

**Vergleich orts aufgelöster  
zerstörungsfreier Methoden zur  
Plastizitätsuntersuchung**

**Dissertation**

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

vorgelegt von

Ingo Müller

aus

Bonn

Bonn 2006



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

1.Referent: Prof. Dr. K. Maier  
2.Referent: Prof. Dr. P. Herzog

Tag der Promotion: 11.09.2006

Diese Dissertation ist auf dem Hochschulschriftenserver der ULB Bonn

[http://hss.ulb.uni-bonn.de/diss\\_online](http://hss.ulb.uni-bonn.de/diss_online) elektronisch publiziert

Erscheinungsjahr 2006



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Defekte in Metallen . . . . .	3
2.1.1	Punktdefekte . . . . .	3
2.1.2	Versetzungen . . . . .	3
2.2	Mechanische Deformation . . . . .	5
2.2.1	Zugversuch . . . . .	5
2.2.2	Wechselverformung . . . . .	7
2.3	Schadensvorhersage . . . . .	8
2.4	Positronenspektroskopie . . . . .	10
2.4.1	Positronenquellen . . . . .	10
2.4.2	Eindringtiefe . . . . .	10
2.4.3	Thermalisierung . . . . .	11
2.4.4	Diffusion im Festkörper . . . . .	11
2.4.5	Einfang in Defekten . . . . .	11
2.4.6	Zerstrahlung mit einem Elektron . . . . .	12
2.4.7	Observablen . . . . .	13
2.5	Röntgendiffraktometrie . . . . .	16
2.5.1	Messmethode . . . . .	16
2.5.2	Kalibrierung . . . . .	18
2.5.3	Messgrößen . . . . .	19
<b>3</b>	<b>Die Bonner Positronenmikrosonde</b>	<b>23</b>
3.1	Der Grundaufbau der BPM . . . . .	23
3.2	Positronenquelle und Moderator . . . . .	23
3.3	Die Elektronenkanone . . . . .	24
3.4	Die Strahljustiersysteme . . . . .	25
3.5	Positronendetektoren . . . . .	26
3.6	Die Probenkammer . . . . .	27
3.7	Die Steuerung der BPM . . . . .	27

<b>4</b>	<b>Datenauswertung</b>	<b>31</b>
4.1	Auswertung der Positronendaten . . . . .	31
4.2	Auswertung der Röntgendaten . . . . .	31
4.2.1	Datenauswertung . . . . .	31
4.2.2	Ausgabewerte . . . . .	33
<b>5</b>	<b>Die Messungen</b>	<b>37</b>
5.1	Probenmaterial . . . . .	37
5.2	Die Biegeproben . . . . .	38
5.2.1	Positronenmessungen . . . . .	39
5.2.2	Röntgenmessungen . . . . .	43
5.2.3	Finite-Elemente-Methode . . . . .	59
5.3	Die taillierte Flachprobe . . . . .	60
5.3.1	Positronenmessungen . . . . .	61
5.3.2	Röntgenmessungen . . . . .	65
<b>6</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>77</b>
6.1	Die Biegeproben . . . . .	77
6.2	Die taillierten Flachproben . . . . .	85
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>95</b>
<b>A</b>	<b>Zählratenbilder der Justiersysteme</b>	<b>101</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Im Rahmen dieser Arbeit sollen zwei bewährte zerstörungsfreie Messmethoden der Materialphysik, die Positronenspektroskopie und die Röntgenbeugung, miteinander verglichen werden, um zu prüfen ob beide Verfahren bei ausgewählten Proben zu gleichwertigen Ergebnissen führen. Dies soll an Hand von zwei verschiedenen Versuchstypen, an plastisch deformierten Biegeproben und an zyklisch belasteten Flachproben, durchgeführt werden. Alle Proben sind aus dem ferritischen Stahl C45E hergestellt, der im Maschinen- und Fahrzeugbau als härtpbarer Universalstahl eingesetzt wird.

Bei der Positronenspektroskopie soll dabei der S-Parameter als Maß für die Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks und somit als Maß für die Fehlstellendichte im Material ermittelt werden. Auf Grund der hohen Beweglichkeit des Positrons ist der S-Parameter sehr sensitiv für Gitterdefekte und kann dadurch leerstellenartige Defekte schon bei Defektkonzentrationen unter  $10^{-6}$  Defekte pro Atom nachweisen [Dek64][Wes73].

Im Bereich der Röntgenbeugung ist die Halbwertsbreite der Röntgenreflexe ein Maß für die Schädigung im Material, da es durch Versetzungen im Gitter lokal zu einer Änderung der Netzebenenabstände kommt und damit im statistischen Mittel zu einer Verbreiterung der Röntgenreflexe [Kri96][War90].

Durch die fortschreitende Entwicklung im Bereich von Synchrotronquellen kann man inzwischen, an einigen wenigen Synchrotronstrahlplätzen auf der Welt, millimeterdicke Proben in Transmission mit Strahldurchmessern im  $\mu m$ -Bereich durchstrahlen [Böh03]. Die in dieser Arbeit vorgestellten Beugungsexperimente wurden am Hochenergie-Strahlplatz an PETRA II im DESY durchgeführt.

Seit einigen Jahren ist die Entwicklung so weit fortgeschritten, dass mit beiden Methoden ortsaufgelöste Messungen im  $\mu m$ -Bereich möglich sind. Jedoch ist es bislang weltweit nur an der Bonner Positronenmikrosonde möglich, ortsaufgelöste Dopplermessungen im  $\mu m$ -Bereich durchzuführen [Gre97].

Diese ortsaufgelösten Messmethoden ermöglichen es, den räumlichen Verlauf der Schädigung ohne Zerstörung der Proben zu messen und erlauben somit einen Vergleich der Verfahren an ein und derselben Probe.

In einem ersten Schritt sollen beide Verfahren an plastisch deformierten Proben

durchgeführt und die Ergebnisse verglichen werden. Als Probengeometrie wurde ein Flachstab mit rechteckigem Querschnitt gewählt, der nach dem Drei-Punkt-Biegeverfahren verformt wird.

Es handelt sich dabei um einen einfachen und bereits ausgiebig erforschten plastischen Verformungsversuch dessen Schädigungsverlauf entlang der kurzen Probenachse eine gute Vergleichsmöglichkeit der beiden Verfahren erlaubt [Dad00].

Die Schwingfestigkeit eines Bauteils ist für die Konstruktion von zyklisch belasteten Bauteilen sehr wichtig. Bereits 1858 hat August Wöhler Versuche an Eisenbahnachsen durchgeführt, um das Verhalten dieser bei dynamischer Beanspruchung zu untersuchen [Wöh58].

Auf Grund dessen soll in einem zweiten Schritt die Schädigung an zyklisch belasteten Proben untersucht werden.

Die Positronenspektroskopie ermöglicht es, diese Wöhler-Versuche durch eine zerstörungsfreie und zeitsparende Untersuchungsmethode zu ersetzen [Ben02b][Haa05a].

Im Jahre 2002 wies Dr. Karsten Bennewitz im Rahmen seiner Promotion den linearen Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und dem Logarithmus der Lastspielzahl bei Umlaufbiegeproben aus austenitischem Stahl nach [Ben02a].

Um dies auf den Werkstoff C45E zu erweitern, wurde eine taillierte Flachprobe als Probenform entwickelt, die durch ihre Form einen berechenbaren kontinuierlichen Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse bietet. Die ortsaufgelöste Positronenspektroskopie soll die Lastzyklenabhängige und räumliche Entstehung der Schädigung im Material messen und die Vorhersage des Bruches bereits nach einer geringen Zyklenzahl ermöglichen.

In einem abschließenden Schritt sollen die an diesen Proben durchgeführten S-Parametermessungen mit den Ergebnissen der Röntgenbeugungsexperimente verglichen werden.



# Kapitel 2

## Theoretische Grundlagen

### 2.1 Defekte in Metallen

Jeder reale Festkörper ist immer mit Fehlern behaftet. Diese Defekte bestimmen maßgeblich seine makroskopischen Eigenschaften, wie z. B. Zugfestigkeit, Rißfortschritt, Streckgrenzen o.ä.. Die verschiedenen Defekttypen lassen sich anhand ihrer Dimensionalität klassifizieren.

#### 2.1.1 Punktdefekte

Zu den Punktdefekten im Festkörper zählen Einfachleerstellen, Zwischengitteratome sowie Fremdatome auf Gitterplätzen oder im Zwischengitter. Einfachleerstellen und Zwischengitteratome außerhalb des thermischen Gleichgewichts entstehen bei Verformung und Teilchenbestrahlung des Festkörpers oder durch Abschrecken aus einem thermisch aktivierten Zustand. Die Konzentration der Einfachleerstellen ist temperaturabhängig und folgt einer BOLTZMANN-Verteilung

$$C_{1V}(T) = e^{\frac{-H_{1V}^F}{k_b T}} e^{\frac{S_{1V}^F}{k_b}} \quad (2.1)$$

wobei  $H_{1V}^F$  die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie und  $S_{1V}^F$  die Entropie ist. Die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie  $H_{1V}^F$  ist für verschieden Metalle aus Positronen-Annihilationsmessungen bekannt, während die Entropie  $S_{1V}^F$  aus theoretischen Überlegungen errechnet wird. Für  $\alpha$ -Eisen liegt der Wert der Leerstellen-Bildungs-Enthalpie bei  $\approx 1,6eV$ . Werte für die Entropie liegen zwischen  $0,6k_B$  und  $1,5k_B$ .

#### 2.1.2 Versetzungen

Eindimensionale Defekte im Festkörper nennt man Versetzungen. Eine Versetzungslinie wird durch den Linienvektor  $\vec{v}$  und den BURGERS-Vektor  $\vec{b}$  beschrieben. Steht der BURGERS-Vektor  $\vec{b}$  senkrecht auf der Versetzungslinie  $\vec{v}$ , handelt es sich um eine reine Stufenversetzung; sind beide parallel, so nennt man dies eine Schraubenversetzung.

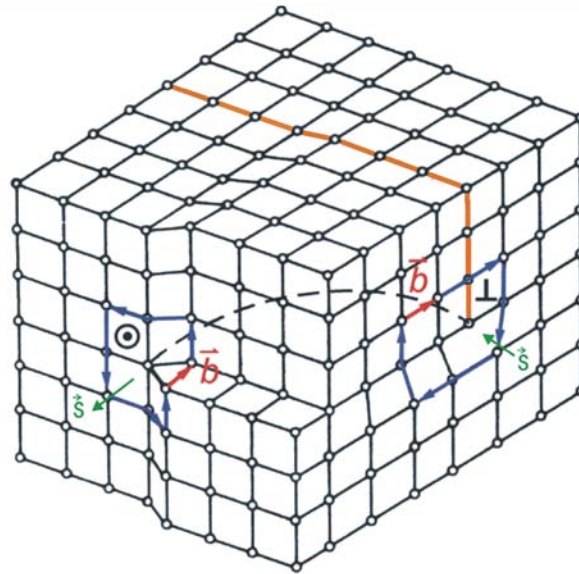


Abbildung 2.1: Eine gekrümmte Versetzungslinie (nach [Joh92]) bestehend aus einer Stufenversetzung ( $\vec{b}$  orthogonal zu  $\vec{v}$ ) und einer Schraubenversetzung ( $\vec{b}$  parallel zu  $\vec{v}$ ). Die eingeschobene Gitterebene der Stufenversetzung ist farblich gekennzeichnet.

Im realen Festkörper findet man hauptsächlich eine Kombination aus beiden Versetzungstypen. Dabei ist zu beachten, dass Versetzungen in ihrer Umgebung Spannungsfelder erzeugen, die zu einer Stauchung oder Dehnung der benachbarten Netzebenen führen. Diese Versetzungen können nicht im Festkörper enden, sondern müssen Ringe bilden oder an Grenzflächen wie z. B. der Oberfläche enden.

Wirkt von außen eine Kraft auf den Festkörper, so können sich die Versetzungen auf Gleitebenen durch das Gitter bewegen. Diese Bewegung führt makroskopisch zu einer plastischen Verformung des Körpers und zu Gleitlinien auf seiner Oberfläche. Bewegt sich eine Versetzung mit Hilfe von Kinken (s. Abb. 2.2) auf einer ihrer Gleitebenen durch den Kristall, so muss das so genannte Peierls-Potential überwunden werden [Haa84, S.254]. Die Bewegung von Versetzungen im Peierls-Potential wird Versetzungsgleiten genannt. Ist die anliegende Kraft groß genug, können sich die Versetzungen auch quer zur Gleitebene bewegen, wobei man zwei verschiedene Effekte unterscheidet, das Klettern und das Quergleiten [Haa84, S.241]. Beim Klettern wechseln Versetzungen die Gleitebene und erzeugen oder vernichten Punktdefekte (Leerstellen/Zwischengitteratome) an der Versetzungslinie.

Schraubenversetzungen wechseln hingegen durch Quergleiten die Gleitebene und erzeugen dabei Sprünge (Jogs) welche selbst nicht gleitfähig sind.

Versetzungen können sich gegenseitig am freien Gleiten innerhalb des Gitters hindern und so zu einer makroskopischen Verfestigung des Festkörpers führen [Haa84, S.264]. Bei größer werdender Deformation steigt die Zahl der Versetzungen durch Versetzungsmultiplikation stark an. Ursache hierfür sind z. B. die FRANK-REED-QUELLE

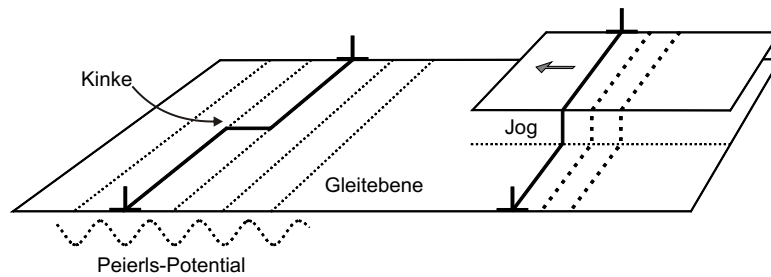


Abbildung 2.2: Bewegt sich eine Versetzung parallel zu einer Gleitebene entsteht eine Kinke (links), bewegt sie sich quer dazu ein Jog (rechts).

oder der OROWAN-Prozeß [Oro34].

Die Versetzungsdichte, die durch die Zahl der Versetzungen pro Einheitsfläche gegeben ist, ist damit ein Maß für die Schädigung eines Festkörpers. Sie hat die Dimension einer reziproken Fläche und reicht von  $10^2 \text{cm}^{-2}$  in reinen Si-Einkristallen bis zu  $> 10^{12} \text{cm}^{-2}$  in stark deformierten Metallen [Kop02].

Des weiteren gibt es noch höherdimensionale Gitterfehler wie Korngrenzen oder Leerstellencluster, auf die im Weiteren nicht eingegangen werden soll.

## 2.2 Mechanische Deformation

Verformt man ein Metall durch Anlegen einer äußeren mechanischen Spannung, so wird dieses erst elastisch verformt und anschließend bei größer werdender Kraft auch plastisch verformt. Diese plastische Verformung entsteht durch die Bewegung und Erzeugung von Versetzungen innerhalb des Kristalls. Wird die Bewegungsfreiheit dieser Versetzungen durch Korngrenzen, andere Versetzungen behindert, so führt dies zu einer Härtung des Materials. Dabei ist zu berücksichtigen, dass viele technisch wichtige Materialeigenschaften, wie Härte, Zugfestigkeit, Zerspanbarkeit, etc. vom plastischen Verformungszustand des Materials abhängen. Zur Charakterisierung dieser Eigenschaften gibt es verschiedene Prüfverfahren, wie z. B. den Zug- bzw. Druckversuch und die Wechselverformung, die physikalisch definierte Größen liefern. Ein Reihe anderer Prüfungsverfahren wie die Härteprüfung nach *VICKERS* oder *BRINELL* [Din00] sind ebenfalls für die technische Charakterisierung von entscheidender Bedeutung.

### 2.2.1 Zugversuch

Zur Ermittlung des Werkstoffverhaltens bei einachsiger gleichmäßiger Zugbeanspruchung bedient man sich des Zugversuchs. Dabei wird die Zugprobe einer langsam und stetig zunehmenden Verlängerung  $\Delta L$  unterworfen und die dazu erforderliche Spannung  $\sigma$  gemessen<sup>1</sup>. Den typischen Verlauf einer so erzeugten Spannungs-

<sup>1</sup> Äquivalent dazu kann die Spannung variiert und die Dehnung gemessen werden.

Dehnungskurve sieht man in Abb. 2.3. Im ersten Teil des Versuchs befindet sich die Probe noch im linearen Spannungs-Dehnungs-Verlauf (Hook'scher Bereich). Das Elastizitätsmodul  $E$  bestimmt dabei die Steigung der Geraden.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.2)$$

wobei  $\epsilon = \Delta L/L$  die Dehnung der Probe ist

Bei zunehmender Spannung verlässt man den linearen Bereich der Kurve und die Probe beginnt sich plastisch zu verformen. Bei vielen Materialien, wie auch bei dem in dieser Arbeit untersuchten C45E kommt es dabei zu einer Unstetigkeit im Diagramm (ausgeprägte Streckgrenze), die mit der so genannten *LÜDERS*-Dehnung  $\epsilon_L$  zusammen hängt. Bei Materialien mit ausgeprägter Streckgrenze sind die Gleitsysteme der Versetzungen durch Ausscheidungen oder Fremdatome blockiert, so dass es bei weiterem Ansteigen der Zugspannung zu einem ruckartigen Losreißen der Versetzungen von diesen Blockaden kommt. Dieses Verhalten führt zu einer oberen Streckgrenze  $\sigma_{SO}$ , bei der die Versetzungsbewegung beginnt und einer unteren Streckgrenze  $\sigma_{SU}$ , bei der die Versetzungsbewegung vollständig aktiviert ist (Abb. 2.3)[Haa84].

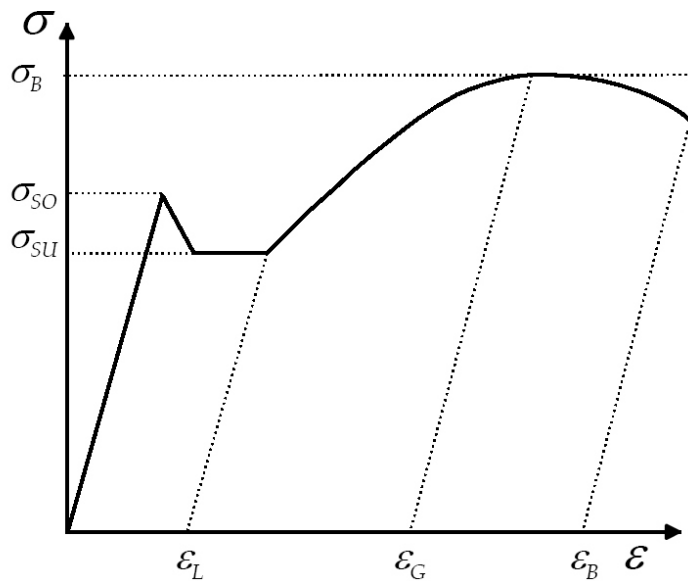


Abbildung 2.3: Typischer Verlauf einer Spannungs-Dehnungs-Kurve bei Metallen. Die Probe verlässt den Hook'schen Bereich bei der oberen Streckgrenze  $\sigma_{SO}$  und wird bei höherer Dehnung plastisch verformt [Haa03].

