisch günstiger ist der Einbau einer Versetzung, um die Verspannungsenergie zu verringern.

Trifft eine Versetzung, die sich durch den Kristall bewegt, auf eine kohärente oder teilkohärente Ausscheidung, kann sie diese schneiden. Dies führt innerhalb der Ausscheidung zu einer Abscherung um den Betrag des BURGERSvektors und bewirkt damit eine neue Phasengrenzfläche. Die zur Erzeugung dieser neuen Grenzfläche notwendige Energie muss von der Versetzung aufgebracht werden und führt damit zu einem Anstieg der Schubspannung. Dies ist in Abbildung 2.13 dargestellt.

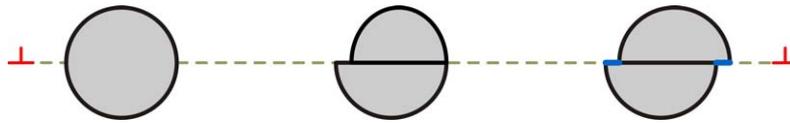


Abbildung 2.13: Schneidet eine Versetzung eine kohärente oder teilkohärente Ausscheidung, entsteht durch Abscherung eine neue Phasengrenzfläche. Zur Erzeugung dieser neuen Grenzfläche (blau) muss Energie aufgebracht werden, die zum Anstieg der Schubspannung führt. Darstellung nach [Klo07].

Trifft die Versetzung hingegen auf ein unüberwindliches Hindernis, etwa eine inkohärente Ausscheidung, Korngrenze oder eine Anhäufung anderer Versetzungen, wölbt sich die Versetzungslinie um das Hindernis aus. Über den OROWAN- Prozess [Haa74, Oro48] und den FRANK-READ [FrR50] Mechanismus entstehen dabei ständig neue Versetzungen, die sich in ihrer Bewegung gegenseitig behindern und dadurch zur makroskopischen Verfestigung des Festkörpers führen [Vol89].

Die für das Teilchenschneiden von Versetzungen notwendige Spannung σ_c ist proportional zur Quadratwurzel des Teilchenradius r . Beim OROWAN-Prozess hingegen gilt: $\sigma_O \propto 1/r$. Dies führt zu einem theoretisch optimalen Ausscheidungsradius r_0 , bei dem die kritische Spannung für beide Prozesse gleich groß ist.

$$r_0 = \sqrt[3]{\frac{Gb^2}{\gamma}} \quad (2.4)$$

G ist hier das Schubmodul der Ausscheidung, γ die effektive Grenzflächenenergie und b der Betrag des BURGERS-Vektors.

Für ausscheidungsgehärtete Legierungen, wie z.B. Aluminium- oder Nickelbasis-Legierungen, lässt sich der optimale Ausscheidungsradius nach Gleichung 2.4 durch die richtige Temperaturbehandlung einstellen, wodurch die optimale Festigkeit der Legierung erreicht wird [Hor01].

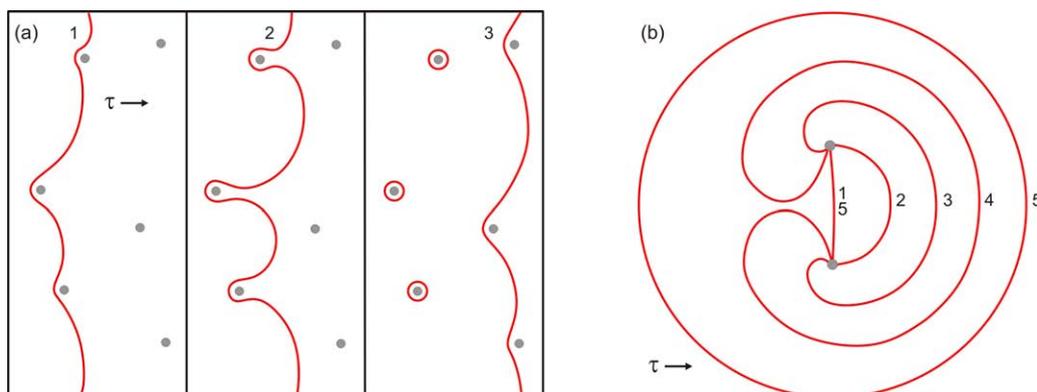


Abbildung 2.14: Dargestellt sind die beiden wichtigsten Prozesse der Versetzungsmultiplikation: Der OROWAN-Prozess (a) und die FRANK-READ-Quelle (b). Beim OROWAN-Prozess wölbt sich die Versetzungslinie zwischen den unbeweglichen Hindernissen so stark aus (2), dass sie sich hinter dem Hindernis schließt und einen Versetzungsring um das Hindernis hinterlässt (3). Bei der FRANK-READ-Quelle (b) wird die Versetzungslinie an zwei Hindernissen festgehalten (1) und wölbt sich mit steigender Spannung immer mehr aus (2),(3), bis sie sich hinter dem Hindernis berührt (4). Ein Verbindungsstück zwischen den Hindernissen und ein Ring entstehen (5).

2.1.6 Mikrostrukturelle Abläufe der Versetzungsbewegung

Mit Kenntnis der mikroskopischen Kristallstörungen und vor allem der Versetzungsbewegung lässt sich das makroskopische Verhalten metallischer Werkstoffe unter mechanischer Belastung erklären.

Bei Materialien, die im Zugversuch eine ausgeprägte Streckgrenze (Abbildung 2.2) aufweisen, sind die Gleitsysteme der Versetzungen durch Ausscheidungen oder Fremdatome blockiert. Übersteigt die Spannung die obere Streckgrenze σ_{SO} , bei der die Versetzungsbewegung einsetzt, kommt es zum ruckartigen Abreißen der Versetzungen, und die gemessene Spannung bricht auf σ_{SU} ein, bis die Versetzungsbewegung vollständig aktiviert ist. Bei dem in dieser Arbeit untersuchten ferritischen Stahl C45E ist die Anordnung der Kohlenstoffatome im kubisch-raumzentrierten Gitter des α -Eisens die Ursache für dieses Verhalten. Die Kohlenstoffatome befinden sich auf Zwischengitterplätzen in Oktaederlücken. Diese Oktaederlücken sind bei der kubisch-raumzentrierten Anordnung kleiner als im Fall der kubisch-flächenzentrierten Gitterstruktur des γ -Eisens. Dies führt zur Verspannung des bcc-Gitters durch die Kohlenstoffatome. In der Umgebung einer Versetzung sind die Oktaederlücken im Gitter etwas größer, wodurch die Anordnung der Kohlenstoffatome energetisch günstiger wird. Diffusionsprozesse, die schon bei Raumtemperatur ablaufen, führen zur Anhäufung von Kohlenstoffatomen an Versetzungen, den so genannten COTRELL-Wolken, die die Versetzungsbewegung behindern [Ber89]. Diese Blockierung der Versetzungsbewegung erhöht die für das plastische Fließen nötige Spannung und führt dadurch zu einer ausgeprägten Streckgrenze σ_{SO} . Mit Einsetzen der Versetzungsbewegung sinkt die Spannung auf σ_{SU} ab, da die zur Bewegung nötige Spannung kleiner ist als die für das Ablösen der Versetzungen von den Verankerungen nötige Spannung.

Mit Erreichen der LÜDERS-Dehnung ϵ_L kommt es zur Versetzungsmultiplikation, und die damit verbundene Behinderung der Versetzungsbewegung führt zum weiteren Anstieg der Spannung, bis schließlich die maximale Zugfestigkeit σ_B bei der Gleichmaßdehnung ϵ_G erreicht ist. Die Einschnürung der Probe bewirkt den Abfall der technischen Spannung, führt jedoch lokal zu höheren Spannungen, wodurch Risse an der Oberfläche entstehen und der Bruch der Probe eintritt (Abschnitt 2.1.7).

Eine Erklärung für die unter Wechselbelastung auftretende Verfestigung (Abschnitt 2.1.2) liefert der BAUSCHINGER-Effekt [Bau86]. Eine unter zyklischer Belastung entstandene Versetzungsanordnung ist demnach von anderer Struktur als eine unter reinem Zug oder Druck entstandene. Diese kann nach Umkehr der Spannung instabil sein, wodurch die Verfestigung zum Teil wieder verloren geht. Nach einer gewissen Zahl von Lastwechseln entstehen in der Probe scharf lokalisierte Bereiche hoher Versetzungsdichte, die so genannten persistenten Gleitbänder. Diese Bereiche, in denen die Versetzungen an der Oberfläche austreten, sind häufig Ausgangspunkte für die Entstehung von Ermüdungsrissen.

2.1.7 Bruchmechanik

Ist die mechanische Belastung auf ein Bauteil ausreichend groß, führt dies schließlich zum Bruch. Je nach Art der Belastung unterscheidet man zwischen Spröd-, Duktil-, Kriech- und Ermüdungsbruch. [Bro78, Dub97, Got98]. Sie unterscheiden sich im wesentlichen durch

die Dauer der Belastung und das plastische Verhalten des Werkstoffes. Da alle Proben, die in dieser Arbeit bis zum Bruch untersucht wurden, andauernder Wechselbelastung unterworfen wurden, was gerade den Ermüdungsbruch charakterisiert, soll nur dieser hier ausführlicher dargestellt werden.

Ermüdungsbruch

Unmittelbar vor dem Ermüdungsbruch eines Werkstückes bilden sich bevorzugt an der Oberfläche zunächst Mikrorisse, die schließlich zum Einwachsen eines Risses führen. Als Risskeim dient dabei jede geometrische Störung der Oberfläche, die ein lokales Spannungsmaximum zur Folge hat. Dies können z.B. Kratzer, Grate, Einschlüsse oder Korngrenzen sein.

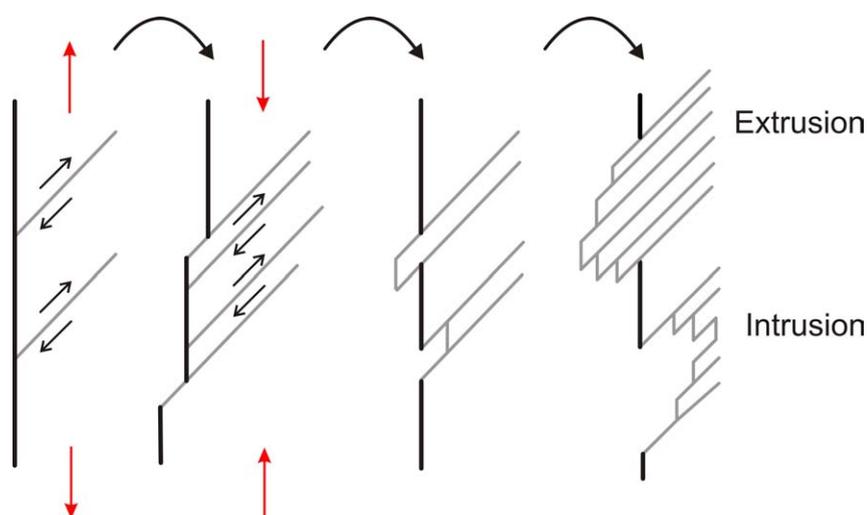


Abbildung 2.15: Nach einem Modell von WOOD ist das Zurückgleiten von Stufen bei Lastumkehr an der Oberfläche durch Oxidation und Verfestigung des Materials behindert. Dies führt zu Ex- bzw. Intrusionen, die als Risskeime wirken können.

Selbst eine ideal glatte Oberfläche würde lokale Spannungsmaxima hervorrufen, da bei zyklischer Beanspruchung Ermüdungsgleitbänder auftreten, die nach einem Modell von WOOD zu Unregelmäßigkeiten an der Oberfläche (siehe Abschnitt 2.1.4) führen. Das Zurückgleiten von Stufen aus der Oberfläche ist in diesem Modell durch Oberflächenoxidation bzw. durch die Verfestigung des Materials behindert. Dies führt zur Bildung von Ex- bzw. Intrusionen, die lokale Spannungsmaxima hervorrufen und dadurch als Risskeime wirken (Abbildung 2.15) [Woo58].

Die Rissausbreitung lässt sich in verschiedene Stadien einteilen. Die Ausbreitung der ersten Mikrorisse erfolgt in Richtung der maximalen Schubspannung, also in ca. 45° zur äußeren Lastrichtung. Hat der Riss eine gewisse Länge erreicht, ändert sich der Spannungszustand, so dass die Rissausbreitung senkrecht zur Last liegt. In dieser Phase bestimmt die Spannungskonzentration an der Risspitze die Rissausbreitung, und es bildet sich unmittelbar vor der Risspitze ein Bereich erhöhter Versetzungsdichte, die plastische Zone. Nach IRWIN und BROEK kann der Radius r_{pl} dieser Zone abgeschätzt werden [Irw58, Bro78]. Abbildung 2.16(c) zeigt die Form einer nach diesem Modell berechneten plastischen Zone [Dug60].

$$r_{Pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_{krit}^2} = \frac{\sigma^2 a}{2\sigma_{krit}^2} \quad (2.5)$$

In Gleichung 2.5 bezeichnet σ die angelegte Spannung, σ_{krit} die Streckgrenze, a die Risslänge und $K_I = \sigma\sqrt{\pi a}$ den Spannungsintensitätsfaktor in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. In Stadium *I* und *II* der Rissausbreitung ist zur Vergrößerung des Risses eine Zunahme der wahren Spannung erforderlich. In Stadium *II* erfolgt die Rissausbreitung kontinuierlich und das Risswachstum pro Verformungszyklus lässt sich durch die PARIS-Gleichung beschreiben [Par64].

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^n \quad (2.6)$$

C und n sind Materialkonstanten, die von Werkstoff, von der Beanspruchung und von der Temperatur abhängen. ΔK ist der zyklische Spannungsintensitätsfaktor, der von einer Vielzahl von Parametern wie Probengeometrie, Risstyp und Rissöffnungsart bestimmt wird.

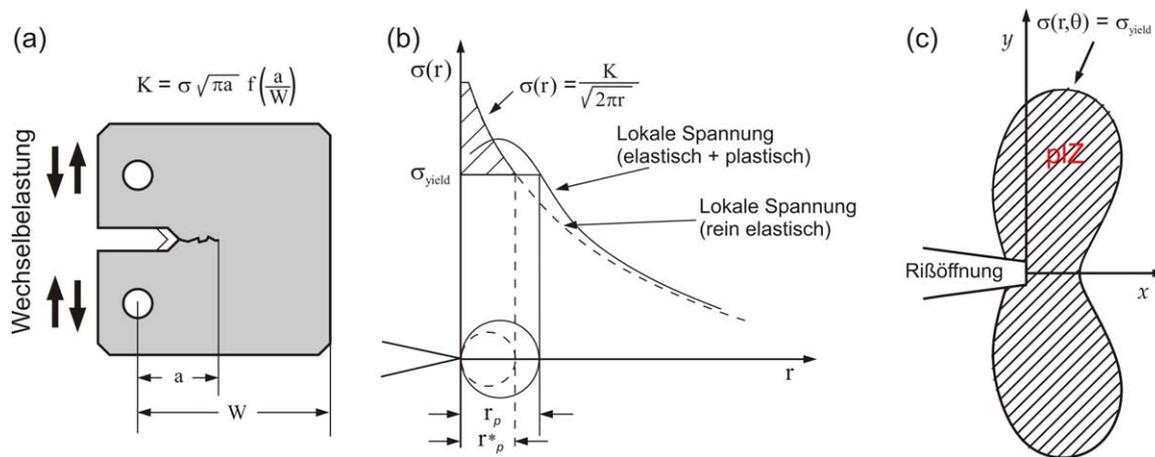


Abbildung 2.16: Risswachstum und plastische Zone (c) an der *CT*-Geometrie (a). Überschreitet die lokal wirkende Spannung die Fließspannung σ_{yield} , bildet sich vor der Risspitze eine plastische Zone aus (b). Teil (c) zeigt die typische Form einer plastischen Zone nach IRWIN und BROEK [Irw58, Bro78, Bro82].

Für einige Probengeometrien, z.B. auch die in dieser Arbeit verwendete *Compact-Tension*-Geometrie (kurz *CT*-Geometrie, Abbildungen 2.16 (a) und 4.2), lässt sich ΔK numerisch abschätzen. In einer dritten Phase *III* der Rissausbreitung hat sich durch den Riss die Querschnittsfläche der Probe soweit geändert, dass die Zugfestigkeit überschritten wird und der Riss ohne weiteren Spannungsanstieg fortschreitet.

2.2 Positronen-Annihilations-Spektroskopie

Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) wird seit dem Ende der 60er Jahre für den Nachweis von Gitterfehlern in Festkörpern genutzt [McK67, Dek64, Mac67, Bra68]. Eine umfassende Beschreibung über die bei der PAS zugänglichen Observablen findet sich in [Kra99, Sme83, Wes73]. Heutzutage ist die PAS eine etablierte Methode zur zerstörungsfreien Materialprüfung. Die für diese Arbeit relevanten Aspekte werden in den folgenden Abschnitten beschrieben.

2.2.1 Positronenquellen

Positronen lassen sich prinzipiell aus verschiedenen Quellen gewinnen. In Großanlagen können sie über die Paarerzeugung bzw. durch Bremsstrahlung oder den Zerfall des μ^+ gewonnen werden. Für den Laborgebrauch eignen sich, aufgrund des vergleichsweise geringen Aufwands, insbesondere radioaktive Quellen, bei denen über den β^+ -Zerfall ($p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$) Positronen emittiert werden. Typische Isotope, die in der PAS und auch in dieser Arbeit verwendet werden, sind ^{22}Na und $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$ mit den maximalen Positronen-Energien von 544 keV bzw. 1890 keV und ausreichend hohen Halbwertszeiten von 950 bzw. 271 Tagen.

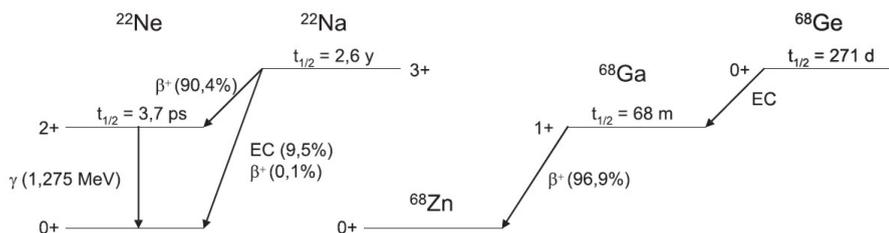


Abbildung 2.17: Zerfallsschemata der Isotope ^{22}Na und ^{68}Ge , die in dieser Arbeit als Positronenquellen verwendet werden. Die maximale Energie der emittierten Positronen beträgt 544 keV bzw. 1.89 MeV.

2.2.2 Wechselwirkung der Positronen mit Materie

Treffen Positronen auf Materie, verlieren sie bei Raumtemperatur innerhalb weniger Piko-sekunden ihre gesamte kinetische Energie. Zum Energieverlust tragen je nach kinetischer Energie des Positrons unterschiedliche Prozesse, wie Bremsstrahlung, inelastische Elektronenstreuung, Plasmonenanregung und phononische Anregung bei, bis sich das Positron schließlich im thermischen Gleichgewicht mit dem Festkörper befindet [Per70, Rit59]. Dies entspricht für Raumtemperatur einer mittleren kinetischen Energie von ca. 40 meV [Nie80]. Die Restlebensdauer des Positrons beträgt in defektarmen Metallen ungefähr 100 – 300 ps. Damit steht dem Positron der größte Teil seiner Lebensdauer zur Diffusion durch den Festkörper zur Verfügung, und die Zerstrahlung aus nicht thermischen Zuständen wird unbedeutend [Pus94]. Beim Abschätzen der mittleren Eindringtiefe von Positronen, muss zwischen monoenergetischen und solchen, die aus dem β^+ -Zerfall stammen, unterschieden werden.

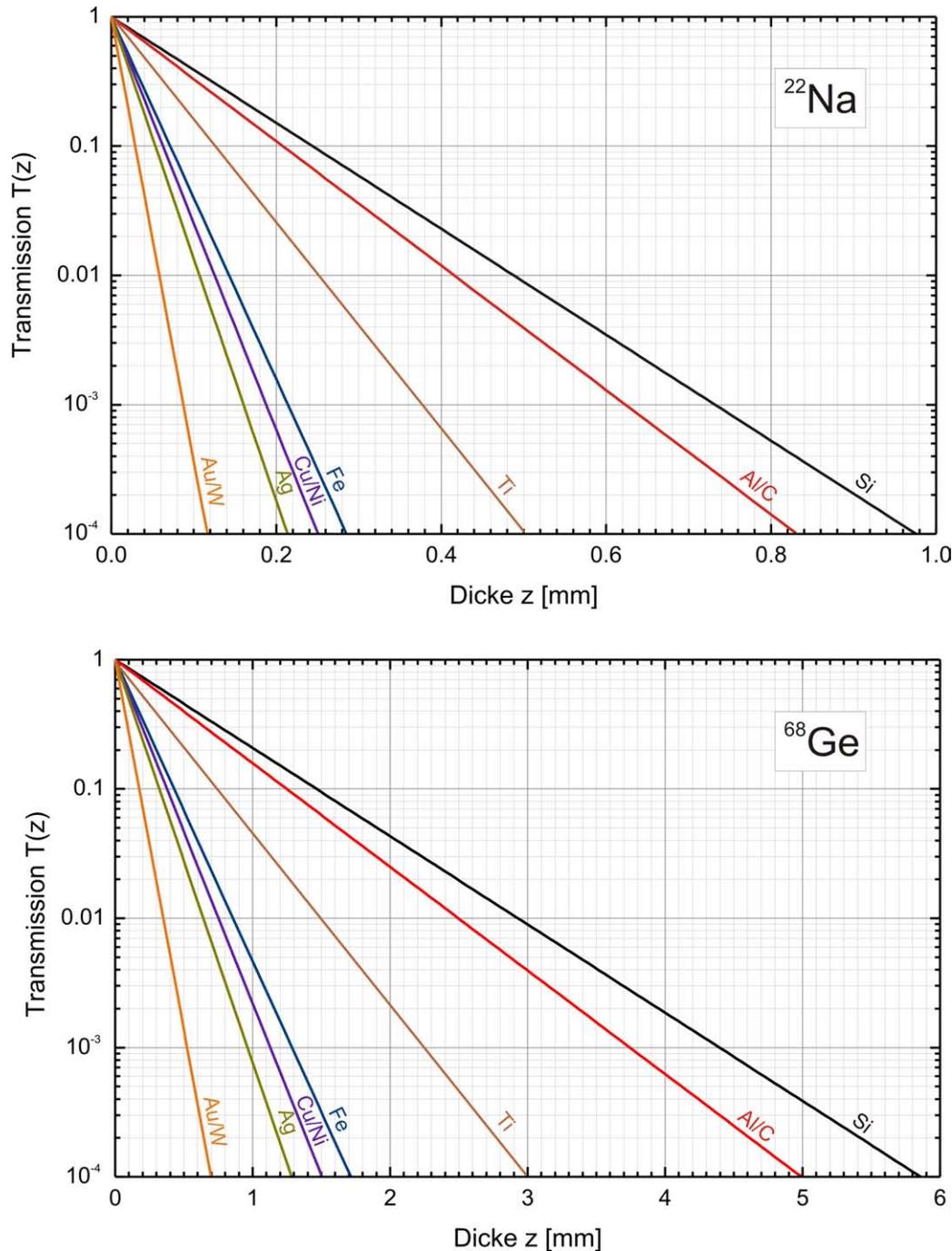


Abbildung 2.18: Transmission der aus dem β^+ -Zerfall von ^{22}Na und ^{68}Ge stammenden Positronen für einige wichtige Materialien. Für die meisten Experimente ist es erforderlich, dass etwa 99.9 % der Positronen in der Probe zerstrahlen.

Für Positronen aus dem β^+ -Spektrum folgt das Implantationsprofil (Stoppverteilung) näherungsweise einem Exponentialgesetz [Pus94]. Die mittlere Eindringtiefe liegt je nach Material und Isotop zwischen $10\ \mu\text{m}$ und $1\ \text{mm}$. In den meisten Experimenten ist es erforderlich sicher zu stellen, dass etwa 99.9 % der Positronen in der Probe zerstrahlen. Für ^{68}Ge beträgt diese Eindringtiefe bei Aluminium $\approx d_{\text{Al}} = 3.75\ \text{mm}$ und bei Eisen $\approx d_{\text{Fe}} = 1.3\ \text{mm}$. Abbildung 2.18 zeigt die Transmission in Abhängigkeit der Dicke der aus dem β^+ -Zerfall von ^{68}Ge und ^{22}Na stammenden Positronen für einige Materialien.

Erfolgt die Bestrahlung mit monoenergetischen Positronen, lässt sich das Implantationsprofil, analog zu dem von MAKHOV gefundenen Ansatz für Elektronen, numerisch abschätzen [Mak61].

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} e^{-(z/z_0)^m} \quad (2.7)$$

Die mittlere Eindringtiefe \bar{z} und z_0 sind hierbei:

$$z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma(1/m + 1)} \quad \bar{z} = \frac{A}{\rho} E^n \quad (2.8)$$

Abbildung 2.19 zeigt das Implantationsprofil für Eisen bei verschiedenen Energien, mit den folgenden Parametern [ScL88]:

$\rho = 7.86 \text{ g/cm}^3$, $A = 4.0 \text{ } \mu\text{g cm}^{-2}\text{keV}^{-n}$, $n = 1.6$, $m = 1.9$.

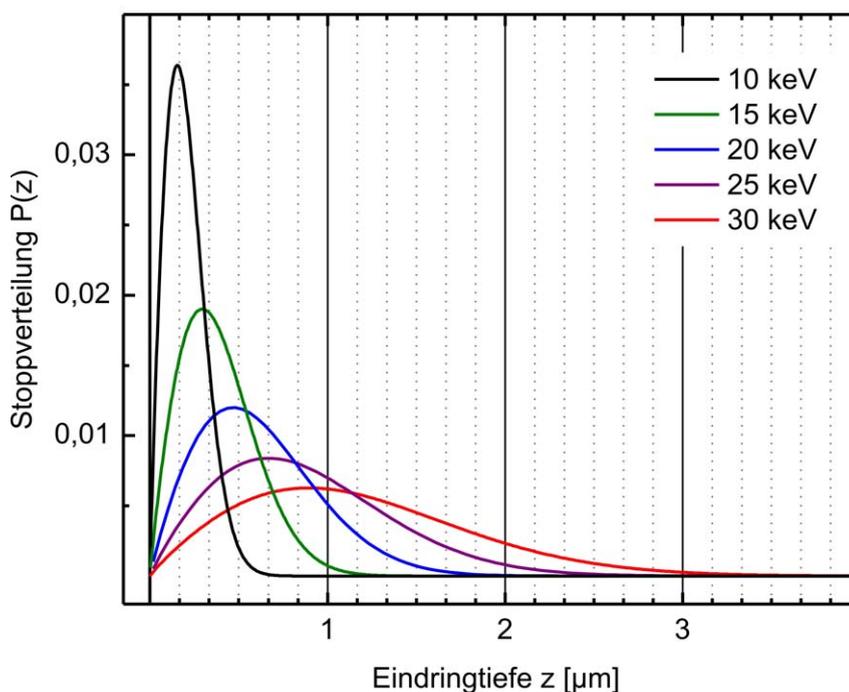


Abbildung 2.19: Nach MAKHOV berechnete und auf Fläche 1 normierte Intensitätsverteilung (Gl. 2.7) monoenergetischer Positronen in Eisen ($\rho = 7.86\text{g/cm}^3$) für verschiedene, relevante Energien.

Aus Abbildung 2.19 ist ersichtlich, dass die Verteilung mit zunehmender Energie unschärfer wird. Das von den Positronen erhaltene Signal stammt demnach aus einem größeren Volumen der Probe. Für kleinere Energien steigt die Wahrscheinlichkeit für die Rückdiffusion der Positronen an die Oberfläche der Probe. Dies kann dazu führen, dass dem Spektrum Signale aus Zuständen beigemischt sind, die von Verunreinigungen der Oberfläche stammen und somit zur Kontamination der Daten beitragen. Dies sollte bei Plastizitätsuntersuchungen vermieden werden. Für Eisenwerkstoffe ist dies durch eine kinetische Energie der Positronen oberhalb von 25 keV gewährleistet [Wu04]. Die mittlere Eindringtiefe der Positronen bei einer Energie von 30 keV, die für einen Großteil der Messungen

dieser Arbeit verwendet wurde, beträgt für Eisen ungefähr $1.7 \mu\text{m}$ und für Aluminium etwa $4.8 \mu\text{m}$.

Diffusion

Befindet sich das Positron im thermischen Gleichgewicht mit dem Festkörper, was bei Raumtemperatur nach wenigen Prozent der gesamten Lebensdauer der Fall ist, diffundiert das Positron durch das Gitter. Aufgrund der Abstoßung durch die Atomrümpfe ist seine Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter am höchsten. Beschreibt man die Diffusion des Positrons als dreidimensionalen Zufallsweg (Random-Walk), gilt für die Diffusionsweglänge L_+ und die mittlere Lebensdauer τ_+ : $L_+ \approx \sqrt{6D_+\tau_+}$, was einer Diffusionsweglänge von einigen 100 nm in defektarmen Metallen entspricht [Pus94].

Während seiner Lebensdauer sucht das Positron auf diese Weise etwa 10^6 bis 10^7 Gitterplätze ab. Selbst geringe Defektkonzentrationen sind somit zugänglich, da jedes offene Volumen im Gitter auf das Positron als attraktives Potential wirkt. Leerstellen bilden tiefe Positronenfallen, aus denen ein Entweichen des Positrons höchst unwahrscheinlich ist, wodurch Punktdefekte schon ab einer Konzentration von 10^{-7} bis 10^{-6} pro Atom nachweisbar sind 2.20.

Einfang des Positrons

Sobald das Gitter lokal aufgeweitet wird, entsteht durch die lokal geringere abstoßende Wirkung der positiven Ladung der Kerne ein Bereich erhöhter Aufenthaltswahrscheinlichkeit für das Positron [See74, Gol65]. Die Potentialtiefe einer solchen Störung im Gitter und die kinetische Energie des Positrons bestimmen, wie stark es an diesen Defekt gebunden ist. Bei Raumtemperatur, was einer kinetischen Energie von 40 meV des Positrons entspricht, bilden Leerstellen mit einer Energie von 0.5- bis 1.2 eV tiefe Fallen, aus denen ein Entweichen des Positrons sehr unwahrscheinlich ist. Entlang einer Versetzungslinie beträgt die Potentialtiefe hingegen zwischen 50 und 100 meV, und die Entweichrate von Positronen ist in diesem Fall nicht zu vernachlässigen [Sme80, Hid88, Pet96, Dau74, Håk89, Håk90, Wid99]. Durch die Anlagerung von Jogs an die Versetzungslinie (Abschnitt 2.1.4) entstehen tiefe Potentialmulden für das Positron, aus denen ein Entweichen nicht möglich ist. Der Einfang des Positrons in eine Versetzungslinie bildet auf diese Weise lediglich einen Zwischenzustand, von dem aus das Positron in die tiefe Potentialmulde der Jogs entlang der Versetzungslinie gerät.