Materialien ohne ausgeprägte Streckgrenze enthalten eine Vielzahl frei beweglicher Versetzungen, so dass es nicht zu einem Losreißen der Versetzungen kommen muss, um eine plastische Verformung des Materials zu ermöglichen. Als Werkstoffkenngröße wird für diese Materialien die 0.2%-Dehngrenze  $\sigma_{0,2}$  angegeben, bei der die Probe nach Entlastung eine Längenänderung von 0.2% erfahren hat. Bei beiden Materialarten steigt danach im Laufe der Verformung die Spannung weiter an, jedoch

wird ihr Verlauf mit zunehmender Dehnung immer flacher (Verfestigung) und erreicht eine maximale Zugfestigkeit  $\sigma_B$  bei der Gleichmaßdehnung  $\epsilon_G$ . Anschließend fällt die technische Spannung mit weiterer Dehnung bis zum Bruch der Probe bei der Bruchdehnung  $\epsilon_B$  ab [Ber97][Joh92].

Bei der Ermittlung der anliegenden Spannung  $\sigma = F/A$  ist zu berücksichtigen, dass sich die Querschnittsfläche der Probe während des Zugversuchs durch Einschnüren verringern kann und sich somit die Fläche für die Berechnung der Spannung ändert. Man unterscheidet deshalb zwischen der technischen Spannung, bei der die Spannung aus der anliegenden Kraft und der Anfangsquerschnittsfläche der Probe berechnet wird und der wahren Spannung, bei der jeweils die reale aktuelle Querschnittsfläche zur Berechnung eingesetzt wird (Abb. 2.4). In der Literatur und im Ingenieurwesen ist meistens die technische Spannung angegeben, da sie mit weniger Arbeitsaufwand zu bestimmen ist.

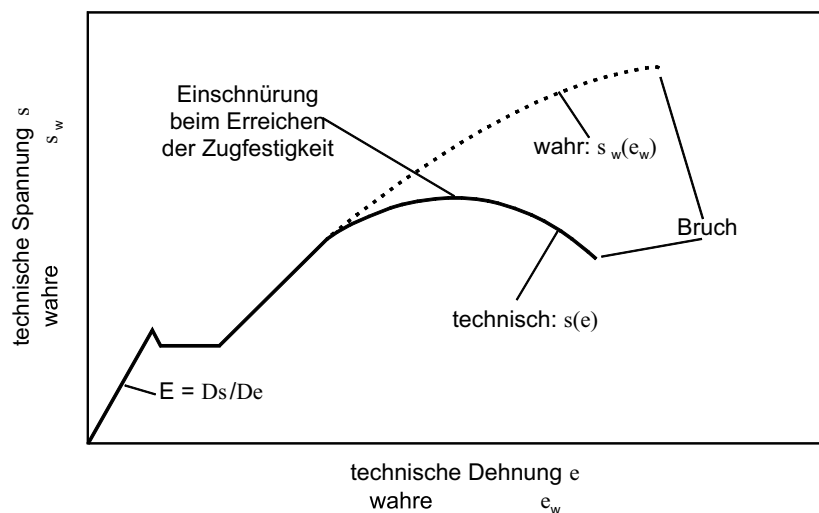


Abbildung 2.4: Bei der technischen Spannung wird die anfängliche Querschnittsfläche der Probe zur Berechnung genutzt. Für die wahre Spannung wird die jeweils aktuelle Querschnittsfläche herangezogen.

### 2.2.2 Wechselverformung

Um die Eigenschaften eines Materials auch für zyklische Belastungen bestimmen zu können, werden Wechselverformungsversuche durchgeführt. Dabei handelt es sich im Wesentlichen um symmetrische Zug-Druck-Versuche, bei der die Probe bei einer eingestellten Frequenz abwechselnd gestreckt und gestaucht wird (Abb. 2.5).

Wird bei diesem Versuch mit festgelegter maximaler Spannung  $\sigma_{max}$  belastet, so handelt es sich um eine spannungskontrollierte Wechselverformung. Wird hingegen die maximale Dehnung  $\epsilon$  konstant gehalten so nennt man dies dehnungskontrolliert.

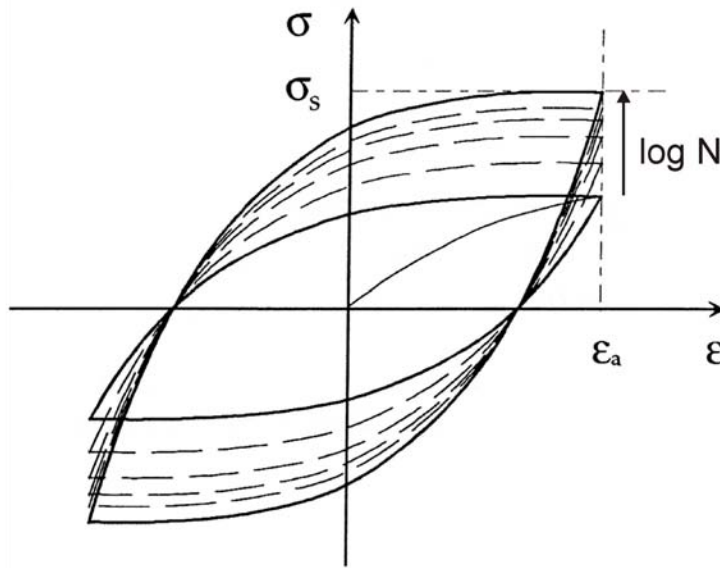


Abbildung 2.5: Bei einem dehnungskontrollierten Versuch steigt die Spannungsamplitude  $\sigma$  mit zunehmender Zyklenzahl  $N$  durch Verfestigung bis zu einem Sättigungswert  $\sigma_s$  an.

Trägt man die ermittelte Spannung und Dehnung eines dehnungskontrollierten Zug-Druck-Versuches in ein Diagramm ein, so erhält man eine typische Hysteresekurve bei der die maximale Spannung mit zunehmender Zyklenzahl steigt und später einen Sättigungszustand erreicht. Dieses Verhalten des Materials wird als zyklische Verfestigung bezeichnet. Gegen Ende der Lebensdauer der Probe erfolgt meist ein Absinken der maximalen Spannung  $\sigma_{max}$ . Diese Entfestigung geht der Bildung eines Ermüdungsrisses voraus.

Im Gegensatz zu nur unter Zug bzw. unter Druck verformten Proben, weisen wechselverformte Proben eine andere Versetzungsanordnung auf, da eine unter Zug entstandene Anordnung unter Umständen nach der Spannungsumkehr nicht mehr stabil ist.

Ab einer bestimmten Zyklenzahl bilden sich in der Probe scharf lokalisierte Bereiche hoher Versetzungsdichte. In diesen persistenten Gleitbändern ist das Material leichter verformbar als im umgebenden Festkörper. Die Durchstoßpunkte solcher Gleitbänder an der Oberfläche sind häufig Ausgangspunkt für Ermüdungsrisse [Joh92].

## 2.3 Schadensvorhersage

Um die Lebensdauer zyklisch beanspruchter Bauteile abschätzen zu können, werden so genannte Wöhler-Versuche durchgeführt. Diese Versuche wurden erstmals 1858 von August Wöhler an Bahnschienen und Bahnachsen durchgeführt und funktionie-

ren bis heute nach dem gleichen Prinzip.

Die zu untersuchende Probe wird dabei mit festgelegter Frequenz<sup>2</sup> und festgelegter Spannung bis zum Bruch belastet. Der Zeitpunkt (aktuelle Zyklenzahl) des Bruches wird anschließend in ein Spannung-Zyklenzahl-Diagramm eingetragen (Abb. 2.6) und der Versuch mit neuen Proben bei dieser und anderen festgelegten Spannungen wiederholt. Der jeweilige Bruchzeitpunkt und die angelegte Spannung der Proben werden in dasselbe Diagramm eingetragen.

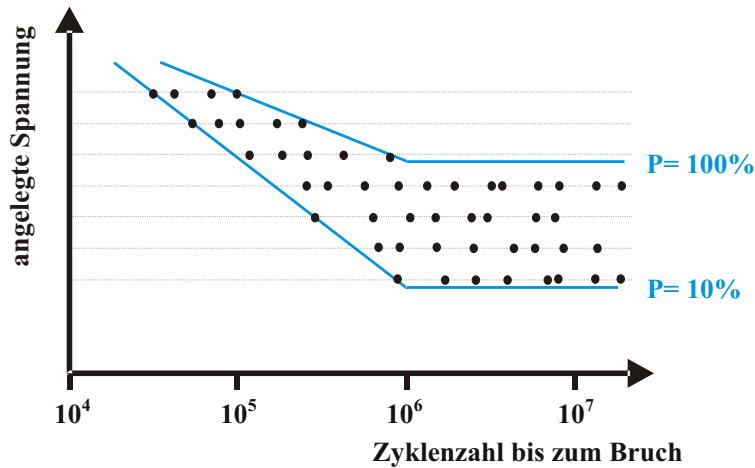


Abbildung 2.6: Skizze eines Wöhlerdiagrammes. Die Punkte markieren Zeitpunkt (Zyklenzahl) und die angelegte Spannung bei der eine Probe gebrochen ist.

Mit genügender Statistik ( $> 100$  Proben) kann aus einem solchen Wöhler-Diagramm anschließend die Wahrscheinlichkeit eines Bauteilversagens bei festgelegter Spannung und Zyklenzahl vorhergesagt werden. Durch die notwendige große Zahl an Proben und die hohe Zyklenzahl ist dies allerdings ein Zeit und Material raubendes Verfahren.

Die Positronenspektroskopie als zerstörungsfreie Meßmethode soll helfen dieses Verfahren zu vereinfachen.

<sup>2</sup> Um einen Temperatureinfluss auszuschließen sollte die Frequenz einige hundert Hz nicht überschreiten.

## 2.4 Positronenspektroskopie

Positronen, die Antiteilchen der Elektronen, werden bereits seit über 60 Jahren in der Festkörperphysik eingesetzt [Beh42]. Dabei wird seit den 60er Jahren die Sensitivität der Positronen für Defekte in Festkörpern zum Nachweis von Defekten genutzt [Dek64][Mac67][Bra68]. Im Folgenden soll nun zunächst in einem ersten Schritt auf die theoretischen und experimentellen Grundlagen der Positronenspektroskopie näher eingegangen werden. Darauf folgend soll in einem zweiten Schritt die Grundlagen der RD erörtert werden, so dass im Anschluss beide Messmethoden und ihre Ergebnisse miteinander verglichen werden können.

### 2.4.1 Positronenquellen

Die Positronen zur Untersuchung von Festkörpern können aus verschiedenen Arten von Positronenquellen stammen. Für die Positronenspektroskopie bieten sich drei verschiedene Arten von Positronenquellen an:

- $\beta^+$  Zerfall eines radioaktiven Isotops (z. B.  $Na^{22}$  und  $Ge^{68}$ )
- Bremsstrahlung
- Kernreaktion (z. B.  $^{113}Cd(n, \gamma)^{114}Cd$  siehe *NEPOMUC* am *FRM2* in München [Hug02][Hug05])

Im normalen Laborbetrieb bieten sich Positronenquellen aus radioaktiven Isotopen an, da diese mobil und einfach zu benutzen sind. Zudem sind sie in Form und Größe variabel und für das jeweilige Experiment anpassbar.

Für die Positronenmessungen im Rahmen dieser Arbeit wurde die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) als Messgerät eingesetzt. Hierbei wurde  $^{22}Na$  als Positronenquelle verwendet.

### 2.4.2 Eindringtiefe

Die Eindringtiefe der Positronen hängt von ihrer kinetischen Energie und der Dichte  $\rho$  des Festkörpers ab. Für monoenergetische Positronenstrahlen kann die Positronendichte  $P(z)$  nach *MAKHOV* angegeben werden [Mak61]:

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} e^{-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m} \quad (2.3)$$

$$\text{mit } z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma(1/m + 1)} \quad (2.4)$$

$m$  ist ein dimensionsloser Parameter,  $\Gamma$  die  $\Gamma$ -Funktion und  $\bar{z}$  ist die mittlere Eindringtiefe, die nach *GHOSH* einfach abgeschätzt werden kann [Gos95]:

$$\bar{z} = \frac{A}{\rho} E^n \quad (2.5)$$



$E$  ist hier die Energie der Positronen in keV,  $\rho$  die Dichte in  $g/cm^3$ ;  $n$  und  $A$  sind empirisch gefundene Parameter. Für Metalle gilt  $m = 2$ ,  $A = 4 \mu g cm^{-2} keV^{-n}$  und  $n = 1,6$  [Veh87].

Für die Reichweite der Positronen aus radioaktiven Quellen muss die Breite des  $\beta$ -Spektrums berücksichtigt werden. Von Puska und Nieminen wurde dazu empirisch folgendes Exponentialgesetz gefunden [Pusys]:

$$P(z) = e^{-(\alpha_+ z)} \text{ mit } \alpha_+ \approx 17 \frac{\rho}{E_{max}^{1,43}} \quad (2.6)$$

### 2.4.3 Thermalisierung

Nachdem die Positronen aus der Quelle in einen Festkörper eingedrungen sind, verlieren sie innerhalb weniger Pikosekunden ihre kinetische Energie und werden bis auf thermische Energie  $E_{kin} = 3/2k_B T$  abgebremst. Diese Thermalisierung ist wesentlich kürzer als die mittlere Lebensdauer des Positrons, womit eine Zerstrahlung aus nichtthermischen Zuständen vernachlässigt werden kann [Pusys]. Die hochenergetischen Positronen (einige MeV) verlieren ihre Energie zuerst über Abgabe von Bremsstrahlung und anschließend durch inelastisches Streuen an Elektronen (einige 100 keV). Im niederenergetischen Bereich geben sie ihre Energie über plasmonische und phononische Anregung ab, bis sie auf Raumtemperatur abgebremst werden.

### 2.4.4 Diffusion im Festkörper

Nachdem die Positronen im Festkörper auf thermische Energie ( $E_{kin} = 3/2k_B T \approx 0,04eV$  bei RT) abgebremst wurden, beginnen sie durch den Festkörper zu diffundieren. Ihre Restlebensdauer hängt dabei von der lokalen Elektronendichte im Festkörper ab [KR99]. Sie werden, da ebenfalls positiv geladen, von den Atomkernen abgestoßen. Dabei ist ihre Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter und auf Leerstellen am größten. Die Diffusion der Positronen lässt sich durch einen dreidimensionalen Random-Walk beschreiben. Die Diffusionslänge ergibt sich aus der mittleren Lebensdauer  $\tau$  und dem Diffusionskoeffizienten  $D_+$

$$L_+ \approx \sqrt{6D_+\tau} \quad (2.7)$$

Für defektarme Metalle ergibt sich bei einer Lebensdauer von 100-300 ps und einem Diffusionskoeffizienten von  $10^{-4} m^2/s$  eine Diffusionslänge von 300 nm bis 500 nm. Auf Grund dieser hohen Beweglichkeit und der Wechselwirkung mit Fehlstellen ist das Positron eine sehr sensitive Sonde für Fehlstellen in Festkörpern (siehe Kap. 2.4.5). So können mit der Positronenspektroskopie nicht nur theoretisch sondern auch praktisch Punktdefekte, wie z. B. Leerstellen, bereits ab einer Konzentration von  $10^{-7}$  bis  $10^{-6}$  Defekte pro Atom nachgewiesen werden.

### 2.4.5 Einfang in Defekten

Dieser sensitive Nachweis durch das Positron wird möglich, da auf Grund der fehlenden positiven Kernladung, Leerstellen ein attraktives Potential für Positronen

darstellen. Einmal in diesem Potentialtopf gefangen, können sie diesen bei Raumtemperatur nicht mehr verlassen, da ihre kinetische Energie von 0.04 eV wesentlich kleiner ist als die Potentialtiefe von ca. 1 eV. Man nennt eine Leerstelle deshalb auch eine „tiefe Falle“ für Positronen (Abb. 2.7).

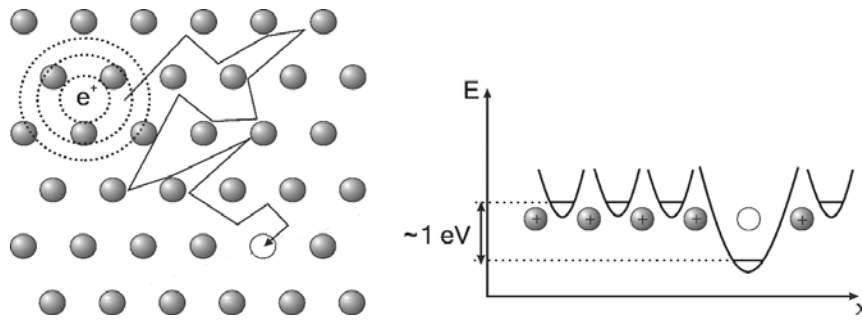


Abbildung 2.7: Nach Thermalisierung und Diffusion (links sind die letzten Diffusionssprünge angedeutet), kann das Positron in einer tiefen Falle (z. B. eine Leerstelle) gefangen werden. Dabei kann es diese Falle nicht wieder verlassen.[Wid99]

Im Gegensatz dazu stellen viele Defekte wie z. B. Versetzungen eine „flache Falle“ dar. Diese flachen Fallen können die Positronen innerhalb ihrer Restlebensdauer wieder verlassen. Darüber hinaus haben diese flachen Fallen ggf. die Eigenschaft den Positronen als Diffusionsweg in Richtung einer tiefen Falle zu dienen (Abb. 2.8).

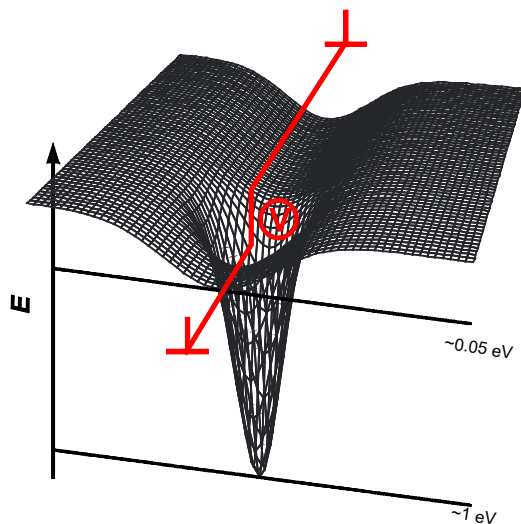


Abbildung 2.8: Eine Versetzung (flache Falle) kann dem Positron als Diffusionsweg zu einer angelagerten tiefen Falle dienen.

## 2.4.6 Zerstrahlung mit einem Elektron

Bei der Zerstrahlung eines Elektrons mit einem Positron (Annihilation) werden Ruhemasse und kinetische Energie von beiden Teilchen als  $\gamma$ -Strahlung frei gesetzt.

Dabei werden in der Regel zwei  $\gamma$ -Quanten mit einer Energie von 511 keV (im Schwerpunktsystem der beiden Teilchen) abgestrahlt. Ein Zerfall in ein oder drei  $\gamma$ -Quanten ist um den Faktor  $\alpha$  bzw.  $\alpha^3$  unwahrscheinlicher ( $\alpha = 1/137$  entspricht der Feinstrukturkonstante) und wird im Weiteren nicht weiter betrachtet.

Im Schwerpunktsystem von Elektron und Positron werden die beiden  $\gamma$ -Quanten in einem Winkel von  $180^\circ$  zueinander ausgestrahlt und haben jeweils eine Energie von 511 keV. Im Laborsystem kommt es durch den Impuls des Elektrons zu einer Dopplerverbreiterung der  $\gamma$ -Linie und zu einer Veränderung des Winkels zwischen den beiden Quanten (Abb. 2.9). Die kinetische Energie des thermalisierten Positrons ( $E_+ \approx 0,04 \text{ eV}$ ) kann dabei gegenüber der Energie des Elektrons ( $E_- \approx 1 - 10 \text{ eV}$ ) vernachlässigt werden. Aus den bisher dargestellten Grundlagen der Positronen-

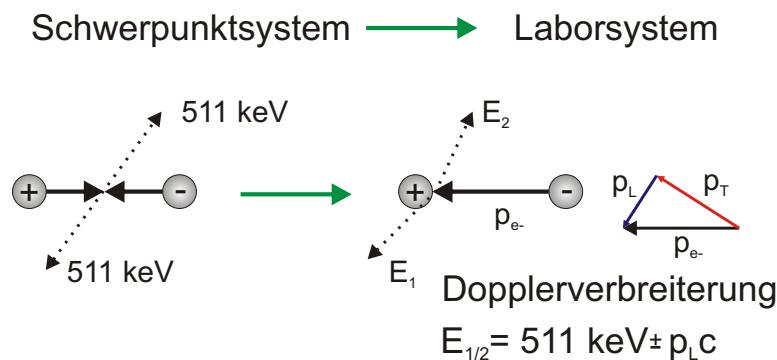


Abbildung 2.9: Im Laborsystem kommt es auf Grund des Longitudinalimpulses  $p_L$  des Elektrons zu einer Dopplerverbreiterung der  $\gamma$ -Linie

spektroskopie ergeben sich drei verschiedene Observablen, die für Messungen genutzt werden können.

## 2.4.7 Observablen

### Dopplerverbreiterung

Die Dopplerverbreiterung als zentrale Observable für die in dieser Arbeit durchgeführten Positronenmessungen, wird durch die longitudinale Impulskomponente verursacht. Dabei kommt es durch die Dopplerverschiebung zu einer Veränderung der emittierten  $\gamma$ -Energien.

$$E_{1,2} = 1/2 E'_{tot} \left( 1 \pm \frac{p_L}{2m_0 c} \right) \quad (2.8)$$

$$\text{mit } E'_{tot} = E_{tot} \sqrt{1 - v^2/c^2} \quad (2.9)$$

Die Verschiebung des Annihilationspeaks von  $E_{tot}$  auf  $E'_{tot}$  durch die Geschwindigkeit  $\vec{v}$  ist meistens klein und kann vernachlässigt werden. Bei einer Energie von 10 eV

ergibt sich eine Dopplerverbreiterung der  $\gamma$ -Linie von 1,6 keV, welches mit hochauflösenden Germaniumdetektoren (Energieauflösung  $< 1,3$  keV) nachgewiesen werden kann.

In der Positronenphysik werden für die Beschreibung der Dopplerverbreiterung zwei Linienformparameter genutzt.

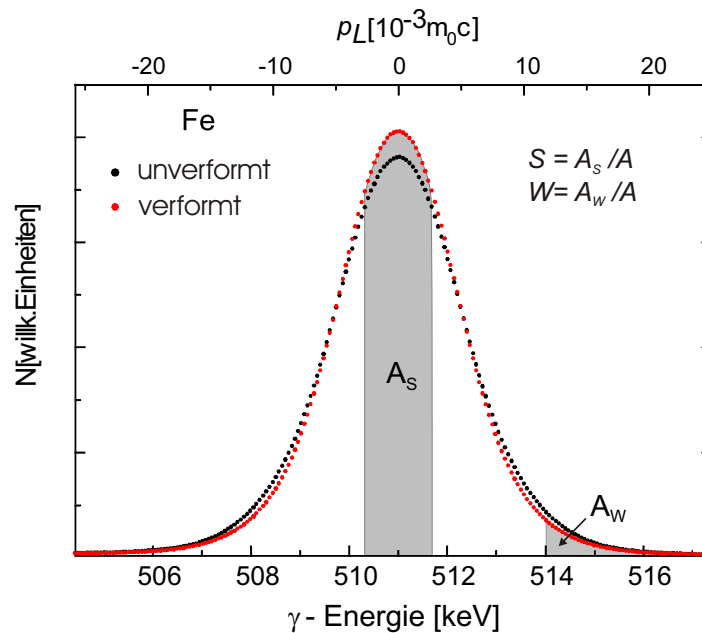


Abbildung 2.10: Der Graph stellt die Definition der Formparameter  $S$  und  $W$  dar. Dabei ist der  $S$ -Parameter das Verhältnis zwischen der Zählrate im mittleren Bereich zur Gesamtzählrate. Der  $W$ -Parameter ist das Verhältnis zwischen der Zählrate im Randbereich zur Gesamtzählrate.

In dieser Arbeit wird der so genannte  $S$ -Parameter (*shape*) der Dopplerverbreiterung untersucht. Er wird aus dem Verhältnis der Zählraten in der Mitte des Peaks ( $A_S$  in Abb. 2.10) und der Gesamtzählrate im Peak bestimmt, und beschreibt den Anteil der Zerstrahlung mit impulsarmen Elektronen. Für eine Metallprobe bedeutet dies, dass der  $S$ -Parameter mit erhöhter Fehlstellendichte ansteigt.

Ein weiterer Formparameter des Annihilationspeaks ist der  $W$ -Parameter (*wing*) der als Verhältnis der Zählraten im Randbereich des Peaks  $A_W$  zur Gesamtzählrate definiert ist. Er beschreibt den Anteil der Zerstrahlungen mit kernnahen Elektronen und ist damit sehr sensitiv für die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes. Der  $W$ -Parameter wird in dieser Arbeit nicht ausgewertet, da hierfür keine ausreichende Statistik vorhanden war.

Damit zwischen verschiedenen Messungen bzw. Proben die beiden Formparameter verglichen werden können, werden sie immer auf einen Referenzwert, wie z. B. die

Formparameter der ausgeheilten Probe, normiert.

$$S_{rel} = \frac{S_{mess}}{S_{bulk}}$$

$$W_{rel} = \frac{W_{mess}}{W_{bulk}}$$

Die beiden weiteren Observablen der Positronenspektroskopie werden im Folgenden vorgestellt. Sie sind bei den durchgeführten Messungen jedoch nicht eingesetzt worden, da dies an der BPM nicht durchführbar ist.

### Lebensdauer

Bei der Positronenlebensdauerspektroskopie wird die Zeitdifferenz zwischen Erzeugung des Positrons und seiner Zerstrahlung mit einem Elektron im Festkörper gemessen. Als Startimpuls für den Zeitmesser kann man z. B. bei Verwendung einer  $^{22}\text{Na}$ -Quelle das 1,28 MeV  $\gamma$ -Quant benutzen. Der Stopimpuls ist dann das 511 keV  $\gamma$ -Quant der Annihilation. Die Lebensdauer ist eine Funktion der Elektronendichte am Zerstrahlungsort und somit unterschiedlich für verschiedene Fehlstellentypen sowie das ungestörte Gitter (bulk)[Wes73][KR99].

### Winkelkorellation

Bei der ACAR-Messung (Angular Correlation of the Annihilation Radiation) wird die Abweichung  $\Theta = \Theta_1 - \Theta_2$  von der Antiparallelität der beiden  $\gamma$ -Quanten gemessen. Diese Abweichung wird von der transversalen Impulskomponente verursacht und ist somit abhängig vom Zerstrahlungsort. Für detailliertere Informationen der verschiedenen ACAR-Messungen siehe [Wes73][KR99].

Als zweites Messverfahren im Rahmen dieser Arbeit wird die Röntgendiffraktometrie eingesetzt, auf die im Anschluss näher eingegangen werden soll.

## 2.5 Röntgendiffraktometrie

Seit der Entdeckung der Röntgenstrahlung durch Wilhelm Conrad Röntgen, im Jahr 1895, haben sich viele Anwendungsmöglichkeiten im Bereich von Forschung, Industrie und Medizin ergeben. In der Materialforschung wird die Röntgendiffraktometrie seit vielen Jahrzehnten erfolgreich im Bereich Spannungs- und Schadensanalyse eingesetzt. Auf einen kleinen Teil der möglichen Verfahren soll im Folgenden eingegangen werden.

### 2.5.1 Messmethode

In dieser Arbeit wurden Proben von monoenergetischen Röntgenstrahlen durchstrahlt. Hinter den Proben befindet sich dabei ein Detektor, welcher die von den Kristallebenen gebeugten Strahlen detektiert (Abb. 2.11).

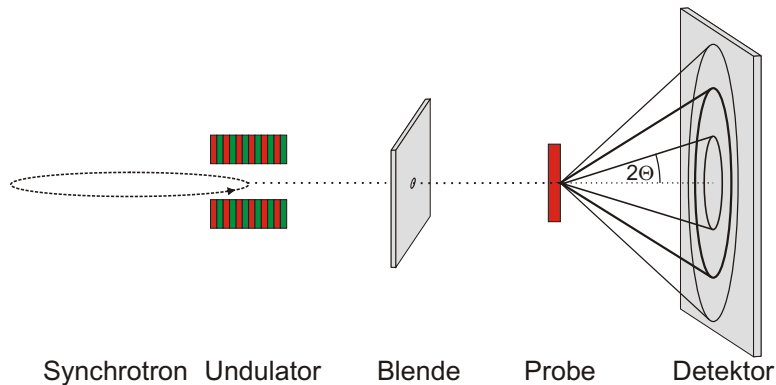


Abbildung 2.11: Bei dem verwendeten Verfahren, wird die Probe von einem monoenergetischen Röntgenstrahlen durchstrahlt. Hinter der Probe wird ein Flächendetektor zur Aufzeichnung der Beugungsringe verwendet.

Die Röntgenbeugung an den Kristallebenen folgt dabei der Bragg-Gleichung

$$n\lambda = 2d\sin(\Theta) \quad \text{siehe Abb. 2.12} \quad (2.10)$$

Auf dem Detektor hinter der Probe bilden sich, durch die Röntgenbeugung an den verschiedenen Netzebenen, Ringe deren Radius von den Netzebenenabständen der Probe abhängt (siehe Bild 2.11).

Aus dem Ringradius, d. h. dem  $2\Theta$ -Winkel (Abb. 2.11) kann anschließend auf die tatsächlichen Netzebenenabstände umgerechnet werden.

Als Strahlenquelle für die Beugungsexperimente wurde der Hochenergie Undulator an PETRA II genutzt. Der Petra-Beschleuniger ist Teil des Injektionssystems für HERA und wird zwischen den Injektionszeiten für Synchrotronexperimente genutzt [Hah98]. Der Hochenergie Undulator an PETRA II kann  $\gamma$ -Quanten mit einer

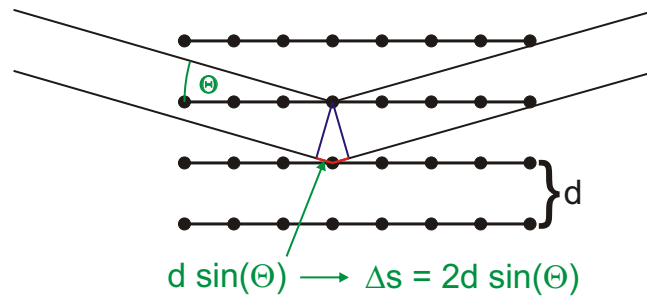


Abbildung 2.12: Nur wenn die Bragg-Bedingung erfüllt ist, kommt es zu einer konstruktiven Interferenz und der Entstehung eines Reflexes auf dem Detektor.

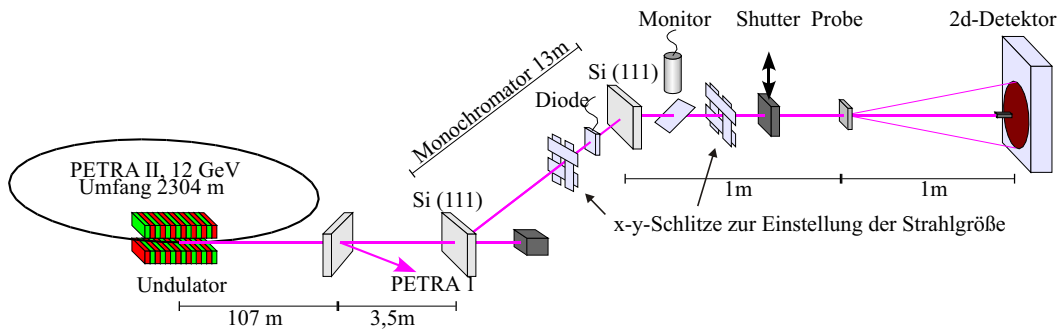


Abbildung 2.13: Als Strahlquelle wurde der hochenergie Undulator am Beschleuniger PETRA II am DESY in Hamburg verwendet. Die Skizze zeigt die Strahlführung vom Beschleuniger bis zum Detektor [Sch06].

Energie von 60 bis 200 keV erzeugen, die anschließend von einem aus zwei Siliziumkristallen bestehenden Laue Monochromator monochromatisiert werden (Abb. 2.13) [Hah97].

In dem bisher üblichen Verfahren werden Proben in Pulverform (Debye-Scherrer-Verfahren) untersucht, um zu gewährleisten, dass genügend Körner des Materials auf Grund ihrer zufälligen Lage die Bragg-Bedingung erfüllen. Nur wenn genügend Körner die Bragg-Bedingung erfüllen, werden komplette Beugungsringe auf dem Detektor erzeugt, die nach dem im Folgenden beschriebenen Verfahren ausgewertet werden sollen.

Bei der hier eingesetzten Röntgendiffraktometriemethode können zum einen durch die hohen Energien der  $\gamma$ -Quanten - und eine damit verbundene hohe Transmission - und zum anderen durch die hohe Luminosität des Strahlplatzes, nun millimeterdicke Proben, die hierbei nicht mehr in Pulverform gebracht werden müssen, in Transmission gemessen werden. Dadurch, dass bei entsprechender Probendicke ein großes Probenvolumen durchstrahlt wird, werden genügend Körner mit unterschiedlicher

Ausrichtung für eine ausreichende Statistik, d. h. einen kompletten Beugungsring, durchstrahlt.

Es gilt daher festzuhalten, dass es somit möglich ist Proben in Transmission komplett und zerstörungsfrei zu messen und dadurch orts aufgelöste Messungen zu erreichen.

## 2.5.2 Kalibrierung

Um die Abstände der Netzebenen in einem solchen Beugungsexperiment korrekt bestimmen zu können, müssen die Energie der benutzten  $\gamma$ -Quanten und der Abstand zwischen Probe und Detektor genau bekannt sein.

Zur Kalibrierung der Messeinrichtung und der Software wurde deshalb eine Messung mit einer  $LaB_6$ -Pulverprobe durchgeführt. Für diese Standardkalibrierungsprobe existiert eine automatische Kalibrierfunktion innerhalb des Auswerteprogrammes Fit2D [Ham97], welche, wenn ausreichend Reflexe höherer Ordnung vorhanden sind, nach grober Angabe von Detektorabstand und Energie der benutzten Röntgenquanten, den genauen Abstand zwischen Probe und Detektor und die Energie der  $\gamma$ -Quanten ermittelt. Gleichzeitig bestimmt das Programm die genaue Mitte der Beugungsringe auf der Detektorfläche, welche für die nachfolgende Datenauswertung benötigt wird. Zusätzlich korrigiert es eine eventuelle Verkippung des Detektors bezüglich der Strahlachse.

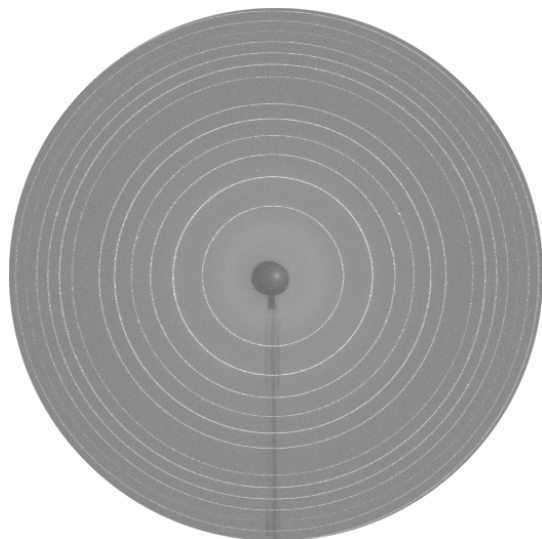


Abbildung 2.14: Zur Kalibrierung der Messapparatur wird eine  $LaB_6$ -Probe vermessen. Durch diese Kalibrierung wird die  $\gamma$ -Energie und der Detektor-Proben-Abstand bestimmt. Von der Mitte nach unten verlaufend ist der Schatten des Strahlstoppers zu sehen, mit dem die direkten  $\gamma$ -Quanten blockiert werden.

Die Kalibrierung der Röntgenanlage durch die  $LaB_6$ -Probe ermöglicht es von den gemessenen  $2\theta$ -Winkeln auf tatsächliche Gitterabstände umzurechnen (siehe Kap. 4.2.1).



### 2.5.3 Messgrößen

#### Die lokale Spannung

Einer der möglichen Messgrößen bei der Röntgendiffraktometrie ist Mittelpunkt der Beugungsringe bzw. der  $2\Theta$ -Winkel. Durch die zuvor erwähnte  $LaB_6$ -Kalibrierung der Anlage können diese Werte in die Netzebenenabstände in Å umgerechnet werden. Die Änderung dieser Netzebenenabstände - relativ zu dem Netzebenenabstand  $d_0$  einer undeformierten Probe - entspricht somit einer relativen Dehnung  $\epsilon = \frac{d-d_0}{d_0}$ . Mit Hilfe des Elastizitätsmoduls und des Hook'schen Gesetzes lässt sich diese relative Dehnung in eine Spannung umrechnen:

$$\sigma = E \epsilon \quad (2.11)$$

Das Hook'sche Gesetz gilt makroskopisch, d.h. für die gesamte Probe nur im elastischen Hook'schen Bereich. Trotzdem wird es bei der Analyse von Röntgenspektren auch bei größeren Dehnungen, also im plastischen Bereich verwendet, um die Spannung im Kristall zu berechnen[Hau97].

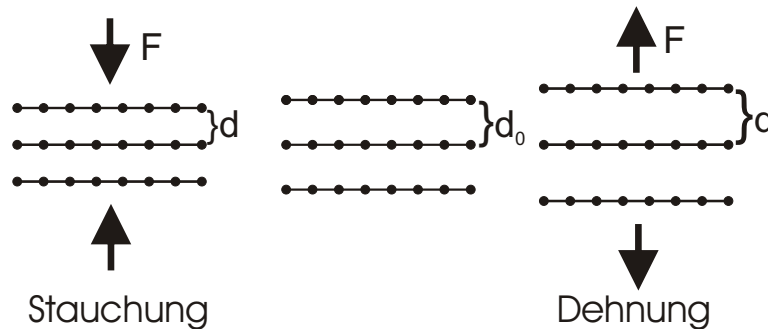


Abbildung 2.15: Durch einwirkende Kräfte können die Kristallebenen gestaucht bzw. gedehnt werden, der Beugungswinkel der Kristallebenen wird dadurch vergrößert bzw. verkleinert.