Die Wahrscheinlichkeiten für Einfang, Entweichen und Zerstrahlung aus den unterschiedlichen Defekttypen wird in einem *Trapping-Modell* beschrieben. Dabei wird vorausgesetzt, dass die Annihilation nicht thermalisierter Positronen vernachlässigt werden kann und es keine Wechselwirkung der Positronen untereinander gibt, wodurch jedes Positron den niedrigsten Energiezustand besetzen kann [Bel83, Nie80]. Die im Experiment einsetzbaren Quellstärken radioaktiver Isotope rechtfertigen diese Voraussetzungen. Für die unterschiedlichen Defekttypen werden im *Trapping-Modell* Ratengleichungen aufgestellt, die durch die Einfangraten in Versetzungen κ_{disl} und Leerstellen κ_{vac} , Übergangsraten von Versetzungen in Leerstellen κ_{vac}^* , der Entweichrate aus Versetzungen δ_{disl} und den Annihilationsraten λ_{bulk} , λ_{disl} und λ_{vac} der verschiedenen Zustände bestimmt sind (Abbildung 2.20) [Ber70, Bra72, Con71, Fra74]. In einigen Fällen lässt sich auf diese Weise die Defektkonzentration quantitativ bestimmen [Hau79, Kra99].

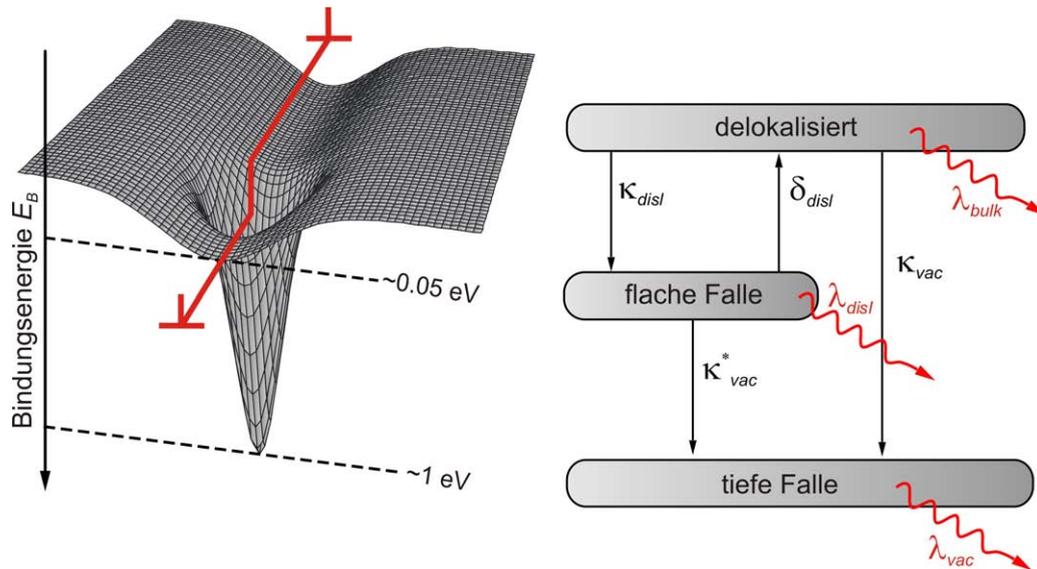


Abbildung 2.20: Schematische Potentiallandschaft für das Positron, die durch eine Versetzungslinie und assoziierte Leerstelle gebildet wird. Der Einfang des Positrons in eine Versetzung bildet einen Übergangszustand, von dem aus es in die tiefe Potentialmulde eines Jogs gelangen kann, aus der ein Entweichen derart unwahrscheinlich ist, dass es bis zur Zerstrahlung dort verbleibt.

Annihilation des Positrons

Die Zerstrahlung des Positrons im Festkörper wird von der Elektronendichte und der Elektronenimpulsverteilung am Zerstrahlungsort bestimmt. Die Ruhemasse von Elektron und Positron $2m_0c^2$ wird mit hoher Wahrscheinlichkeit in zwei γ -Quanten der Energie 511 keV umgesetzt. Der Zerfall in ein bzw. drei Quanten kann aufgrund der Impulserhaltung nur in Kernnähe auftreten und ist um $1/\alpha^3$ bzw. $1/\alpha$ unterdrückt, wobei $\alpha = 1/137$ die Feinstrukturkonstante ist [Wes73]. Die Zerstrahlungsrate Γ ist proportional zur lokalen Elektronendichte n_e , aber unabhängig vom Impuls des Positrons. Die Positronenlebensdauer $\tau_e = 1/\Gamma$ ist demnach umgekehrt proportional zur Elektronendichte am Zerstrahlungsort. Mit Hilfe eines koinzidenten γ -Quants (1275 keV) beim β^+ -Zerfall des ^{22}Na , kann die Zeit zwischen der Aussendung und der Zerstrahlung eines der 511 keV Annihilationsquanten präzise bestimmt werden. Auf die Lebensdauermessungen von Positronen wird an dieser Stelle nicht näher eingegangen, da sie in dieser Arbeit nicht verwendet wurden. Eine ausführliche Beschreibung findet sich unter anderem in [Kra99, Wes73].

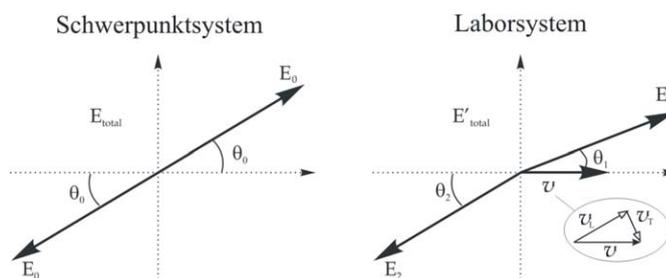


Abbildung 2.21: 2γ -Annihilation von e^+ und e^- , betrachtet in Schwerpunktsystem und Laborsystem. Longitudinaler und transversaler Impulsanteil des Elektrons führen im Laborsystem zu Dopplerverbreiterung und Winkelverschiebung der Annihilationsquanten.

Betrachtet man die Zerstrahlung von Elektron und Positron im Laborsystem, führt der transversale Anteil des Elektronimpulses zu einer Winkelverschiebung und der longitudinale Anteil zu einer Dopplerverbreiterung der γ -Quanten [Deb49]. Der Impuls des thermalisierten Positrons kann im Vergleich zum erheblich größeren Elektronenimpuls vernachlässigt werden. Für die Energieverschiebung der γ -Quanten ergibt sich in einem mit \vec{v} bewegten Laborsystem:

$$E_{\gamma_1, \gamma_2} = \frac{1}{2} E'_{ges} \left(1 \pm \frac{p_L}{2m_0c} \right) \quad E'_{ges} = E_{ges} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}} \quad (2.9)$$

Der sich aus der Lorentztransformation ergebende Unterschied zwischen E'_{ges} und E_{ges} ist in den meisten Fällen nicht von Bedeutung. Der Annihilationspeak wird um $E_{ges} = 511$ keV symmetrisch verbreitert und kann mit Anordnungen, deren Energieauflösung im Bereich von 1.3 keV liegt, gemessen werden. Im Zwischengitter zerstrahlt die überwiegende Zahl der Positronen mit kernnahen Elektronen, die einen höheren Impuls tragen als die Valenzelektronen. Dies führt dazu, dass der weiter vom 511keV Zentrum entfernte Flächenanteil A_W des Annihilationspeaks ansteigt. Findet die Zerstrahlung hingegen überwiegend mit Valenzelektronen statt, wie dies nach dem Einfang in einer Leerstelle geschieht, steigt aufgrund des niedrigen Elektronenimpulses der nah am Zentrum liegende Teil A_S des Annihilationspeaks an. Beide Flächenanteile werden durch Parameter quantifiziert. Sie werden mit S und W -Parameter bezeichnet:

$$S = \frac{\sum_{E_0-\delta E}^{E_0+\delta E} N(E_i)}{\sum_{E_{min}}^{E_{max}} N(E_i)} \quad W = \frac{\sum_{E_{min}}^{E_{min}+\delta E'} N(E_i) + \sum_{E_{max}}^{E_{max}-\delta E'} N(E_i)}{\sum_{E_{min}}^{E_{max}} N(E_i)} \quad (2.10)$$

Die Wahl der Bereiche für S- und W- Parameter ist im Rahmen gewisser Grenzen willkürlich. Für den S-Parameter ergibt sich die beste statistische Signifikanz, wenn A_S in einem Bereich von 0.5 ± 0.1 der Gesamtfläche des Peaks liegt. Die sinnvollen Grenzen des W-Parameters hängen stark vom Material und der Gesamtstatistik des Peaks ab und liegen üblicher Weise zwischen $(10 - 20) \cdot 10^{-3} m_0c$. Für den W-Parameter ist die statistische Signifikanz kleiner, da A_W eine geringere Anzahl von Ereignissen enthält als A_S .

Steigt die Defektdichte des untersuchten metallischen Materials an, äußert sich dies in einem Anstieg des S-Parameters und einem Abfall des W-Parameters. Zum Vergleich verschiedener Messungen ist es sinnvoll, relative Parameter einzuführen, die auf den defektarmen Zustand S_{bulk} bzw. W_{bulk} einer Referenzprobe normiert sind.

$$S_{rel} = \frac{S}{S_{bulk}} \quad W_{rel} = \frac{W}{W_{bulk}} \quad (2.11)$$

Als Referenzzustand für Plastizitätsuntersuchungen werden thermisch ausgeheilte Proben des gleichen Materials oder auch der ausgeheilte Materialzustand des Hauptlegierungselements verwendet. Da beide Parameter entscheidend von der Energieauflösung des gesamten Aufbaus abhängen, darf diese während der Messung keinen Schwankungen unterliegen.

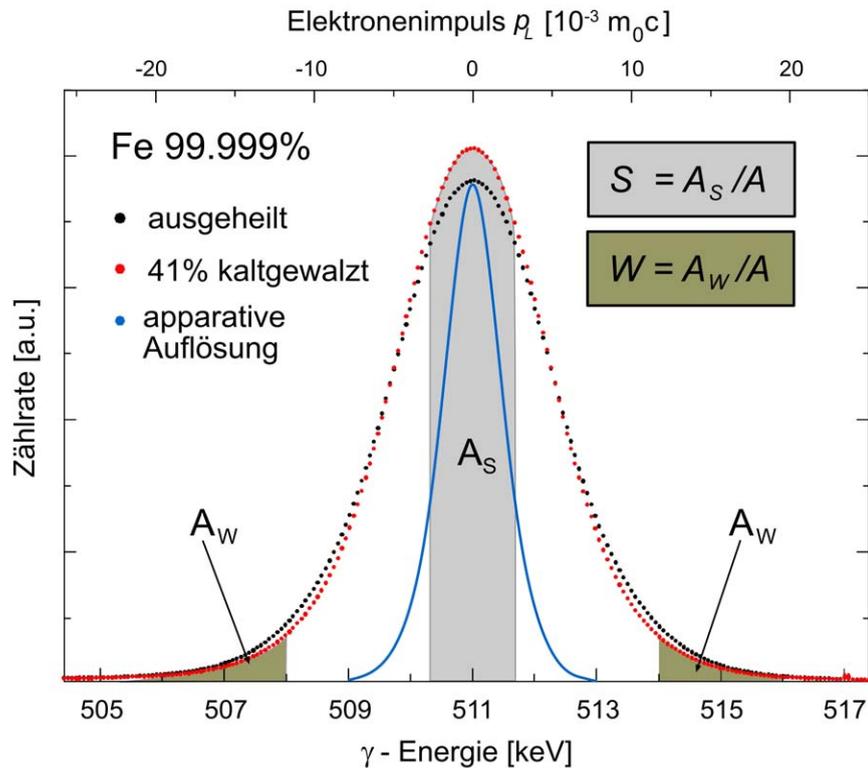


Abbildung 2.22: Flächenanteile A_S und A_W des 511 keV-Annihilationspeaks mit der Gesamtzählrate A . Die rote Kurve zeigt die Linienform für eine kaltverformte Reinst Eisenprobe und die schwarze Kurve den Verlauf für eine ausgeheilte Referenzprobe. Die blaugraue Linie beschreibt die apparative Energieauflösung.

Für den experimentellen Aufbau müssen deswegen Temperaturveränderungen der analogen Elektronik vermieden werden, und zusätzlich ist eine Kombination aus analoger und digitaler Stabilisierung über eine Monitorlinie, wie z.B. die γ -Linie bei 478 keV von ${}^7\text{Be}$ erforderlich. Abbildung 2.22 zeigt den 511 keV Annihilationspeak und die Flächenanteile A_S bzw. A_W für eine ausgeheilte Referenz und eine stark kalt deformierte Reinst Eisenprobe. Ebenfalls dargestellt ist die apparative Energieauflösung von 1.2 keV, die in dieser Arbeit an einer ${}^7\text{Be}$ -Monitorlinie bei einer Energie von 478 keV bestimmt wurde und zur Veranschaulichung der Dopplerverbreiterung durch den Elektronenimpuls auf die Energie von 511 keV verschoben wurde. (Der energieabhängige Unterschied zwischen der Linienbreite bei 478 keV und 511 keV ist mit ca. 3 % relativ gering.)

2.2.3 Andere Methoden zur Abbildung plastisch deformierter Bereiche

Alternative Methoden zur Abbildung plastisch deformierter Bereiche lassen sich prinzipiell in zerstörungsfreie und zerstörende Methoden unterteilen. Einige dieser Verfahren werden im folgenden kurz beschrieben.

Zu den zerstörenden Methoden zählen die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM), die Oberflächenätzung und die Härtemessung. Als zerstörungsfrei gelten beispielsweise Methoden wie die Optische Mikroskopie und die Röntgenbeugung. Vor allem die Emp-

findlichkeit der Untersuchungsmethode für die Plastizität, aber auch die praktische Anwendbarkeit spielen eine große Rolle bei der Bewertung der jeweiligen Methode.

Mit der TEM ist es beispielsweise möglich, einzelne Versetzungen nachzuweisen. Allerdings ist die Probenpräparation sehr aufwendig, und das Heraustrennen dünner Schichten im Bereich von einigen 10 nm zerstört die Probe. Zusätzlich ist die Bestimmung von Versetzungsdichten auf einige μm^2 beschränkt, wodurch interessante Probenbereiche lediglich stichprobenartig untersucht werden können.

Die Methode der Oberflächenätzung einer Probe nutzt aus, dass Ätzmittel Bereiche unterschiedlicher Versetzungsdichte unterschiedlich stark angreifen. Gleitlinien an der Oberfläche und Durchstoßpunkte der Versetzungslinien bilden Ansatzpunkte für das Ätzmittel. Diese Gebiete lassen sich anschließend optisch identifizieren.

Bei der Härtemessung nach VICKERS wird eine Diamantpyramide mit definierter Kraft auf die Oberfläche gedrückt. Obwohl Härte keine wohldefinierte physikalische Größe ist, kann die Härte eines Werkstoffes in den meisten Fällen als Maß für die Versetzungsdichte interpretiert werden. Die Länge der Diagonalen bzw. die Tiefe des Abdrucks sind demnach ein Maß für die Härte des Werkstoffes. Diese Methode ist im praktischen Einsatz weit verbreitet, da sie sich besonders einfach anwenden lässt. Geringe Änderungen der Versetzungsdichte lassen sich durch sie jedoch nicht bestimmen.

Durch optische Mikroskopie der Oberfläche und mit Hilfe von Bilderkennungssoftware ist es möglich, plastische Zonen an der Oberflächenverschiebung von charakteristischen Merkmalen sichtbar zu machen. Dies wird beim *Displacement-Mapping* ausgenutzt. Dieser Methode sind jedoch enge Grenzen gesetzt, da sowohl zu starke wie auch zu geringe Änderungen unberücksichtigt bleiben. Dadurch können gerade die interessantesten Bereiche der plastischen Deformation verloren gehen [Coa67, Pan09].

Bei der Röntgenbeugung kann die durch Versetzungen und andere Fehler bewirkte Verzerrung des Netzebenenabstandes die BRAGG-Bedingung der Reflexion beeinflussen. Im statistischen Mittel führt eine erhöhte Schädigung des Materials zu einer Verbreiterung der Röntgenreflexe [Kri96, War90]. Zur Untersuchung polykristalliner, feinkörniger Materialien eignet sich das DEBYE-SCHERRER-Verfahren, das allerdings die Durchstrahlung von etwa 10^4 Kristalliten und deswegen hochenergetische monochromatische Röntgenanlagen erfordert. Deswegen können mit diesem Verfahren nur Probengeometrien untersucht werden, für die sich die Pulverbedingung im durchstrahlten Volumen erfüllen lässt [Haa06b].

Die verschiedenen Methoden zur Untersuchung von Plastizität zeigen deutliche Unterschiede in ihrer Empfindlichkeit und Anwendbarkeit. Die PAS zeichnet sich vor allem dadurch aus, dass sie den größten dynamischen Bereich der Deformation, vom ausgeheilten Zustand bis hin zu Defektdichten unmittelbar vor einer Risspitze erfasst und die größte Empfindlichkeit auf geringste Änderungen der Defekonzentration aufweist. Der für die Probenpräparation nötige Aufwand ist vergleichsweise gering und sie lässt sich auch in-situ einsetzen. Allerdings lassen sich mit der PAS lediglich relative Änderungen der Defektdichte bestimmen. Diese Einschränkung ist jedoch für die Fragestellung dieser Arbeit ohne Bedeutung.

3 Versuchs- und Messanordnungen

Im Folgenden werden die in dieser Arbeit verwendeten Versuchsanordnungen zur Proben-
deformation und die eingesetzten Messaufbauten beschrieben.

3.1 Detektion der Annihilationsstrahlung und Signal- verarbeitung

Die Messung der von den Positronen stammenden Annihilationsstrahlung erfolgt durch
einen Ge-Detektor mit hoher Energieauflösung. Dazu wird die in Abbildung 3.1 schematis-
tisch dargestellte Anordnung verwendet.

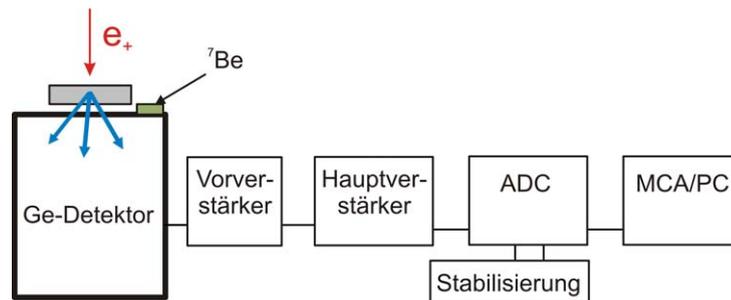


Abbildung 3.1: Aufbau zur Messung der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks. Vom gekühlten Ge-Detektor werden die γ -Quanten registriert. Der eingebaute Vorverstärker erzeugt einen Spannungspuls, der im Hauptverstärker nochmals verstärkt und an den ADC weitergegeben wird. Schwankungen des Hauptverstärkers werden durch digitale Stabilisierung der 478 keV γ -Linie einer ^7Be -Quelle ausgeglichen, die direkt am Detektorgehäuse platziert ist. Über eine im PC installierte MCA-Karte werden die Spektren zur anschließenden Auswertung gespeichert.

Die Probe wird in einem Abstand von wenigen Millimetern zum Ge-Detektor platziert, um mit dem aktiven Volumen des Detektors einen möglichst großen Raumwinkel abzudecken und dadurch die Nachweiswahrscheinlichkeit für die aus der Probe stammenden γ -Quanten zu optimieren. Die durch die Annihilationsstrahlung erzeugten Ladungsträger werden im Vorverstärker des Detektors in ein Spannungssignal umgewandelt, das am Hauptverstärker nochmals verstärkt wird. Der ADC (*Analog Digital Converter*) digitalisiert die Spannungspulse und gibt sie an einen MCA (*Multi Channel Analyser*) weiter. Schwankungen des Nullpunktes und in der Verstärkung des Hauptverstärkers werden durch digitale Stabilisierung einer Monitorlinie (^7Be ; 478keV) am ADC ausgeglichen. Dies verhindert ein kurzzeitiges Driften der Spektren [Haa03].

Alle in dieser Arbeit gemessenen Spektren wurden mit dem Programm *M_Spec*¹ von Dr. Matz Haaks ausgewertet. Dieses Programm schließt eine automatische Untergrundkorrektur der Spektren ein. Langzeitiges Driften der Peaks, das durch Veränderungen in der nuklearen Elektronik entsteht und von der analogen Stabilisierung nicht verhindert werden kann, wird in der Auswertung durch eine digitale Positionsbestimmung der Monitorlinie ausgeglichen. Nach Angabe der Peakbreite liefert das Programm *M_Spec* die unter Abschnitt 2.2.2 beschriebenen S- und W-Parameter und Informationen wie Peakintegral, Halbwertsbreite und weitere Eigenschaften der Spektren. Eine ausführliche Darstellung der Datenverarbeitung und Untergrundkorrektur findet sich in [Haa03, Haa06a].

3.2 Zugprüfmaschine

Mit der Zugprüfmaschine (Abb. 3.2) werden Proben mit konstanter Dehnrage axial belastet. Der Rahmen besteht aus 42CrMo4 Stahl, der eine hohe Steifigkeit besitzt und dessen Beitrag zum Elastizitätsmodul dadurch klein gehalten wird. Die Zugproben in Flachgeometrie (siehe Abschnitt 4.2) sind einseitig über eine Kraftmessdose, die kontinuierlich von einem PC ausgelesen wird, fest mit dem Stahlrahmen verbunden. Die andere Seite der Probe wird in einer beweglichen Spannbacke gefasst. Über ein zweistufiges Getriebe zieht ein Synchronmotor mit einer Umdrehung pro Minute an der Probe. Diese geringe Dehnrage von $\dot{\epsilon} \approx 160 \text{ nm/s}$, ermöglicht eine in-situ Messung der Defektdichte [Wir08]. Dazu befindet sich eine ^{68}Ge -Quelle ca. 1 mm oberhalb der Probe. Durch die hohe Maximalenergie von 1.89 MeV der aus der ^{68}Ge -Quelle emittierten Positronen wird gewährleistet, dass die Zerstrahlung von Positronen, die nicht in die Probe gelangen, weit entfernt vom Detektor stattfindet. Dies verringert den vom Detektor ausgefüllten Raumwinkel und damit auch die Nachweiswahrscheinlichkeit für Annihilationsquanten, die aus derartigen Zerstrahlungsereignissen stammen.

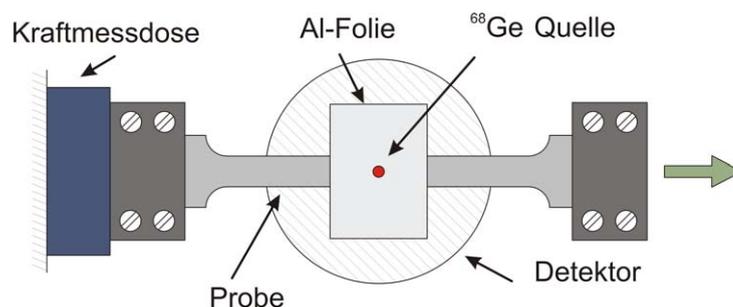


Abbildung 3.2: Von oben betrachteter Aufbau der Zugprüfmaschine zur in-situ Messung der Dopplerspektren während des Zugversuchs. Die ^{68}Ge -Quelle wird direkt oberhalb der Probe auf einer $5 \mu\text{m}$ dicken Aluminiumfolie platziert. Dadurch wird eine Positionsänderung relativ zum darunter liegenden Detektor während des Zugversuchs ausgeschlossen. Die Kraftmessdose ermöglicht die Aufzeichnung, der von einem Synchronmotor über ein Getriebe ausgeübten Kraft.

Eine $5 \mu\text{m}$ dünne Folie aus Aluminium gewährleistet, dass die ^{68}Ge -Quelle ihre relative Position zum Detektor während des Zugversuchs beibehält. Der Ge-Detektor zur Messung der Annihilationsstrahlung mit der unter Abschnitt 3.1 beschriebenen Anordnung befindet sich unmittelbar unterhalb der Probe. Die ^7Be -Quelle, die die Monitorlinie zur

¹ http://mspec.m-solutions.de/mspec_manual.pdf

Stabilisierung liefert, ist seitlich am Detektorgehäuse angeklebt. Alle 300 s wird ein Spektrum aufgezeichnet. Aus statistischen Gründen werden die Spektren über einen Zeitraum von 30 Minuten addiert, so dass die Defektdichte über diese Zeit gemittelt wird. Dies hat keinen Einfluß auf die Ergebnisse, da die relative technische Dehnung innerhalb von 30 Minuten nur im Bereich von $3.6 \cdot 10^{-3}$ liegt.

3.3 Wechselperformungsapparat

An der Wechselperformungsapparat (WVA) (schematische Abbildung 3.3) lassen sich Wechselperformungsexperimente im Mikrometerbereich durchführen.

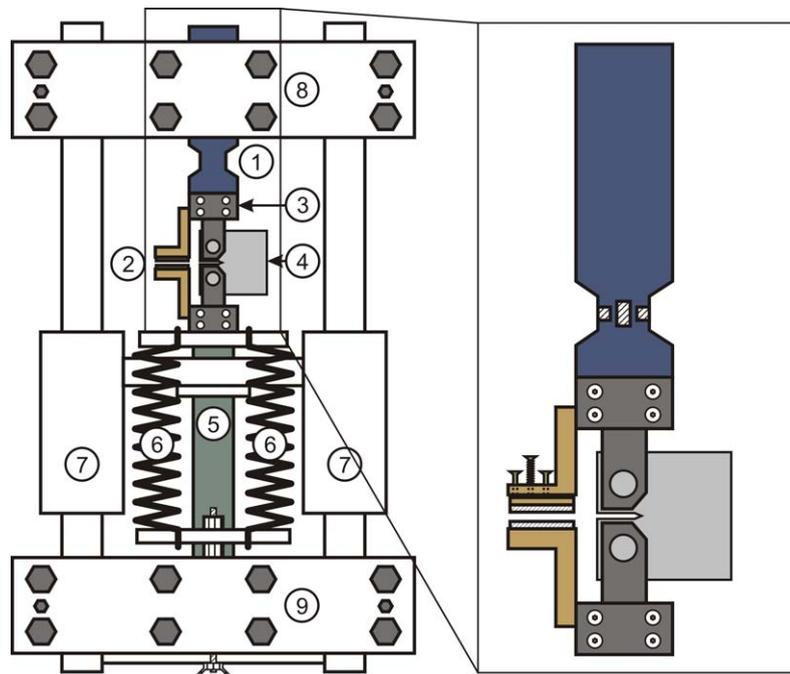


Abbildung 3.3: Wesentliche Bestandteile der Wechselperformungsmaschine: (1) Kraftmessdose, (2) kapazitiver Abstandssensor, (3) Spannbacken, (4) Probe (hier in *CT*-Geometrie), (5) Piezotranslator, (6) Spannfedern, (7) bewegliches Mitteljoch, (8) & (9) oberes- und unteres Joch. Die Spannfedern üben die Kraft auf die Probe aus, die vom Piezotranslator nach oben gedrückt wird. Der kapazitive Sensor mißt die Dehnung während der Wechselbelastung.

Der Rahmen der Maschine besteht wie auch bei der Zugprüfmaschine aus dem Stahl 42CrMo4. Ein Piezotranslator (5), mit einem maximalen Stellweg von $300 \mu\text{m}$ im unbelasteten Zustand, drückt die Probe gegen die Spannkraft der Federn (6) nach oben. Kraft und Dehnung werden im Experiment über eine Kraftmessdose bzw. über einen kapazitiven Sensor gemessen und aufgezeichnet. Das Hystereseverhalten des Piezotranslators wird in der Ansteuerung berücksichtigt und ausgeglichen. [Loe08, Wid99] Die Lastamplitude lässt sich sinus-, dreieck- oder rechteckförmig einstellen.

Alle in dieser Arbeit vorgestellten Wechselperformungsexperimente wurden dehnungskontrolliert (Abschnitt 2.1.2) mit sinusförmiger Amplitude im Frequenzbereich von 1 – 10 Hz durchgeführt. Lediglich die ersten Proben des Stahls C45E nach Geometrie (2) in Abbildung 4.2 wurden nicht an der dargestellten WVA, sondern am *Fraunhofer LBF*,

Darmstadt in einer servohydraulischen standardisierten Wechselverformungsmaschine der Firma Schenk belastet.

3.4 Bonner-Positronen-Mikrosonde

In der Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) werden zwei unterschiedliche Strahlquellen kombiniert. Eine kommerzielle Elektronenkanone ermöglicht raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen, und eine radioaktive ^{22}Na -Quelle liefert Positronen zur Erzeugung eines Feinfokus-Positronenstrahls. Die BPM wurde in Zusammenarbeit mit der Firma Leo² am damaligen ISKP³ entwickelt und ermöglichte 1996 die ersten ortsauflösten Positronenmessungen [Gre97].

3.4.1 Schematischer Aufbau

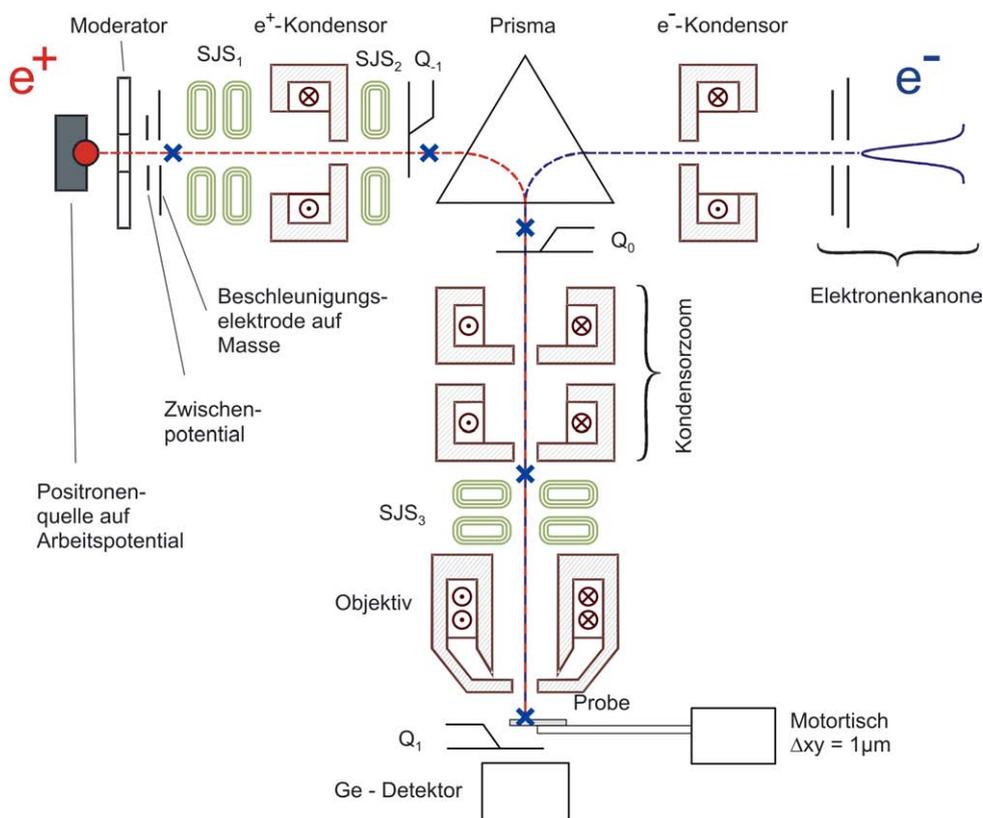


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM). Die Teilchen werden durch Strahljustiersysteme $SJS_{1,2}$ und Kondensorenliniensysteme auf die Eingangsebene des magnetischen Prismas projiziert. Das magnetische Feld des Prismas lenkt den Strahl in die REM-Säule, in der weitere Linien- und Justiersysteme für eine Fokussierung auf der Probe sorgen. In den Strahl einführbare Szintillationsdetektoren $Q_{-1,0,1}$ ermöglichen die Optimierung des Strahlengangs. Im Positronenmodus wird die auf dem Motortisch montierte Probe unter dem Strahl verfahren. Ein außerhalb der Probenkammer angebrachter Ge-Detektor registriert die Annihilationsstrahlung.