Als Messgröße erhält man letztendlich die lokale Spannung im durchstrahlten Probenvolumen, die durch die Verformung in den Netzebene entstanden ist (Abb. 2.15). In dem untersuchten zwei-phasigen Stahl C45E kann die lokale Spannung (engl.: *residual stress*) mittels Röntgenbeugung für Martensit und Perlit getrennt ermittelt werden[Hau97][Noy87].

#### Die Halbwertsbreite

Bei den Röntgenreflexen kann man unter anderem die Halbwertsbreite der Reflexe bestimmen. Die Halbwertsbreite (FWHM) der Röntgenreflexe setzt sich aus mehreren Effekten zusammen, die in der Auswertung und Interpretation der Ergebnisse

berücksichtigt werden müssen. Die für diese Arbeit interessante Verbreiterung entsteht durch die Fehler im Kristall, die z. B. durch Deformation der untersuchten Probe entstehen. Versetzungen und andere Defekte erzeugen Spannungsfelder in ihrer Umgebung. Diese Spannungsfelder führen lokal zu einer Variation der Netzebenenabstände und somit einer Verbreiterung der Beugungsringe [War90][Hau97]. Die Veränderung der Halbwertsbreite ist daher ein Maß für die Defektdichte in der Probe unter Berücksichtigung der nachfolgend beschriebenen weiteren Möglichkeiten einer Linienverbreiterung.

Eine zusätzliche Linienverbreiterung entsteht durch kleine Korngrößen ( $< 1 \mu m$ ) auf Grund von Streuung an den Korngrenzen zu einer zusätzlichen Verbreiterung der untersuchten Röntgenreflexe ([Noy87]), die aber wegen der vorhandenen Korngrößen von  $\approx 20 \mu m$  und der gleichmäßigen Verteilung der Korngrößen innerhalb der Probe vernachlässigt werden können<sup>3</sup>.

Bei Linienbreite spielen aber auch geometrische Bedingungen eine Rolle, so werden die Reflexe durch die endliche Dicke der Proben winkelabhängig verbreitert, da in jeder Probentiefe eine Beugung der Röntgenstrahlen stattfindet (Abb. 2.16).

Eine weitere geometrische Verbreiterung entsteht durch die Breite und Höhe des Röntgenstrahls mit dem die Probe durchstrahlt wird. Die Breite des Strahles bestimmt die minimale Halbwertsbreite in der Detektorregion **A** und die Höhe des Strahles die minimale Halbwertsbreite in der Detektorregion **B** (Abb. 2.17).

Zusätzlich zu diesen geometrischen Verbreiterungen existiert noch eine weitere anlagenspezifische Verbreiterung, die durch die Auflösung des Detektors entsteht. Diese geometrische Verbreiterung und die Verbreiterung durch die Detektorauflösung werden mit Hilfe der  $LaB_6$ -Kalibrierung wieder aus den Halbwertsbreiten heraus gerechnet.

Unter Berücksichtigung der aufgeführten Phänomene ist es für einfache Strukturen sogar möglich aus der Halbwertsbreite auf einen Anteil von Fehlstellen und Zwillingsgrenzen im Kristall zu schließen [War90][Hau97][Noy87].

Für das in dieser Arbeit untersuchte komplexe Martensit/Perlit-Gefüge des C45E soll aber nur die relative Änderung der Halbwertsbreite im Bezug auf das Probennormal untersucht werden. Da alle beschriebenen Effekte einer Linienverbreiterung, bis auf die Veränderung der Halbwertsbreite durch Defekte, bei jedem Messpunkt einer Probe gleich sind ist die Veränderung der Halbwertsbreite ist daher ein Maß für die Defektdichte in der Probe.

Somit sind zwei verschiedene Messgrößen, der S-Parameter der Dopplerverbreiterung und die Halbwertsbreite der Röntgenreflexe, als Maß der Schädigung im Material vorgestellt worden, die im Folgenden an zwei verschiedenen Probenformen miteinander verglichen werden sollen.

---

<sup>3</sup> Bei dieser Korngröße ist die Verbreiterung der Linien um einen Faktor 10 kleiner als die gemessenen Halbwertsbreiten und kann deshalb vernachlässigt werden.

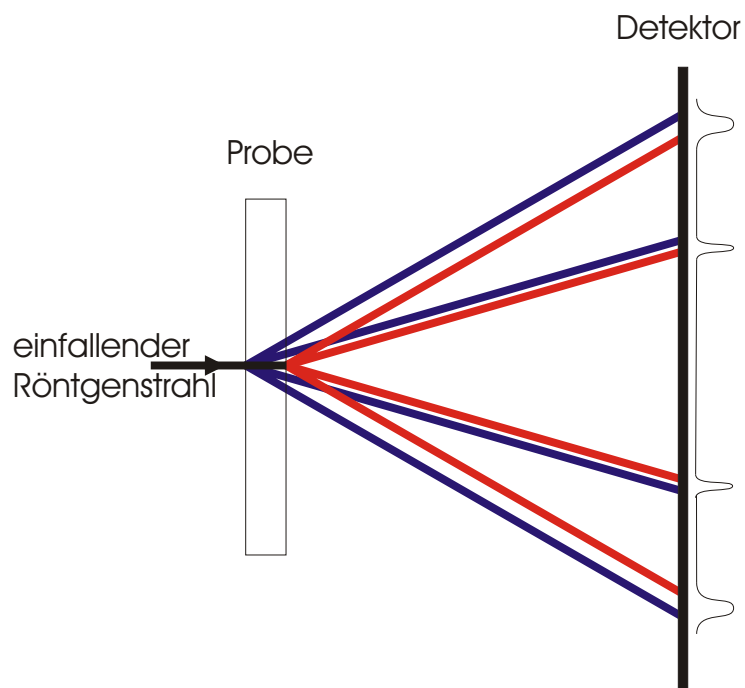


Abbildung 2.16: Durch die Dicke der Probe kommt es zu einer winkelabhängigen Verbreiterung der Reflexe. Die blauen Strahlen werden an der Oberfläche, die roten an der Rückseite der Probe gebeugt. Die dazwischen gebeugten Strahlen sind nicht mit eingezeichnet.

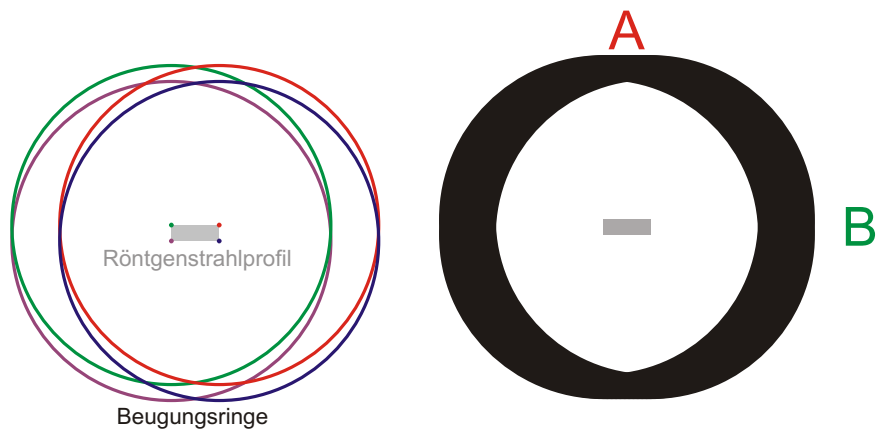


Abbildung 2.17: Durch die Breite und Höhe des Strahls kommt es direkt zu einer Verbreiterung der Beugungsringe. Im linken Teil der Skizze sind exemplarisch die Beugungsringe eingezeichnet, die von den Ecken eines rechteckigen Strahlprofils ausgehen. Der rechte Teil der Skizze zeigt die Summe aller durch das Strahlprofil erzeugter Beugungsringe.

# Kapitel 3

## Die Bonner Positronenmikrosonde

Die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) wurde in Zusammenarbeit mit dem ISKP<sup>1</sup> und der Firma LEO<sup>2</sup> entwickelt. Seit 1996 werden mit dem Gerät ortsaufgelöste Positronenmessungen am Institut durchgeführt [Gre97]. Im Laufe des Messbetriebs wurde das Gerät ständig erweitert und optimiert.

### 3.1 Der Grundaufbau der BPM

Die BPM kombiniert einen Feinfokus-Positronenstrahl und ein Raster-Elektronen-Mikroskop (REM). Die Positronenquelle und die Elektronenkanone befinden sich auf gegenüberliegenden Seiten eines elektro-magnetischen Prismas, das beide Strahlen in die gemeinsame REM-Säule lenkt (siehe Abb. 3.1). Das REM dient zur Positionsbestimmung der zu untersuchenden Probenmesspunkte. Im Positronenmodus findet im Gegensatz zum Elektronenmodus keine Abrasterung der Probe statt, um Linsenfehler zu vermeiden. Stattdessen wird die Probe mit Hilfe eines Motortisches unter dem Positronenstrahl bewegt.

### 3.2 Positronenquelle und Moderator

Bei der Positronenquelle, welche in der BPM eingesetzt wird, handelt es sich um eine  $^{22}\text{Na}$ -Quelle, die zum Zeitpunkt ihrer Herstellung im Herbst 2002 eine Aktivität von ca. 4 mCi besaß. Um eine Selbstabsorption der Positronen in der Quelle zu vermeiden, und um einen kleinen Phasenraum des Positronenstrahls zu gewährleisten, weist die Quelle eine kleine räumliche Ausdehnung auf. Um diese kleine Ausdehnung gewährleisten zu können, darf das Quellmaterial nur wenig Verunreinigungen enthalten.

Um darüber hinaus monoenergetische Positronen zu erhalten, müssen die Positronen moderiert werden. Bei dem in der BPM genutzten Moderator handelt es sich um eine Kombination von Reflexions- und Transmissionsmoderator, bestehend aus einen

---

<sup>1</sup> Heute: HISKP Universität Bonn

<sup>2</sup> Heute: Carl Zeiss NTS GmbH

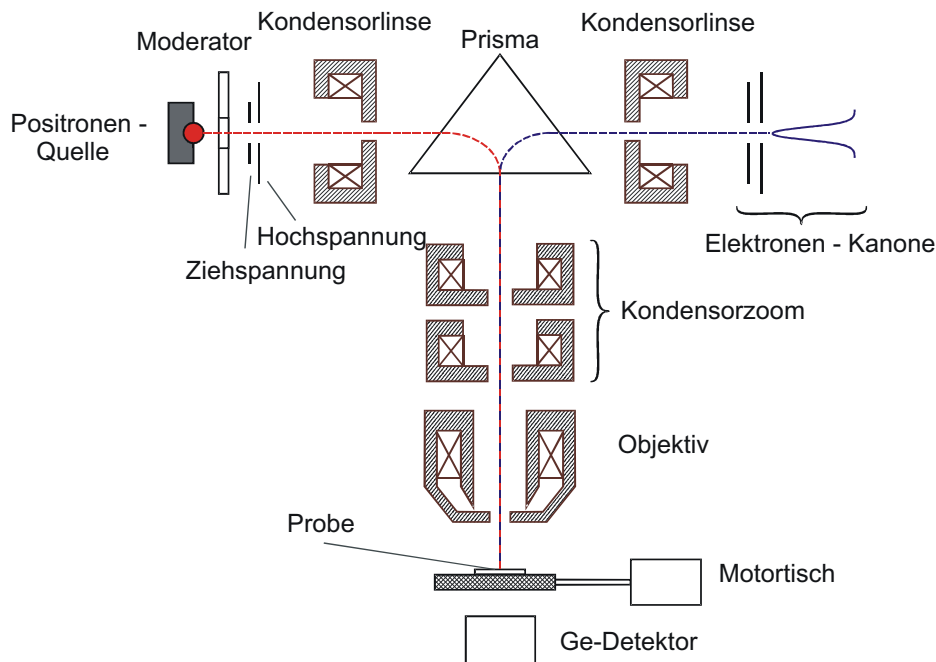


Abbildung 3.1: Die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) kombiniert einen Feinfokus-Positronenstrahl und ein Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) in einem Gerät. Beide Teilchenstrahlen werden durch ein elektro-magnetische Prisma in eine gemeinsame Strahlsäule gelenkt und auf die Probe fokussiert.

Wolfram-Einkristall - mit einer konischen Bohrung in der Mitte - und einer auf die quellseitige Öffnung der Bohrung aufgeschweißte 500 nm dicke Wolframfolie (siehe Abb. 3.2).

Quelle und Moderator befinden sich auf gleichem elektrischen Potential von bis zu +30 kV gegenüber Erdpotential. Die moderierten Positronen werden von der, vor dem Moderator liegenden, Extraktionselektrode abgesaugt. Die Potentialdifferenz zwischen Extraktionselektrode und Moderator, die so genannte Ziehspannung, kann zwischen 0 kV und 3.5 kV variiert werden. Anschließend werden die Positronen durch die auf Erdpotential liegende Beschleunigungselektrode auf eine Endenergie von bis zu 30 keV beschleunigt.

### 3.3 Die Elektronenkanone

Auf der Elektronenseite des Prismas befindet sich eine gewöhnliche Elektronenkanone mit Haarnadelkathode aus einem kommerziellen Raster-Elektronen-Mikroskop. Genau wie bei der Positronenquelle lassen sich die Elektronen auf eine Maximalgeschwindigkeit von 30 keV beschleunigen.

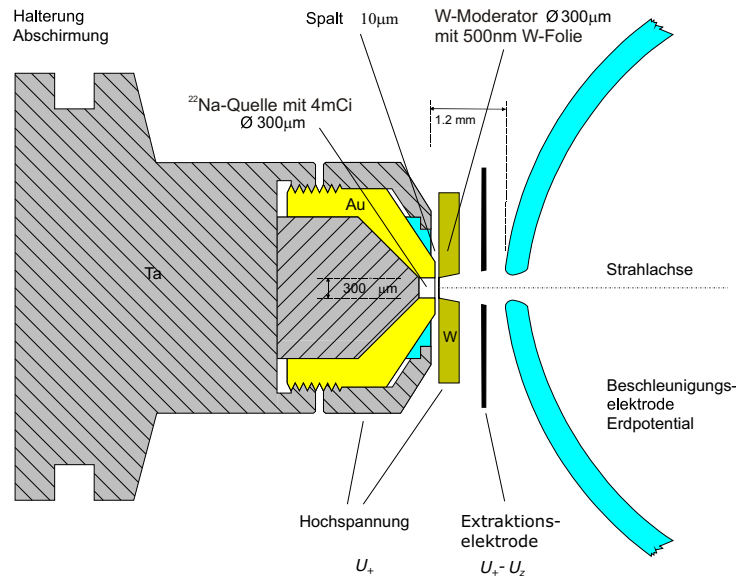


Abbildung 3.2: Diese Skizze zeigt den Aufbau der Quelle-Moderator-Kombination der Bonner-Positronenmikrosonde. Die aus der  $^{22}\text{Na}$ -Quelle austretenden Positronen werden im Wolframmoderator moderiert und anschließend von der Extraktionselektrode abgesaugt. [Haa03]

### 3.4 Die Strahljustiersysteme

Um beide Teilchenstrahlen bis zur Probenoberfläche fokussieren zu können, verfügt die BPM über verschiedene Strahljustiersysteme (Abb. 3.3).

Zwischen Moderator und Prisma befinden sich zwei Justiersysteme und eine Kondensorlinse. Das Strahljustiersystem1 ist direkt hinter der Beschleunigungselektrode der Positronenseite angebracht und setzt sich aus den zwei Komponenten S1A und S1P zusammen. Mit S1A (alignment), kann der Winkel des Strahls korrigiert, und mit S1P (precendering) kann ein Parallelversatz des Positronenstrahls erreicht werden. Hinter dem Strahljustiersystem1 befindet sich ein Kondensor, der den Positronenstrahl auf die Eingangsebene des elektro-magnetischen Prismas fokussiert. Hinter dem Kondensor ist weiteres ein Strahljustiersystem eingebaut. Das System S2A kann jedoch nur eine Winkelveränderung des Positronenstrahls erzeugen und bewirkt keinen Parallelversatz.

Auf der Elektronenseite befindet sich nur ein Kondensor, der für die Fokussierung des Elektronenstrahls sorgt.

Beide Strahlen werden von dem Prisma um  $90^\circ$  abgelenkt und gelangen so in die REM-Säule. In der REM-Säule liegen sich zwei Kondensor-Zoomlinsen und eine Objektivlinse, die für die Fokussierung der Teilchenstrahlen sorgen. Zusätzlich gibt es noch ein drittes Strahljustiersystem, das wie Strahljustiersystem1 aus zwei Komponenten besteht und zwischen Kondensor-Zoomlinse und Objektivlinse platziert

ist. S3A (alignment) und S3P (precendering) dienen der Anpassung des Positronenstrahls an die Position des Elektronenstrahls.

Die verschiedenen Strahljustiersysteme müssen optimal eingestellt werden, um eine maximale Anzahl an Positronen zu gewährleisten.

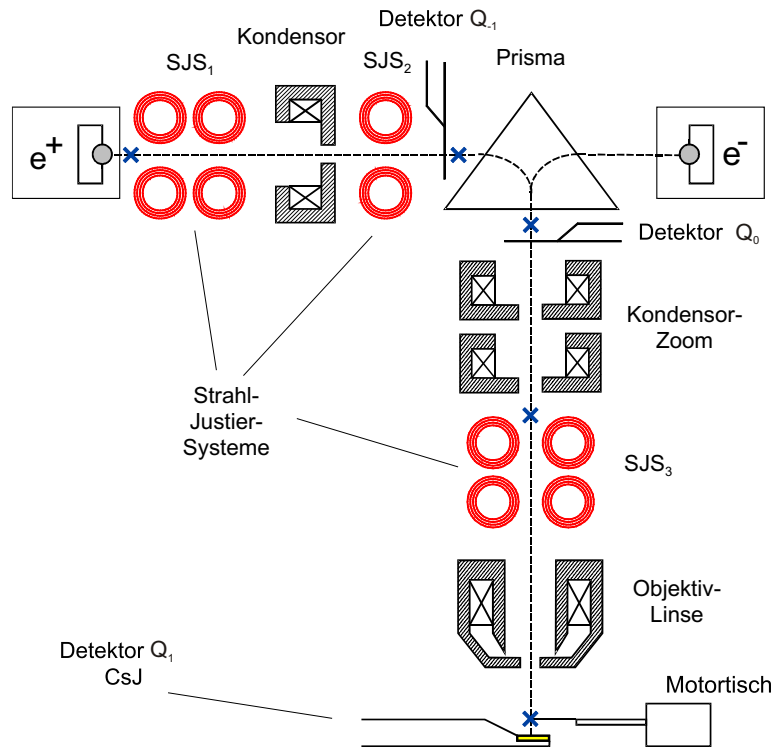


Abbildung 3.3: Durch die Kondensoren und die Objektivlinse entstehen im Strahlengang mehrere Fokusse ( $\times$ ). Für eine höhere Positronenzählrate kann auch mit nur 2 Fokussen in der vertikalen Säule gearbeitet werden. Die drei Detektoren  $Q_{-1}$ ,  $Q_0$  und  $Q_1$  helfen bei der optimalen Einstellung der einzelnen Systeme und sollen im folgenden Kapitel näher erläutert werden[Haa03].

### 3.5 Positronendetektoren

Zur Justage des Positronenstrahls werden drei Detektoren im Strahlengang platziert (Abb. 3.3). Der erste Detektor  $Q_{-1}$  wird zwischen Strahljustiersystem2 und dem Prisma in den Strahlengang eingesetzt und ermöglicht die genaue Positionierung von Moderator und Quelle.



Der Detektor  $Q_0$  wird im laufenden Betrieb mittels Vakuumdurchführung in den Strahlengang direkt unterhalb des Prismas gefahren. Mit ihm können die moderierten Positronen vor ihrem Eintritt in die REM-Säule nachgewiesen werden.

Bei beiden Detektoren handelt es sich um polierte LSO-Kristalle<sup>3</sup>, die auf Plexiglaslichtleitern aufgeklebt sind. Die Lichtleiter führen jeweils zu Lichtteilern, die das Licht zu zwei Photomultipliern leiten.

LSO hat durch seine hohe Dichte von  $7,4 \frac{g}{cm^3}$  den Vorteil einer hohen Nachweiswahrscheinlichkeit für  $\gamma$ -Quanten.

Ein Nachteil von LSO liegt in seiner Radioaktivität von ca.  $10 Bq/g$ , die durch einen geringen Anteil am instabilen Isotops  $^{176}_{71}Lu$  entsteht. Es erzeugt hochenergetische  $\beta^-$ -Strahlung mit einer maximal Energie von 1191,7 keV und einige  $\gamma$ -Quanten im unteren keV-Bereich (88 keV, 201 keV, 306 keV und 401 keV). Durch die geringe Menge an LSO, die in den Detektoren benutzt wurde, beeinflusst diese Eigenradioaktivität die Messungen nicht.

Der dritte Detektor  $Q_1$  ist ein CsJ-Kristall, der direkt an den Probenort gefahren werden kann. Mit diesem Detektor wird die endgültige Justage der Mikrosonde durchgeführt. Im Messbetrieb kann er aus dem Strahlengang gefahren werden und so Platz für die Probe machen[Haa03].

Etwa 10 mm unter der Probe befindet sich ein Ge-Detektor mit einer Energieauflösung von ca. 1,2 keV bei 477 keV, der die 511 keV  $\gamma$ -Quanten detektiert, deren Doppellerverschiebung anschließend ausgewertet werden kann. Direkt an dem Ge-Detektor wird zusätzlich eine  $^7Be$ -Quelle befestigt, deren 477,6 keV  $\gamma$ -Linie zur Stabilisierung der Messelektronik genutzt wird.

## 3.6 Die Probenkammer

Der oben beschriebene Detektor  $Q_1$  befindet sich bereits innerhalb der Probenkammer. Neben diesem Detektor sind in der Probenkammer noch eine CCD-Kamera mit LED's zur Beleuchtung der Kammer und verschiedene Elektronendetektoren<sup>4</sup> für den REM-Betrieb eingebaut. Die Probe selbst wird an einem von außen steuerbaren Motortisch befestigt. Dieser Motortisch ermöglicht die Bewegung der Probe über Computersteuerung in zwei Raumrichtungen. Eine weitere Achse kann manuell verändert werden<sup>5</sup>. Der Motortisch kann mit Hilfe eines Rechners ferngesteuert werden, welches eine Automatisierung der Messungen ermöglicht.

## 3.7 Die Steuerung der BPM

Im ursprünglichen Aufbau wurden die Linsensysteme, die Kondensoren und das Prisma über einen externen Netzteilenschrank der Firma LEO gesteuert, der seine

<sup>3</sup> Cer-dotiertes Lutetium-Oxyorthosilikat

<sup>4</sup> Sekundärelektronendetektor und  $e^-$ -Rückstreudetektor

<sup>5</sup> Bei der Justage wird der Abstand der Probe zur Objektivlinse manuell verfahren.

Daten von einem PC mit Hilfe einer speziell für die Mikrosonde geschriebenen Software erhalten hat. Diese Kombination barg jedoch einige Nachteile für die tägliche Anwendung der Mikrosonde. Als schwerwiegendster Nachteil ist hierbei das Fehlen von Rückgabewerten des Netzteilerschrank zu nennen. So gab es keinerlei Fehleranzeige die einen Ausfall einzelner oder aller Systeme melden konnte. Bei einem Ausfall von Positronen oder Elektronen musste eine Vielzahl von möglichen Fehlerursachen zeitraubend von Hand überprüft werden. Im automatisierten Messbetrieb war eine Fernmeldung des Fehlers an den Benutzer nicht möglich und eine Drift der Steuerströme führte im Laufe einer Messung zu geringeren Positronenzählraten.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der externe Netzteilerschrank durch sieben neue Doppel-Netzteile ersetzt, die über einen GPIB-System<sup>6</sup> von einem Rechner ferngesteuert werden können. Dazu wurde von mir ein neues Steuerprogramm geschrieben, welches die Ansteuerung der Netzteile übernimmt, und es dem Nutzer gestattet die Linsensysteme auf einfache Weise einzustellen.

Im früheren Betrieb mussten zwei getrennte Rechner genutzt werden. Der eine steuerte dabei die Datenaufnahme aus dem Ge-Detektor und den Motortisch, wohingegen der andere für die Einstellung der Linsensysteme verantwortlich war. Durch das neue Steuerprogramm und eine neue MCA-Karte ist es nun möglich alle diese drei Vorgänge an einem Rechner durchzuführen.

Dies erlaubt neue Fähigkeiten bezüglich der Bedienung der Mikrosonde. So ist es jetzt möglich mit Hilfe der eben vorgestellten Detektoren „Zählratenbilder“ der Linsensysteme zu erstellen, d. h. die Ströme der Linsensysteme über einen festlegbaren Bereich zu variieren und gleichzeitig die Positronenzählrate zu bestimmen (Abb. 3.4). Solche „Zählratenbilder“ erleichtern die Einstellung der Mikrosonde z. B. nach einem Moderatorwechsel.

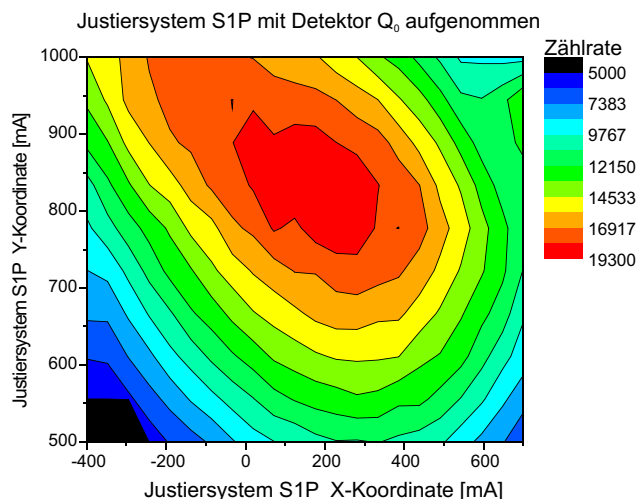


Abbildung 3.4: Die Positronenzählrate im Detektor  $Q_0$  wurde mit der neuen Steuerung für verschiedene Einstellungen des Strahljustiersystems S1P aufgezeichnet. Dies ermöglicht eine leichtere Inbetriebnahme der Mikrosonde z. B. nach einem Moderatorwechsel.

Bei der alten Steuerung kam es im laufenden Messbetrieb der Mikrosonde immer wieder zu starken Schwankungen der Positronenzählrate durch mechanische Bewegungen der BPM oder durch Veränderung in den Linsensystemen (Stromschwankun-

<sup>6</sup> GPIB = General Purpose Interface Bus

gen, Temperatureinfluss, usw.). Der Benutzer musste daher häufig durch Ändern der Linsensystemeinstellungen die Zählrate wieder erhöhen oder mit einer verringerten Zählrate am Ende seiner Versuchsreihe rechnen.

Die neue Steuersoftware ermöglicht jetzt eine automatisierte Optimierung der Positionenzählrate, sowohl bei der Einrichtung der Mikrosonde als auch während des Messbetriebes. Der Benutzer kann dabei wählen, welche der Justiersysteme optimiert werden sollen und wie stark das Programm die Systeme während der Optimierung verändern darf.

Ein weiterer Vorteil des neuen Programme liegt in seiner Fernsteuerbarkeit, durch die alle Einstellungen der Linsensysteme von anderen Programmen ferngesteuert werden können. Zukünftige Entwicklungen der BPM können so sehr einfach umgesetzt und implementiert werden.



# Kapitel 4

## Datenauswertung

Die Datenauswertung der Messwerte der beiden Messmethoden soll im Folgenden kurz erklärt werden.

### 4.1 Auswertung der Positronendaten

Die Datenanalyse der aufgenommenen Positronenspektren wird mit dem Programm M\_SPEC2 von Matz Haaks [Haa06a] durchgeführt. Dieses Programm ist spezialisiert auf die Auswertung von Positronendaten und berechnet, nach Angabe der Peakbreiten und der im vorigen Kapitel beschriebenen S- und W-Bereiche, den S-Parameter, W-Parameter, das Peakintegral, die Halbwertsbreiten und weitere Eigenschaften der Dopplerspektren. Dabei findet eine automatische Untergrundkorrektur der Spektren statt. Wird für die Stabilisierung der Messung eine  ${}^7\text{Be}$ -Quelle mitgemessen, so ermöglicht das Programm eine Positionskorrektur der beiden  $\gamma$ -Linien, welche durch Veränderungen in der Nuklearen Elektronik entstehen.

Für detailliertere Informationen zur Datenanalyse der Positronenspektren siehe [Haa03][Haa05b].

### 4.2 Auswertung der Röntgendaten

#### 4.2.1 Datenauswertung

Für die weitere Datenauswertung werden die aufgezeichneten Daten mit dem Programm Fit2D [Ham97] von radialer Darstellung in eine kartesische Darstellung transformiert. In diesem so genannten  $2\Theta$ -Scan entspricht eine Achse dem Abstand zur Detektormitte und die andere Achse entspricht dem Azimutwinkel.

Da für die Entstehung eines Röntgenreflexes die Bragg-Bedingung (2.10) erfüllt sein muss, bestimmt die Ausrichtung der durchstrahlten Körner, unter welchem azimutalen Winkel der Reflex erzeugt wird. Dabei kann ein Korn mit horizontal liegenden Kristallachsen räumlich gesehen nur Reflexe oberhalb und unterhalb der Probe erzeugen (Abb. 4.1).

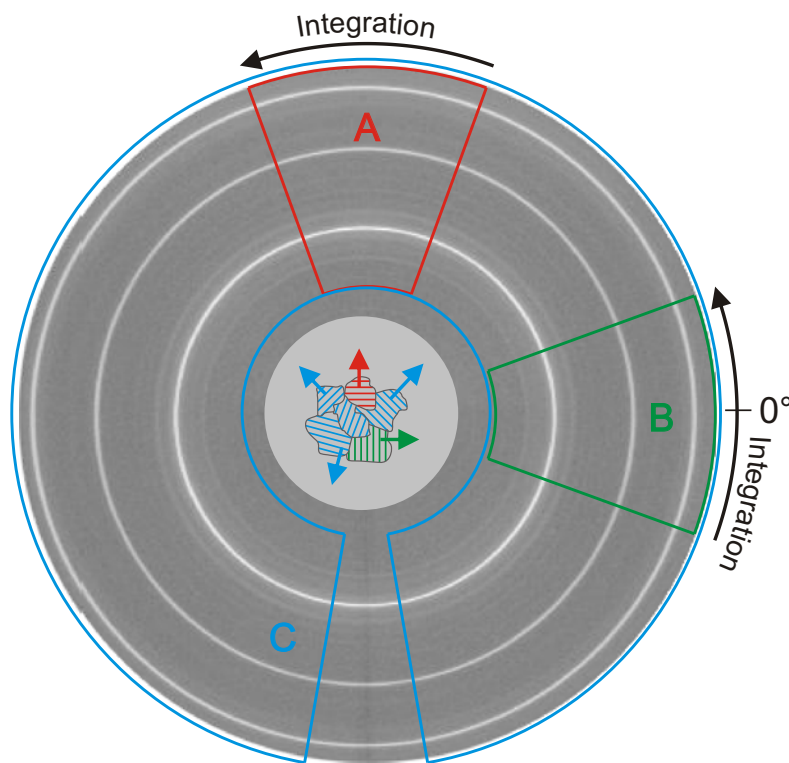


Abbildung 4.1: Die Orientierung der Körner innerhalb der Probe entscheidet, unter welchem Azimut die Reflexe detektiert werden. Durch Analyse der ausgewählten Bereiche können die Messgrößen richtungsabhängig ermittelt werden.

Durch die Messung der Proben in Transmission ist es bei geschickter Wahl von Winkelbereichen möglich, die Richtungsabhängigkeit der Spannungen in der Probe messen zu können. Es wurden drei verschiedene Winkelbereiche ausgewählt und jeweils eine Integration durchgeführt.

- **Bereich A:** Winkelbereich von  $75^\circ$  bis  $105^\circ$  (Abb. 4.1). In diesem Auswertungsbereich liegen die, räumlich gesehen (Abb. 2.13) nach oben gebeugten Röntgenstrahlen. Das bedeutet, das Signal kommt von horizontal liegenden Kristallebenen und enthält somit Informationen über die vertikalen(!) Kräfte und Spannungen. Der gegenüberliegende Bereich kann zur Auswertung nicht genutzt werden, da hier der Schatten der Strahlstoppers liegt (siehe Abb. 4.5).
- **Bereich B:**  $-20^\circ$  bis  $20^\circ$  und  $160^\circ$  bis  $200^\circ$ . Dieser Bereich des Detektors enthält die in horizontaler Versuchsebene gebeugten Strahlen, welche durch die vertikal liegenden Kristallebenen gebeugt worden sind. Der Bereich enthält somit Informationen über die horizontal wirkenden Spannungen.
- **Bereich C:** Der dritte Bereich umfasst den gänzlich auswertbaren Winkelbereich und ermöglicht eine maximale Körnerstatistik, jedoch keine Richtungsabhängigkeit.

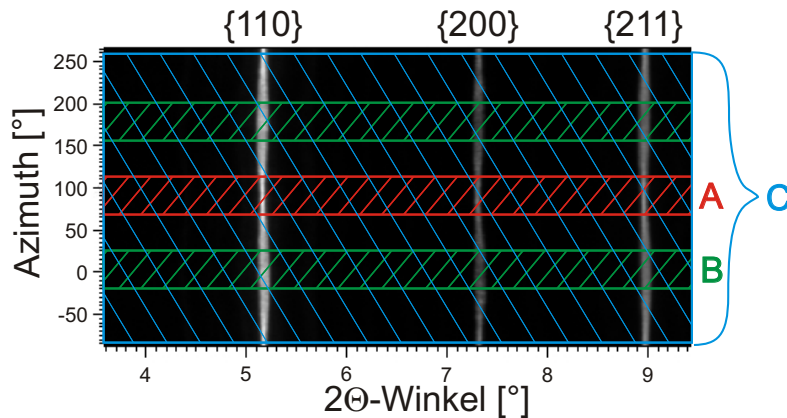


Abbildung 4.2: Um die Richtungsabhängigkeit der Veränderungen in der Probe untersuchen zu können, werden drei verschiedene Winkelbereiche aufintegriert (die beiden grünen Bereiche unterscheiden sich physikalisch nicht voneinander).

Die in dieser Arbeit ausgewerteten Bereiche sind so gewählt, dass sie verschiedene Ausrichtungen der Netzebenen innerhalb der Probe repräsentieren.

Um möglichst saubere Spektren zu erhalten, wurde zusätzlich eine Messung ohne Probe durchgeführt, d.h. nur Plexiglasprobenhalter und Luft befanden sich zwischen Röntgenquelle und Detektor. Das so aufgenommene Spektrum dient somit als Untergrundmessung, welche aus allen Messungen entfernt werden kann. Die unterschiedlichen Röntgenintensitäten der einzelnen Messungen wurden bei der Subtraktion der Untergrundmessung berücksichtigt.

Die Subtraktion des Untergrundes ist insofern wichtig, da dieser nicht linear ist, sondern im Bereich der ersten drei untersuchten Peaks stark variiert und die Messergebnisse beeinflussen könnte (Abb. 4.4).

Nach Abzug des Untergrundes von jedem Spektrum werden an ausgewählten Peaks Gaußprofile gefittet. Dazu wird das Programm M\_SPEC 2 [Haa06a] von Matz Haaks eingesetzt, welches auch zur Auswertung der Positronendaten verwendet wird.

### 4.2.2 Ausgabewerte

Einer der möglichen Ausgabeparameter ist das Zentrum eines Peaks. Bei dem Zentrum handelt es sich um den Mittelpunkt des von M\_SPEC 2 angefitteten Gaußprofils an die Röntgenreflexe der Probe. Durch die zuvor erwähnte  $LaB_6$ -Kalibrierung der Anlage können diese Werte in die Netzebenenabstände in Å umgerechnet werden.

Der zweite Ausgabeparameter der in der Auswertung der Röntgendaten benutzt wird, ist die Halbwertsbreite der Reflexe. Das Auswerteprogramm M\_SPEC 2 gibt auf Wunsch die Halbwertsbreite des angefitteten Gaußprofils aus. Zusätzlich zu der Verbreiterung durch Gitterdefekte enthalten diese Daten jedoch auch die geometrischen Linienverbreiterungen.