² Heute Carl Zeiss NTS GmbH

³ Heute HSKP (Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik)

Um Positronenquelle und Elektronenkanone in einen Aufbau zu integrieren, sind beide Strahlquellen auf den gegenüberliegenden Seiten eines magnetischen Prismas installiert (Abbildung 3.4). Der Elektronenmodus dient zur Orientierung auf der Probenoberfläche, um für den Positronenstrahl interessante Bereiche zu identifizieren. Im Positronenmodus findet zur Vermeidung von Linsenfehlern höherer Ordnung keine Abrasterung statt. Stattdessen wird die Probe auf einem Motortisch unter dem Strahl verfahren, und die Anihilationsstrahlung wird von einem Ge-Detektor, mit der unter Abschnitt 3.1 beschriebenen Anordnung, aufgezeichnet. Der seit 2008 an der BPM eingesetzte Ge-Detektor wurde von der Firma *Canberra* entwickelt und in Energieauflösung und Nachweiswahrscheinlichkeit auf die Energie von 511 keV optimiert.

3.4.2 Quelle und Moderator

Die Realisierung eines Positronenstrahls mit einem Durchmesser von wenigen μm erfordert einerseits eine Quelle mit einem kleinen Phasenraum und andererseits eine effektive Moderation der aus dem β -Spektrum stammenden Positronen. Im Herbst 2006 wurde eine neue ^{22}Na -Quelle, die zum Zeitpunkt ihres Einbaus eine Aktivität von ca. 10 mCi besaß, in der BPM montiert. Abbildung 3.5 zeigt den Querschnitt durch die Anordnung von Quelle und Moderator. Die zylindrische Quelle mit einem Durchmesser von $500\ \mu\text{m}$ und einer Tiefe von ca. $250\ \mu\text{m}$ sorgt einerseits dafür, dass die Selbstabsorption gering bleibt, und sie erfüllt andererseits durch ihre miniaturisierte räumliche Abmessung teilweise die Forderung eines kleinen Phasenraums.

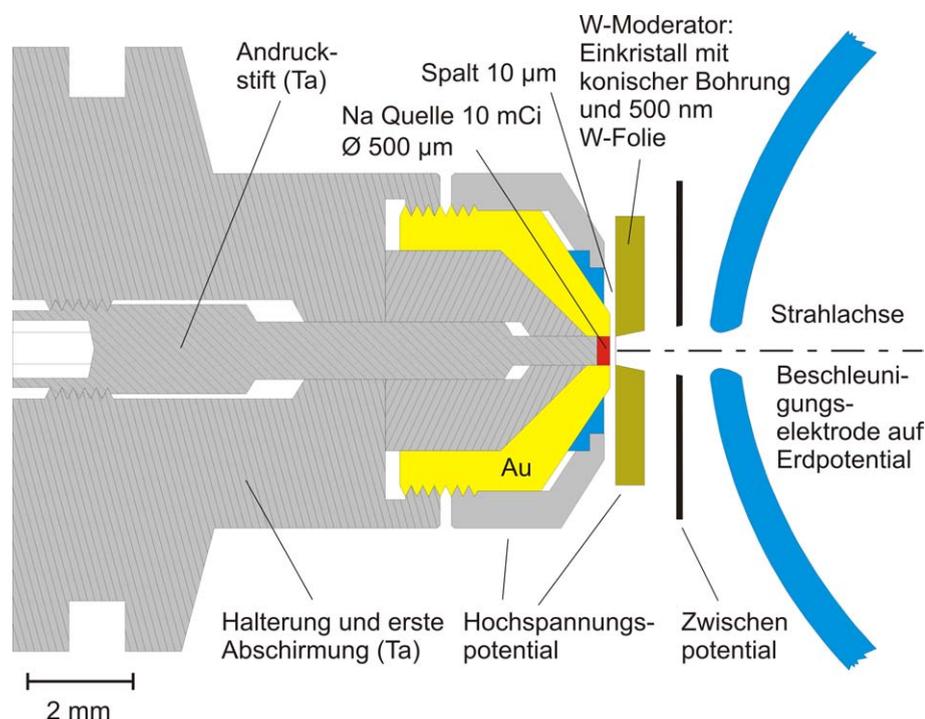


Abbildung 3.5: Querschnitt durch Quelle und Moderator der BPM. Die Positronen liefernde ^{22}Na -Quelle befindet sich in einem Goldtrichter mit einer $500\ \mu\text{m}$ Bohrung. Ein Tantalstift drückt die Quelle auf eine $3\ \mu\text{m}$ Titanfolie. Die emittierten Positronen treffen auf den etwa $10\ \mu\text{m}$ entfernten W-Moderator. Quelle und Moderator sind elektrisch kontaktiert und liegen auf $+30\ \text{kV}$ Beschleunigungspotential. [Haa03]

Um die aus dem β -Spektrum der ^{22}Na -Quelle emittierten Positronen durch magnetische Felder führen zu können, werden monoenergetische Positronen benötigt. Dies wird durch einen Wolfram-Moderator erreicht, der sich in etwa $10\ \mu\text{m}$ vor der Quelle befindet. Wolfram ist der effizienteste metallische Positronenmoderator, mit einer positiven Austrittsarbeit von $2.6 \pm 0.075\ \text{eV}$ [Lyn89]. Der verwendete Moderator kombiniert Reflexions- und Transmissionsmoderation [Ton97, Haa03]. Er besteht aus einem W-Einkristall mit einer konischen Bohrung (10° Öffnungswinkel), deren Innenflächen durch chemisches Ätzen eine Reistrauhigkeit von unter $1\ \mu\text{m}$ aufweisen, und einer quellseitig auf geschweißten, $500\ \text{nm}$ dicken W-Folie. Um die erforderliche Effizienz des Moderators zu erzielen, müssen Verunreinigungen der Oberfläche und Defekte, die als Positronenfallen wirken können, in einer dreischriftigen Temperaturbehandlung ausgeheilt werden. Dies geschieht über Elektronenstrahlheizung in einer extra dafür vorgesehenen Präparationskammer [Ton97, Haa03]. Die anschließende Justierung von Quelle und Moderator erfolgt über den im Strahlengang positionierbaren Szintillationsdetektor Q_{-1} , der sich unmittelbar vor dem Prisma befindet (Abbildung 3.4).

Zur Strahlführung werden Quelle und Moderator auf ein Potential von $+30\ \text{kV}$ gelegt. Eine zwischen Moderator und Beschleunigungselektrode liegenden Ziehelektrode saugt die Positronen durch ein regelbares Zwischenpotential von $\approx 0.5 - 4\ \text{kV}$ ab.

3.4.3 Strahlführung

Damit der durch Moderation und anschließende Beschleunigung gewonnene Positronenstrahl auf die Probe fokussiert werden kann, befinden sich drei aus Luftspulen bestehende Justiersysteme entlang des Strahlengangs (Abbildung 3.4). Die Justiersysteme 1 und 2 sind vor dem Prisma angebracht, System 3 befindet sich in der REM-Säule. Die Systeme 1 und 3 sind zweistufig aufgebaut, was einen Winkel- (*alignement A*) und einen Parallelversatz (*precentering P*) des Strahls ermöglicht. Das S2A System ist nur einstufig konzipiert und bestimmt wesentlich den Eintrittswinkel ins magnetische Prisma. Zur Regelung des Strahlfokus auf die Eingangsebene des Prismas befindet sich zwischen System 1 und 2 der e^+ -Kondensator. Das Prisma kippt sowohl Elektronen- als auch Positronenstrahl um 90° in die REM-Säule. Zwei weitere Kondensatorsysteme $K1$ und $K2$ und die abschließende Objektivlinse fokussieren den Strahl auf die Probenoberfläche. Über das dritte, zwischen $K2$ und der Objektivlinse liegende Strahljustiersystem kann der e^+ -Strahl auch in der REM-Säule verkippt bzw. parallel versetzt werden.

Innerhalb der REM-Säule lassen sich zwei sehr verschiedene Strahlmodi einstellen. Für den ersten Modus wird der Strom an $K2$ abgestellt, wodurch der Strahl mit den geringsten Positronenverlusten geführt wird. In diesem Fall liegt der beste zu erreichende Strahldurchmesser bei $\approx 20\ \mu\text{m}$.

Im anderen Modus werden $K1$ und $K2$ so betrieben, dass ein weiterer *Crossover* in der Säule entsteht (Abbildung 3.4). Die deutlich größeren Aperturwinkel verursachen bei dieser Strahlführung Verluste in der Positronenzählrate von ca. $95\ \%$, ermöglichen allerdings einen Strahldurchmesser von $1\ \mu\text{m}$ [Hue08].

Abbildung 3.6 zeigt die Positronenzählrate in Falschfarbendarstellung im Szintillationsdetektor Q_1 in Abhängigkeit von $K1$ und $K2$. Im rechten Bereich, oberhalb der schwarzen Linie, lässt sich ein zusätzlicher *Crossover* in der Säule einstellen. In diesem Gebiet liegen auch die voreingestellten Arbeitspunkte für den Elektronenbetrieb ($L1$ bis $L8$). Zwischen

den beiden schwarzen Linien in Abbildung 3.6 liegt der Bereich, in dem die Bildweite größer als die Länge des Strahlengangs ist. Unten links liegt kein *Crossover* in der REM-Säule vor. Am Arbeitspunkt P_1 lässt sich die größte Positronenzählrate bei einem minimalen Strahldurchmesser von $\approx 20 \mu\text{m}$ einstellen. Für viele zu untersuchenden Strukturen ist dies bei weitem ausreichend, und die größere Zählrate verkürzt den Messbetrieb erheblich.

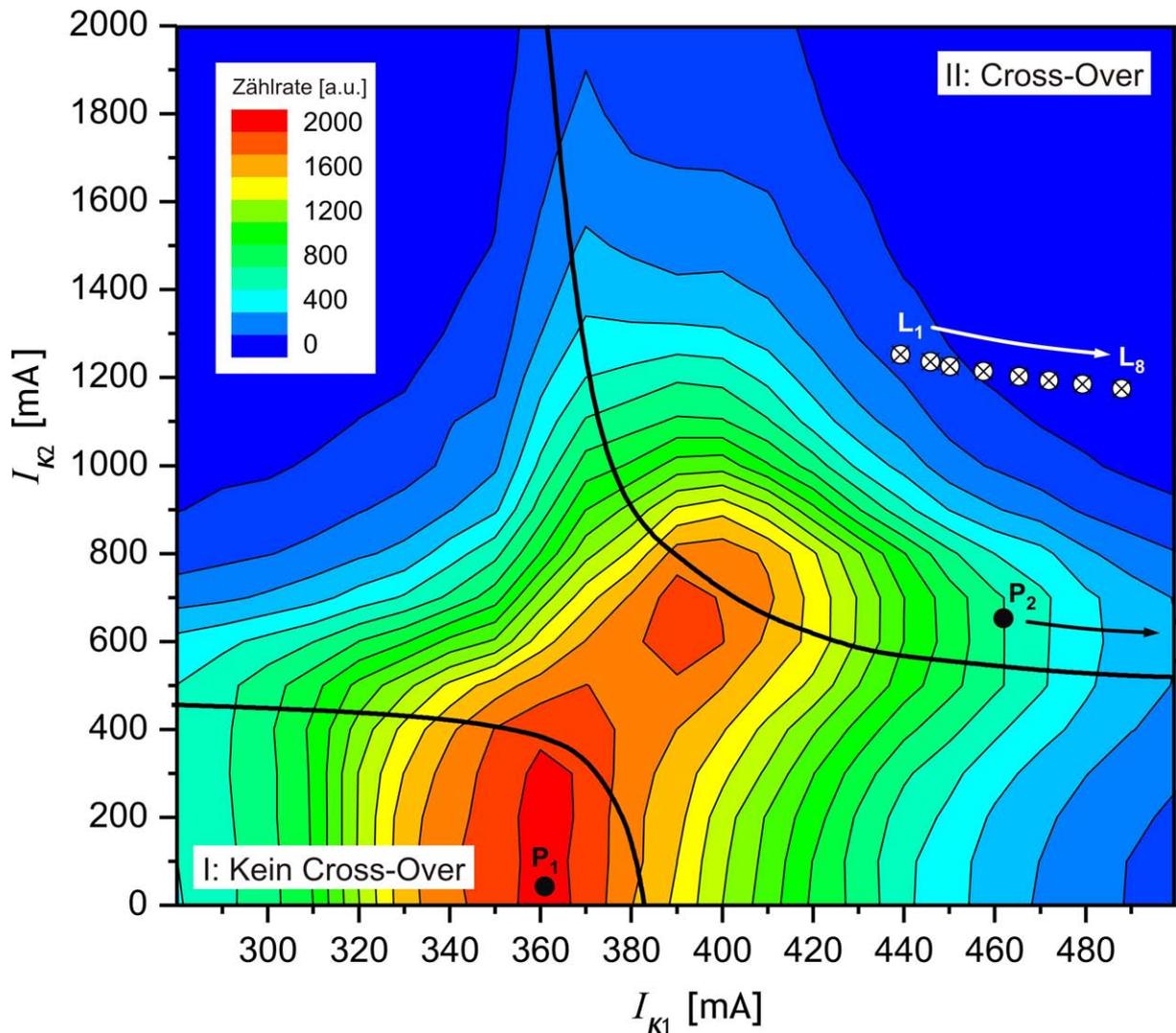


Abbildung 3.6: Positronenzählrate im Detektor Q_1 in Abhängigkeit der Ströme im Kondensorenzoom K_1 und K_2 . Die schwarzen Linien trennen drei Bereiche. Unten links liegt kein *Crossover* in der Säule vor. Im mittleren Bereich zwischen den Linien ist die Bildweite größer als die Länge des Strahlengangs. Oben rechts ist ein zusätzlicher *Crossover* in der Säule einstellbar. Die weißen Kreise (L_1 bis L_8) zeigen die für den Elektronenbetrieb voreingestellten Arbeitspunkte zur Strahlverkleinerung. Im Positronenbetrieb ist bei P_1 ein minimaler Strahldurchmesser von $\approx 20 \mu\text{m}$ erreichbar. Die Arbeitspunkte für den kleinen Strahldurchmesser liegen auf der bei P_2 beginnenden Linie.

Entlang der bei P_2 beginnenden Linie liegen die Arbeitspunkte für einen Positronenstrahl mit Durchmessern von wenigen μm . Folgt man dieser Linie zu höheren I_{K1} , lässt sich ein Positronenstrahldurchmesser von $1 \mu\text{m}$ oder darunter realisieren.

Die Bestimmung dieses kleinen Strahldurchmessers erfolgt durch Abschattung des Strahls mit einer 300 nm dicken Goldfolie, in die durch eine FIB Anlage (Focussed Ion Beam)

ein Loch von $5\ \mu\text{m}$ Durchmesser geschnitten wurde. Abbildung 3.7 zeigt in Falschfarbendarstellung die Zählrate während des Scans über das $5\ \mu\text{m}$ \varnothing -Loch in der Goldfolie, und den Anstieg der Zählrate in der x-Koordinate an einer der Kanten des Lochs [Hue08].

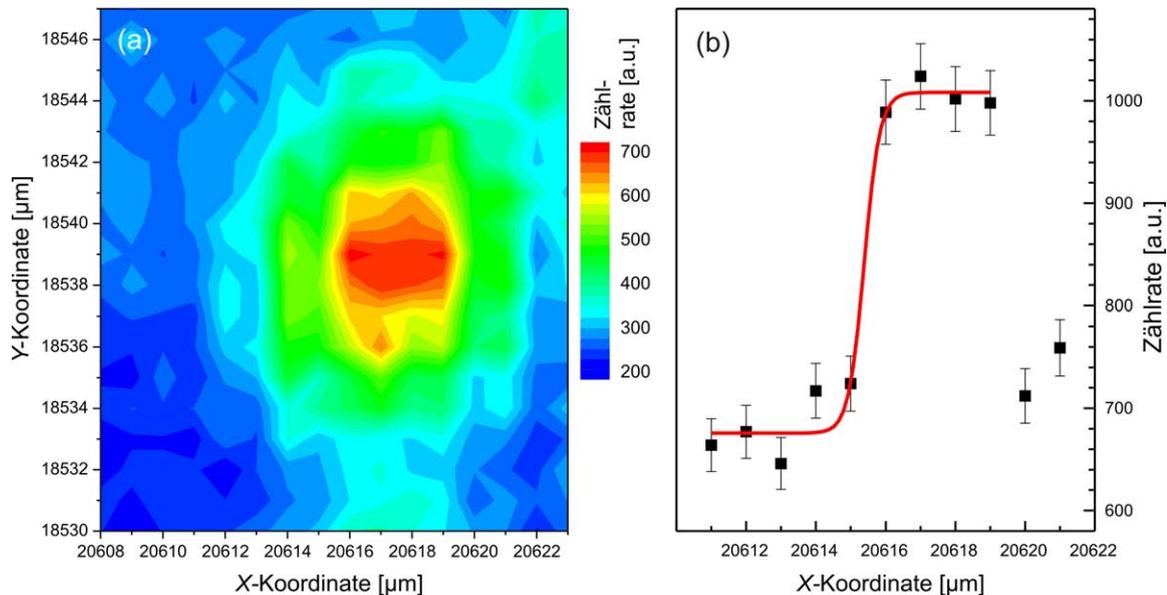


Abbildung 3.7: Flächenscan eines $5\ \mu\text{m}$ \varnothing -Lochs in einer $300\ \text{nm}$ dünnen Goldfolie (a). Abbildung (b) zeigt den Scan für eine y-Koordinate an einer der Kanten des Lochs. Der Sigmoidenfit verdeutlicht die Änderung der Zählrate innerhalb eines Mikrometers.

Die richtige Einstellung aller bisher erwähnten Parameter ist notwendige Voraussetzung zur möglichst verlustfreien Strahlführung und beeinflusst wesentlich Strahlintensität und Strahlform. Zur Überprüfung und Verbesserung des Strahlengangs lassen sich an drei verschiedenen Stellen Szintillationsdetektoren (in Abb. 3.4 mit $Q_{-1,0,1}$ bezeichnet) im Strahlengang positionieren [Haa03, Mue06]. Dies ist vor allem für die Justierung einer neuen ^{22}Na -Quelle oder eines neuen W-Moderators erforderlich.

Um auch über mehrere Tage eine stabile Strahlführung zu gewährleisten, können die Strahljustiersysteme, der Prismenstrom und der e^+ -Kondensator automatisch im Messbetrieb durch das von Dr. Ingo Müller entwickelte Steuerungsprogramm *Cross* nachgeführt werden [Mue06].

3.4.4 Probenkammer und Detektor

Die Proben werden auf einem ansteuerbaren Motortisch, der eine Genauigkeit von $\Delta x, \Delta y \approx 1\ \mu\text{m}$ aufweist, montiert. In der Probenkammer befinden sich außerdem der Szintillationsdetektor Q_1 , eine CCD-Kamera, ein Sekundärelektronen- und ein Rückstreudetektor. Der zur Strahloptimierung notwendige Szintillationsdetektor Q_1 lässt sich hydraulisch in den Strahlengang einbringen. Die Proben befinden sich etwa $1\ \text{cm}$ oberhalb des Ge-Detektors, der außerhalb der Probenkammer positioniert ist. Das aktive Volumen des Detektors nimmt ca. $30\ \%$ des Raumwinkels ein. Zusammen mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit von ca. $60\ \%$ bei einer γ -Energie von $0.5\ \text{MeV}$ trägt dadurch ca. jedes 5. Positron zur Messung bei.

3.4.5 Mikrometerstrahl der BPM - Einzelfehlstellenachweis mit Positronen

Die ersten Untersuchungen mit dem Mikrometerstrahl der BPM erfolgten an Platinproben mit einem Reinheitsgrad von 99.99 % [Hue08].

Zunächst werden in zwei Platinproben unterschiedliche Leerstellenkonzentrationen eingestellt. Durch Glühen der ersten Probe bei $\approx 1680\text{ °C}$ und anschließendem langsamen Abkühlen wird die Probe thermisch ausgeheilt, und es liegt bei Raumtemperatur die Gleichgewichtsleerstellenkonzentration vor. Die zweite Probe wird auf eine Temperatur von 1400 °C geheizt und in einem Wasserbad abgeschreckt. Auf diese Weise wird eine hohe Leerstellenkonzentration thermisch in der Probe eingeschreckt. Anschließendes Anlassen der Probe bei einer Temperatur um $T = 400\text{ °C}$ führt über Diffusionsprozesse zum Ausheilen und zur Clusterbildung von Leerstellen. Auf diese Weise lässt sich eine Leerstellenkonzentration einstellen, die am unteren Rand der Nachweisgrenze liegt.

Abbildung 3.8 zeigt den durch den $50\text{ }\mu\text{m}$ breiten Positronenstrahl gemessenen S-Parameter für verschiedene Punkte der Probenoberfläche von der ausgeheilten Platinprobe (Probe1) und der abgeschreckten und anschließend angelassenen Platinprobe (Probe2). Die abgeschreckte Probe wurde in zwei Stufen, zunächst bei 400 °C für 10 min und anschließend für 470 °C für 60 min angelassen.

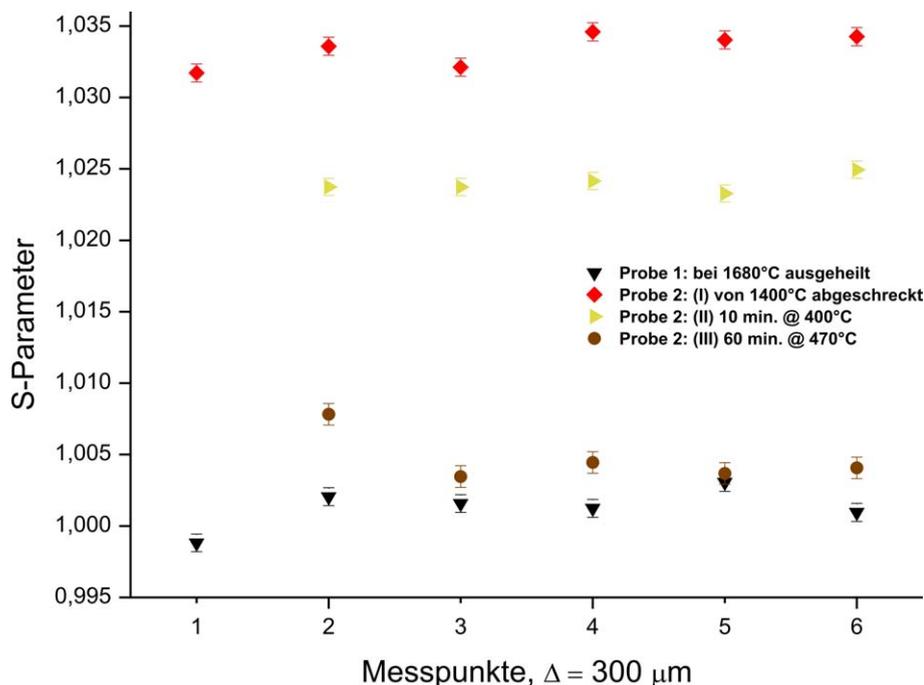


Abbildung 3.8: Relativer S-Parameter der verschiedenen Probenzustände nach der Temperaturbehandlung, ermittelt mit einem Positronenstrahl von $50\text{ }\mu\text{m}$ Strahldurchmesser. Der S-Parameter der thermisch ausgeheilten Probe ist auf 1 normiert. An der abgeschreckten Probe wird der größte S-Parameter von ≈ 1.032 gemessen. Nach dem 1. Anlassvorgang sinkt der S-Parameter ab, und durch das 2. Anlassen der Probe wird eine Leerstellenkonzentration erreicht, die gerade noch nachweisbar ist.

Die ausgeheilte Probe (schwarze Dreiecke in Abbildung 3.8) zeigt den kleinsten S-Parameter, auf den die anderen Werte normiert sind. Vor dem Anlassen liegt der relative

S-Parameter von Probe 2 bei ≈ 1.032 . Dies zeigt, dass in diesem Zustand eine erhöhte Leerstellenkonzentration in der Probe vorliegt. Durch das Anlassen der Probe kommt es durch die Diffusion von Leerstellen zur energetisch günstigeren Bildung von Leerstellenclustern und zum Ausheilen von Leerstellen an der Probenoberfläche. Die inhomogene Verteilung dieser Cluster bewirkt ein Absinken des S-Parameters, da der Positronenstrahl bei einem Durchmesser von $50 \mu\text{m}$ über das gesamte Volumen mittelt.

Nach dem zweiten Anlassen ist die Leerstellenkonzentration gerade noch nachweisbar, und der S-Parameter unterscheidet sich kaum von dem der ausgeheilten Probe.

Eine Untersuchung von Probe 2 mit dem Mikrometerstrahl ($\varnothing = 1 \mu\text{m}$) der Mikrosonde nach den Anlassvorgängen soll Aufschluss über die Clusterung der Leerstellen geben. Es ist zu erwarten, dass die gemessenen S-Parameter in diesem Fall stark streuen, da der feine Strahl eine ausreichend hohe Strukturauflösung ermöglicht, um die Inhomogenitäten im Probenvolumen von der Zerstrahlung im Zwischengitter unterscheiden zu können. Dies ist schematisch in Abbildung 3.9 dargestellt.

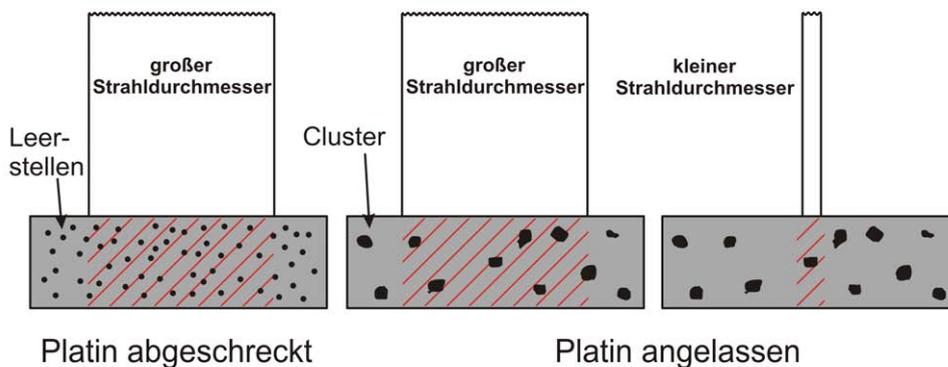


Abbildung 3.9: Schematische Darstellung der verschiedenen Versuchsbedingungen. Die Clusterung der Leerstellen nach dem Anlassen der Probe äußert sich in der Messung mit dem $50 \mu\text{m}$ \varnothing Strahl lediglich in einem Absinken des S-Parameters. Der Mikrometerstrahl mit einem Durchmesser von $1 \mu\text{m}$ sollte einen signifikant erhöhten S-Parameter zeigen, wenn ein Leerstellencluster im untersuchten Probenvolumen vorliegt, und auf den Wert der ausgeheilten Probe abfallen, wenn die Zerstrahlung des Positrons im Zwischengitter stattfindet.

Die beiden angelassenen Zustände von Probe 2 wurden mit dem Mikrometerstrahl untersucht und die statistischen Schwankungen der Ergebnisse verglichen. Abbildung (3.10) zeigt die Daten für die Probe nach dem 10 minütigen Anlassen bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Ebenfalls in den Graph eingetragen sind die Mittelwerte des mit dem $50 \mu\text{m}$ breiten Strahl gemessenen S-Parameters (farbliche Kennzeichnung wie in 3.8). Die Streuung der Daten ist größer, als rein statistisch zu erwarten ist.

Abbildung 3.11 zeigt die starke Streuung des mittels Mikrometerstrahl ermittelten S-Parameters nach dem 2. Anlassvorgang. Diese Beobachtung lässt sich auf folgende Weise interpretieren:

Die am unteren Rand der Nachweisgrenze liegende Leerstellenkonzentration führt dazu, dass im kleinen untersuchten Messvolumen des Mikrometerstrahls zum Teil lediglich ein Leerstellencluster zu finden ist. Dies sorgt für einen sprunghaften Anstieg des S-Parameters, sobald ein solches Cluster im Messvolumen des Mikrometerstrahls vorliegt. Der Mittelwert des über den Mikrometerstrahl bestimmten S-Parameters weicht jedoch nicht von dem ab, der durch den aufgeweiteten Strahl gemessen wird.

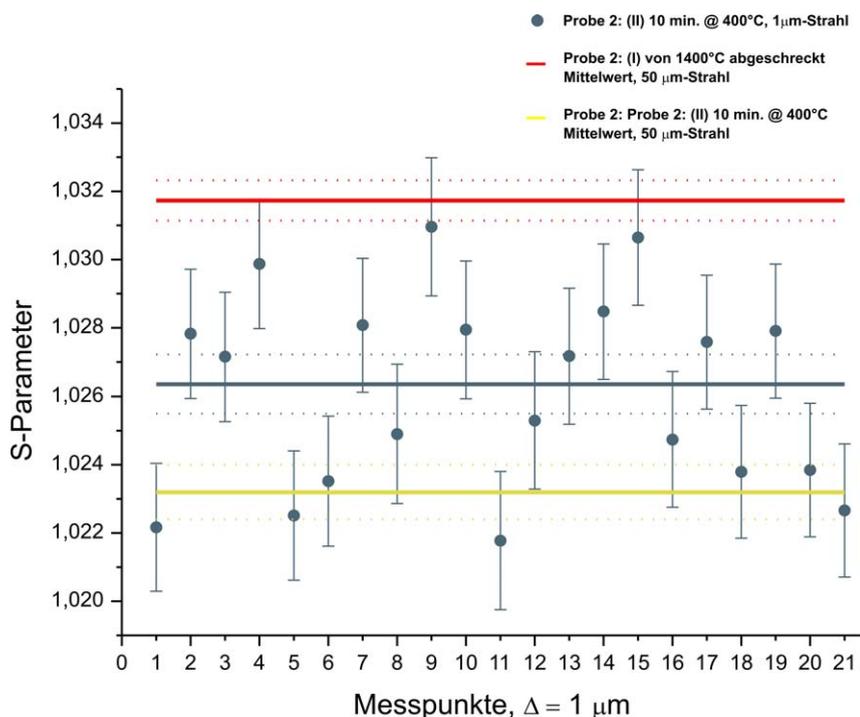


Abbildung 3.10: S-Parameter von Probe 2 nach den Anlassvorgängen. Die Messung mit dem Mikrometerstrahl zeigt eine erhebliche Streuung der Daten.