Diese werden mit Hilfe der  $LaB_6$ -Kalibrierung (Abb. 4.5) wieder aus den Halbwertsbreiten heraus gerechnet. Dazu wurde ein linearer Fit durch die Halbwertsbreiten

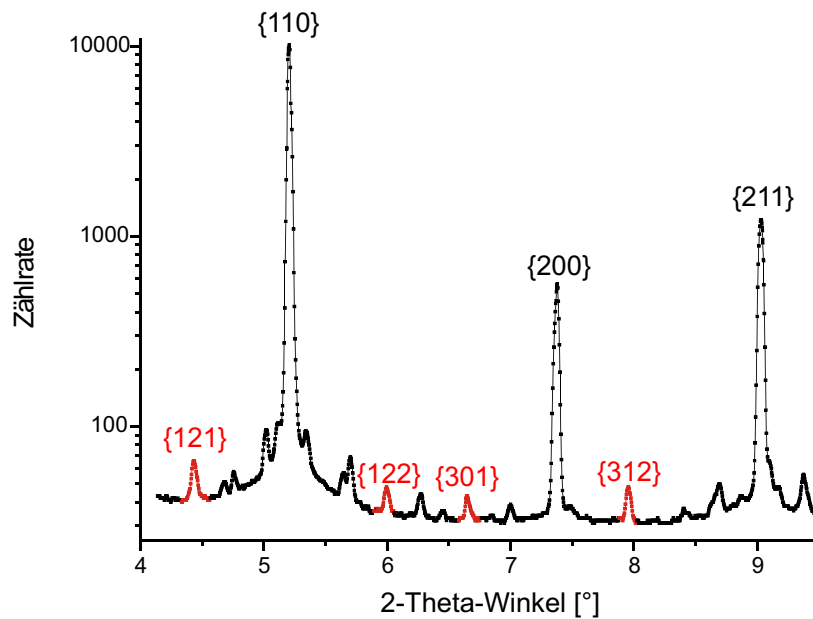


Abbildung 4.3: Nach der Integration eines ausgewählten Winkelbereiches erhält man einen eindimensionalen Plot. Die drei großen Peaks entsprechen den Reflexen  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  und  $\{211\}$  des  $\alpha$ -Eisens, die rot markierten Peaks sind die untersuchten Reflexe  $\{121\}$ ,  $\{122\}$ ,  $\{301\}$  und  $\{312\}$  des  $Fe_3C$ 's.

der  $LaB_6$ -Reflexe berechnet, der in erster Näherung der Summe der in Kapitel 2.5.3 beschriebenen Verbreiterungen in dem untersuchten Winkelbereich beschreibt. Für Gaußkurven gilt eine quadratische Abhängigkeit zwischen den Halbwertsbreiten;

$$\beta_{korr}^2 = \beta_{mess}^2 - \beta_{inst}^2 \quad (4.1)$$



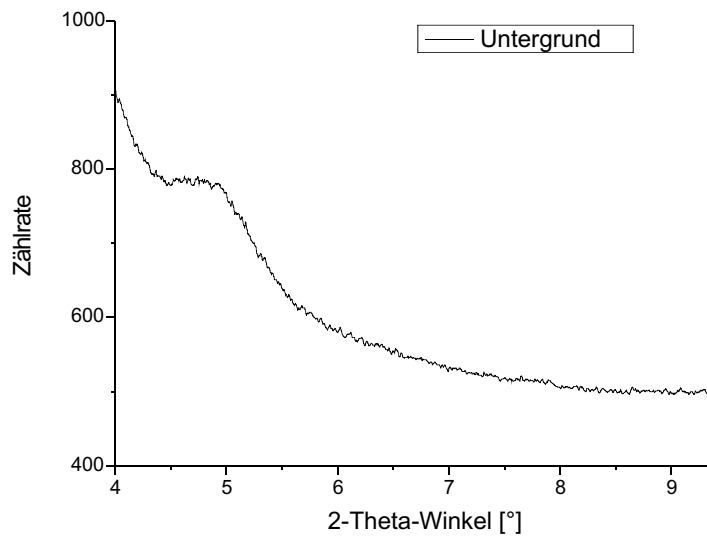


Abbildung 4.4: Zur Bestimmung des Untergrundes wurde eine Messung ohne Probe, d. h. nur mit Plexiglashalter und umgebender Luft, durchgeführt. Dieses Spektrum wurde nach Anpassung an die jeweiligen Intensität von den Spektren mit Probe abgezogen.

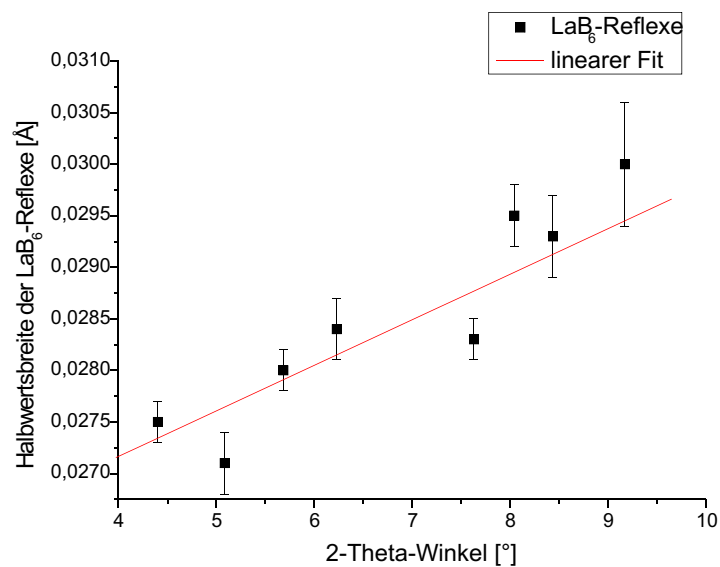


Abbildung 4.5: Das für die Kalibrierung der Apparatur aufgenommene  $LaB_6$ -Spektrum zeigt die erwartete Abhängigkeit der Halbwertsbreiten vom  $2\Theta$ -Winkel. Die rote Linie ist ein linearer Fit der für die Korrektur der Halbwertsbreiten verwendet wurde.



# Kapitel 5

## Die Messungen

Für diese Arbeit wurden zwei verschiedene Probenformen sowohl mit Positronen als auch mit Röntgenstrahlung untersucht. Beide Probenarten wurden aus dem ferritischen Stahl C45E hergestellt der im Folgenden kurz vorgestellt werden soll.

### 5.1 Probenmaterial

Als Probenmaterial wird der Vergütungsstahl C45E nach DIN EN 10083 verwendet. Dieser Stahl enthält als wichtigstes Legierungselement 0,45 Gewichts-% Kohlenstoff und wird im allgemeinen Maschinen- und Fahrzeugbau eingesetzt.

Seine Zusammensetzung ist in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Element	C	Si	Mn	S	sonst.
Gew. %	0,45	0,25	0,65	<0,03	(Pb)

Im normalgeglühten Zustand besteht der Werkstoff aus 40%  $\alpha$ -Eisen und 60% Perlit<sup>1</sup> (Abb. 5.1) mit Korngrößen von 10  $\mu m$  bis 30  $\mu m$ .

Aus diesem Stahl sind beide Probenformen erstellt worden (Abb. 5.2). Die erste Probenform ist ein C45E-Flachstab mit rechteckigem Querschnitt der plastisch verformt wurde. Es handelt sich dabei um eine einfache und in der Theorie bekannte Probenform [Dad00].

Hingegen ist die zweite Probenform eine taillierte Flachprobe, die einer zyklischen Belastung im elastischen Bereich unterzogen wurde. Durch den variierenden Probenquerschnitt erhält man einen kontinuierlichen Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse bei zyklischer Belastung.

Beide Geometrien und ihre Ergebnisse sollen im Folgenden näher betrachtet und miteinander verglichen werden. Dabei soll in einem ersten Schritt auf die plastisch verformten Biegeproben eingegangen werden.

---

<sup>1</sup> Hierbei handelt es sich um ein lamellares eutektoides Gefüge aus  $\alpha$ -Eisen und Zementit ( $Fe_3C$ )



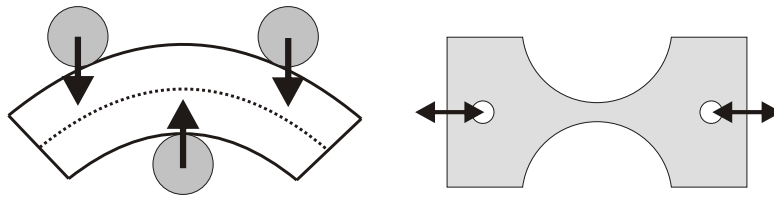


Abbildung 5.2: Die Grafik zeigt die beiden untersuchten Probenformen. Die plastisch verformte Biegeprobe und die zyklisch belastete Flachprobe.

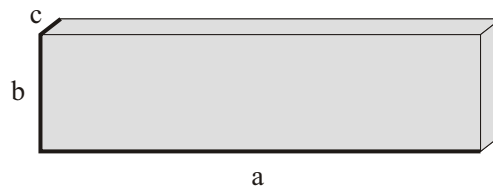


Abbildung 5.3: Einfache Probengeometrie für plastische Verformung. Die Proben haben eine Länge  $a$  von 30mm/33mm, eine Breite  $b$  von 10mm/12mm und eine Dicke  $c$  von 3,4 mm.

annähernd dem Ausgangszustand entsprechen. Dies ermöglicht dem Experimentator eine Kalibrierung oder Kontrolle der Ergebnisse.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Proben untersucht:

- Biegeprobe Nr.I: 12 mm breit und mit einem resultierenden Biegeradius von 85 mm
- Biegeprobe Nr.III: 10 mm breit und mit einem Biegeradius von 47 mm, d. h. einer stärkeren Biegung als Probe Nr.I (Abb. 5.6)

Die Biegeprobe Nr.II wurde auf Grund eines Fehlers bei dem Verbiegen nicht untersucht.

Aufgrund des elastischen Rücksprungs der Proben nach Ausbau aus der Biegeapparatur ist die Stärke der plastischen Biegung nicht genau bekannt.

### 5.2.1 Positronenmessungen

Die zwei Proben wurden nach ihrer Verformung in der Bonner Positronenmikrosonde (BPM) untersucht. Dazu wurde jeweils ein Scan über die gesamte Breite in der Mitte der Proben durchgeführt (siehe Abb. 5.7). Die einzelnen Messpositionen erfolgten dabei einen Abstand von  $100 \mu\text{m}$  und der Positronenstrahl wurde auf einen Durchmesser von ungefähr  $100 \mu\text{m}$  eingestellt, um möglichst viele Körner erfassen zu können.

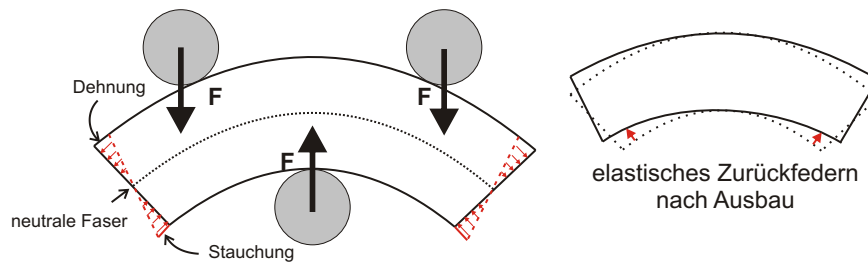


Abbildung 5.4: Die Probe wird nach dem 3-Punkt-Biegeverfahren verformt. Nach dem Ausbau aus der Biegeapparatur, kommt es zu einem elastischen Zurückfedern (engl.: *backspring*) [Dad00].

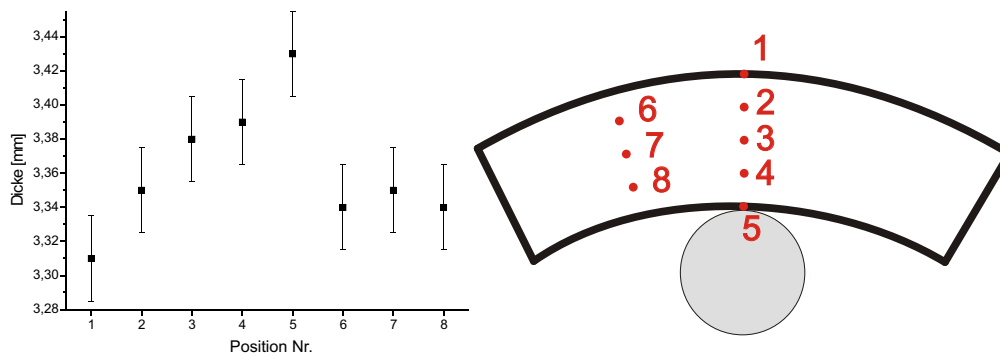


Abbildung 5.5: Die Probendicke nimmt nach dem Biegen oberhalb des mittleren Druckzylinders von oben nach unten zu (Pos.-Nr. 1-5), während neben der Position des Druckzylinders keine Variation der Dicke festzustellen war (6-8).

Beide Proben wurden jeweils zweimal gemessen. Im Anschluss wurden die beiden Einzelspektren aufaddiert und ausgewertet. Auf Grund einer Veränderung der Detektoraufösung in der 2. Hälfte der Messung von Biegeprobe Nr. I wurden diese Messpositionen nur einmal berücksichtigt. Dadurch ist in diesem Teil der Messung (+1,7 mm bis +6 mm) sowohl die Streuung der Messpunkte als auch ihr Fehler größer als in der 1. Hälfte.

Ausgewertet wurde jeweils der relative S-Parameter (Kap. 2.4.7) in Bezug auf den S-Parameter einer ausgeheilten C45E-Probe. Beide S-Parameter wiesen einen ähnlichen V-förmigen Verlauf über die Probenoberfläche mit einem minimalen S-Parameter in der Mitte der Probe auf. Der minimale S-Parameter entsprach dabei wie erwartet etwa dem S-Parameter einer ausgeheilten C45E Probe und ist bei beiden Graphen (Abb. 5.8 und 5.9) leicht nach links - zur gestauchten Seite der Probe hin - verschoben. Dabei liegt der maximale S-Parameter der beiden Proben liegt etwa 4%-5% über dem S-Parameter der ausgeheilten Probe.

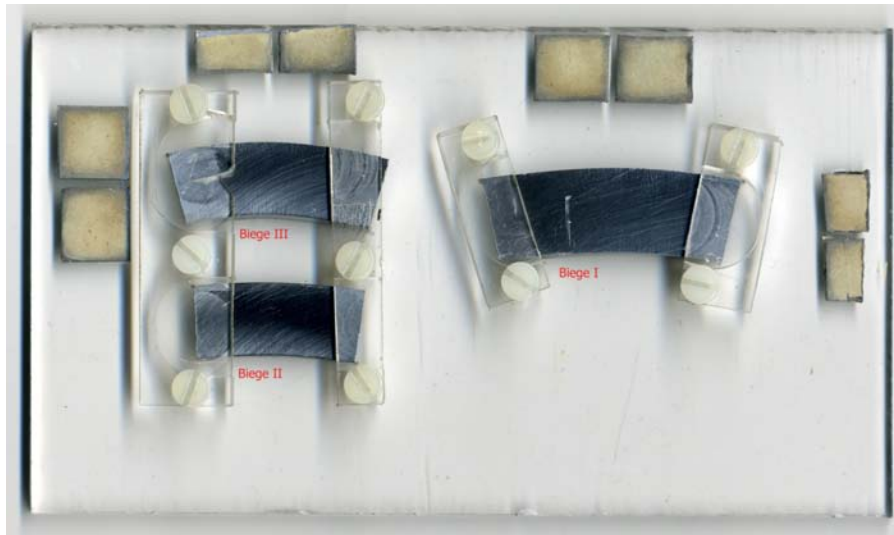


Abbildung 5.6: Fotografie der beiden untersuchten Biegeproben auf dem Plexiglashalter für die Röntgenmessungen. Die kleineren Quadrate bestehen aus Blei und sind mit Leuchtfarbe bestrichen. Sie wurden zur Positionsbestimmung mit Hilfe des Röntgenstrahles verwendet. Nicht untersucht wurde die Biegeprobe II.

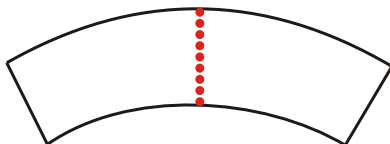


Abbildung 5.7: In der Mitte der Proben, wurden in Abstand von  $100 \mu m$  mehrere Messpunkte (rot) - bei einem Strahldurchmesser von  $100 \mu m$  - gemessen.

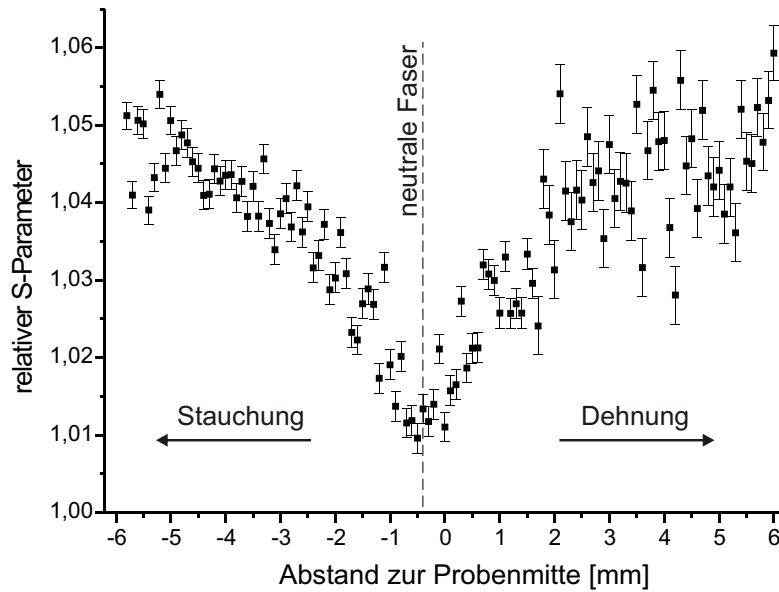


Abbildung 5.8: Der relative S-Parameter der Biegeprobe Nr.I zeigt einen V-förmigen Verlauf mit der neutralen Faser bei ca. -0,3 mm. Ab Position +1,7 mm stand nur noch die Hälfte der Positronenzählrate zur Verfügung, daher ist im rechten Bereich der Fehlerbalken vergrößert. Bis Position +1,7 mm standen mindestens  $2 \cdot 10^5$  Ereignisse im Photopeak zur Verfügung, danach nur noch  $1 \cdot 10^5$ .(Biegeprobe I)

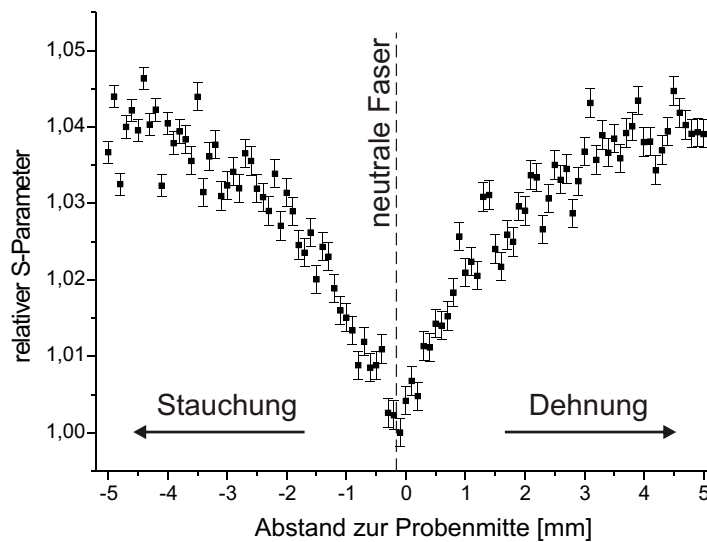


Abbildung 5.9: Der relative S-Parameter der Biegeprobe Nr.III zeigt ebenfalls deutlich die Position der neutralen Faser, deren S-Parameter dem der ausgeheilten Probe entspricht. Für jeden Punkt der Messungen standen mindestens  $3 \cdot 10^5$  Ereignisse im Photopeak zur Verfügung.(Biegeprobe III)



### 5.2.2 Röntgenmessungen

Sämtliche für diese Arbeit durchgeführten Röntgenmessungen erfolgten am Hochenergie-Strahlplatz von PETRA II bei DESY/HASYLAB in Hamburg. Durch die hohen möglichen  $\gamma$ -Energien und die hohe Strahlintensität an diesem Strahlplatz ist es möglich, eine große Probendicke auch in Transmission zu messen, da das Material mit höheren Energien transparenter wird und die hohe Strahlintensität kurze Belichtungszeiten ermöglicht. Bei der genutzten  $\gamma$ -Energie von 67 keV werden jedoch bei einer 3mm dicken Stahlprobe ca. 90% der  $\gamma$ -Quanten absorbiert<sup>3</sup>. Die Dicke der Proben von über 3 mm ist notwendig, um eine ausreichende Statistik in den Messungen zu ermöglichen, da durch den kleinen Strahldurchmesser ein geringes Volumen und damit wenige Körner durchstrahlt werden.