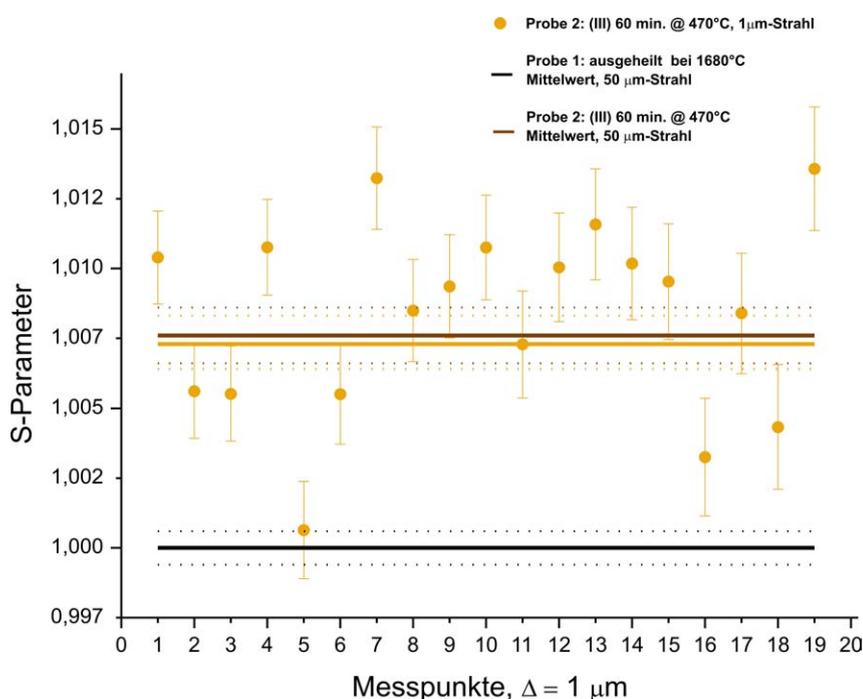


Abbildung 3.11: Vergleich der mit unterschiedlichem Strahldurchmesser bestimmten Messungen des S-Parameters von Probe 2 nach dem 2. Anlassvorgang. Die starke Streuung des S-Parameters ist dadurch erklärbar, dass sich im Messvolumen des Mikrometerstrahls durch die geringe Leerstellenkonzentration zum Teil lediglich ein Leerstellencluster befinden kann, was einen sprunghaften Anstieg des S-Parameters zur Folge hat.

4 Untersuchte Werkstoffe

Aluminiumlegierungen und Stähle zählen zu den wichtigsten metallischen Werkstoffen der heutigen Zeit. In dieser Gruppe sind die Aluminiumlegierung AA2024, AA6013, AA6082 und der Stahl C45E typische *Modellwerkstoffe*, die vielfach zur Untersuchung mechanischer Eigenschaften herangezogen werden und auch in dieser Arbeit untersucht wurden.

4.1 Aluminiumlegierungen

Aluminiumlegierungen sind für viele technischen Anforderungen von größtem Interesse und werden auch im alltäglichen Leben in verschiedensten Bereichen eingesetzt. Kennzeichnend ist vor allem die gute Verfügbarkeit von Aluminium als häufigstes Metall der Erdkruste und seine hervorragende Korrosionsbeständigkeit. Des Weiteren lassen sich die mechanischen Eigenschaften von Aluminium durch Zulegieren verschiedener Elemente wesentlich beeinflussen. Reines Aluminium besitzt eine Zugfestigkeit von 49 MPa, die sich durch Ausscheidungshärtung auf 300 MPa bis 500 MPa steigern lässt. Zusammen mit seiner geringen Dichte von 2.7g/cm^3 ist es dadurch zum wichtigsten Werkstoff im Flugzeugbau und in der Raumfahrttechnik geworden. Auch in der Automobilindustrie und im Maschinenbau spielt es eine erhebliche Rolle.

Typische Legierungselemente des Aluminiums sind Si, Mg, Mn, Cu und Zn [Ost07]. Die drei in dieser Arbeit untersuchten Aluminiumlegierungen werden im folgenden kurz beschrieben.

4.1.1 AlCuMg-Legierungen

Zu den häufig im Flugzeugbau eingesetzten Werkstoffen gehört die Legierung AA2024. Die Konzentration der Legierungselemente beträgt 4.4 Gew. % Cu und 1.6 % Magnesium [Zam02, Wir08]. Das Probenmaterial wurde im kalt ausgelagerten Zustand T4 untersucht. Dies entspricht einem Lösungsglühen bei $495\text{ }^\circ\text{C}$, bis ein homogener Mischkristall entstanden ist. Beim anschließenden Abschrecken auf Raumtemperatur liegt ein übersättigter Mischkristall vor, der nach vier tägiger Lagerung keine Festigkeitssteigerung mehr zeigt, womit der mit T4 bezeichnete Zustand erreicht ist [ASM91a, ASM91b, Zam02]. Die Legierung besitzt dann eine minimale Streckgrenze von $\approx 300\text{ MPa}$ und eine minimale Zugfestigkeit von $\approx 430\text{ MPa}$.

4.1.2 AlMgSi-Legierungen

AlMgSi-Legierungen werden vorwiegend in der Automobilindustrie eingesetzt. Sie kennzeichnen hohe Festigkeit und gute Schweißbarkeit, wodurch einige dieser Legierungen in

den letzten Jahren ebenfalls in der Flugzeugindustrie zum Einsatz kamen.

Zu den AlMgSi-Legierungen gehören die Legierung AA6013 (1.0 Gew. % Mg, 0.8 Gew. % Si und 0.9 Gew. % Cu) und die Legierung AA6082 (0.7 Gew. % Mg und 0.99 Gew. % Si). In dieser Arbeit wurden beide Legierungen im Zustand T6 untersucht, der sich für die Legierung AA6013 durch Lösungsglühen bei 560 °C und für die Legierung AA6082 durch Lösungsglühen bei 530 °C, anschließendem Abschrecken auf Raumtemperatur und vier stündigem Warmauslagern bei 190 °C einstellt.

4.2 Stähle

Eisenwerkstoffe gehören in der heutigen Zeit zu den wichtigsten Materialien. Dies liegt einerseits an der relativ kostengünstigen Verarbeitung von Erzen zu Eisen und Stahl und andererseits an den besonderen Materialeigenschaften, die gerade im Bauwesen und Fahrzeugbau von großer Bedeutung sind.

Die mechanischen Eigenschaften verschiedener Stähle können über einen großen Bereich in ihrer Festigkeit beeinflusst werden. Von besonderer Bedeutung ist in diesem Zusammenhang die Umwandlung der Gefügestruktur des Eisengitters [Ber00].

Die Kristallstruktur von Reineisen bei Raumtemperatur ist kubisch raumzentriert und wird als Ferrit bezeichnet (α -Phase). Ab einer Temperatur von 910 °C wandelt sich die α -Phase in die kubisch flächenzentrierte γ -Phase (Austenit) um. Die δ -Phase, in der wieder eine kubisch raumzentrierte Gitterstruktur vorliegt, tritt ab einer Temperatur von 1390 °C auf. Beim Härten eines Stahls wird die unterschiedliche Kohlenstofflöslichkeit der verschiedenen Phasen genutzt. In der γ -Phase kann mehr Kohlenstoff gelöst werden als in der α -Phase. Durch thermisches Abschrecken des Stahls wird der Kohlenstoff im Austenit eingeschreckt und es bildet sich eine weitere, übersättigte, kubisch raumzentrierte Phase (Martensit). Die Kohlenstoffatome bewirken in dieser eine tetragonale Verzerrung des Gitters, wodurch die Härtung des Stahls erreicht wird.

Eisenlegierungen mit einem Masseprozentanteil von 2 bis 4.8% Kohlenstoff werden als Gusseisen und solche mit einem Massenprozentanteil von 0.02 bis 2.06 % als Stähle bezeichnet.

Die Wirkung der verschiedenen Legierungselemente auf die Eigenschaften des Stahls hängt eng mit der Gefügeausbildung zusammen. In erster Linie soll durch das Zulegieren die optimale Festigkeit des jeweiligen Stahls unter den entsprechenden Einsatzbedingungen erreicht werden. Diese erfordern je nach Einsatzgebiet beispielsweise eine besondere Warm-, Hoch- oder Verschleißfestigkeit des Stahls. Zu den wichtigsten Legierungselementen von Stählen gehören unter anderem Mn, Si, Ni, Cr, Mo, W, V und Co [Ber00].

4.2.1 Karbonstahl C45E

Der ferritische Stahl C45E nach EN 10083 enthält als wichtigstes Legierungselement ca. 0.45 % Kohlenstoff und zählt zu der Gruppe der unlegierten Vergütungsstähle [EN083]. Tabelle 4.1 zeigt die chemische Zusammensetzung in Massenprozent.

Die mechanischen Eigenschaften des Stahls werden durch den Gefügezustand stark beeinflusst. Dieser lässt sich durch unterschiedliche Wärmebehandlungen einstellen. Abbildung 4.1 zeigt das Eisen-Kohlenstoff-Phasendiagramm. Die allotrope Umwandlung des γ -Eisens

C45E	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
%Masse	0.24 – 0.50	0.40	0.50 – 0.80	0.035	0.035	0.40	0.10	0.40

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des Stahls C45E nach [EN083]. Alle Angaben in Massenprozent.

in α -Eisen ist für das Eisen-Kohlenstoffsystem von besonderer Bedeutung. Die γ -Phase wandelt sich bei einem Kohlenstoffgehalt von 0.8 % während des Abkühlens bei 723°C eutektisch in Perlit um. Perlit besteht aus dicht nebeneinander liegenden Ferrit- (α -Eisen) und Zementitlamellen (Fe_3C) (siehe Abbildung 4.1).

Oberhalb von 780 °C liegt C45E vollständig in der γ -Phase vor. Das Abschrecken des Materials auf Raumtemperatur unterdrückt die Perlitbildung und bewirkt, dass sich das austenitische Gefüge in tetragonal verspannten Martensit umwandelt. Bei langsamerem Abkühlen ($\leq 1\text{K/min}$), bildet sich unterhalb von 780 °C zunächst Ferrit mit 0.02 % C an den Korngrenzen der Austenitkörner, und der Austenit reichert sich mit Kohlenstoff an. Unterhalb von 723 °C zerfällt der verbleibende Austenit (mit 0.8 % C) in Perlit. Ist die Abkühlrate ausreichend klein ($\approx 0,5\text{ K/min}$), besteht das Gefüge von C45E bei Raumtemperatur aus 60 % α -Eisen (Ferrit) und 40 % Perlit mit Korngrößen zwischen 10 bis 30 μm [Ben02].

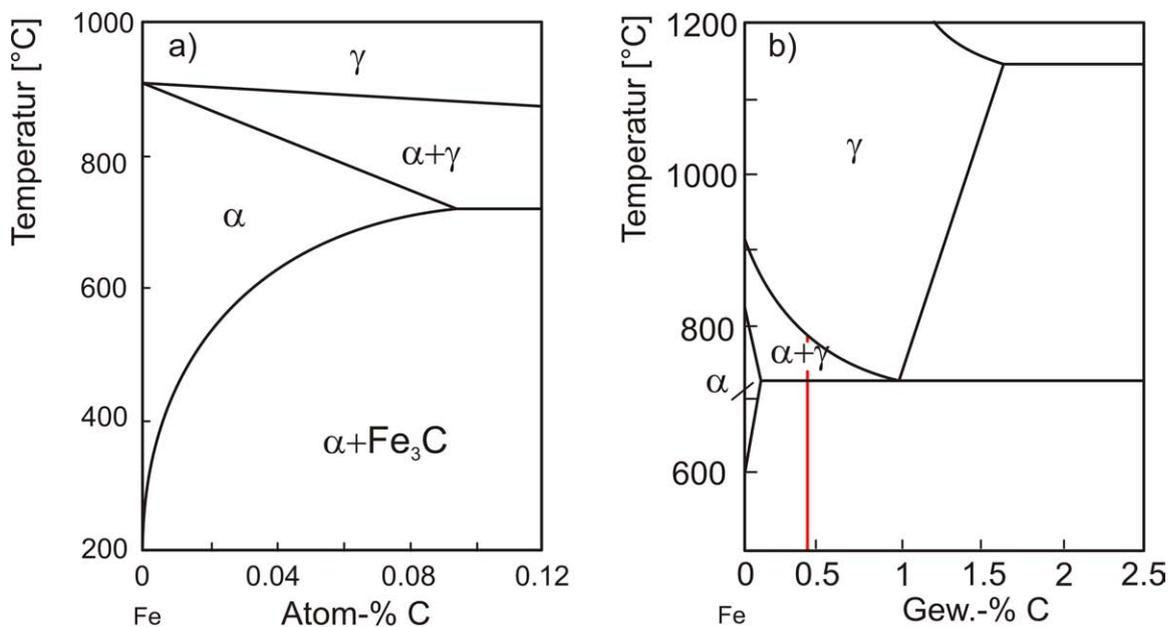


Abbildung 4.1: Phasendiagramm des Eisen- Kohlenstoffsystems (a). Die rote Linie im vergrößerten Ausschnitt (b) markiert den Bereich von 0.45 % C. Nach [Ber00, Ben02].

4.3 Probengeometrien

Zur Untersuchung der Werkstoffe werden in dieser Arbeit verschiedene Probengeometrien verwendet, die an die unterschiedlichen Anforderungen der Versuche angepasst sind (Abb. 4.2). In Tabelle 4.2 sind die aus den jeweiligen Werkstoffen hergestellten Probengeometrien mit den zugehörigen Dicken in [mm] aufgelistet.

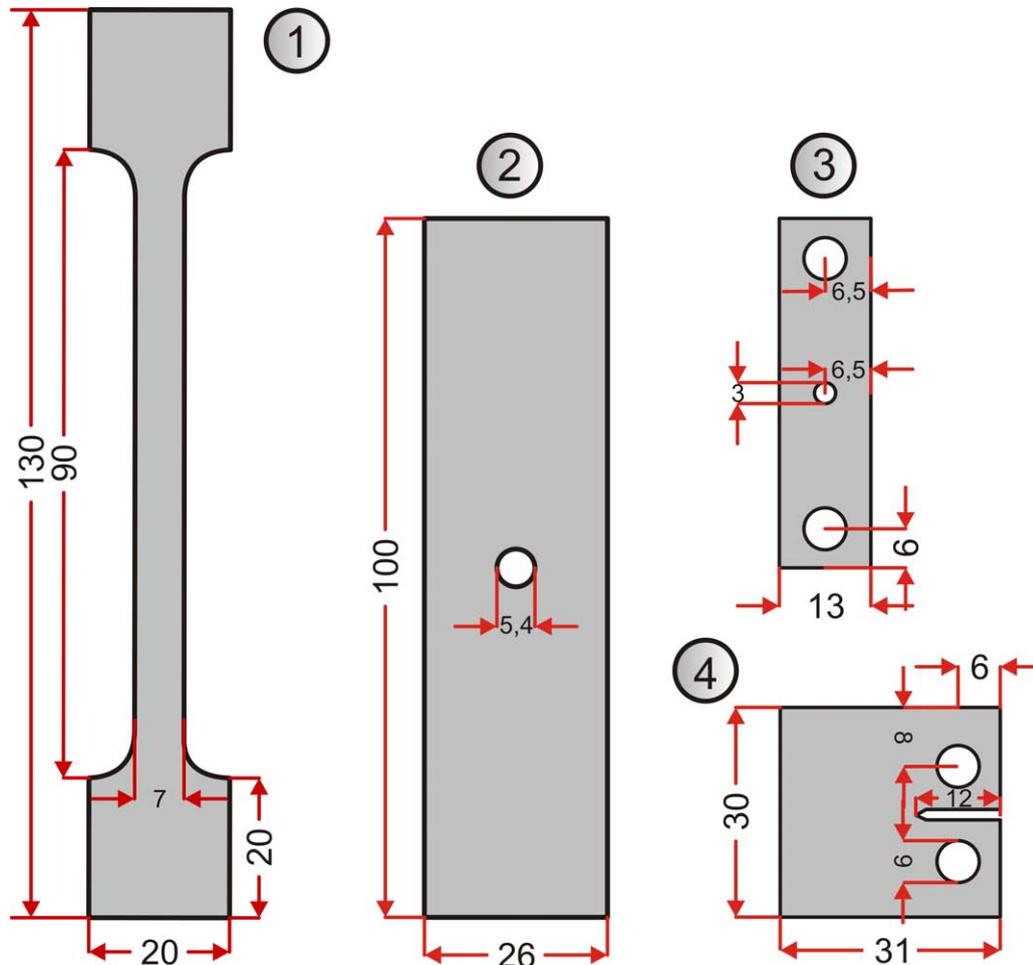


Abbildung 4.2: In dieser Arbeit verwendete Probengeometrien. Maße in [mm]. Für alle Proben ist die Lastrichtung vertikal. Die für die unterschiedlichen Werkstoffe verwendeten Geometrien und die zugehörigen Dicken der Proben sind in Tabelle 4.2 verzeichnet.

Die Flachzugproben nach Geometrie Nr. 1 dienen zur Aufnahme der Spannungs-Dehnungs-Diagramme anhand der unter Abschnitt 3.2 beschriebenen Anordnung. Im Bereich des konstanten minimalen Querschnitts im mittleren Probenteil herrscht während des Zugversuchs ein homogenes Spannungsfeld, so dass die technische Spannung durch die Messung von Kraft und Querschnittsfläche bestimmt werden kann.

Die *Compact Tension*-Geometrie (Nr. 4) ist eine zur Erzeugung von Ermüdungsrissen genormte Probengeometrie. Die Einkerbung der Probe bewirkt ein lokales Spannungsmaximum, das unter zyklischer Belastung zur Ausbreitung eines Risses führt (siehe auch Abschnitt 2.1.7 und Abbildung 2.16). Die an der Risspitze wirkenden Spannungsverhält-

nisse lassen sich durch die lineare Bruchmechanik abschätzen [Irw58, Bro78].

Werkstoff	PG 1	PG 2	PG 3	PG 4
AA2024	1.5	×	×	×
AA6013	1.5	×	×	×
AA6082	1.5	×	1.5	1.5
Stahl C45E	2	1.2	×	1.2

Tabelle 4.2: Dicken der untersuchten Probengeometrien (PG) in [mm].

Geometrie Nr. 2 wird häufig in der Werkstoffprüfung als Standardgeometrie eingesetzt. Die mittig platzierte Bohrung führt zu einem Spannungsverlauf entlang der Probenquerachse. Durch Finite Elemente Methoden (FEM) kann die in der Probe herrschende Spannungsverteilung berechnet werden. Das Probenvolumen wird dabei in eine große Zahl kleiner Elemente unterteilt. Basierend auf dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Materials werden Ansatzfunktionen definiert, aus denen sich ein großes System partieller Differentialgleichungen unter Randbedingungen ergibt. Dadurch lässt sich die durch die geometrischen Verhältnisse bestimmte lokal wirkende Spannung berechnen. Dynamisch ablaufende Vorgänge, wie sie unter wechselnder Belastung eine Rolle spielen, bleiben jedoch in einer solchen FEM Simulation unberücksichtigt.

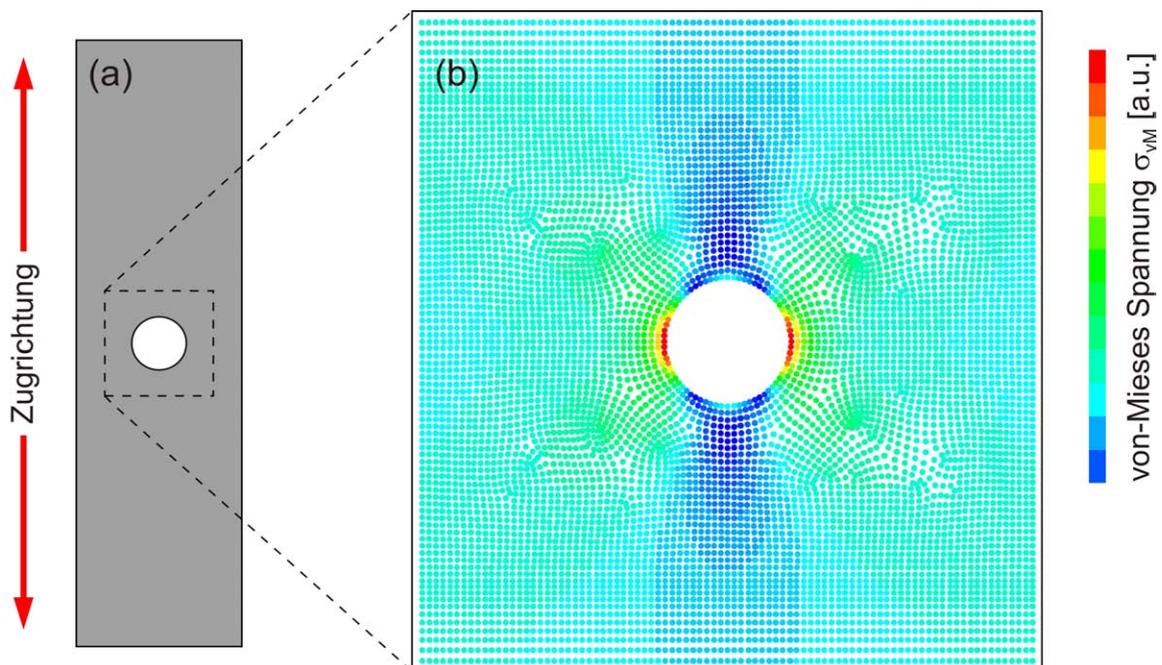


Abbildung 4.3: Falschfarbendarstellung der aus der FEM Simulation berechneten von MIESES Spannung σ_{vM} für den an der Bohrung liegenden Teil (b) von Geometrie Nr. 2 (a) (s. Abb. 4.2). In der Simulation wurden das Probenvolumen in 70000 Elemente unterteilt und die Spannungsverteilung für eine im HOOKE'schen Bereich liegenden Kraft von 100 N berechnet. Die Spannung konzentriert sich am inneren Teil der Bohrung (roter Bereich). In diesem maximal belasteten Volumen ist auch unter Wechselbelastung die größte plastische Deformation der Probe zu erwarten.

Abbildung 4.3 zeigt die in einer FEM Simulation berechnete, farbcodierte VON MIESES Spannung σ_{vM} für die Probengeometrie Nr. 2. Sie ist ein Maß für die richtungsunabhängig in der Probe wirkende Spannung:

$$\sigma_{vM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2} \quad (4.1)$$

Die einzelnen σ_i sind die Spannungskomponenten der drei Raumrichtungen. Die Simulation wurde am *Fraunhofer LBF*⁴ mit dem Softwarepaket ANSYS (*ANSYS INC.*, Canonsburg, PA 15317, USA) durchgeführt [Eic07].

Die Ergebnisse der Simulation zeigen, dass der Bereich maximaler Spannung an der Innenseite der Bohrung tangential zur Lastrichtung liegt (roter Bereich in 4.3). In diesem maximal belasteten Volumen ist auch die größte plastische Deformation unter Wechselbelastung zu erwarten. In einem ersten Blindtest der neuen Methode zur Schadensvorhersage wurden Proben des Stahls C45E am *Fraunhofer LBF*, Darmstadt wechselbelastet und anschließend in der BPM untersucht (Abschnitt 5.2). An der dabei verwendeten, servo-hydraulisch arbeitenden standardisierten Prüfmaschine lässt sich eine Kraft von bis zu 25 kN realisieren. Sie ist für Probengeometrien im Bereich von bis zu mehreren 10 cm ausgelegt. Dies unterscheidet sie wesentlich von der unter Abschnitt 3.3 beschriebenen Apparatur, an der die maximale Kraft bei ≈ 2 kN liegt und daher der Probenquerschnitt kleiner dimensioniert werden muss. Um an dieser WVA vergleichbare Versuche mit Proben der Aluminiumlegierung AA2024 durchführen zu können, wurde Probengeometrie Nr. 2 umskaliert (Geometrie Nr. 3 in Abbildung 4.2). Die Halterung der Aluminiumproben erfolgt über zwei Stahlstifte, die in den beiden zusätzlichen Bohrungen von Geometrie Nr. 3 und den entsprechenden Halterungen der WVA platziert werden.

4.4 Probenpräparation

Alle in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden mit einer CNC Fräse der Feinmechanischen Werkstatt des HSKP hergestellt. Anschließend wurden sie sukzessive mit Silizium-Carbid Schleifpapier bis zu einer Reustraughigkeit von $\text{ca.} \approx 5 \mu\text{m}$ poliert. Dies dient der Beseitigung von kleinen Einkerbungen, die unter Last als Risskeime wirken könnten, und der Herstellung eines reproduzierbaren Oberflächenzustandes. Im Lieferzustand liegt bereits eine erhebliche Deformation des Probenmaterials vor, und durch die mechanische Belastung bei Herstellung und Probenpräparation werden weitere Gitterfehler in das Material eingebracht [Haa03]. Thermisches Ausheilen der Proben im Hochvakuum oder unter Schutzgasatmosphäre ermöglicht die Herstellung eines defektarmen und reproduzierbaren Ausgangszustandes, auf den die gemessenen Schädigungen bezogen werden. [Haa03]

Dieser Ausheilvorgang wurde für alle Proben des Stahls C45E im Vakuumofen bei $\text{ca.} 1 \cdot 10^{-6}$ mbar für 180 min bei einer Glüh­temperatur von 860 °C durchgeführt. Durch langsames Abkühlung mit einer Rate von 1 °C/min lässt sich ein, im folgenden als *ausgeheilt* bezeichneter, reproduzierbarer Zustand geringer Defektkonzentration einstellen.

Die thermisch eingestellten Ausgangszustände der verschiedenen Aluminiumlegierungen finden sich beispielsweise in der Literatur [Ost07] und wurden bereits in den Abschnitten 4.1.1 und 4.1.2 beschrieben.

⁴ *Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt*

5 Messungen

5.1 Zugversuche

In einem ersten Schritt wurden für alle unter Kapitel 4 beschriebenen Werkstoffe Zugversuche anhand des unter Abschnitt 3.2 dargestellten Aufbaus durchgeführt. Ein solches in-situ Experiment ermöglicht es, den Empfindlichkeitsbereich der Positronen für die bei der plastischen Deformation auftretende Akkumulation der Defekte zu überprüfen.

5.1.1 Aluminiumlegierungen

Abbildung 5.1 zeigt die aufgenommenen Spannungs-Dehnungsdiagramme (schwarze Kurven) der Aluminiumlegierungen und den auf ausgeheiltes Reinstaluminium normierten S-Parameter (rote Vierecke). Die Versuche erfolgten bei einer geringen Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Da die relative Dehnung in dieser Zeit lediglich $3.6 \cdot 10^{-3}$ beträgt, ist es möglich die Dopplerspektren in 30 minütigen Zeitintervallen aufzunehmen, was zu einer hohen Zählrate pro Messpunkt und damit zu einer guten Statistik führt. Die gemessenen Kräfte werden über den Ausgangsquerschnitt der Probe in die technische Spannung umgerechnet. Zu Beginn der Zugversuche zeigt sich ein geringfügiger Anstieg der Spannung, der durch das Lagerspiel der Getriebeuntersetzung verursacht wird. Die Deformation läuft zunächst elastisch (HOOKE'scher Bereich), gefolgt vom plastischen Bereich und dem Einschnüren der Probe unmittelbar vor dem Bruch der Probe. Wie erwartet ist im Verlauf der gesamten plastischen Deformation ein Anstieg des S-Parameters erkennbar. Aufgrund der verschiedenen chemischen Zusammensetzungen der Legierungen unterscheiden sich die Anfangswerte der S-Parameter.

Im Zustand T6 ist nach [Dup04] für die hier untersuchte Aluminiumlegierung AA6013 die Leerstellenkonzentration so hoch, dass es zum vollständigen Einfang von Positronen in diese Defekte kommt. Die Zunahme des S-Parameters im plastischen Bereich kann demnach nur über mindestens einen andersartigen, mit Beginn der Deformation hinzukommenden konkurrierenden Defekttyp erklärt werden. Der Anstieg des S-Parameters für die beiden AlMgSi Legierungen AA6013 und AA6082 knickt bei einer Dehnung von etwa $\epsilon \approx 3.5 \%$ ab. Diese für die meisten Aluminiumlegierungen typische Verringerung der Zunahme der Gitterfehlerkonzentration kann auf die dynamischen Erholungsprozesse zurückgeführt werden, die den Anstieg der Versetzungsdichte überlagern: Unter Zugbeanspruchung wird das Klettern von Versetzungen gegenüber dem Gleiten bevorzugt, so dass sich Bereiche besonders hoher Versetzungsdichte ausbilden. Dabei kann es zur gegenseitigen Auslöschung von Versetzungen kommen, was ein dynamisches Entspannen des Materials und dadurch die geringere Zunahme der Gitterfehlerkonzentration bewirkt [Ost07]. Ein für Aluminiumlegierungen eher untypischer Verlauf des S-Parameters zeigt sich bei der

kaltausgelagerten AlMgCu Legierung AA2024. Die dynamischen Erholungsprozesse sind hier unterdrückt, da die Versetzungsbewegung vorwiegend über planares Gleiten abläuft. Dies verringert die Bildung von Versetzungsanhäufungen und damit auch die Wahrscheinlichkeit für das gegenseitige Auslöschen von Versetzungen [Ost07, Wir08], wodurch das Abknicken des S-Parameters geringer ausfällt, als bei den Legierungen AA6013 und AA6082.

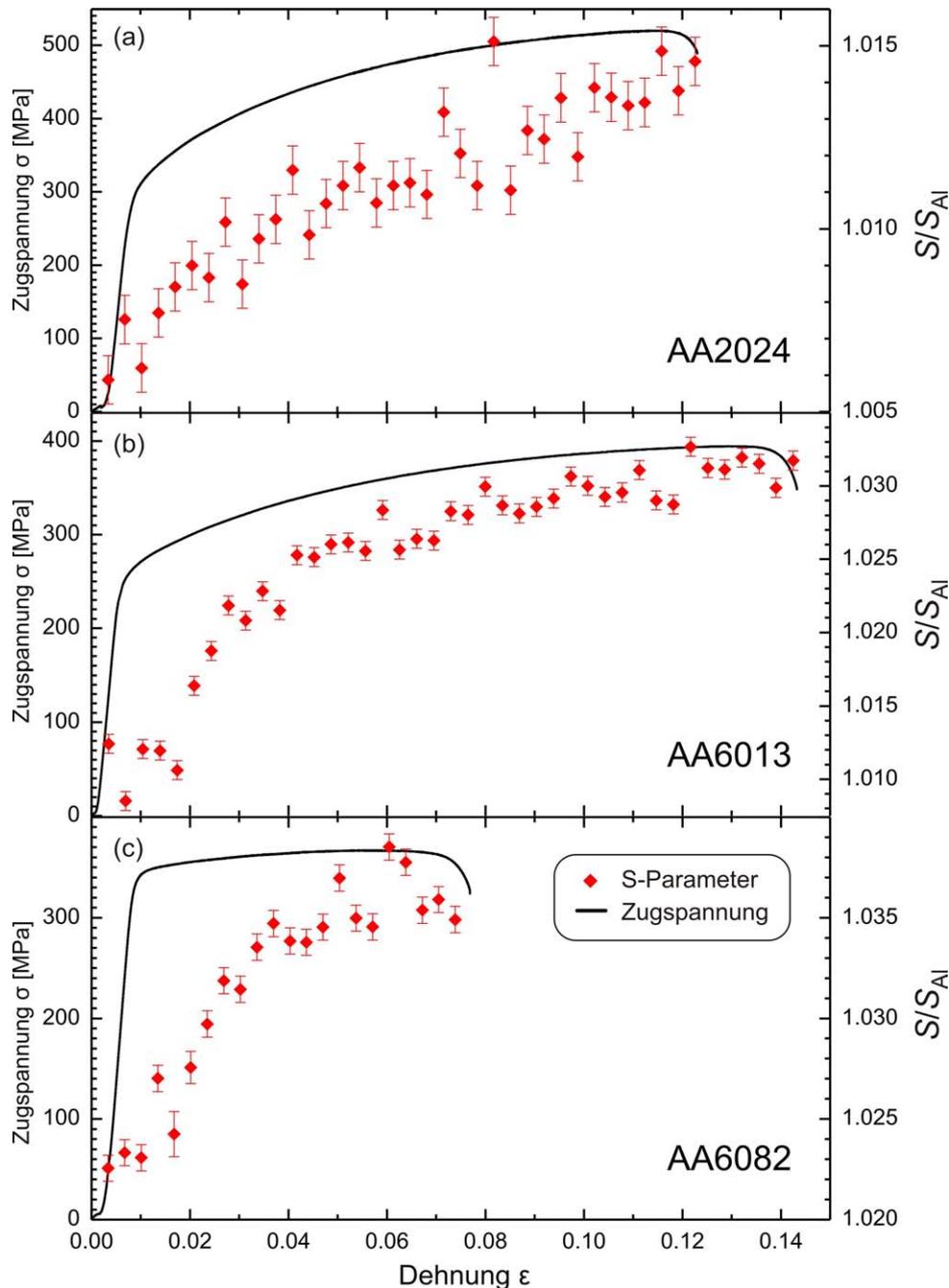


Abbildung 5.1: Spannungs-Dehnungsdiagramme und in-situ Messung von drei technisch relevanten Al-Legierungen. Das Abknicken des Verlaufs des S-Parameters für die Legierungen AA6013 (b) und AA6082 (c), ist auf das dynamische Ausheilen von Versetzungen zurückzuführen [Ost07]. Bei der Legierung AA2024 (a) ist dieses Verhalten deutlich schwächer ausgeprägt.