Der Röntgenstrahl wies dabei in der Höhe eine ähnliche Ausdehnung ( $100\ \mu\text{m}$ ) wie der vorher genutzte Positronenstrahl auf. Allerdings war der Röntgenstrahl wesentlich breiter eingestellt worden ( $1500\ \mu\text{m}$ ), um genug Körner, d.h. genug Statistik, im durchstrahlten Volumen der Proben zu erhalten. Bei dieser Strahl- und Probengeometrie wurde ein Volumen von  $0,45\ \mu\text{m}^3$  durchstrahlt, dies entspricht ungefähr 40.000 Körnern bei dem verwendeten Material.

Als Detektor wurde ein Mar345 Bildplattendetektor der Firma Mar Instruments (Evanston, IL, USA) mit einer Auflösung von  $3450 \times 3450$  Pixeln in einer Entfernung von einem Meter verwendet (Abb. 5.10).

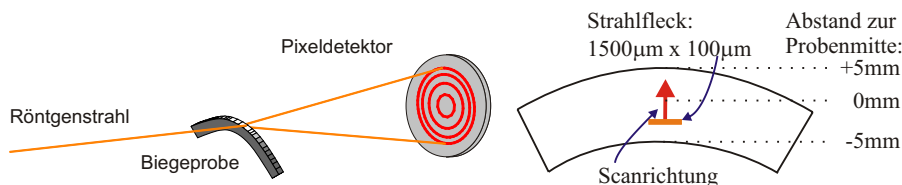


Abbildung 5.10: Die in der Probe gebeugten Röntgenstrahlen werden von einem Mar345-Pixeldetektor aufgezeichnet. Der Röntgenstrahl mit dem die Probe entlang des Spannungsgradienten gescannt wurde, hatte eine Ausdehnung von  $1500\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ .

In dieser Entfernung konnten Beugungswinkel von  $2\Theta = 1^\circ$  bis  $2\Theta = 9,6^\circ$  aufgezeichnet werden. Der verwendete Winkelbereich enthielt sowohl die ersten drei Reflexe des  $\alpha$ -Eisens als auch einige Reflexe des  $Fe_3C$ . Für jeden Messpunkt wurde die Probe 10 s lang belichtet und anschließend der Detektor ausgelesen und wieder gelöscht. Mit Motortischen konnte die neue Messposition auf der Probe angefahren und eine neue Messung gestartet werden. Um eine Kalibrierung der Apparatur vornehmen zu können (Kap. 4.5), wurde vor diesen Messungen eine  $LaB_6$ -Pulverprobe durchstrahlt. Mit Hilfe dieser Kalibrierung können die aufgezeichneten Spektren ausgewertet werden<sup>4</sup>.

<sup>3</sup> siehe Philips: Transmission of High-Energy Photons Through Various Materials

<sup>4</sup> siehe Kapitel 4.2.1

An dieser Stelle sei noch einmal darauf hingewiesen, dass die verschiedenen ausgewerteten Detektorbereiche Verformungen und Spannungen unterschiedlicher Raumrichtungen messen (Abb. 5.11). Der Detektorbereich **A** misst die Spannungen in vertikaler Richtung, der Detektorbereich **B** hingegen die Spannung in horizontaler Richtung.

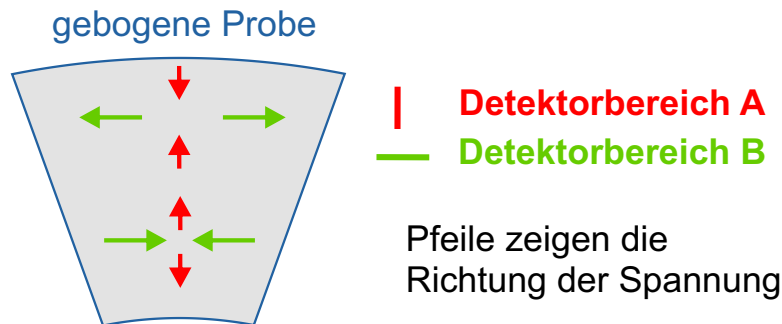


Abbildung 5.11: In der oberen Hälfte der Biegeprobe wird in Detektorbereich **B** die durch die Verformung entstandene Zugspannung gemessen, in der unteren Hälfte hingegen eine Druckspannung. Aufgrund der Querkontraktion wird damit in Detektorbereich **A** in der oberen Probenhälfte eine Druckspannung und in der unteren eine Zugspannung gemessen.

Um eine Vergleichbarkeit der folgenden Graphen zu ermöglichen, wurde auf eine einheitliche Farbkodierung der Messwerte geachtet (siehe Abbildung 5.12).

Farbkodierung der Graphen:

- $\alpha$ -Eisen {110}
- $\alpha$ -Eisen {200}
- ▲  $\alpha$ -Eisen {211}
- Mittelwert  $\alpha$ -Eisen {200}+{211}
- $Fe_3C$  {121}
- $Fe_3C$  {122}
- △  $Fe_3C$  {301}
- ▽  $Fe_3C$  {312}
- Mittelwert  $Fe_3C$  {121}+{122}+{301}+{312}

Abbildung 5.12: Folgende einheitliche Farbkodierung wurde gewählt: Messpunkte der  $\alpha$ -Eisenreflexe werden immer mit ausgefüllten Punkten dargestellt, während Messpunkte der vier  $Fe_3C$ -Reflexe durch unausgefüllte Punkte gekennzeichnet sind.

Für eine deutliche Unterscheidung der Detektorbereiche, wird am Ende jeder Bildunterschrift gekennzeichnet, aus welchem der Detektorbereiche **A**, **B** oder **C** die Daten stammen.

### Biegeprobe Nr.1

Zunächst soll auf die Messergebnisse aus Detektorbereich **A** eingegangen werden. Dieser Detektorbereich zeigt die Effekte durch Querkontraktion der Probe (s. Abb. 5.11)

und weist auf Grund der geringen Höhe des Röntgenstrahls ( $B \times H = 1500 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ ) die geringste geometrische Verbreiterung der drei Detektorbereiche auf (Abb. 2.17).

Aus den aufgenommen Messdaten wurde in einem ersten Schritt aus den gemessenen Winkeln der Röntgenreflexe der Netzebenenabstand errechnet (siehe Kap. 4.5). Beispielhaft soll hier der Netzebenenabstand der  $\{211\}$ -Ebenen des  $\alpha$ -Eisens dargestellt werden (Abb. 5.13). Hierbei kam es jedoch durch eine Unterbrechung der Messung an Position  $+3,6$  mm zu einer Veränderung der Messapparatur (Änderung des Detektor-Proben-Abstandes oder Änderung des Einfallwinkels des Strahls) und somit zu einer Veränderung des gemessenen Netzebenenabstandes. Da nach dieser Unterbrechung keine neue Kalibrierungsmessung mit  $LaB_6$  durchgeführt worden ist, wurde dieser Sprung in den  $\alpha$ -Eisenreflexen durch Addition der Sprungdifferenz von Hand korrigiert.

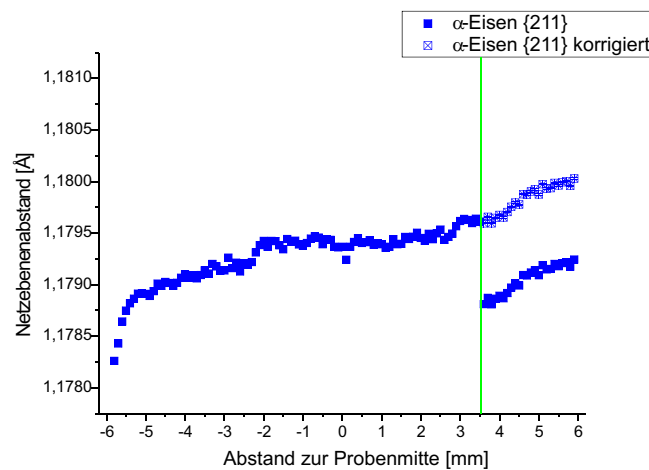


Abbildung 5.13: Netzebenenabstand der  $\{211\}$ -Ebenen des  $\alpha$ -Eisens in Angström. Die grüne vertikale Linie markiert die Position, an der die Messung unterbrochen war. Der Sprung, der durch die Veränderung der Messapparatur während des Unterbrechens verursacht wurde, lässt sich deutlich erkennen. Um diesen Sprung zu korrigieren, wurde zu den Messpunkten die Sprungdifferenz addiert. Diese Korrektur wurde bei allen drei Reflexen des  $\alpha$ -Eisens durchgeführt. Zu sehen ist ein annähernd linearer Anstieg des Netzebenenabstandes von der unteren Probenhälfte (neg. Abstände) zur oberen (pos. Abstände). Hierbei ist der statistische Fehler kleiner als die eingezeichneten Messpunkte. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

Der Netzebenenabstand zeigt einen annähernd linearen Anstieg von der unteren Probenhälfte zur oberen Probenhälfte, jedoch deutet die Größe des Offsets durch die Unterbrechung der Messung darauf hin, dass auch eine kontinuierliche Veränderung der Messapparatur die Messung überlagern könnte.

Bei den Netzebenenabständen der  $Fe_3C$ -Reflexe ist der Sprung in den Messwerten durch die Unterbrechung weniger deutlich zu sehen, da der Messeffekt hier wesentlich größer ist (Abb. 5.14).

Der Netzebenenabstand der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigt eine andere Tendenz als die  $\alpha$ -Eisenreflexe, wie dies bereits von V. Hauk gezeigt wurde [Hau97, S.412]. Hier nimmt der Abstand zur oberen Probenhälfte hin ab. Die parallel zur Längsachse liegenden  $Fe_3C$ -Ebenen erfahren daher in der oberen Probenhälfte eine Stauchung.

Der Effekt im  $Fe_3C$  ist 8-mal stärker als im  $\alpha$ -Eisen und hat einen umgekehrten S-förmigen Verlauf bei dem die Fehler der einzelnen Messpunkte in den Außenbereichen der Probe größer sind, als in der Mitte der Probe. Der größere Fehler in den äußeren Bereichen der Probe entsteht durch eine stärkere Abweichung der Peakform von einem Gaußprofil, da durch die Versetzungen im Material die Peakform einen zusätzlichen Cauchy-Anteil erhält [Adl79][Bal99].

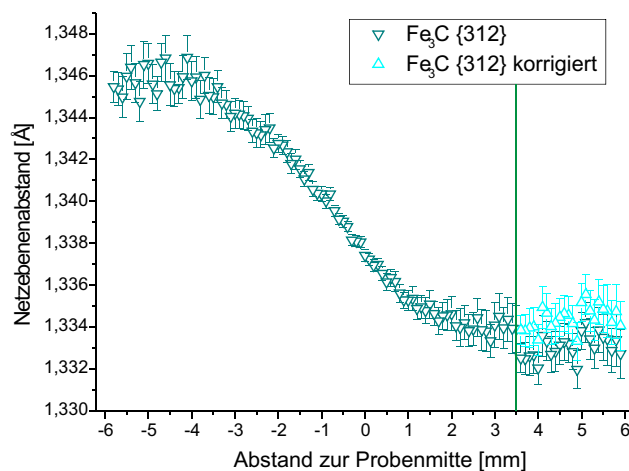


Abbildung 5.14: Der Netzebenenabstand der  $Fe_3C$ -Ebenen zeigt den Sprung durch die Unterbrechung der Messung kaum, da die Variation des Netzebenenabstandes um den Faktor 8 stärker ausfallen als beim  $\alpha$ -Eisen. Die grüne Linie markiert die Position, an der die Messung unterbrochen war. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

Die errechneten Netzebenenabstände wurden in einem zweiten Schritt in eine relative Dehnung umgerechnet (s. Kap 2.5.3), dabei wurde der Netzebenenabstand in der Mitte der Probe (neutrale Faser) als Referenzwert verwendet. Um die physikalische Bedeutung der relativen Dehnungen verständlicher darzustellen, wird diese mit Hilfe des Hook'schen Gesetzes (s. Glg. (2.11)) und einem angenommenen E-Modul von  $E = 210kN/mm^2$  in eine lokale Spannung umgerechnet (Kap. 2.5.3). Allerdings muss dabei beachtet werden, dass das gewählte E-Modul von  $210kN/mm^2$  dem des gesamt Materials C45E entspricht und sich die E-Module der einzelnen Phasen davon unterscheiden.

Es zeigt sich, dass innerhalb der Phasen die lokale Spannung ähnlich verläuft, die beiden Phasen jedoch einen umgekehrten Verlauf zeigen (Abb. 5.15). In den Daten des  $Fe_3C$  zeigt sich zudem im  $\{122\}$ -Reflex ein zusätzliches Absinken der lokale Spannung im unteren Randbereich Oberfläche (-6 mm bis -4 mm), welches möglicherweise durch Fließen des Materials an der Position des mittleren Druckzylinders in die Breite verursacht wird (s. Abb. 5.5).

Um die Übersichtlichkeit der Messdaten aus den  $Fe_3C$ -Reflexen zu erhöhen und um Fehler und Streuung zu verringern, wird aus den einzelnen lokalen Spannungen ein gewichteter Mittelwert gebildet.

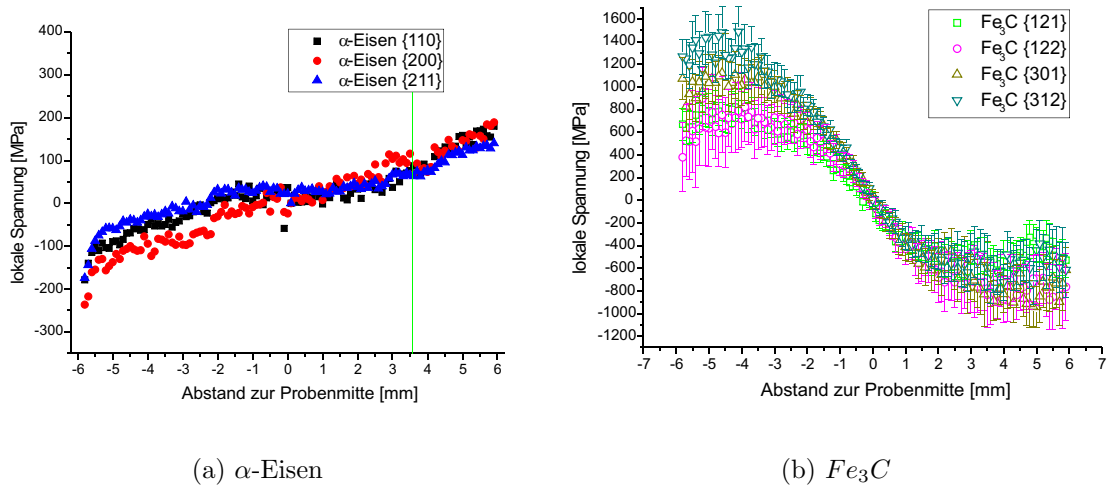


Abbildung 5.15: Unter Annahme eines E-Moduls des Stahls von  $210.000 N/mm^2$  ist aus der relativen Dehnung eine lokale Spannung berechnet worden. Die grüne Linie markiert die Position der Messunterbrechung (s. Seite 45). Die lokale Spannung innerhalb der  $Fe_3C$ -Phase ist deutlich größer als die Spannung im  $\alpha$ -Eisen und verläuft umgekehrt zu dieser. Eine positive Spannung entspricht einer Zugspannung, eine negative Spannung entspricht hingegen einer Druckspannung. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

$$\bar{x} = \frac{\sum \left( \frac{1}{(\Delta x_i)^2} \cdot x_i \right)}{\sum \left( \frac{1}{(\Delta x_i)^2} \right)} \quad (5.1)$$

$$\text{und } \Delta \bar{x} = \frac{1}{\sqrt{\sum \left( \frac{1}{(\Delta x_i)^2} \right)}} \quad (5.2)$$

Bei diesen Formeln steht  $x_i$  für den Wert und  $\Delta x_i$  für den Fehler der lokalen Spannung einer Netzebene.

Die Abbildung 5.16 zeigt den Mittelwert der lokalen Spannung und man erkennt am Rand der unteren Probenhälfte (-6 mm bis -5 mm) einen Rückgang der lokalen Spannung auf Grund des Fließens des Materials durch den Druck des mittleren Zylinders der Biegeapparatur (Abb. 5.4). Zusätzlich zeigt die Abb. 5.16, dass der Verlauf nicht symmetrisch um 0 MPa verläuft. Diese Unsymmetrie kann wegen der fehlenden Messung einer ausgeheilten C45E Probe nicht abschließend geklärt werden.

Im Folgenden soll auf den nächsten Auswerteparameter nämlich die Halbwertsbreite der einzelnen Reflexe eingegangen werden. Wie zuvor beschrieben (Kap. 2.5.3), stellt

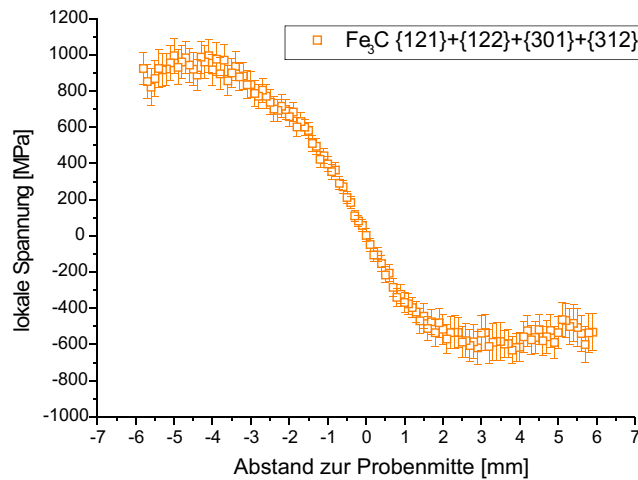


Abbildung 5.16: Aus den lokalen Spannungen der  $Fe_3C$ -Reflexe wurde der gewichtete Mittelwert gebildet, wodurch die Streuung und der Fehler verringert werden kann. Deutlich zu erkennen ist hier die Entspannung im Randbereich durch das Fließen des Materials in die Breite (-6 mm bis -5 mm). (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

die Halbwertsbreite ein Maß für die Defektdichte im Material dar und sollte sich somit ähnlich dem S-Parameter aus den Positronenmessungen verhalten.

Abbildung 5.17(a) zeigt die Halbwertsbreiten der drei  $\alpha$ -Eisenreflexe. Alle drei Reflexe folgen dem aus den Positronendaten bekannten V-förmigen Verlauf, allerdings zeigen die  $\{110\}$ -Ebenen genau in der Mitte des V's, ca. 0,2 mm unterhalb der geometrischen Mitte der Probe, eine Abweichung von der V-Form. Drei der Messpunkte haben eine deutlich verringerte Halbwertsbreite. Die  $\{110\}$ -Ebenen sind die einfachste Gleitebene des  $\alpha$ -Eisens, d. h. bei Aktivierung dieser Gleitebene findet eine Verformung statt ohne dass sich Versetzungen bewegen müssen. Erst bei stärkerer Verformung wird die Kristallstruktur durch Klettern von Versetzungen aus anderen Ebenen gestört und es kommt zu einer Verbreiterung der Halbwertsbreite.