5.1.2 Karbonstahl C45E

Abbildung 5.2 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Stahls C45E und den ex-situ gemessenen S-Parameter nach [HaM06]. Die Probe wurde vor Versuchsbeginn der unter 4.4 beschriebenen Wärmebehandlung unterzogen. Um die Messung mit Positronen durchzuführen, wurde die Probe zwischenzeitlich aus der Zuganordnung ausgebaut. Auf diese Weise lassen sich nur wenige Spektren im Laufe des Zugversuchs messen, und die mehrmalige Entlastung der Probe führt jeweils zu einer elastischen Entspannung des Materials.

Die Daten zeigen einen Anstieg des S-Parameters, der erst mit der plastischen Deformation der Probe einsetzt und im Bereich des Lüdersbandes nur eine sehr geringe Erhöhung aufweist.

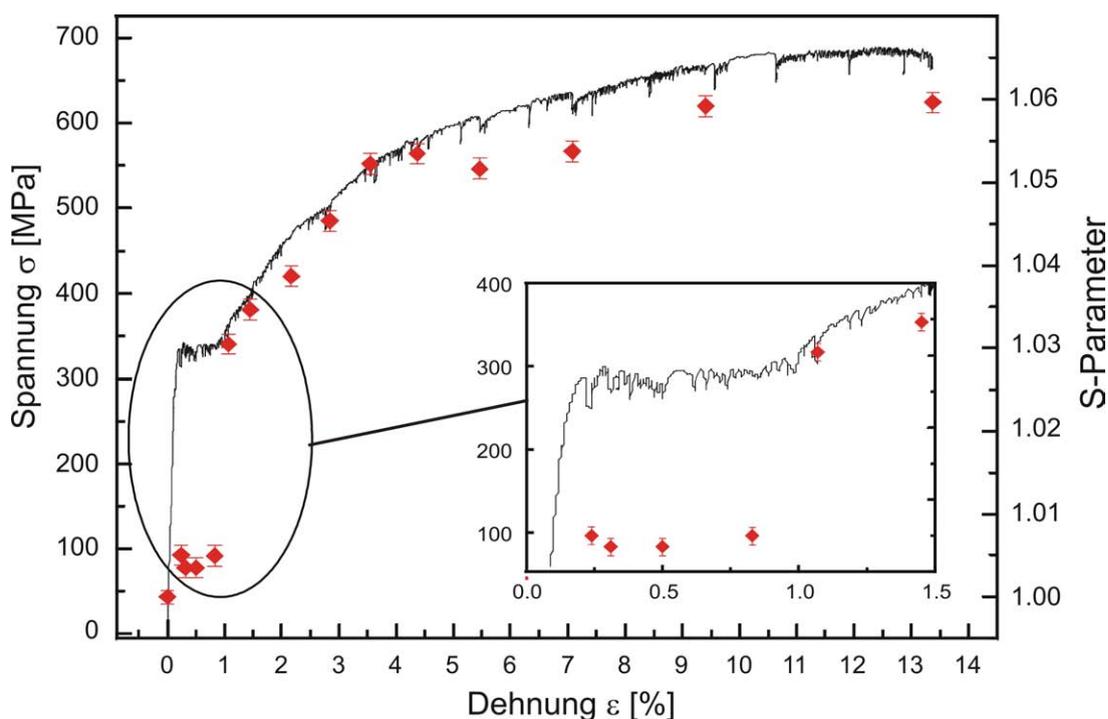


Abbildung 5.2: Ex-situ Messung des S-Parameters im Verlauf eines Zugversuchs einer Probe des Stahls C45E. Der Bereich des Lüdersbandes ist vergrößert dargestellt. Im elastischen Bereich zeigt sich keine Änderung des S-Parameters. Erst bei Erreichen des Lüdersbandes ist eine leichte Erhöhung des S-Parameters erkennbar. Mit dem Überschreiten der ausgeprägten Streckgrenze zeigt sich jedoch ein sprunghafter Anstieg des S-Parameters, der sich bis zum Bruch der Probe fortsetzt [HaM06].

Um die störenden Einflüsse einer ex-situ Messung zu umgehen, wurde in dieser Arbeit anhand der Anordnung 3.2 eine in-situ Doppler-Messung während eines Zugversuchs an einer Probe des Stahls C45E durchgeführt. Diese Daten sind in Abbildung 5.3 dargestellt. Die Zugbeanspruchung der Probe erfolgte wie bei den Zugversuchen der Aluminiumlegierungen mit einer Dehnung von $\epsilon = 3.6 \cdot 10^{-3}$ pro aufgenommenem Dopplerspektrum. Durch die Verwendung einer stärkeren ^{68}Ge -Quelle konnten die statistischen Fehler des S-Parameters im Vergleich zu den Messungen der Aluminiumlegierungen weiter verringert werden. Die im Annihilationspeak enthaltene Zählrate pro ausgewertetem Spektrum

beträgt ca. 10^6 . Da die Emmission der Positronen aus der radioaktiven Quelle in jede Raumrichtung erfolgt, zerstrahlt ein Teil der Positronen in der Luft, die den Versuchsaufbau umgibt (Aufbau siehe Abschnitt 3.2). Die hohe Maximalenergie der Positronen von 1.89 MeV für ^{68}Ge , führt dazu, dass der Großteil der aus dem β -Spektrum stammenden Positronen eine hohe Reichweite in Luft besitzt. Der Großteil der Zerstrahlungsereignisse in der Luft findet demnach in großem Abstand vom Detektor statt, so dass das vom Detektor erfasste Raumwinkelelement und dadurch die Nachweiswahrscheinlichkeit entsprechend klein sind.

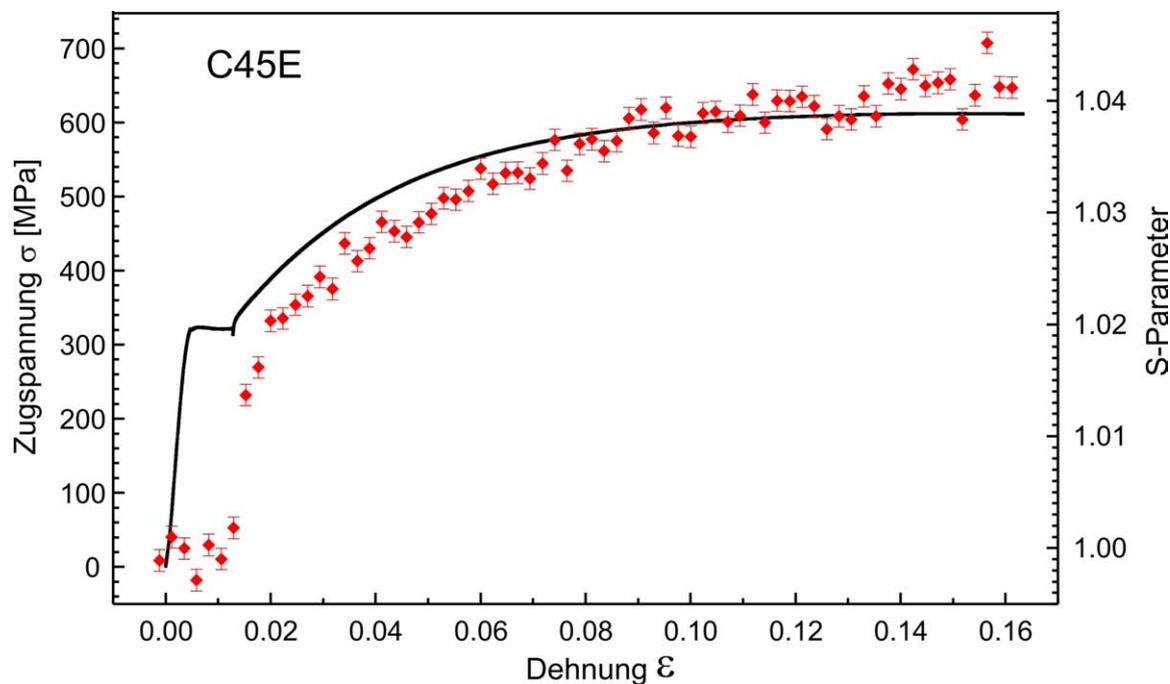


Abbildung 5.3: Spannungs-Dehnungsdiagramm und in-situ S-Parameter Messung des Karbonstahls C45E. Der S-Parameter (rote Vierecke) ist auf den ausgeheilten Ausgangszustand der Probe normiert. Erst mit Überschreiten der Streckgrenze kommt es zum signifikanten Anstieg des S-Parameters, der sich über den gesamten Bereich des Zugversuchs bis zum Bruch der Probe fortsetzt.

Der gemessene S-Parameter (rote Vierecke) ist auf den ausgeheilten Ausgangszustand von C45E normiert. Weder im elastischen noch im für diesen Stahl typischen Bereich des Lüdersbandes (Vergleich Abschnitt 2.1.1) ist ein signifikanter Anstieg des S-Parameters zu beobachten. Erst beim Überschreiten der Streckgrenze steigt der S-Parameter bis zum Bruch der Probe an.

Dieses Verhalten zeigt sich noch deutlicher, wenn man die Parameter S und W gegen die technische Spannung (Abbildung 5.4) aufträgt. Beide Parameter zeigen über den elastischen Bereich der Deformation keine Änderung. Erst mit Beginn der plastischen Verformung kommt es zum linearen Anstieg des S-Parameters und linearen Abfall des W-Parameters. Dies entspricht dem aufgrund der Zunahme der Defektkonzentration erwarteten Verhalten von S- und W-Parameter.

Der Maximalwert der technischen Spannung, die Zugfestigkeit, wird erreicht, wenn die Einschnürung der Probe einsetzt. Der Anstieg bzw. Abfall von S- bzw. W-Parameter geht über diesen Bereich der Zugfestigkeit hinaus. Dies äußert sich unmittelbar vor dem

Bruch der Probe in einer Abweichung des linearen Zusammenhangs zwischen S- bzw. W-Parameter und der technischen Spannung (siehe Graphen 5.4). Der durch die makroskopisch messbaren Größen im Spannungs-Dehnungsdiagramm zugängliche Empfindlichkeitsbereich ist somit kleiner als der durch die Positronen erfassbare Bereich der plastischen Deformation.

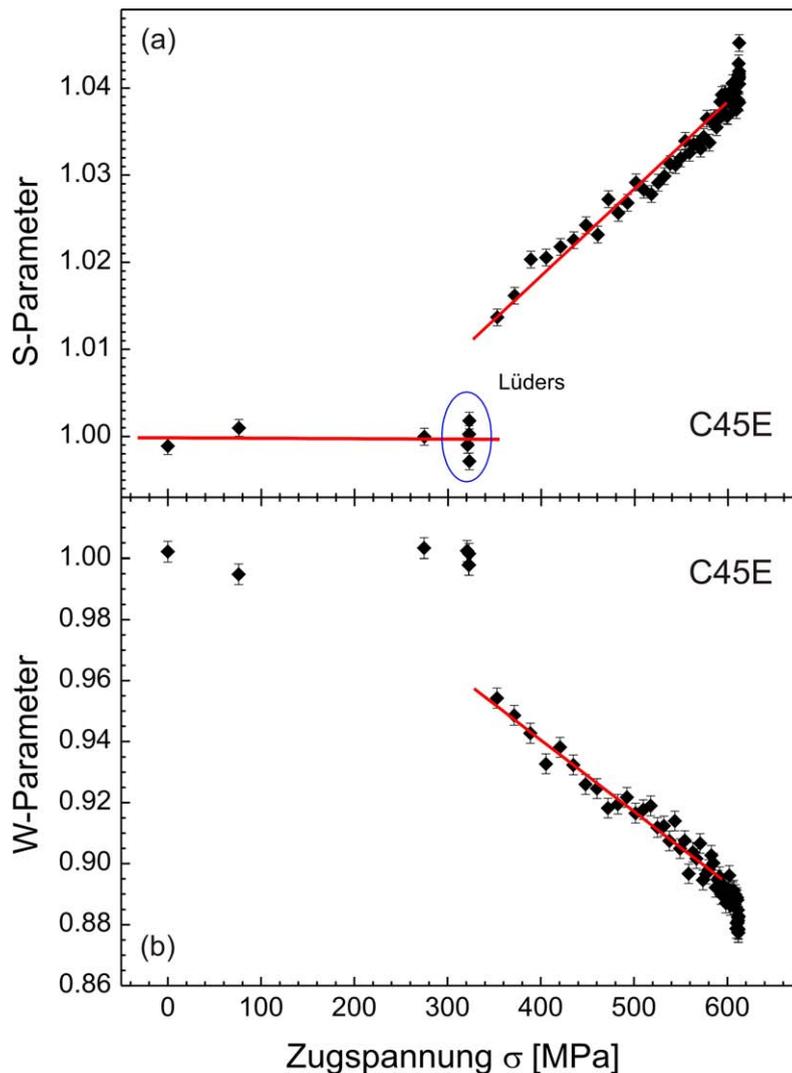


Abbildung 5.4: S- und W-Parameter im Verlauf des Zugversuchs für den Stahl C45E, aufgetragen gegen die technische Spannung. Im Bereich plastischer Deformation wurde eine lineare Regression der Daten durchgeführt (rote Geraden). Im elastischen Bereich ist keine signifikante Zu- oder Abnahme von S- und W-Parameter zu erkennen. Mit Erreichen der Zugfestigkeit kurz vor dem Bruch der Probe kommt es zum sprunghaften Anstieg des S-Parameters und Abfall des W-Parameters. Die gemessenen Spektren zeigen, dass die Zunahme der Defektkonzentration über den Bereich der Zugfestigkeit hinaus geht.

Trägt man S- und W-Parameter aus dem Zugversuch für die Probe des Stahls C45E gegeneinander auf, zeigt sich ein linearer Zusammenhang (Abbildung 5.5). Dies belegt nach [Lis94], dass sich die Zusammensetzung der verschiedenen für den Einfang der Positronen verantwortlichen Defekte im Verlauf des Zugversuchs nicht ändert. Eine Änderung des Fehlstellentyps hätte Einfluss auf die Impulsverteilung, der an der Zerstrahlung beteiligten Elektronen und würde das Verhältnis zwischen S- und W-Parameter ändern.

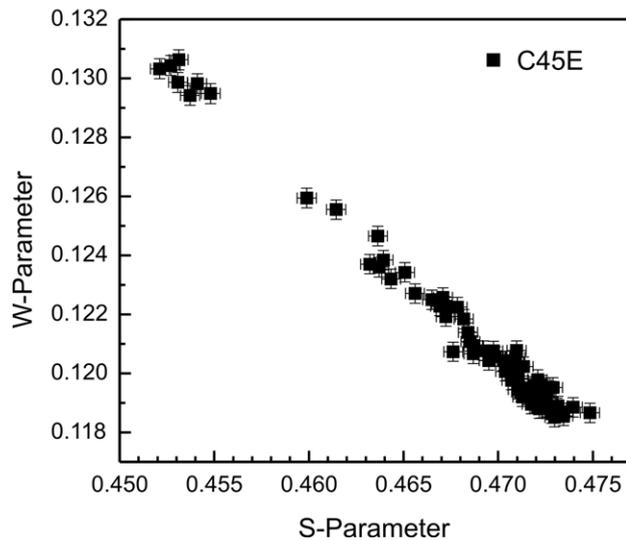


Abbildung 5.5: S/W-Plot aus den Daten des Zugversuchs für den Stahl C45E. Der lineare Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter zeigt, dass sich die Zusammensetzung der Defekte im Verlauf des Zugversuchs nicht ändert [Lis94].

5.2 Bestimmung der Restlebensdauer aus den Frühstadien der Ermüdung

Unter Wechselbelastung findet selbst im elastischen Bereich auf mikroskopischer Ebene eine Multiplikation von Versetzungen statt [Fuk96]. Durch das gegenseitige Schneiden von Versetzungen, die Wechselwirkung mit Ausscheidungen oder anderen Gitterfehlern und Jog-Dragging, werden sukzessive leerstellenartige Defekte produziert, die durch Positronenmessungen nachweisbar sind [Gro69, Ben02a, Hol04, Aso02, Hol07, Dry03].

Trägt man den S-Parameter gegen den Logarithmus der Lastzyklenzahl auf, zeigt sich ein Anstieg, der bereits in den Frühstadien der Wechselbelastung erkennbar ist. Es kommt zum Materialversagen, wenn lokal eine kritische Dichte an Fehlern auftritt. Dieser kritischen Defektdichte kann ein S-Parameter S_{krit} zugeordnet werden, der für jedes Material gesondert bestimmt werden muß.

Abbildung 5.6 zeigt den relativen S-Parameter aufgetragen gegen den Logarithmus der Lastwechselzahl für den Stahl C45E (c) und den austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 (b) [Ben02]. Die Proben wurden im ausgeheilten Anfangszustand einem Umlaufbiegeversuch ((a) in Abbildung 5.6) bei unterschiedlichen Lastniveaus unterzogen. Eine mittig in der Auskehlung positionierte ^{22}Na -Quelle mit einem Durchmesser von 2 mm lieferte die Positronen zur ex-situ Messung der Dopplerspektren. Die Versuche wurden intervallweise unterbrochen, um die Dopplerspektren bei verschiedenen Ermüdungszuständen aufzunehmen [Ben02].

Die verschiedenen Spannungsamplituden der Wechselbelastung äußern sich in unterschiedlich starken Steigungen. Für alle Lastniveaus zeigt sich jedoch ein linearer Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und $\log(N)$. Unmittelbar vor dem Eintritt des Ermüdungsbruchs erreicht der S-Parameter für den austenitischen Stahl einen bestimmten Maximalwert. Dieser Wert entspricht dem direkt vor einer Rissspitze des gleichen Materials gemessenen S-Parameter und korrespondiert demnach mit der maximalen Defektdichte.

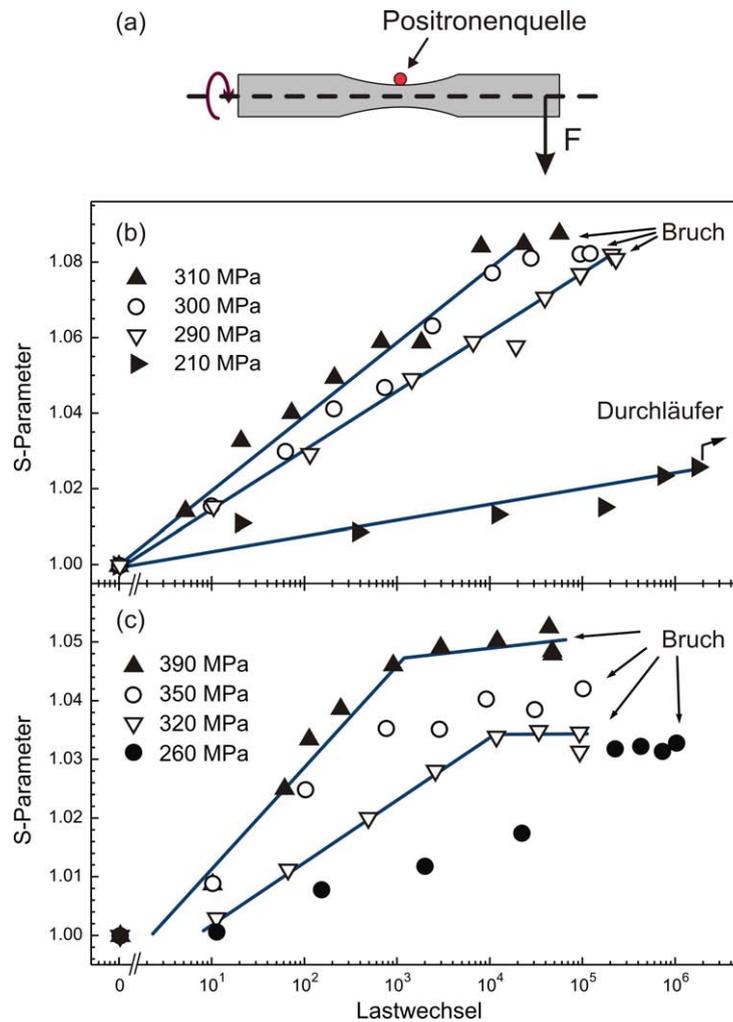


Abbildung 5.6: S-Parameter für verschiedene Ermüdungszustände des austenitischen Stahls X6CrNiTi18-10 (b) und des ferritischen Stahls C45E (c). Die Proben wurden im Umlaufbiege-Versuch (a) bei verschiedenen Spannungen belastet. Die S-Parameter sind relativ zum ausgeheilten Probenzustand der jeweiligen Legierung angegeben. Für den Austeniten ist ein klarer linearer Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und dem $\log(N)$ erkennbar. Der Ferrit C45E bricht bei scheinbar unterschiedlichen S-Parametern [Ben02].

Für den ferritischen Stahl C45E scheint dieser maximale S-Parameter nicht so klar bestimmbar. Genauere Untersuchungen haben allerdings gezeigt, dass das sprödere Verhalten des ferritischen Stahls zur Bildung einer deutlich kleineren plastischen Zone führt. Der Bereich maximaler Schädigung ist im Fall des C45E so stark lokalisiert, dass die Messung mit einer Positronenquelle in der Größenordnung von 2 mm \varnothing über Bereiche unterschiedlich starker Schädigung mittelt [Ben02]. Dies führt zu den scheinbaren Schwankungen des maximalen S-Parameters im Fall des C45E. Mit dem Feinfokuspositronenstrahl der BPM ist es möglich, auch stark lokalisierte Schädigungen im Mikrometerbereich, wie sie bei spröderen Materialien auftreten, zu messen.

Diese experimentell gewonnenen Ergebnisse ermöglichen eine neue Methode zur Bestimmung der Restlebensdauer von metallischen Werkstoffen. Sie basiert einerseits auf der Annahme, dass ein einfacher funktionaler Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und $\log(N)$ besteht, der eine Extrapolation ermöglicht, und andererseits darauf, dass ein

Risskeim entsteht, wenn lokal eine kritische Fehlstellendichte erreicht wird, die einem bestimmten relativen S-Parameter S_{krit} entspricht.

Legt man diese Annahmen zu Grunde, lässt sich aus den Frühstadien der Wechselbelastung der Bruchzeitpunkt vorhersagen. Im folgenden werden die dazu notwendigen Messungen und die erhaltenen Ergebnisse für die beiden Modellwerkstoffe Stahl C45E und die Aluminiumlegierung AA6082 vorgestellt.

5.2.1 Maximaler S-Parameter

Der zur Bestimmung der Restlebensdauer nötige maximale S-Parameter kann unmittelbar vor einer Rissspitze des jeweiligen Materials bestimmt werden.

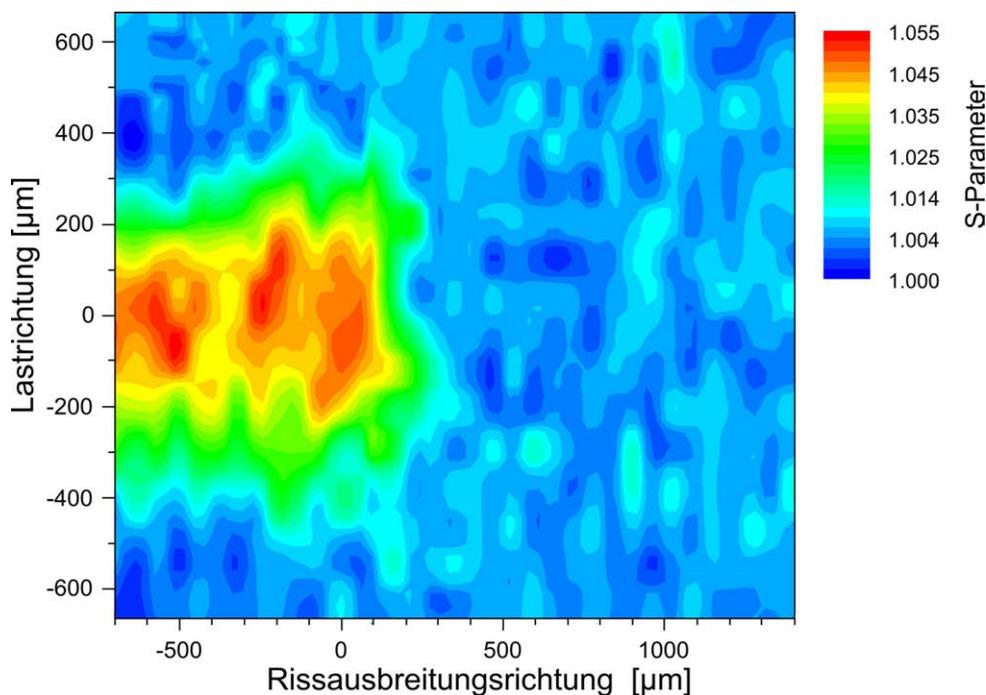


Abbildung 5.7: Falschfarbendarstellung des S-Parameters nach einem Positronenscan an der BPM von Riss und plastischer Zone des Stahls C45E [Haa03]. Der Bereich plastischer Deformation ist stark lokalisiert und zeigt vor der Rissspitze die typische Schmetterlingsform.

Zur Erzeugung eines Ermüdungsrisses wurde dabei die CT-Geometrie (Abschnitte 4.3 u. 2.16) verwendet. Durch die Akkumulation von Gitterfehlern während der Ermüdung erreicht die Defektdichte vor der Rissspitze einen kritischen Wert. Der zugehörige S-Parameter und die plastische Zone können durch Abrastern dieses Bereichs mit dem Positronenstrahl der BPM bestimmt werden.

Abbildung 5.7 zeigt den in Falschfarben dargestellten relativen S-Parameter für das Gebiet um die Rissspitze des Stahls C45E. Der Positronenstrahldurchmesser betrug bei der vorgestellten Messung $25 \pm 5 \mu\text{m}$. Die Probe wurde vor dem Versuch auf den unter Abschnitt 4.4 beschriebenen Ausgangszustand gebracht [Haa03]. In Abbildung 5.7 wurde die Rissspitze als Ursprung des Koordinatensystems gewählt. Die Form der plastischen Zone und der Bereich maximaler Schädigung entlang der Risskante sind gut erkennbar. Der mit der maximalen Defektdichte korrespondierende relative S-Parameter S_{krit} beträgt für den

Stahl C45E $S_{krit} = 1.052(2)$. Die plastische Zone vor der Risspitze für die Aluminiumlegierung AA6082 ist hier nicht dargestellt. Der ermittelte Wert beträgt nach [Wir08] $S_{krit} = 1.017(3)$.

5.2.2 Abschätzung der Restlebensdauer

In den anschließenden Vorhersagediagrammen wird der Bruch des Bauteils dem Erreichen eines kritischen S-Parameters, unmittelbar vor der Rissentstehung gleichgesetzt. Dies ist möglich, da die Differenz zwischen der Lastwechselzahl beim Bruch der Probe und der beim ersten Auftreten eines Risskeims viel kleiner ist, als die absolute Zahl der Lastwechsel:

$$(N_{\text{Bruch}} - N_{\text{Risskeim}}) \ll N_{\text{Bruch}} \quad (5.1)$$

Stahl C45E

Wie die Messung nach Abbildungen 5.7 gezeigt hat, tritt die Schädigung im ferritischen Stahl C45E deutlich lokalisierter auf als beispielsweise beim austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 (Vergleich [Haa03]). Um den Bereich maximaler Schädigung dennoch erfassen zu können, wurden an Proben der Geometrie 2 (Abbildung 4.2) Flächenscans mit der BPM im Bereich der Bohrung durchgeführt. Die Proben wurden zunächst am *Fraunhofer LBF*, Darmstadt einer spannungskontrollierten Wechselbelastung im elastischen Bereich unterzogen. Die bei dem Versuch eingestellten sinusförmige Spannungsamplitude betrug $\sigma_{max} = 160$ MPa. Diese Bedingungen entsprechen denen eines WÖHLER-Tests. Der Bereich maximaler Spannung (FEM Simulation, Abschnitt 4.3) und den mittels Positronenstrahl ($\varnothing = 30 \mu\text{m}$) untersuchten Probenbereich nach $N = 2.2 \cdot 10^4$ Lastwechseln zeigt Abbildung 5.8. Es wird deutlich, dass die Schädigung lokalisierter auftritt, als es die Simulation vermuten lässt. Dies liegt vor allem an der unzureichenden Feinheit des Simulationsgitters. Die Auflösung der Simulation wird durch die Anzahl der zur Unterteilung des Probenvolumens verwendeten Elemente bestimmt. Der dargestellte Messbereich des Positronenscans liegt in einem einzigen Element des Simulationsgitters und ist so orientiert, dass die untere linke Ecke gerade die Mitte des Lochs berührt.

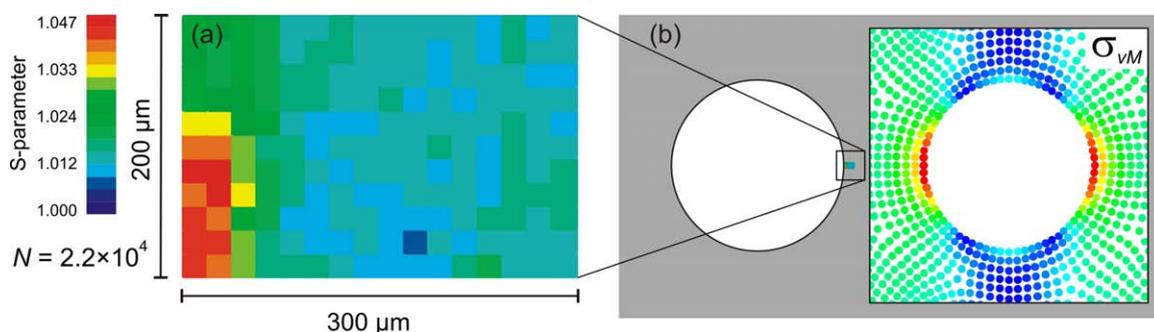


Abbildung 5.8: Teil (b) zeigt den Ausschnitt von Probengeometrie 2 um die Bohrung und die FEM Simulation der lokalen von MIESES-Spannung σ_{vM} . Maßstabsgetreu und vergrößert (a) ist der an der BPM erfolgte Flächenscan des maximal belasteten Volumens nach $2.2 \cdot 10^4$ Lastwechseln dargestellt [Eic07].

Durch einen derartigen Flächenscan lässt sich der maximale S-Parameter im maximal belasteten Volumen zuverlässig bestimmen. Die in den Messungen nach Abbildung 5.6 aufgetretenen Schwierigkeiten zur Bestimmung der stark lokalisierten Defektdichte beim Stahl C45E lassen sich demnach durch Messungen mit ausreichend hoher Ortsauflösung überwinden.

Der Messaufwand lässt sich noch verringern, wenn der untersuchte Probenbereich auf einen Linienscan beschränkt wird. Abbildung 5.10 zeigt den Verlauf des S-Parameters entlang der Probenquerachse für eine der untersuchten Proben nach 2000 Lastwechseln und eine Kurvenanpassung nach Gleichung 5.4 [Liu97]. Aus der linearen Bruchmechanik ergibt sich für die Komponenten des Spannungstensors nach Separation des winkelabhängigen Teils an der Bohrung:

$$\sigma_{ij}(\vec{r}) = \sigma_{ij}(r)F(\theta) \quad (5.2)$$

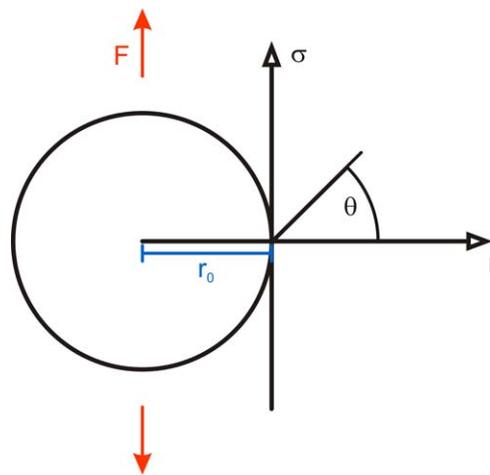


Abbildung 5.9: Veranschaulichung des radialen und des winkelabhängigen Teils des Spannungstensors nach Gl. 5.2

Entlang der Probenquerachse gilt für den winkelabhängigen Teil $F(\theta) = 1$. Nach [Liu97] ist die lokal wirkende Spannung dann.

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (5.3)$$

Hierbei ist K_I der Spannungsintensitätsfaktor, der nur von der Probengeometrie und der externen Spannung abhängt. Unter der Annahme einer unveränderlichen Probengeometrie während der Verformung und einer konstanten von außen angelegten Spannung kann ein einfacher funktionaler Zusammenhang an die Daten angepasst werden [Haa06c]. Dieser beschreibt die Schädigung aufgrund der lokal in der Probe wirkenden Spannung:

$$S(r) = \frac{\alpha K_I}{\sqrt{2\pi(r - r_0)}} + S_0 \quad (5.4)$$

S_0 und α sind Fitparameter, r beschreibt den Abstand vom Rand der Bohrung und r_0 die Position der Bohrungskante. S_0 liegt nahe bei 1, da er dem S-Parameter des ausgeheilten Probenzustands im weit von der Bohrung entfernten Bereich entspricht. Der Parameter α

enthält alle Informationen über die Schädigung des Materials [Eic07]. Diese Betrachtung zeigt, dass ein Flächenscan des maximal belasteten Volumens grundsätzlich auf wenige zu untersuchende Punkte entlang der Probenquerachse reduziert werden kann. Zieht man einen Linienscan zur Bestimmung des maximalen S-Parameters heran, ist ein präziser symmetrischer Aufbau des gesamten Wechselverformungsversuchs zwingend erforderlich, da eine asymmetrische Belastung der Probe das maximal belastete Volumen auf unvorhersehbare Weise verschiebt, was zu einer Fehleinschätzung des Ermüdungszustandes der Probe führt.

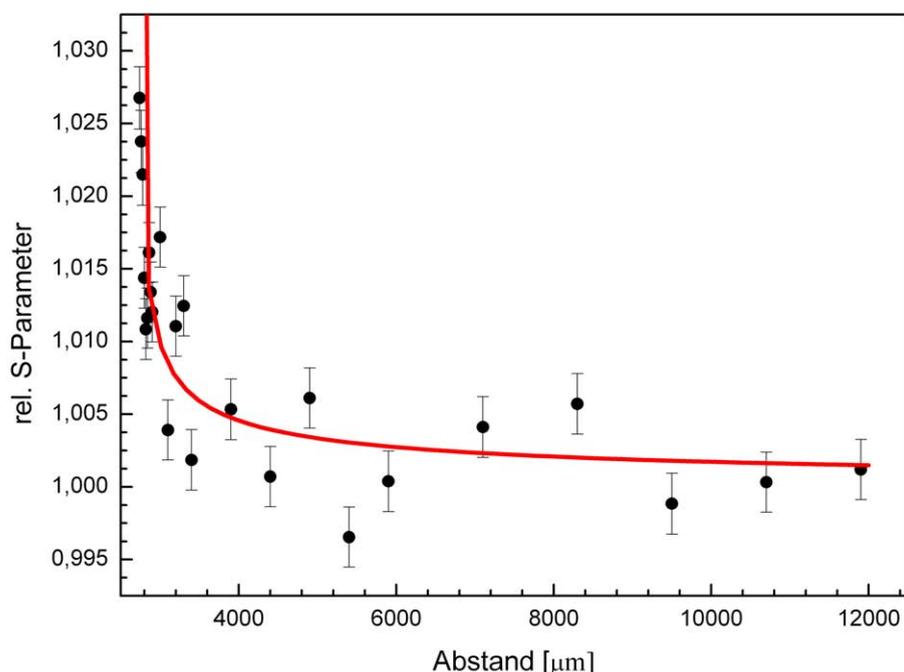


Abbildung 5.10: Auf den Ausgangszustand normierter S-Parameter entlang der Probenquerachse (schwarze Punkte) und nach Gleichung 5.4 an die Daten angepasster Spannungsverlauf (rote Kurve) für eine der Proben nach ca. 2000 Lastwechseln. Der Rand der Bohrung liegt bei 2.7 mm.

In den folgenden Vorhersagediagrammen zur Abschätzung der Restlebensdauer wurde der relative S-Parameter in Flächenscans wie in Abbildung 5.8 mit der BPM an unterschiedlich vordeformierten Proben des Stahls C45E gemessen.

Um diese Methode der Schadensvorhersage in einem Blindtest zu prüfen, stand zum Zeitpunkt der ersten Messergebnisse lediglich die Information zur Verfügung, dass die Wechselbelastung aller Proben mit gleicher Spannungsamplitude erfolgt war. Dies ist eine notwendige Voraussetzung, da nur in diesem Fall die empirisch gefundene lineare Abhängigkeit des S-Parameters von $\log(N)$ (Abbildung 5.6) Gültigkeit hat. Die tatsächlichen Lastwechselzahlen blieben zunächst den Mitarbeitern des *Fraunhofer LBF*, Darmstadt vorbehalten. Geht man davon aus, dass alle gewonnenen S-Parameter ideal auf einer Geraden liegen, und setzt man die Bruchlastwechselzahl N_f auf 1, lassen sich die anderen Lastwechselzahlen als Prozent von N_f angeben.

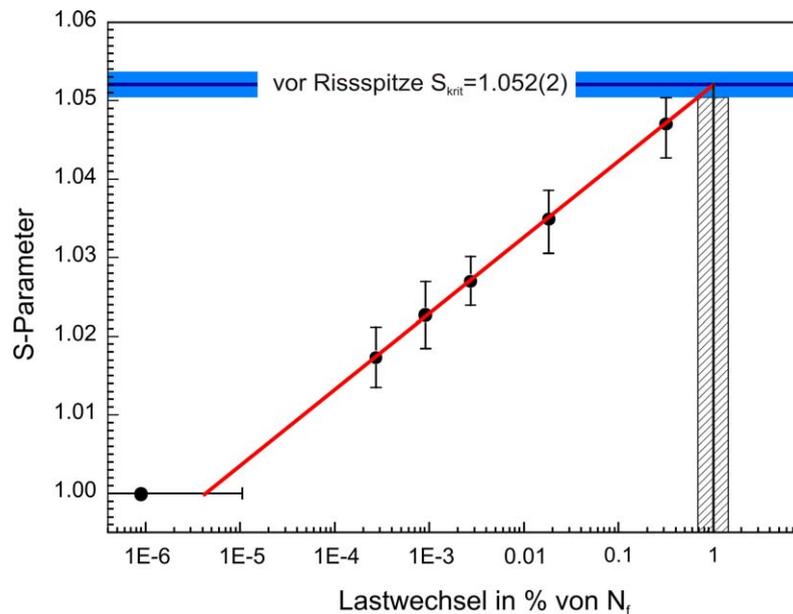


Abbildung 5.11: Maximaler S-Parameter der einzelnen Flächenscans bei unterschiedlichen Ermüdungszuständen der Proben. Die Lastwechselzahlen der verschiedenen Ermüdungszustände waren zunächst nicht bekannt. Der als ideal angenommene lineare Zusammenhang ermöglicht es, die Lastwechselzahlen in % von N_f zu bestimmen. Trägt man die tatsächlichen Lastwechselzahlen ein, führt dies zu Diagramm 5.12.

In Abbildung 5.11 ist der entsprechende Graph dargestellt. Erst im Anschluss an diese Resultate wurden die echten Lastwechselzahlen von den Mitarbeitern des *Fraunhofer LBF*, Darmstadt übermittelt, und das Schadensvorhersagediagramm 5.12 mit den absoluten Lastwechselzahlen konnte erstellt werden.

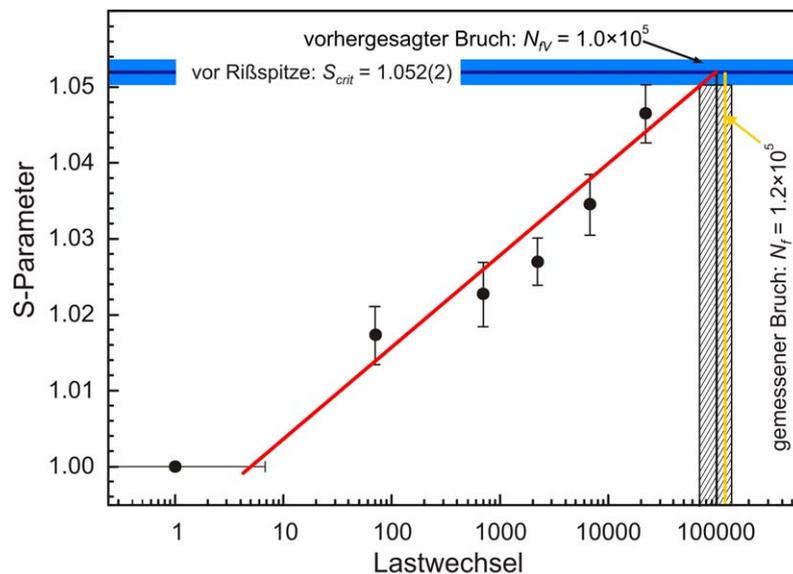


Abbildung 5.12: Unter der empirischen Annahme des linearen Zusammenhangs zwischen dem S-Parameter und $\log(N)$ kann die Bruchlastwechselzahl N_{fV} durch Extrapolation nach S_{krit} vorhergesagt werden. Der tatsächliche Bruch erfolgte bei $1.2 \cdot 10^5$ Lastwechseln. Die Abschätzung der Restlebensdauer kann bei dieser Methode mit Proben erfolgen, die nur bis zu wenigen Prozent von N_f belastet wurden.

Über die lineare Anpassung an die Daten (rote Linie) wurde die Bruchlastwechselzahl $N_{fV} = 1.0 \cdot 10^5$ vorhergesagt.

Am *Fraunhofer LBF*, Darmstadt wurde mit Proben, welche die exakt gleiche Probenpräparation durchlaufen hatten, ein WÖHLER-Test durchgeführt, um die Abschätzungen der Restlebensdauer beider Methoden vergleichen zu können. Die Resultate sind in Graph 5.13 dargestellt.

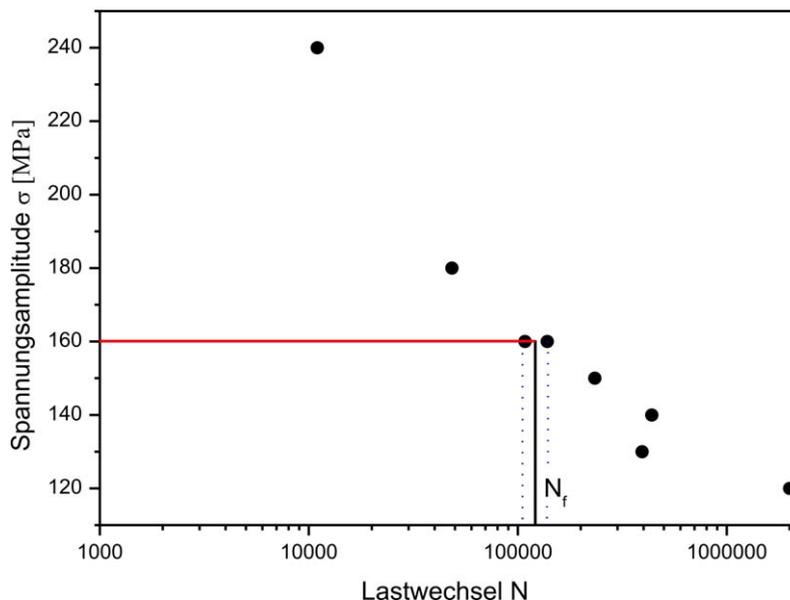


Abbildung 5.13: Am *Fraunhofer LBF*, Darmstadt gemessenes WÖHLER-Diagramm der Proben des Stahls C45E. Für die Spannungsamplitude von $\sigma = 160$ MPa, bei der die Wechselbeanspruchung der zur Vorhersage der Restlebensdauer genutzten Proben (Abbildung 5.12) erfolgte, ergibt sich eine Bruchlastwechselzahl von $N_f = 1.2(2) \cdot 10^5$ aus dem WÖHLER-Diagramm.

Die Wechselbelastung der Proben erfolgte bei einer Spannungsamplitude von $\sigma = 160$ MPa. Aus dem WÖHLER-Diagramm ergibt sich für diese Spannung, bei der auch die Wechselbeanspruchung der im Blindtest verwendeten Proben durchgeführt wurde, eine Bruchlastwechselzahl von $N_f = 1.2(2) \cdot 10^5$ (gelbe Linie in 5.12). In Anbetracht der Messunsicherheit (schraffierte Fläche) des kritischen S-Parameters und der aus dem WÖHLER-Test bestimmten Bruchlastwechselzahl stimmt die aus den Positronenmessungen vorhergesagte Lebensdauer der Probe hervorragend mit dem Ergebnis des WÖHLER-Tests überein. Dies zeigt, dass eine Abschätzung der Restlebensdauer durch einige wenige Messpunkte im Anfangsstadium der Ermüdung auch für Werkstoffe, die eine stark lokalisierte Schädigung aufweisen, möglich ist.

Aluminiumlegierung AA6082

Um Proben der Legierung AA6082 an der Wechselverformungsmaschine des HISKP belasten zu können, musste die Geometrie Nr. 2 auf die Geometrie Nr. 3 herunter skaliert werden (Abschnitt 4.2). Die Wechselbelastung der Proben erfolgte bei einer Frequenz von 10 Hz mit einer sinusförmigen Spannungsamplitude von 1100 N an der unter Abschnitt 3.3 beschriebenen WVA. Eine besondere Schwierigkeit bei der Untersuchung von Aluminiumlegierungen ist das thermische Ausheilen von Defekten aufgrund der Leerstellendiffusion

bei Raumtemperatur [Zam02]. Eine deutliche Verringerung der Defektkonzentration zeigt sich bereits nach einigen Stunden bis Tagen und kann dazu führen, dass der Ermüdungszustand der Probe falsch eingeschätzt wird. Um dies zu verhindern, wurden die einzelnen Proben im Anschluss an die Wechselbeanspruchung in Stickstoff gelagert, bis die Messungen an der BPM bei Raumtemperatur erfolgten. Durch zügiges und lediglich einseitiges Abrastern der Bohrungskante konnte der Einfluss der Erholungsprozesse auf die gemessenen maximalen S-Parameter-Werte gering gehalten werden.

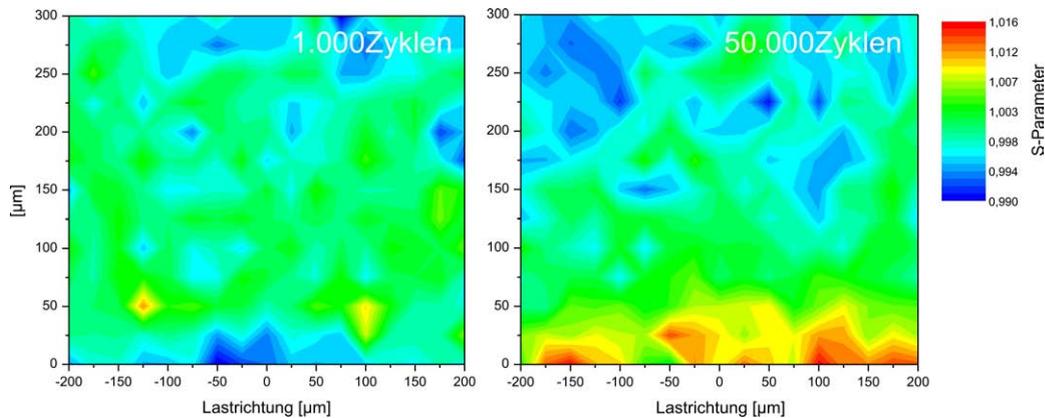


Abbildung 5.14: Falschfarbendarstellung des relativen S-Parameters für Proben der Legierung AA6082 an der Bohrungskante (bei $x \approx 0 \mu\text{m}$, links $y \approx 25 \mu\text{m}$, rechts $y \approx 0 \mu\text{m}$) nach 1.000 und 50.000 Lastwechseln [Wir08].

Abbildung 5.14 zeigt den Bereich des maximal belasteten Volumens für zwei Proben der Legierung AA6082. Die Bohrungskante der in dieser Darstellung nach unten geöffneten Bohrung befindet sich etwa bei der x-Koordinate null. Der S-Parameter wurde auf den ausgeheilten Anfangszustand der Proben normiert und ist in Falschfarben dargestellt.

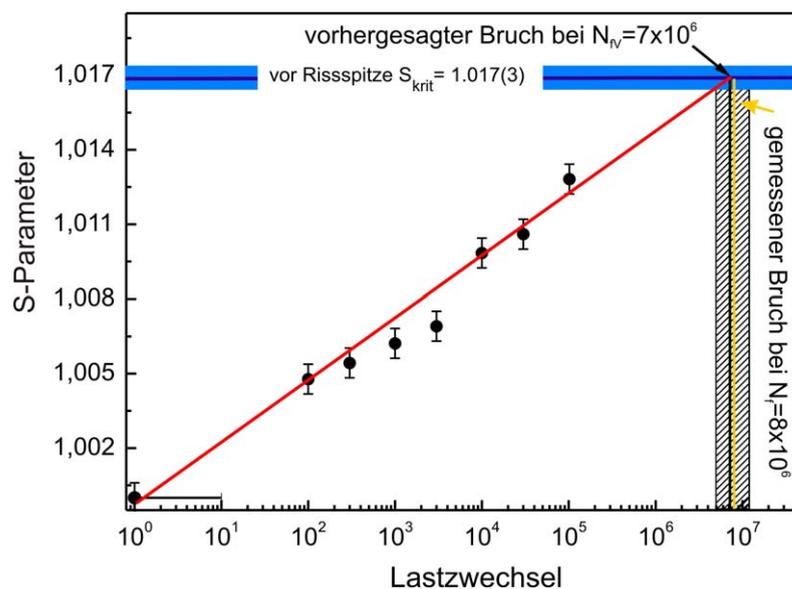


Abbildung 5.15: Vorhersage der Lebensdauer für die Proben der Aluminiumlegierung AA6082. Auch hier stimmen vorhergesagter und gemessener Bruch sehr gut überein. Zur Vorhersage wurden Proben mit Lastwechselzahlen unterhalb von 1 % von N_f heran gezogen [Wir08].

Mit größerer Lastwechselzahl ist eine deutliche Zunahme des S-Parameters und damit der plastischen Deformation an der Bohrungskante zu erkennen. Aus derartigen Flächenscans der Proben wird der maximale S-Parameter bestimmt und in das Vorhersagediagramm zur Bestimmung der Restlebensdauer (Abbildung 5.15) eingetragen.

Um die Vorhersage der in den Positronenmessungen bestimmten Lebensdauer zu überprüfen, wurde eine Probe, die exakt die gleiche Probenpräparation durchlaufen hatte, unter der gleichen Last von 1100 N in der WVA bis zum Bruch beansprucht. Der Bruch der Probe ereignete sich bei $N_f = 8 \cdot 10^6$. Auch hier stimmen vorhergesagter ($N_{fV} = 7 \cdot 10^6$) und gemessener Bruch ($N_f = 8 \cdot 10^6$) im Rahmen der Messunsicherheit hervorragend überein (Abbildung 5.15). Dies ist insbesondere bemerkenswert, da in diesem Fall ausschließlich Proben verwendet wurden, deren Lastwechselzahlen unterhalb von 1 % von N_f lagen.

5.3 Diskussion

Die Untersuchungen der drei verschiedenen Aluminiumlegierungen und des Stahls C45E im Zugversuch haben gezeigt, dass die Zerstrahlungsparameter der Positronen über den gesamten Bereich der plastischen Deformation empfindlich auf die Zunahme der Defektdichte reagiert. Die mit der plastischen Deformation verbundene Multiplikation von Versetzungen führt über Versetzungsschneiden, Jog-Dragging und die Wechselwirkung von Versetzungen mit Ausscheidungen und anderen Gitterfehlern zur Produktion leerstellenartiger Defekte, vor allem auch entlang der Versetzungslinien und ist mit Positronen nachweisbar.

Die lineare Abhängigkeit von S- und W-Parameter während des Zugversuchs belegt im Fall des Stahls C45E, dass sich das Verhältnis der für den Einfang von Positronen verantwortlichen Defekte im Laufe des Zugversuchs nicht ändert (Abbildung 5.5). Für die untersuchten Aluminiumlegierungen ist dies aufgrund der schlechteren Statistik der Spektren nicht mit ausreichender Sicherheit belegbar.

Für den Stahl C45E zeigt sich im Bereich des Lüdersbandes eine leichte Erhöhung des S-Parameters. In diesem Bereich ist die plastische Verformung durch das Losreißen von Versetzungen an interstitiell gelösten Kohlenstoffatomen (COTRELL-Wolken) bestimmt (Vergleich Abschnitt 2.1.6), und die Defektdichte steigt nur geringfügig an. Im weiteren Verlauf des Zugversuchs zeigt sich bedingt durch die einsetzende Versetzungsmultiplikation eine stetige Zunahme des S-Parameters, die sich bis zum Bruch der Probe fortsetzt. Der beobachtete Anstieg des S-Parameters und der Abfall des W-Parameters gehen über den Bereich der maximalen technischen Spannung hinaus. Dies äußert sich in Abbildung 5.4 durch das Abknicken vom linearen Verlauf von S- und W-Parameter bei dem Sättigungswert der technischen Zugspannung von ≈ 580 MPa. Der über diesen Bereich hinausgehende Anstieg bzw. Abfall von S- und W-Parameter, ist nur durch die weitere Zunahme der physikalischen Spannung erklärbar. Eine mögliche Ursache dafür ist die Bildung von Mikrorissen in der Probe, die zu einer Verkleinerung des echten Querschnitts führt und dadurch zu einem Anstieg der wahren Spannung (Vergleich Abschnitt 2.1.1). Die vorgestellten Messungen dokumentieren, dass der Empfindlichkeitsbereich der Positronen für beide Werkstoffe vom Beginn der plastischen Deformation bis zum Bruch der Probe reicht und die damit verbundenen Größen universeller sind, als die im Spannungs-

Dehnungs-Diagramm zugänglichen Größen.

Ausgehend vom ausgeheilten Probenzustand ist ein Anstieg des S-Parameters unter Wechselbelastung für die Legierung AA6082 und den Stahl C45E bereits nach wenigen Lastwechseln erkennbar. Dies zeigt die hohe Empfindlichkeit der Positronen auf geringste Änderungen der Fehlstellendichte. Mit fortschreitender Ermüdung steigt die Defektdichte kontinuierlich an. Der Bruch der Probe tritt ein, wenn das Material eine kritische Defektdichte erreicht. Dieser Defektdichte kann vor der Rissspitze eines Ermüdungsrisses durch ortsaufgelöste Positronenmessungen ein materialspezifischer S-Parameter S_{krit} zugeordnet werden. Durch Extrapolation der frühen Ermüdungsstadien mit Hilfe des rein empirisch gefundenen linearen Zusammenhangs zwischen dem S-Parameter und $\log(N)$ konnte der Bruch der Proben im Fall der Aluminiumlegierung und für den Stahl C45E zuverlässig vorhergesagt werden. Dabei wurden im Fall der Aluminiumlegierung AA6082 lediglich Proben mit Lastwechselzahlen unterhalb von 1% von N_f zur Vorhersage des Bruchs herangezogen.

Ein besseres Verständnis für den empirisch gefundenen linearen Zusammenhang lässt sich durch ein granulares Modell⁵ der bei der Wechselbeanspruchung auftretenden Schädigungsakkumulation gewinnen. Ziel eines solchen Modells ist es, die Materialermüdung bzw. das Materialversagen in drei Dimensionen für eine realistische Anzahl von Kristallkörnern zu simulieren und auf beliebige Probengeometrien zu erweitern.

⁵ J. Fingerhuth, Dissertation: *Granulares Modell zur Simulation der Ermüdung von Metallen*, Universität Bonn 2009

6 ICE-Achsstahl

Die erfolgreiche Bestimmung der Restlebensdauer unter Wechselbeanspruchung für zwei gängige technische *Modellwerkstoffe* AA6082 und C45E aus den Frühstadien der Ermüdung legen nahe, diese Methode an einem industriell eingesetzten Werkstoff zu testen, bei dem vielfach Störfälle aufgetreten sind. In den letzten Jahren kam es an Radsatzwellen und Radreifen von Zügen des öfteren zu verschiedenen Zwischenfällen, die auf Ermüdungserscheinungen unter Wechselbeanspruchung zurückgeführt werden können. Ein Beispiel hierfür ist das Versagen der Radsatzwellen des ICE 3 in Köln am 9.07.2008, oder die erheblichen Ausfälle von S-Bahnen im Großraum Berlin im Sommer 2009. Das Versagen derartig hoch beanspruchter Bauteile führt im leichtesten Fall zum Ausfall des Zuges und endet im schwersten Fall in einer Katastrophe wie beim ICE-Unglück 1998 in Eschede, das viele Todesopfer forderte.

Eine zuverlässige Abschätzung der Lebensdauer bzw. des Ermüdungszustandes solcher Bauteile ist nicht nur unter Sicherheitsaspekten zwingend erforderlich, sondern führt auch zu erheblicher Kostenreduzierung, da dies unter anderem eine Anpassung der entsprechenden Prüfungsintervalle ermöglicht. Verschiedenste Ursachen können für das Versagen eines Bauteils unter Wechselbeanspruchung verantwortlich sein. In vielen Fällen kommt es vor allem durch das Zusammenwirken unterschiedlicher Faktoren zu einer erhöhten Schädigung des Materials, die zum unerwartet frühzeitigen Bruch des Werkstücks führen. Die Untersuchung der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) des Schadenfalls des ICE 3, der am 9.07.2008 in Köln aufgrund einer defekten Radsatzwelle entgleist war, hat folgendes ergeben: Eine Kombination aus unzulässigen, nicht-metallischen Fremdeinschlüssen im Material, die konstruktions- und betriebsbedingte Belastung und das Übersehen des Schwinganrisses in der Ultraschallprüfung sind die wahrscheinlichsten Ursachen für das Versagen der Radsatzwelle gewesen [BAM08]. Aufgrund dieser Ergebnisse wurden die Wartungsintervalle aller ICE Züge deutlich verkürzt, was zu beträchtlichen Kosten und Ausfällen im Bahnverkehr führte.

Die Qualität des Werkstoffes ist eine Frage des Herstellungsprozesses, bei dem Fremdeinschlüsse im Material unbedingt vermieden werden müssen, da sie unter Wechselbeanspruchung als Risskeime wirken und dadurch die Lebensdauer des Bauteils erheblich verkürzen. Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse zeigen, dass die Untersuchung mittels Positronen eine hoch sensitive und zerstörungsfreie Methode ist, um den Ermüdungszustand eines Werkstoffes zu bewerten. Im folgenden Kapitel wird die Bestimmung der Restlebensdauer von Proben des ICE Achsstahls A4T anhand der in Kapitel 5 beschriebenen Methoden dargestellt. Darüber hinaus wird der Dynamikbereich der PAS-Messungen für die Schädigung im Zugversuch bestimmt und mit den Ergebnissen beim Karbonstahl C45E verglichen.

6.1 Material und Probengeometrie

Aus dem hier untersuchten Stahl A4T werden beim ICE-T die Achsen bzw. Radsatzwellen hergestellt. Das Material wurde von der DB AG⁶ für diese Arbeit zur Verfügung gestellt. Die chemische Zusammensetzung nach [EN083] ist in Tabelle 6.1 aufgelistet.

A4T	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	V
%Masse	0.22 –0.29	0.15 –0.40	0.80	0.020	0.015	0.90 –1.20	0.30	0.15 –0.30	0.30	0.06

Tabelle 6.1: Chemische Zusammensetzung des Stahls A4T nach [EN083]. Alle Angaben in Massenprozent.

Die mechanischen Kenngrößen des Stahls im Auslieferungszustand sind im folgenden kurz zusammengefasst: Streckgrenze $\sigma_{SO} \approx 420$ MPa, Zugfestigkeit $\sigma_G \approx 600 - 800$ MPa, Bruchdehnung ≈ 18 % nach [EN083].

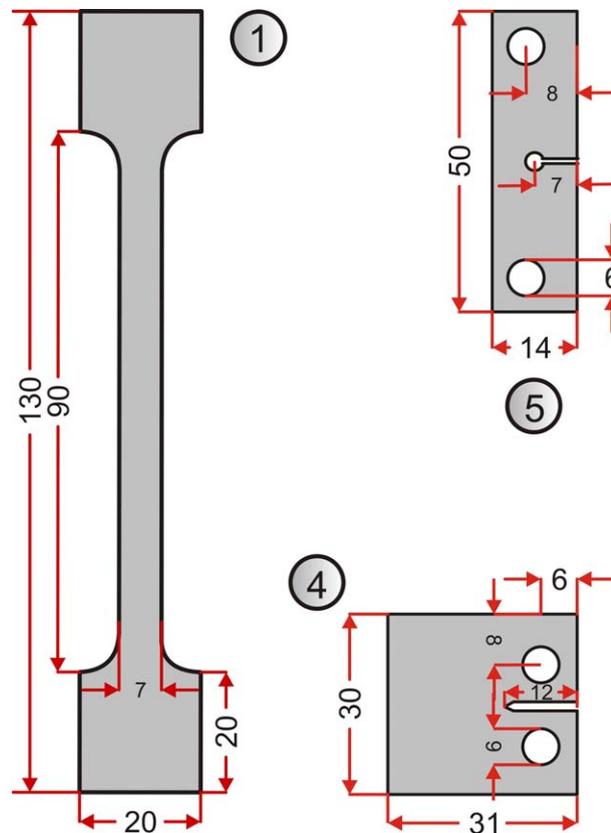


Abbildung 6.1: Für den Stahl A4T eingesetzte Probengeometrien. Geometrie Nr. 1 und Nr. 4 wurden für den Zugversuch bzw. die Erzeugung eines Ermüdungsrisses verwendet. An Geometrie Nr. 5 erfolgte die Bestimmung der Restlebensdauer unter Wechselbelastung. Die Dicke der Proben betrug für Geometrie Nr. 1 2 mm, für Geometrie Nr. 4 1.2 mm und für Geometrie Nr.5 0.8 mm.

Abbildung 6.1 zeigt die für den ICE Achsstahl A4T verwendeten Probengeometrien. Die Herstellung aller Proben erfolgte, wie auch für die vorigen Experimente, in der feinmecha-

⁶ Hartmut Hintze, *Leiter Zerstörungsfreie Prüfung und Prüfsysteme (VTZ 34)*, DB AG

nischen Werkstatt des HISKP an einer CNC Fräse. Anschließend wurde die Restrauigkeit der Probenoberfläche durch sukzessives Polieren der Proben mit SiC Papier auf unter $5 \mu\text{m}$ reduziert. Mit Ausnahme einer der Proben in CT Geometrie wurden alle Proben in einem Vakuumofen ($\approx 1 \cdot 10^{-6}$ mbar) für 180 min bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ geglüht und anschließend mit $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ langsam abgekühlt. Auf diese Weise wird ein reproduzierbarer und defektarmer Ausgangszustand eingestellt. Proben, die diese Wärmebehandlung durchlaufen haben, werden im Folgenden auch als *ausgeheilt* bezeichnet. Bis zur Durchführung des Experiments und der anschließenden Messung wurden alle Proben zum Schutz vor Feuchtigkeit in einem Exsiccator aufbewahrt.

Die Geometrie Nr. 1 in Abbildung 6.1 diente, wie auch schon bei den Werkstoffen AA2024 und C45E, zur Erzeugung eines Ermüdungsrisses. Geometrie Nr. 4 wurde im Zugversuch eingesetzt. Im Unterschied zu Geometrie Nr. 3 aus Abbildung 4.2 wurden die Proben für die Ermüdungsversuche (Nr. 4 in Abbildung 6.1) einseitig eingesägt. Da die maximale Kraft der verwendeten WVA nach Abschnitt 3.3 begrenzt ist, erhöht die Halbierung des Querschnitts die im Wechselbelastungsversuch zugängliche maximale Spannungsamplitude. Zusätzlich wird die Belastung der Probe auf einer Seite der Bohrung konzentriert. Das einseitige Aufsägen im Vergleich zu Geometrie Nr. 3 bewirkt auf diese Weise einen wohldefinierten, maximal belasteten Bereich und verdoppelt bei gleicher Kraft die global angelegte Spannung.

6.2 Zugversuch

Graph 6.3 zeigt die in-situ Messung der Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie während eines Zugversuchs nach Anordnung 3.2 für die Stähle A4T und C45E. Der Zugversuch erfolgte mit einer Dehnung von $3.6 \cdot 10^{-3}$ pro ausgewertetem Dopplerspektrum. Die Werte des S-Parameters (rote Vierecke) sind auf den ausgeheilten Ausgangszustand der jeweiligen Proben normiert.

In beiden Diagrammen geht dem deutlich erkennbaren linearen Anstieg der Spannung ein eng begrenzter Bereich voraus, in dem sich die Spannung zunächst nicht linear ändert. Dies wird durch das zu Beginn des Versuchs vorhandene Zahnradspiel im Getriebe verursacht. Dem HOOKEschen Bereich folgt nach Erreichen der ausgeprägten Streckgrenze das für viele Stähle typische Lüdersband (s. Abschnitt 2.1.1), das bei dem Stahl C45E stärker ausgeprägt ist als beim Achsstahl A4T. Erst mit Beginn der plastischen Deformation zeigt sich für beide Stähle gleichermaßen ein Anstieg des S-Parameters, der sich bis zum Bruch fortsetzt. Bei einer Dehnung von etwa 12 % erreicht der Stahl A4T die Zugfestigkeit, und die technische Spannung sinkt, bedingt durch die Einschnürung der Probe ab (Abbildung 6.2).

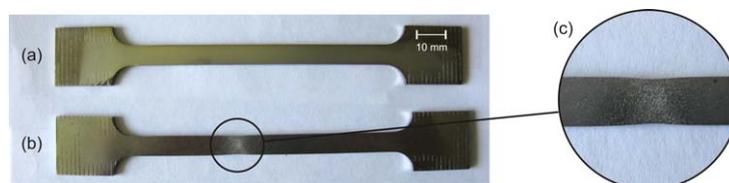


Abbildung 6.2: Zustand der Zugproben des Stahl C45E (a) und A4T (b) nach dem Zugversuch. Der Stahl A4T zeigt eine deutliche Einschnürung, die sich im Absinken der technischen Spannung äußert. Abbildung (c) zeigt vergrößert den Bereich der Einschnürung.

Eine derartige Einschnürung wird bei dem Stahl C45E bis zu einer Dehnung von 16 % nicht beobachtet. Da die Einschnürung der Probe nicht unmittelbar unterhalb der mittig platzierten Positronenquelle lag, ist ein signifikanter Einfluss dieser auf die gemessenen Spektren nicht erkennbar.

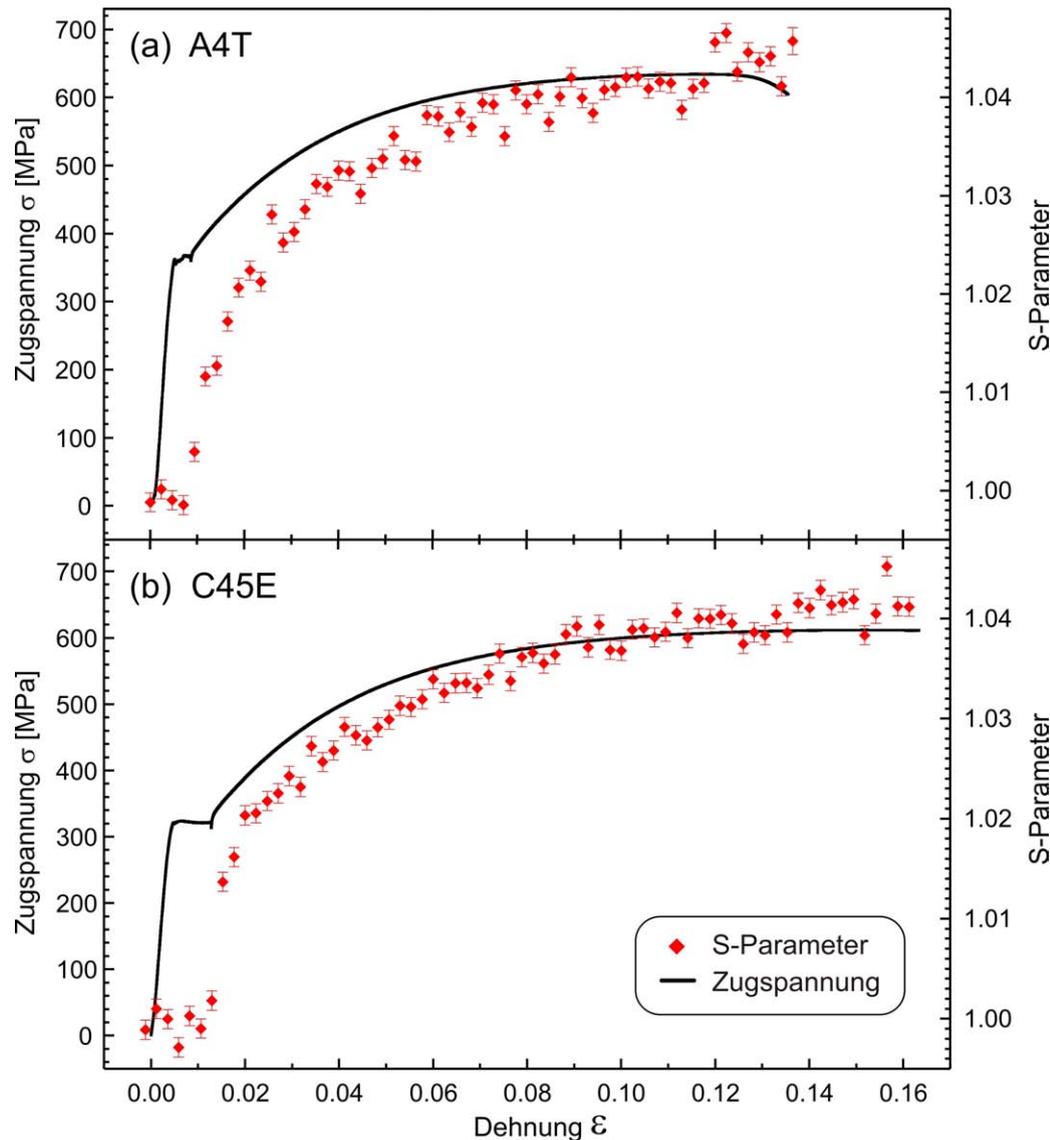


Abbildung 6.3: Spannungs-Dehnungsdiagramme und in-situ S-Parameter Messungen der Stähle A4T (a) und C45E (b). Der S-Parameter ist auf den ausgeheilten Zustand des jeweiligen Stahls normiert. Der Anstieg des S-Parameters setzt erst beim Erreichen der Lüdersdehnung ein und wächst mit zunehmender Dehnung kontinuierlich an. Die gemessenen mechanischen Kenngrößen weichen von denen unter 6.1 ab. Dies wird durch die mit der Temperaturbehandlung verbundene Gefügeänderung des Stahls verursacht.

Die mechanischen Kenngrößen des Stahls A4T weichen von denen unter Abschnitt 6.1 beschriebenen ab, da die Temperaturbehandlung des Stahls zu Änderungen des Gefüges führt, die sich erheblich auf die mechanischen Eigenschaften auswirken.

Der Anstieg des S-Parameters geht auch im Fall des Stahls A4T über den Bereich der Zugfestigkeit hinaus. Dies wird noch deutlicher, wenn man S- und W-Parameter wie in

Abbildung 6.4 gegen die technische Spannung aufträgt.

Erst mit Einsetzen der plastischen Deformation kommt es zum linearen Anstieg des S-Parameters bzw. einem linearen Abfall des W-Parameters, die sich bis zum Erreichen der maximalen technischen Spannung, der Zugfestigkeit, fortsetzen. Der durch die Positronen erfasste Bereich der Schädigung des Materials ist demnach für beide Stähle größer als der durch die technische Spannung zugängliche Bereich der plastischen Deformation.

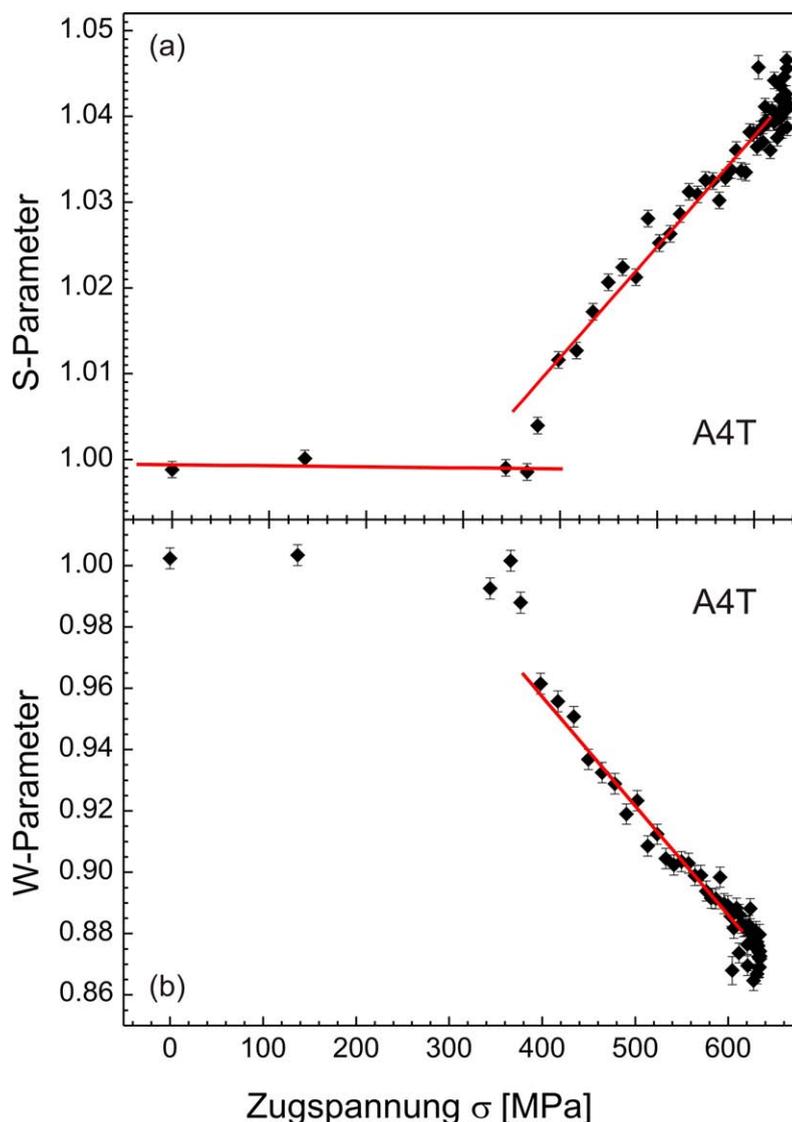


Abbildung 6.4: S- und W-Parameter im Verlauf des Zugversuchs für den Stahl A4T, aufgetragen gegen die technische Spannung. Im Bereich plastischer Deformation wurde eine lineare Regression der Daten durchgeführt (rote Geraden). Im elastischen Bereich ist keine signifikante Zu- oder Abnahme von S- und W-Parameter gemessen worden. Mit Erreichen der Zugfestigkeit kurz vor dem Bruch der Probe kommt es zu nahezu vertikalem Anstieg des S-Parameters und vertikalem Abfall des W-Parameters. Die gemessenen Spektren zeigen, dass die Zunahme der Defektkonzentration über den Bereich der Zugfestigkeit hinausgeht.

Der Vergleich von S- und W-Parameter beider Stähle in Abbildung 6.5 zeigt, dass trotz der sehr unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung der Werkstoffe ein ähnliches Verhalten erkennbar ist.

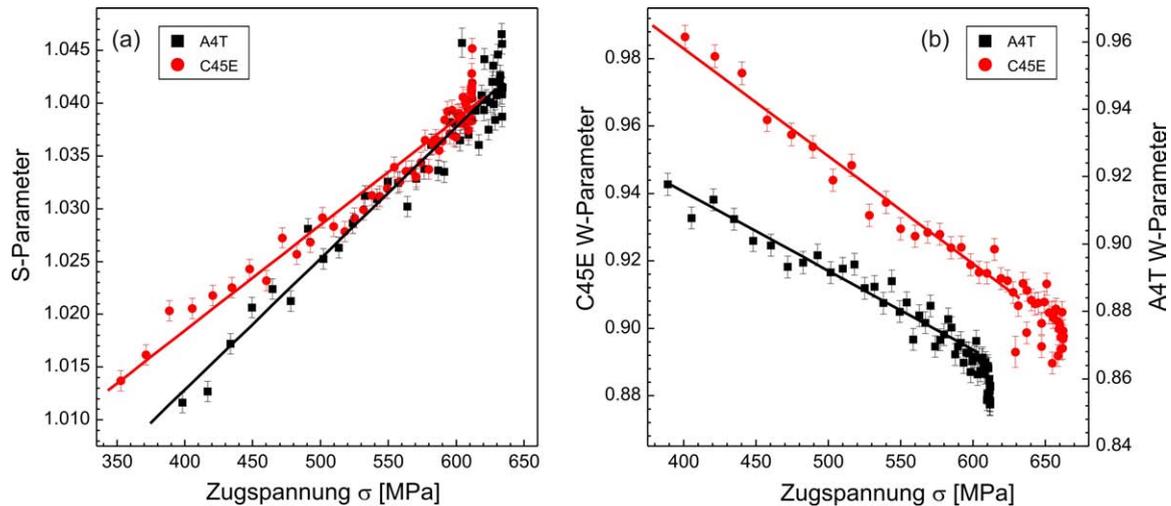


Abbildung 6.5: Verhalten von S- und W-Parameter beider Stähle im plastischen Bereich des Zugversuchs. Der ausgeprägte Anstieg bzw. Abfall von S- bzw. W-Parameter kurz vor dem Bruch, fällt mit dem Abflachen der technischen Spannung in den Zugversuchen zusammen (Abb. 6.3). Der dynamisch durch Positronenerstrahlung erfassbare Bereich der Schädigung ist demnach größer als der Bereich makroskopischer Verfestigung. Trotz der sehr unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung zeigen beide Stähle ein sehr ähnliches Verhalten.

Trägt man S- und W-Parameter der aus den Zugversuchen gewonnenen Spektren gegeneinander auf (Abbildung 6.6), wird deutlich, dass sich das Verhältnis der mittels Positronen zugänglichen Fehlstellentypen während des Zugversuchs nicht ändert [Lis94]. Die unterschiedliche Lage der Geraden in Abbildung 6.6 wird durch die verschiedenen chemischen Zusammensetzungen der beiden Stähle verursacht.

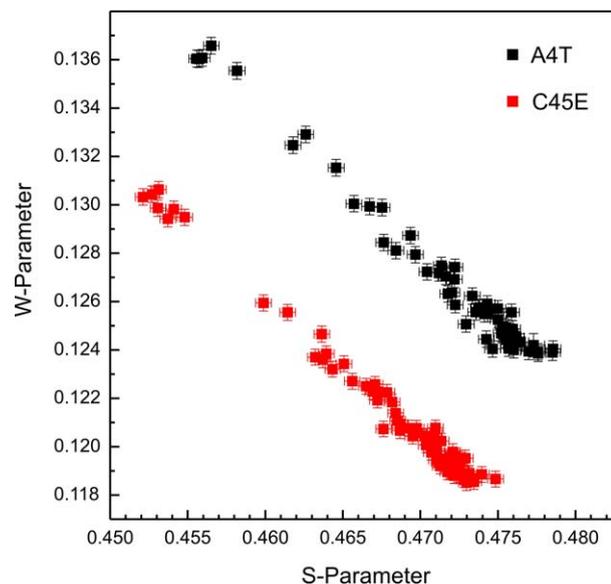


Abbildung 6.6: S/W-Plot der aus den Zugversuchen für die Stähle C45E und A4T gewonnenen Daten. Eine Änderung des Fehlstellentyps während des Zugversuchs würde zu Abweichungen des linearen Zusammenhangs zwischen S- und W-Parameter führen [Lis94]. Aufgrund der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung der beiden Stähle liegen die beiden Geraden auf unterschiedlichen Positionen im S/W-Plot.

6.3 Bestimmung des maximalen S-Parameters

Der maximale S-Parameter, welcher der Defektdichte des Materials unmittelbar vor dem Bruch entspricht, wurde –wie bereits für die Aluminiumlegierung AA6082 und den Stahl C45E– auch für den Stahl A4T direkt vor der Rissspitze eines Ermüdungsrisses gemessen. Der Ermüdungsriss wurde durch die Wechselbelastung einer ausgeheilten Probe in CT-Geometrie nach Abbildung 6.1 mit einer maximalen Kraftamplitude von 1250 N unter ständiger Zuglast dehnungskontrolliert bei einer Frequenz von 10 Hz an der WVA nach Abschnitt 3.3 erzeugt. Die Abrasterung des Probenbereichs vor der Rissspitze erfolgte an der BPM mit einem Strahldurchmesser von $25 \pm 5 \mu\text{m}$ und ist in Abbildung 6.7 als Falschfarbendarstellung aufgetragen. Der S-Parameter ist auf den ausgeheilten Anfangszustand der Probe normiert.

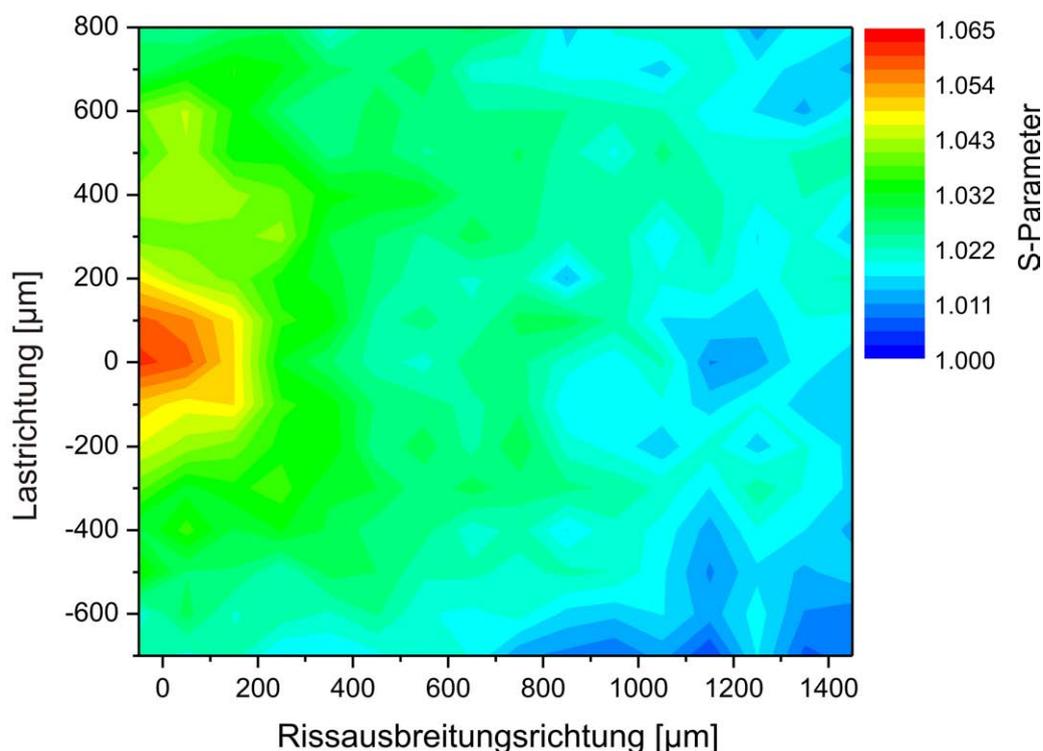


Abbildung 6.7: Positronenscan von Rissspitze und plastischer Zone des ICE Achsstahls A4T. Der Ursprung des Koordinatensystems wurde auf die Rissspitze gelegt. Der kritische S-Parameter hat den Wert $S_{krit} = 1.065(2)$.

Die Form der plastischen Zone und der Bereich maximaler Schädigung sind deutlich zu erkennen. Der Vergleich mit der entsprechenden Messung des Stahls C45E (Abbildung 5.7) zeigt, dass aufgrund des duktileren Verhaltens des Achsstahls A4T die plastische Zone etwa doppelt so ausgedehnt ist. Der kritische S-Parameter unmittelbar vor der Rissspitze beträgt $S_{krit} = 1.065(2)$.

Trägt man die aus den Rissmessungen beider Stähle ermittelten Werte für den S- und W-Parameter gegeneinander auf, ergibt sich Diagramm 6.8. Wie schon bei den in den Zugversuchen erhaltenen Daten zeigt sich auch hier ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter. Dies bedeutet, dass sich der Typ der während der Ermüdung erzeugten Defekte im Laufe der Schädigungsakkumulation nicht ändert [Lis94].

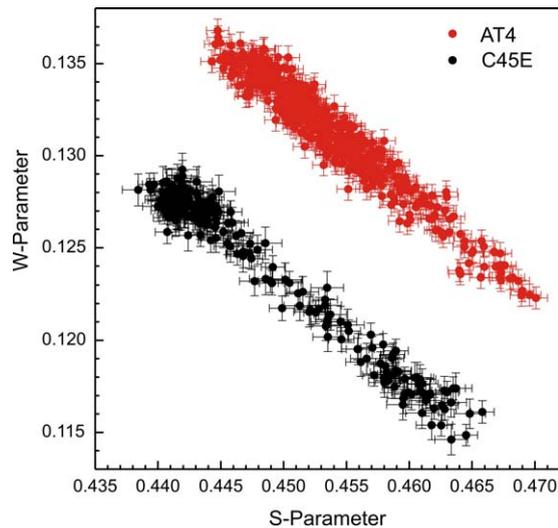


Abbildung 6.8: S/W-Plot aus den Messungen an der Rissspitze nach 5.7 und 6.7. Der lineare Zusammenhang zeigt, dass sich der Typ der während der Ermüdung erzeugten Defekte mit fortschreitender Schadensakkumulation nicht ändert [Lis94]. Die unterschiedliche Lage der Daten wird durch die unterschiedliche chemische Zusammensetzung der beiden Stähle verursacht.

Zum Vergleich des ausgeheilten Zustands mit dem Lieferzustand des Stahls A4T wurde bei einer CT-Probe auf die Wärmebehandlung nach 4.4 verzichtet. Die Probe wurde lediglich mechanisch bis zu einer Reustraughigkeit von $5\ \mu\text{m}$ poliert, und $50\ \mu\text{m}$ der Oberfläche wurden anschließend chemisch (5 Teile 48 %iger Flusssäure und 70 Teile 35%igen Wasserstoffperoxids) abgetragen.

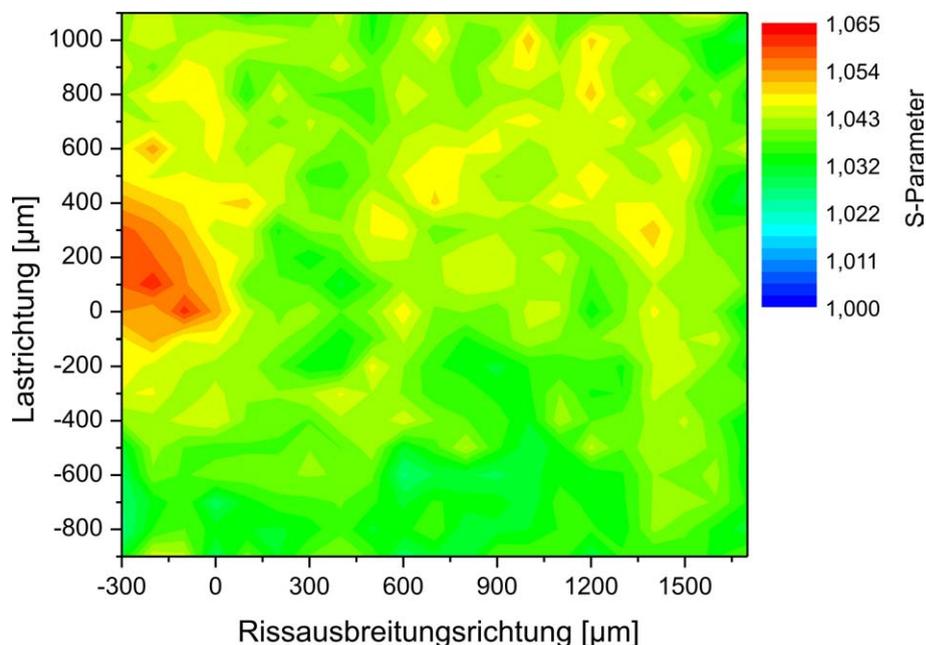


Abbildung 6.9: S-Parameter im Bereich vor der Rissspitze einer CT-Probe des Stahls A4T im Lieferzustand. Die Probe wurde nicht ausgeheilt, sondern lediglich mechanisch poliert, und die Oberfläche anschließend chemisch abgetragen. Die Vorschädigung des Materials ist durch einen erhöhten S-Parameter im weit von der Rissspitze entfernten Bereich erkennbar. (Abbildung 6.7).

Auf diese Weise wird ein Einfluss des mechanischen Polierens der Probenoberfläche auf die Messergebnisse ausgeschlossen. Durch die chemischen Reaktionen an der Oberfläche kann allerdings Wasserstoff in die Probe eindiffundieren. Abbildung 6.9 zeigt den Bereich um die Risspitze für die Probe, bei der auf die Wärmebehandlung verzichtet wurde. Der S-Parameter ist auf den ausgeheilten Probenzustand normiert. Im Lieferzustand ist die Konzentration der Defekte schon vor der Wechselbelastung deutlich höher als im Fall der ausgeheilten Proben. Diese Vorschädigung ist im weit von der Risspitze entfernten Bereich der Probe erkennbar. Dennoch ist die Rissregion deutlich zu erkennen.

6.4 Bestimmung der Restlebensdauer

Bei der gesamten Erstellung des Vorhersagediagramms für den Stahl A4T wurde lediglich eine ausgeheilte Probe nach Geometrie Nr. 5 verwendet. Die Wechselbelastung der Probe erfolgte ebenfalls dehnungskontrolliert bei einer Frequenz von 10 Hz und einer maximalen Kraft von 300 N an der unter Abschnitt 3.3 beschriebenen Anordnung. Zur Bestimmung des Ermüdungszustandes wurde die Probe zwischenzeitlich an der WVA ausgebaut und in der BPM (Abschnitt 3.4) der S-Parameter bestimmt. Der Bereich des maximal belasteten Volumens wurde mit einem Strahldurchmesser von $25 \pm 5 \mu\text{m}$ abgerastert. Abbildung 6.10 zeigt zwei solcher Messungen des relativen S-Parameters an der Bohrung nach 1.000 und 30.000 Lastwechseln. Die Bohrungskante liegt bei $x = 0$.

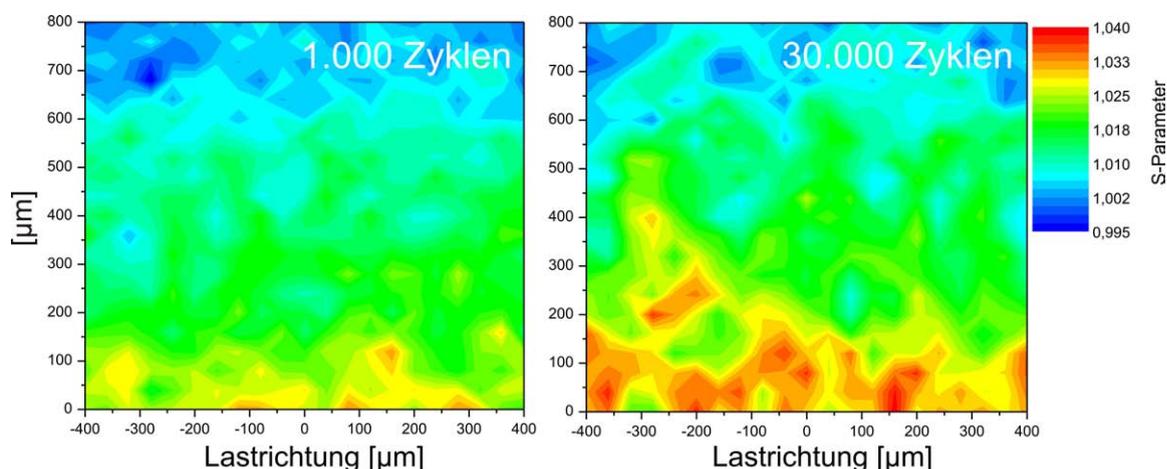


Abbildung 6.10: Falschfarbendarstellung des S-Parameters an der Bohrung für eine Probe des Stahls A4T nach 1.000 und 30.000 Lastwechseln. Der Bereich maximaler Schädigung ist deutlich zu erkennen. Aus derartigen Flächenscans wird der S-Parameter bei der entsprechenden Lastwechselzahl zur Vorhersage der Restlebensdauer bestimmt und in das Diagramm 6.11 eingetragen.

Trägt man den aus diesen Flächenscans erhaltenen maximalen S-Parameter für die verschiedenen Ermüdungszustände halblogarithmisch gegen die Lastwechselzahl auf, ergibt sich Diagramm 6.11, aus dem der Bruch bei $N_{fV} = 21 \cdot 10^6$ vorhergesagt wird. Alle zur Vorhersage herangezogenen Ermüdungszustände stammen von einer Probe und liegen unterhalb von 0,5 % von N_{fV} .

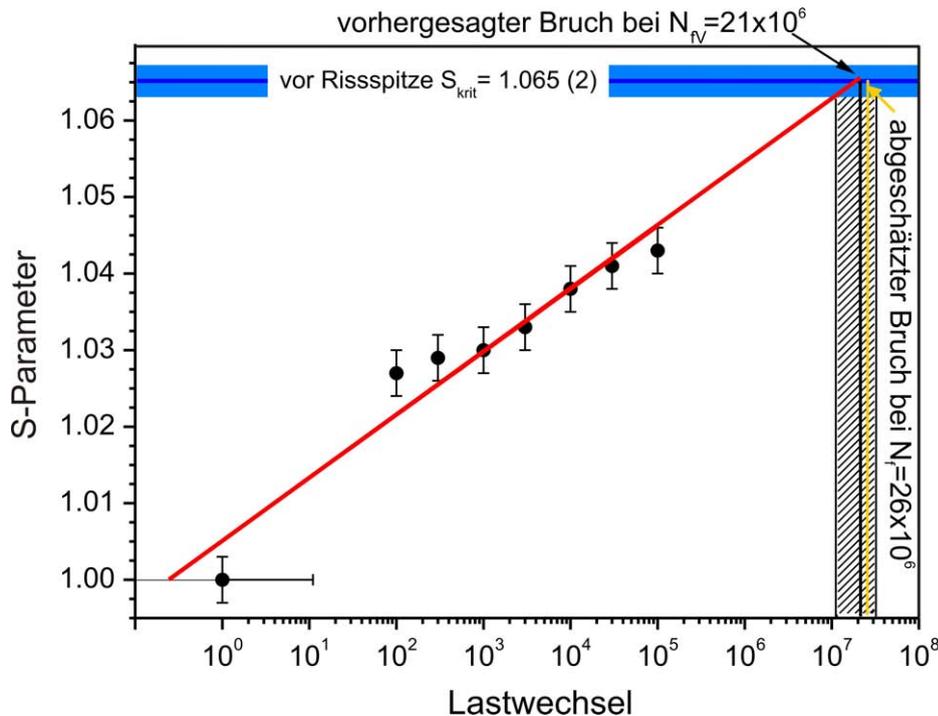


Abbildung 6.11: Schadensvorhersage für den ICE Achsstahl A4T. Die Daten wurden durch Flächenscans lediglich einer Probe aus den Anfangsstadien der Ermüdung unterhalb von 0.5 % von N_{fV} gewonnen. Die dauerhaft beanspruchte Referenzprobe zur Überprüfung der Vorhersage zeigt nach $26 \cdot 10^6$ Lastwechseln (gelbe Linie) keinen makroskopischen Anriss jedoch erhebliche Ermüdungserscheinungen (siehe Lichtmikroskopaufnahme 6.12).

Um die Vorhersage der Restlebensdauer nach Diagramm 6.11 zu verifizieren, wurde eine Vergleichsprobe, die zuvor auf den ausgeheilten Ausgangszustand gebracht wurde, der Wechselbelastung unter gleichen Bedingungen unterzogen. Im Unterschied zu der für die Erzeugung eines Ermüdungsrisses benutzten CT-Geometrie begünstigen die Spannungsverhältnisse von Geometrie Nr. 5 (Abbildung 6.1) keine definierte Rissbildung. Die Einspannung der Probe erfolgt über zwei Stahlstifte, die durch die entsprechenden Halterungsbohrungen der Probe geführt werden. Die Verbindungslinie dieser Bohrungsmittelpunkte liegt tangential zur Bohrungskante an der die stärkste Beanspruchung des Materials auftritt. Dadurch werden die Spannungsverhältnisse für die Bildung eines Ermüdungsrisses im Vergleich zur CT-Geometrie deutlich verschlechtert. Bei einer Wechselbelastung mit einer Frequenz von 10 Hz entspricht die vorhergesagte Lastwechselzahl von $N_{fV} = 21 \cdot 10^6$ einer Zeit von etwa 24 Tagen und 8 Stunden. Die WVA nach Anordnung 3.3 ist für derartige Langzeitversuche nicht konzipiert und über einen solchen Zeitraum nur begrenzt stabil einstellbar. Dies führt zu Schwankungen der bei der Wechselbelastung anliegenden Spannung. Diese Bedingungen erschweren die Identifizierung und klare Abgrenzung des Bruchzustandes der Probe erheblich. Hinzu kommt, dass der Zustand der Probe nicht in-situ mit ausreichender Vergrößerung beobachtbar ist und deswegen eine obere Grenzlastwechselzahl von $26 \cdot 10^6$ festgelegt wurde, bei der die Probe aus der WVA ausgebaut wurde. Bei dieser Lastwechselzahl zeigte die Probe erhebliche Ermüdungserscheinungen in Form von Mikrorissen innerhalb einer von Gleitlinien gekennzeichneten plastischen Zone am Rand der Bohrung jedoch keinen makroskopischen Anriss der Probenoberfläche (Abbildung 6.12).

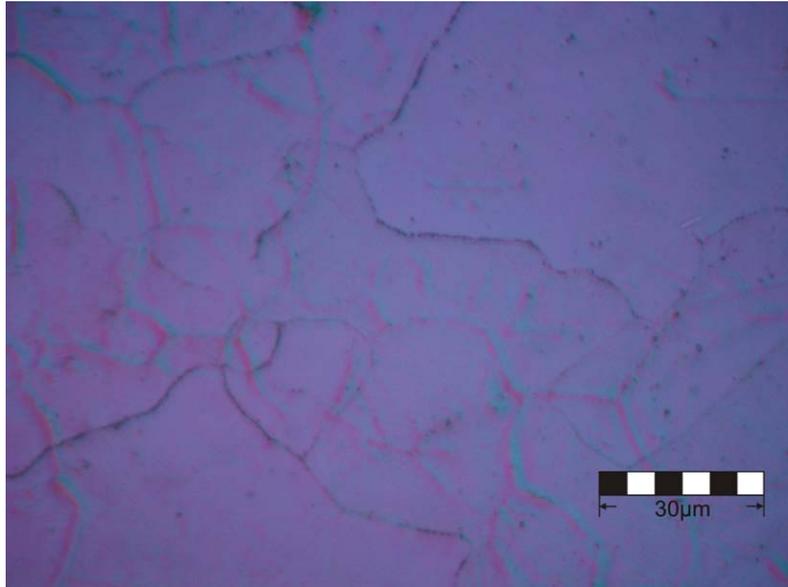


Abbildung 6.12: Lichtmikroskopische Aufnahme im Differenzkontrast der mit $26 \cdot 10^6$ Lastwechseln belasteten Probe. Die Mikrorissstrukturen (schwarze Linien) sind deutlich von den Korngrenzen zu unterscheiden.

Nach dem Bericht der Bundesanstalt für Materialforschung und Prüfung [BAM08] haben höchstwahrscheinlich unzulässige Fremdeinschlüsse in einem Teil der Radsatzwelle des ICE 3 zum Bruch der Welle geführt. Diese Fremdeinschlüsse wirken sich fatal auf die Stabilität des Bauteils aus und können zum frühzeitigen Versagen führen.

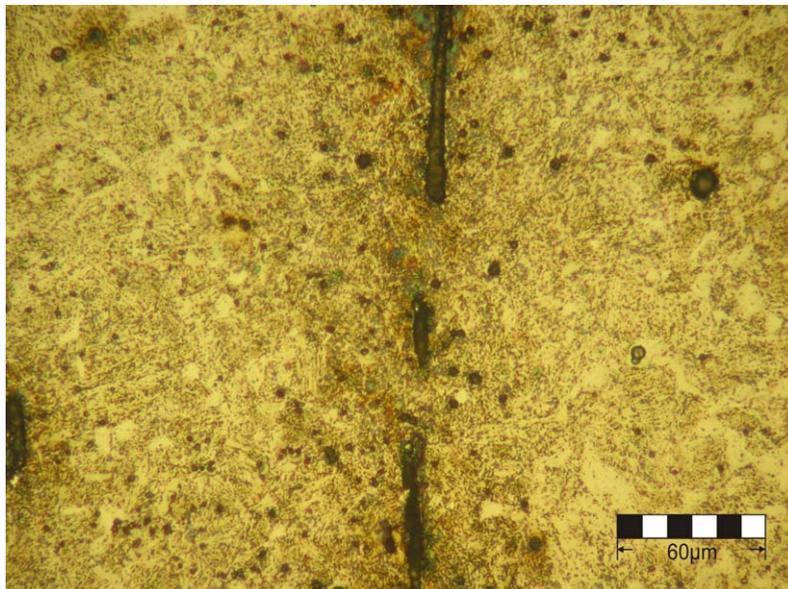


Abbildung 6.13: Lichtmikroskopaufnahme der chemisch polierten, nicht ausgeheilten CT-Probe des Stahls A4T. Die gesamte Probenoberfläche ist von derartigen Einschlüssen durchzogen.

Die Lichtmikroskopaufnahme (Abbildung 6.13) der nicht ausgeheilten und geätzten CT-Probe des Stahls A4T zeigt ebenfalls Einschlüsse an der Oberfläche. Es ist davon auszugehen, dass das gesamte untersuchte Probenmaterial von derartigen Einschlüssen

durchzogen ist.

Für die Wechselverformungsproben nach Geometrie (5) in Abbildung 6.1 bedeutet dies, dass der Bereich maximaler Spannung nicht mehr auf die Bohrungskante begrenzt ist, da durch die vorhandenen Einschlüsse die geometrischen Verhältnisse so verzerrt werden, dass es an den Rändern dieser Einschlüsse zu lokalen Spannungsmaxima während der Beanspruchung kommt. Dies hat zur Folge, dass sich an den Rändern dieser Einschlüsse Risskeime ausbilden, an denen im weiteren Verlauf der Beanspruchung Mikrorisse entstehen. Das Schadensbild der Wechselbelastungsprobe nach Abbildung 6.12 ist demnach auf die nicht-metallischen Fremdeinschlüsse zurück zu führen.

Das erstmalige Auftreten von Mikrorissen, lässt sich aufgrund der experimentellen Gegebenheiten lediglich abschätzen. Da die Mikrorisse bei $26 \cdot 10^6$ Lastwechseln bereits großflächig im Bereich der Bohrungskante sichtbar sind, wird der Zeitpunkt des ersten Auftretens von Mikrorissen auf ca. $N_{Mr} = 23 \pm 3 \cdot 10^6$ abgeschätzt. Die große Zahl der im Probenvolumen vorhandenen Mikrorisse hat zur Folge, dass die Materialintegrität nicht mehr gegeben ist und lässt sich daher mit dem Versagen des Materials identifizieren.

Die vorgestellten Messungen dokumentieren für alle untersuchten Materialien, dass der Ermüdungsbruch verschiedener metallischer Werkstoffe mit der vorgestellten Methode aus den Frühstadien der Ermüdung hervorragend abgeschätzt werden kann. Das Verfahren ist zerstörungsfrei und sensitiv auf geringste Änderungen der Defektkonzentration und bietet somit eine interessante Alternative zu den zeit- und kostenintensiven herkömmlichen WÖHLER-Verfahren.

7 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die plastische Verformung und die Ermüdung verschiedener metallischer Werkstoffe unter Zug- und Wechselbeanspruchung untersucht. Als Modellwerkstoffe dienten dabei die Aluminiumlegierungen AA2024, AA6013 und AA6082, sowie der Stahl C45E. Des Weiteren wurden Proben des industriell in den Radsatzwellen des ICE-T verbauten Stahls A4T untersucht, um die in dieser Arbeit entwickelte Methode zur Abschätzung der Restlebensdauer an einem aktuell eingesetzten Werkstoff, der höchsten Anforderungen unterliegt, zu testen.

Die Methode der Positronen-Annihilations-Spektroskopie ermöglicht es, geringste Änderungen der Defektkonzentration zerstörungsfrei zu messen und als Maß für den Ermüdungszustand eines Werkstücks heran zu ziehen. Das Positron dient dabei als hochsensitives Sondenteilchen, aus dessen Annihilationsstrahlung über den S-Parameter, der die Linienform der Annihilationsstrahlung beschreibt auf die Defektdichte des untersuchten Materials geschlossen werden kann. Die Anfangsstadien der Ermüdung können auf diese Weise präzise gemessen und zur Extrapolation des Bruchzeitpunktes herangezogen werden.

Alle in den Versuchen eingesetzte Proben wurden in der feinmechanischen Werkstatt des *Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik* (HISKP) hergestellt. Die verwendeten Probengeometrien entsprechen standardisierten, im ingenieurwissenschaftlichen Bereich häufig eingesetzten Probengeometrien, oder sind stark an diese angelehnt. Die Oberflächen der Proben wurden mechanisch poliert, um sie von Einkerbungen, Graten und Kratzern des Herstellungsprozesses zu befreien. Dies und eine an das jeweilige Material angepasste Temperaturbehandlung ermöglichten es, einen definierten Ausgangszustand geringer Defektkonzentration einzustellen. Erst ein solcher Ausgangszustand gewährleistet die Vergleichbarkeit der Ergebnisse.

Die Messung der Defektkonzentration im Verlauf eines einachsigen Zugversuchs erfolgte an einer eigens dafür konzipierten Zugprüfmaschine. Die für die Zugversuche verwendete geringe Dehnrage, ermöglichte es, den Empfindlichkeitsbereich der Positronen auf die plastische Deformation in-situ zu bestimmen. Die durchgeführten Experimente zeigen für einige Werkstoffe, dass der dynamisch von den Positronen erfasste Bereich größer ist als der im Spannungs-Dehnungs-Diagramm zugängliche Bereich und dass er von den Anfängen der plastischen Deformation bis zum Bruch der Probe reicht.

Die ersten Wechselverformungsexperimente wurden am *Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF*, Darmstadt an mittig aufgebohrten Flachzug-

proben des Stahls C45E durchgeführt. Mit Hilfe einer FEM Simulation, kann das maximal belastete Probenvolumen abgeschätzt werden. In diesem Teil der Probe ist auch unter Wechselbelastung die maximale Schädigung und somit der Bruch der Probe zu erwarten. Für die Wechselverformungsexperimente der Proben der Aluminiumlegierung AA6013 und des Stahls A4T wurden ähnliche Probengeometrien verwendet, die den besonderen Bedingungen der zur Verfügung stehenden Apparatur und des Materials angepasst wurden.

Der Bereich der maximal zu erwartenden Schädigung wurde an allen Proben der unterschiedlichen Werkstoffe orts aufgelöst mit dem Positronenstrahl ($\varnothing = 25 \mu\text{m}$) der Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) untersucht. Der aus der Annihilationsstrahlung ermittelte S-Parameter dient dabei als Maß für den Ermüdungszustand der Probe. Erreicht die Probe eine kritische Defektdichte, die mit dem entsprechenden S-Parameter S_{krit} korrespondiert, tritt der Bruch der Probe ein. Dieser kritische S-Parameter musste für jeden Werkstoff gesondert bestimmt werden, indem an *Compact-Tension*-Proben Ermüdungsrisse erzeugt und die Bereiche um die Rissspitze mit hoher Ortsauflösung vermessen wurden.

Die Vorhersage für die Proben des Stahls C45E erfolgte in einem Blindversuch ohne Vorkenntnis der tatsächlichen Zahl der Lastwechsel oder der an die Proben angelegten Last. Die Ergebnisse zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit der in einem WÖHLER-Versuch bestimmten Bruchlastwechselzahl.

Für die Vorhersage der Restlebensdauer bei der Aluminiumlegierung AA6013 wurden lediglich Proben verwendet, die unterhalb von 1 % der tatsächlichen Bruchlastwechselzahl lagen. Auch hier liegt die vorhergesagte Bruchlastwechselzahl in hervorragender Übereinstimmung mit dem tatsächlichen Bruch.

Die Untersuchung des Stahls A4T erfolgte mit einer einzelnen Probe, deren Ermüdungszustand intervallweise an der BPM gemessen wurde. Zur Vorhersage wurden in diesem Fall Frühstadien der Ermüdung verwendet, die 0.5 % der Bruchlastwechselzahl entsprechen. Über den empirisch gefundenen linearen Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und dem Logarithmus der Lastwechselzahl $\log(N)$ konnte auf diese Weise die Restlebensdauer unter zyklischer Wechselbeanspruchung bei den Werkstoffen C45E, AA6013 und A4T zuverlässig vorhergesagt werden.

Die in dieser Arbeit vorgestellte Methode zur Vorhersage der Restlebensdauer stellt damit eine zukunftsweisende Alternative zu den an das WÖHLER-Verfahren angelehnten Methoden dar. Durch sie kann mit vergleichbarer Genauigkeit eine erhebliche Reduzierung von Zeit und Kosten erreicht werden.

Literaturverzeichnis

- [ASM91a] ASM Handbook Volume 2: *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials* (1991)
- [ASM91b] ASM Handbook Volume 4: *Heat Treating* (1991)
- [Aso02] P. Asoka-Kumar, J.H. Hartley, R.H. Howell, P.A. Sterne, D. Akers, V. Shah, A. Denison, *Direct observation of carbon-decorated defects in fatigued type 304 stainless steel using positron annihilation spectroscopy*, Acta Mater. 50 (2002) 1761
- [BAM08] Klinger, Bettge, Häcker, *Schadensanalyse Radsatzwelle ICE-3*, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
- [Bau86] J. Bauschinger, *Mitteilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der königlichen Hochschule in München*, 13 (1886) 1
- [Bel83] E.M. Belotti et al., *A New Experimental Limit on Electron Stability*, Phys. Lett. B, 124 (1983) 435
- [Ben02] K. Bennewitz, *Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Ben02a] K. Bennewitz, M. Haaks, T. Staab, S. Eisenberg, Th. Lampe, K. Maier, *Positron Annihilation - a non destructive method for lifetime prediction in the field of dynamical material testing*, Z. f. Metallkd. 93 (2002) 778
- [Ber00] W. Bergmann, *Werkstofftechnik Teil 1: Grundlagen*, 3. Auflage, Hanser-Verlag (2000)
- [Ber70] M. Bertolaccini, A. Dupasquier, Phys. Rev. B, 1 (1972) 2896
- [Ber89] W. Bergmann, *Werkstofftechnik*, Band 1 und 2, Hanser (1989)
- [Ber97] C. Berger, K. Kloos, *Werkstoffprüfung*, in [Dub97], E24
- [Bra68] W. Brandt, H. Waung, P. Levy, *Proc. Int. Symp. Color Centers in Alkali Halides*, (1968) 48
- [Bra72] W. Brandt, R. Paulin, Phys. Rev. B, 5 (1972) 2430
- [Bro78] D. Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, Sijthoff & Noordhoff, (1978)

- [Bro82] D. Broek, *Elementary engineering fracture mechanics*, Kluwer Academic Publishers, Boston 1982
- [Coa67] D.G. Coates, *Kikuchi-like reflection patterns obtained with the scanning electron microscope*, Phil. Mag. 16 (1967) 1179
- [Con71] D. Connors, V. Crisp, R. West, J. Phys. F,; Met. Phys., 1 (1971) 355
- [Cot53] A.H. Cottrell, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, Oxford University Press (1953)
- [Dau74] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet, D. Seeger, Appl. Phys. 5 (1974) 117
- [Deb49] S. DeBenedetti, C. Cowan, W. Konneker, Phys. Rev., 76 (1949) 440
- [Dek64] I. Dekthyar, D. Levina, V. Mikhalenkov, Soviet Phys. Dokl., 9 (1964) 492
- [DIN00] DIN Norm 50150, *Umwertung von Härtewerten*, Beuth Verlag (2000)
- [Dry03] J. Dryzek, E. Dryzek, *Application of positron annihilation studies of the sub-surface zones beneath the surface exposed to normal loading*, Tribol. Lett. 15 (2003) 309
- [Dub97] H. Dubbel, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, Springer (1997)
- [Dug60] D. Dugdale, Jour. Mech. Phys. Soc. A, 8 (1960) 100
- [Dup04] A. Dupasquier, *Studies of Light Alloys by Positron Annihilation Techniques*, Acta Mat. 52 (2004) 4707
- [Eic07] P. Eich, M. Haaks, R. Sindelar, K. Maier, *Spatially Resolved Defect Studies on Fatigued Carbon Steel*, phys. stat. sol. (c)4(2007)3465
- [EN083] EN Norm 10083-1, *Vergütungsstähle - technische Lieferbedingungen für Edelmetalle*, Beuth (1996)
- [Fra74] W. Frank, A. Seeger Appl. Phys. 3 (1974) 66
- [FrR50] F.C. Frank, W.T. Read, *Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations*, Phys. Rev 79 (1950) 722
- [Fuk96] C. Fukuoka, Y.G. Nakagawa, *Microstructural evaluation of cumulative fatigue damage below the fatigue limit*, Scr. Mater. 34 (1996) 1497
- [Gas54] E. Gafner, *Betriebsfestigkeit, eine Bemessungsgrundlage für Konstruktionsteile mit statistisch wechselnden Betriebsbeanspruchungen*, Konstruktion 6 (1954) 97
- [Gol65] V.I. Gol'danskii, E.P. Prokop'ev, *Annihilation of positrons in alkali halide crystals*, Sov. Phys. Solid State 6 (1965) 2641
- [Got98] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer (1998)

- [Gre97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, J. Bihl, B. Huber, *Appl. Phys. Lett.*, 15 (1997) 2115
- [Gro69] J.C. Grosskreutz, W.E. Millett, *The effect of cyclic deformation on positron lifetimes in copper and aluminum*, *Phys. Lett. A* 28 (1969) 621
- [Haa03] M. Haaks, Dissertation, *Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln*, Universität Bonn (2003)
- [Haa06a] M. Haaks, T.E.M. Staab, K. Maier, *Analyzing the High-momentum Part of Positron Annihilation Doppler Spectra with a Single Germanium Detector*, *Nucl. Instr. Meth. A* 569 (2006) 829
- [Haa06b] M. Haaks, I. Müller, A. Schöps, H. Franz, *Spatially Resolved Deformation Studies on Carbon Steel employing X-rays and Positron Annihilation*, *phys. stat. sol. (a)* 203 (2006) R31
- [Haa06c] M. Haaks, persönliche Mitteilung (2006)
- [Haa74] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1974)
- [Hai79] E. Haibach, *The influence of cyclic material properties on fatigue life prediction by amplitude transformation*, *Int. J. Fatigue* 1 (1979) 7
- [Häk89] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1989) 809
- [Häk90] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1990) 12441
- [HaM06] M. Haaks, K. Maier, *Predicting the Lifetime of steels*, in: S. Albeverio, V. Jentsch, H. Kantz (eds.), *Extreme Events in Nature and Society*, Springer, Berlin (2006) pp. 211
- [Hau79] P. Hautojärvi, *Positrons in Solids, Topics in Current Physics, Vol. 12*, Springer-Verlag, Berlin (1979)
- [HB84] D. Hull und D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, Pergamon Press, 3. Auflage (1984)
- [Hid88] C. Hidalgo, S. Linderoth, *Dislocations in Cd studied by positron annihilation spectroscopy*, *J. Phys F* 18 (1988) L263
- [Hol04] U. Holzwarth, P. Schaaff, *Nondestructive monitoring of fatigue damage evolution in austenitic stainless steel by positron-lifetime measurements*, *Phys. Rev. B* 69 (2004) 094110
- [Hol07] U. Holzwarth, P. Schaaff, *On the non-destructive detection of fatigue damage in industrial aluminium alloys by positron annihilation*, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 5620
- [Hor01] E. Hornbogen, *Hundred years of precipitation hardening*, *Journal of light metals*, Vol. 1 (issue 2) 2001

- [Hue08] S.-M. Hühne, *Einzelfehlstellennachweis mit einem Positronen-Mikrostrahl*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2008)
- [Hul68] D. Hull, *Introduction to dislocations*, Pergamon Press, Oxford, UK (1968)
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to Dislocations, 3rd ed.*, Butterworth & Heinemann (1984)
- [Irw58] G. Irwin, *Fracture*, in: *Handbuch der Physik Vol. 6*, Springer (1958)
- [Joh92] V. John, *Introduction to Engineering Materials, 3rd ed.*, MacMillan Press (1992)
- [Joh05] P. Johannesson, T. Svensson, J. de Maré, *Fatigue life prediction based on variable amplitude tests-methodology*, Int. J. Fatigue 27 (2005) 954
- [Kle90] I. Kleber, H. Bautsch, J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag Technik (1990)
- [Klo07] B. Klobes, *Untersuchung zu Frühstadien der Ausscheidungsbildung in AlMgSi-Legierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2007)
- [Kra99] R. Krause-Rehberg, H. Leipner, *Positron Annihilation in Semiconductors*, Springer-Verlag, Berlin (1999)
- [Kri96] Michail Krivoglaz, *X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals*, Springer-Verlag 1996
- [LB91] Landoldt-Börnstein, New Series, ed.: P. Ehrhart, P. Jung, H. Schultz, H. Ullmaier, *Atomic Defects in Metals III/25* (1991)
- [Lis94] L. Liskay, C. Corbel, L. Baroux, P. Hautojärvi, A. Declémy, M. Bayhan, A.W. Brinkmann, S. Tatarenko, *Appl. Phys. Lett.*, 64 11 (1994) 1380
- [Liu97] A. Liu, *Summary of Stress-Intensity Factors*, in: N.D. DiMatteo, S.R. Lampman (eds.) *ASM Handbook Vol. 19, Fracture and Fatigue*, 1997, pp981
- [Loe08] T. Löwenhoff, *Mechanische Relaxation der plastischen Zone vor Rissspitzen in technischen Al-Legierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2008)
- [Lyn89] K.G. Lynn, E. Gramsch, S.G. Usmar, P. Sferlazzo, *Development of a cone-geometry positron moderator*, Appl. Phys. Lett. 55 (1989) 87
- [Mac67] I. MacDonald, P. Kaufmann, B. McKee, *Phys. Rev. Lett.*, 19 (1967) 946
- [Mak61] A. Makhov, *The penetration of electrons into solids*, Sov. Phys. sol. State. , 2 (1961) 1934
- [Min45] M.A. Miner, *Cumulative damage in fatigue*, J. Appl. Mech. 12 (1945) 159
- [McK67] J.K. MacKenzie, T.L. Khoo, A.B. McDonald und B.T.A. McKee, *Phys. Rev. Lett.*, 19 (1967) 946

- [Mue06] I. Müller, *Vergleich orts aufgelöster zerstörungsfreier Methoden zur Plastizitätsuntersuchung*, Dissertation, Universität Bonn (2006)
- [Nab52] F.R.N. Nabarro, *Adv. Phys.* 1: 284 (1952)
- [Nie80] R.M. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev. B*, 22 (1980) 2226
- [Oro48] E. Orowan, *Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys*, Institute of Metals, London (1948) 451
- [Ost07] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, Springer (2007)
- [Pal24] A. Palmgren, *Die Lebensdauer von Kugellagern*, *Z. Ver. dt. Ing. (VDI)* 68 (1924) 339
- [Pan09] B. Pan, A. Asundi, H. Xie, J. Gao, *Digital image correlation using iterative least squares and point wise least squares for displacement field and strain field measurements*, *Opt. Laser Eng.* 47 (2009) 865
- [Par64] P. Paris, *Proc. 10th Sagamore Arm. Mat. Res. Conf.*, Syracuse Uni. Press (1964) 107
- [Per70] A. Perkins, J. Carbotte, *Phys. Rev. B*, 1 (1970) 101
- [Pet96] K. Petersen, I.A. Repin and G. Trumpy, *Positron lifetime analysis of dislocations arising from tensile strain*, *J. Phys. Condens Matter* 8 (1996) 2815
- [Pus94] M. Puska, R. Nieminen, *Rev. Mod. Phys.*, 66 (1994) 841
- [Rit59] R. Ritchi, *Phys. Rev.*, 114 (1959) 644
- [Sch81] H. Schäfer, *Habilitation Universität Stuttgart* (1981)
- [Sch87] H. Schäfer, *phys. stat. sol. A*, 102 (1987) 47
- [ScL88] P.J. Schultz, K.G. Lynn, *Interaction of positron beams with surfaces, thin films and interfaces*, *Rev. Mod. Phys.* 60 (1988) 701
- [See74] A. Seeger, *The Study of Defects in Crystals by Positron Annihilation*, *Appl. Phys.* 4 (1974) 183
- [Sme80] L.C. Smedskjaer, M. Manninen, M.J. Fluss, *An alternative interpretation of positron annihilation in dislocations*, *J. Phys. F* 10 (1980) 2237
- [Sme83] L.C. Smedskjaer, M.J. Fluss, *Experimental Methods of Positron Annihilation for the Study of Defects in Metals*, in J.N. Mundy et al. (eds), *Methods of Experimental Physics*, Vol. 21, Academic Press, New York - London (1983)
- [Ton97] M. Tongbhoyai, *Positronenquellen-Moderator-Kombination mit hohem Richtstrahlwert* Dissertation, Universität Bonn (1997)
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, *Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur*, Carl Hanser Verlag (1989)

- [War90] B.E. Warren, *X-Ray Diffraction*, Band 7, Dover Publ. 1990
- [Wes73] R. West, *Adv. Phys.*, 22 (1973)263
- [Wid99] T. Wider, Dissertation, *Der Einfluß von Versetzungen auf die Positronenstrahlung*, Universität Bonn (1999)
- [Wir08] M. Wirtz, *Untersuchung von Plastizität und Ermüdung technischer Aluminiumlegierungen mit Positronen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2008)
- [Wöh58] A. Wöhler, *Bericht über die Versuche, welche auf der Königlich-Niederschlesischen-Märkischen Eisenbahn mit Apparaturen zum Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt*, *Zeitschrift für Bauwesen*, 8 (1858) 642
- [Woo58] W. Wood, *ASTM STP*, 237 (1958) 110
- [Wu04] Y.C. Wu, X.H. Zhang, Y.C. Jean, R. Suzuki, T. Ohdaira, *Positron Annihilation Study on Hydrogen-Induced Defects in AISI 304 Stainless Steel*, *Mater. Sci. Forum* 445-446 (2004) 213
- [Zam02] C. Zamponi, *Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al- Legierungen und GaAs-Wafern*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Zen00] H. Zenner, A. Simbürger, J. Liu, *On the fatigue limit of ductile metals under complex multiaxial loading*, *Int. J. Fatigue* 22 (2000) 137