Die Halbwertsbreiten der vier  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 5.17(b)) zeigen ebenfalls einen V-förmigen Verlauf wie bei den Positronenmessungen und keine der Netzebenen zeigt einen ähnlichen Sprung wie die  $\{110\}$ -Ebene im  $\alpha$ -Eisen. Das Minimum der Halbwertsbreiten liegt wie im  $\alpha$ -Eisen bei ungefähr 0,2 mm unterhalb der geometrischen Probenmitte.

Um eine bessere Übersicht und Statistik zu erhalten, wurden erneut die Mittelwerte der Halbwertsbreiten berechnet (Abb. 5.18). Beim  $\alpha$ -Eisen wurde nur dabei der normale Mittelwert aus den Reflexen der  $\{200\}$ - und der  $\{211\}$ -Ebenen gebildet. Hierbei wurde der normale Mittelwert genutzt, da der Fehler sehr stark variiert und ein gewichteter Mittelwert zu starken Sprüngen und Artefakten führen würde. Die Halbwertsbreite des  $\{110\}$ -Reflexes wurde nicht berücksichtigt, da diese durch den Sprung in der neutralen Faser einen anderen Verlauf besitzt.

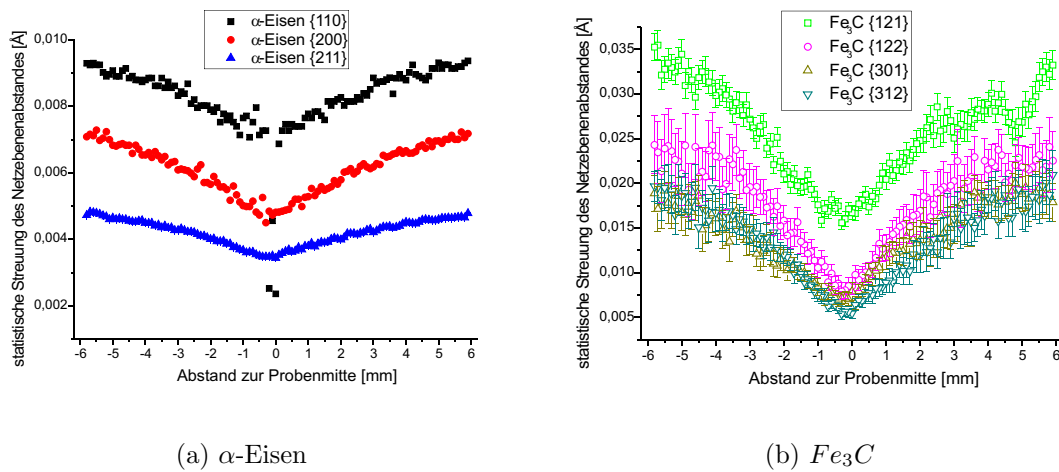


Abbildung 5.17: Die Halbwertsbreiten der sieben untersuchten Reflexe zeigen alle einen V-förmigen Verlauf mit einem Minimum bei  $-0,2$  mm bis  $-0,3$  mm (neutrale Faser). Der  $\{110\}$ -Reflex des  $\alpha$ -Eisens (a) zeigt in der Mitte der Probe einen Sprung zu niedrigen Werten. Dieser Sprung entsteht, da die  $\{110\}$ -Ebenen Gleitebenen sind (s. Seite 48). Bei den  $Fe_3C$ -Reflexen (b) war ein solcher Sprung nicht zu beobachten. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

Der Mittelwert  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 5.18(b)) zeigt wie der Mittelwert der  $\alpha$ -Eisenreflexe einen V-förmigen Verlauf, jedoch mit einer Abweichung im oberen Rand der Probe ( $+4$  mm bis  $+6$  mm). Dieses Abweichung ist hauptsächlich in der Halbwertsbreite der  $\{121\}$ -Ebenen zu verzeichnen, aber auch in den anderen drei Reflexen angedeutet. Eventuell handelt es sich um einen Einfluss der Messunterbrechung. Die gleichen Berechnungen wurden auch für den Detektorbereich B durchgeführt. Im folgenden werden allerdings die Netzebenenabstände und die relative Ausdehnung übergangen, da diese die gleiche physikalische Aussage wie die lokale Spannungen haben. Da der Detektorbereich B Daten aus der Hauptverformungsrichtung dieser Probengeometrie enthält (Abb. 5.11), sind die gemessenen Effekte größer und haben einen umgekehrtes Vorzeichen bei der lokalen Spannung (Abb. 5.20) im Gegensatz zur Querkontraktion (Detektorbereich A).

Die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen zeigt genau dieses erwartete Verhalten. Die maximale Spannung ist dabei um den Faktor 1,5 größer und hat ein umgekehrtes Vorzeichen (Abb. 5.20). In der unteren Probenhälfte ( $-6$  mm bis  $0$  mm) werden die Netzebenen der  $\alpha$ -Phase gedehnt, während sie in der oberen Probenhälfte gestaucht werden. Dieser Verlauf ist genau umgekehrt als man es bei dieser Verformung erwartet hätte und entsteht durch das elastische Zurückfedern der Probe (s. Abb. 5.19). Beim  $\alpha$ -Eisen ist es anscheinend besonders stark ausgeprägt.

In der Mitte der Probe kommt es zusätzlich zu einem hakenförmigen Verlauf ( $-1$  mm bis  $+1$  mm), der besonders deutlich bei den  $\{211\}$ -Ebenen zu erkennen ist. Hier kommt es anscheinend in der Nähe der neutralen Faser nicht mehr zu einer Span-

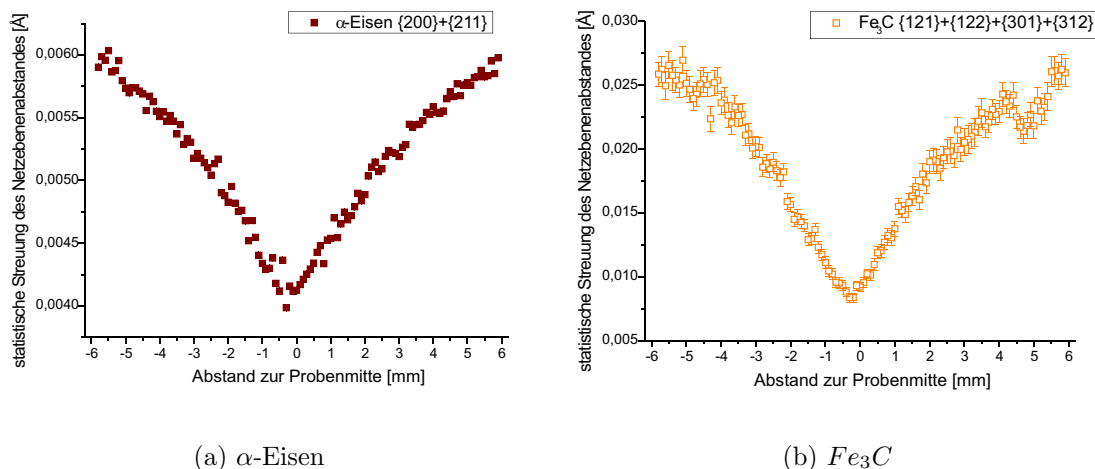


Abbildung 5.18: Um eine bessere Statistik und Übersicht über die Daten zu erhalten wurden die Halbwertbreiten gemittelt. Bei dem  $\alpha$ -Eisen (a) wurde der Mittelwert der ähnlich verlaufenden Reflexe {200} und {211} gebildet. Der statistische Fehler ist hierbei kleiner als die eingezeichneten Messpunkte. Bei dem  $Fe_3C$  (b) wurde der gewichtete Mittelwert aller vier Reflexe berechnet. Das Minimum der gemittelten Halbwertsbreite liegt bei -0,3 mm. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

nungsumkehr durch das Zurückfedern der Probe.

Auch im  $Fe_3C$  lässt sich der umgekehrte Verlauf und die höhere maximale Spannung erkennen (Abb. 5.21). Der gewichtete Mittelwert der lokalen Spannungen zeigt den eigentlich für diese Verformung erwarteten Verlauf mit einer Dehnung in der oberen Probenhälfte und einer Stauchung in der unteren Probenhälfte. Die mittlere maximale lokale Spannung beträgt hier ungefähr 1600 MPa.

Die Halbwertsbreiten der einzelnen Reflexe zeigen jeweils den aus dem Detektorbereich A bekannten V-förmigen Verlauf. Jedoch weisen die {110}-Ebenen im  $\alpha$ -Eisen (Abb. 5.22) nicht den in Detektorbereich A (s. Abb. 5.17(a)) erkennbaren Sprung in der Nähe der neutralen Faser auf. In dieser Verformungsrichtung ist die Deformation immer so groß, dass eine Verbreiterung der Röntgenreflexe eintritt.

Sämtliche Halbwertsbreiten aus Detektorbereich B zeigen allerdings eine stärkere Streuung der Messdaten (Abb. 5.23), die mit dem breiten Röntgenstrahl und der damit einhergehenden schlechteren Auflösung zusammenhängt (s. Abb. 2.17).

Der letzte der drei Detektorbereiche umfasst fast die gesamte Fläche des Detektors (s. Abb. 4.2) und enthält somit die größte Körnerstatistik der drei Bereiche. Auf Grund der Unsymmetrie dieses Bereiches<sup>5</sup> und die unterschiedlichen Verläufe der lokalen Spannung in Detektorbereich A und B, kann dieser Bereich jedoch nicht zu einer sinnvollen Auswertung der lokalen Spannung innerhalb der Probe beitragen. Die Halbwertsbreiten der Reflexe in diesem Detektorbereich (C) zeigen hingegen

<sup>5</sup> Durch den Beamstopper konnte ein Teil der Detektorfläche allerdings nicht genutzt werden.



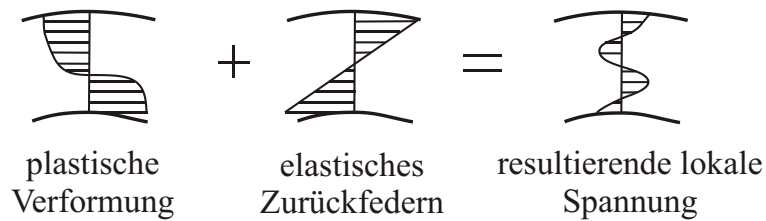
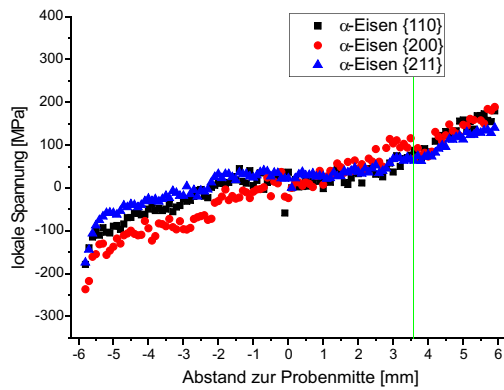


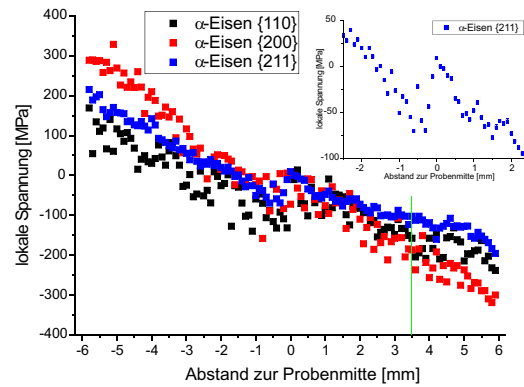
Abbildung 5.19: Durch das - nach dem Verbiegen der Probe - elastische Zurückfedern, kann es zu einer Umkehrung der Spannungsrichtung innerhalb des Materials kommen[Dad00].

sehr gute Ergebnisse, da ihre Verlaufsform nicht von der Lage der Netzebenen und somit der Beugungsrichtung abhängt. Bei den Halbwertsbreiten kann man demnach im Gegensatz zu der lokalen Spannung von einer guten Statistik dieses Detektorbereiches profitieren.

Sowohl die mittlere Halbwertsbreite der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe (Abb. 5.24(a)), als auch der gewichtete Mittelwert der Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 5.24(b)) zeigen den bekannten V-förmigen Verlauf mit einem Minimum bei -0,2mm. Die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe gehen im Randbereich der Probe in eine Sättigung, während bei der Kurve der  $\alpha$ -Eisenreflexe keine Abflachung erkennbar ist.



(a) Detektorbereich A



(b) Detektorbereich B

Abbildung 5.20: Die lokale Spannung im Detektorbereich **B** (b) verläuft umgekehrt zur Spannung im Bereich **A** (a), da im Bereich **A** die vertikalen Spannungen und in **B** die horizontalen Spannungen detektiert werden (Abb. 5.11). Aus dem gleichen Grund ist die Gesamtamplitude in **B** etwas größer als in **A**, da die Hauptverformung in horizontaler Ebene erfolgt. Der mittlere Bereich der  $\{211\}$ -Reflexe ist in (b) zusätzlich vergrößert dargestellt.

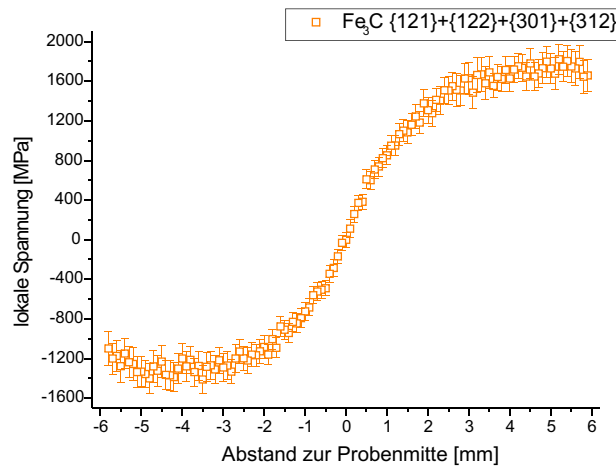


Abbildung 5.21: Der gewichtete Mittelwert der lokalen Spannung im  $Fe_3C$  zeigt den bereits bekannten S-förmigen Verlauf, jedoch spiegelverkehrt zu dem aus Detektorbereich **A** und in der Amplitude um den Faktor 1,7 größer. (Biegeprobe I, Detektorbereich **B**)

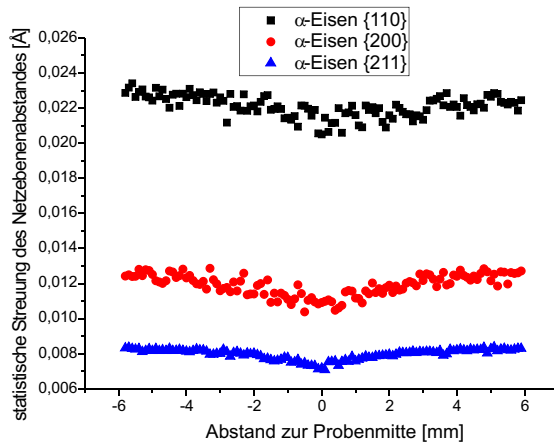


Abbildung 5.22: Die Halbwertsbreiten der drei  $\alpha$ -Eisenreflexe aus dem Detektorbereich **B** zeigen ebenfalls einen V-förmigen Verlauf, der jedoch wesentlich schwächer ausgeprägt ist als in Bereich **A**. Die Halbwertsbreite des  $\{110\}$ -Reflexes zeigt nicht den aus Bereich **A** bekannten Sprung in der Probenmitte. (Biegeprobe I, Detektorbereich **B**)

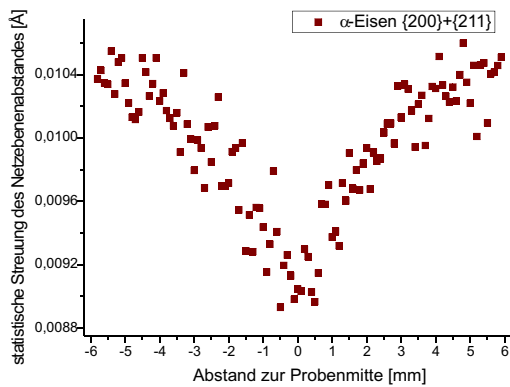
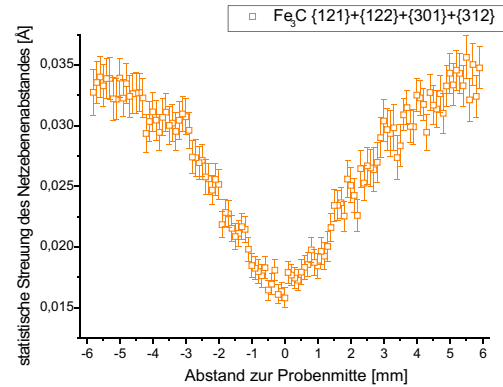
(a)  $\alpha$ -Eisen(b)  $Fe_3C$ 

Abbildung 5.23: Die Mittelwerte der Halbwertsbreiten zeigen wieder einem V-förmigen Verlauf mit einem Minimum bei  $-0,2$  mm bis  $-0,1$  mm. Beide lassen jedoch eine größere Streuung und einen größeren Fehler als in Detektorbereich **A** erkennen. (Biegeprobe I, Detektorbereich **B**)

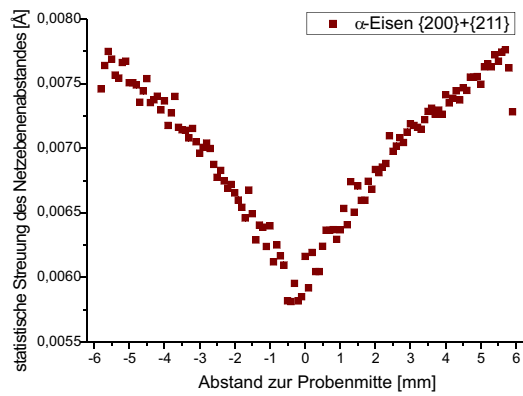
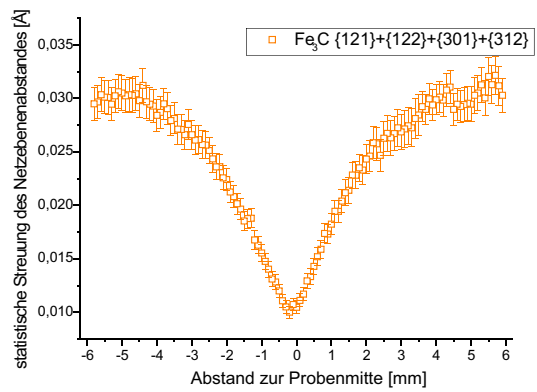
(a)  $\alpha$ -Eisen(b)  $Fe_3C$ 

Abbildung 5.24: Die Halbwertsbreiten des Detektorbereiches C zeigen deutlich den bekannten V-förmigen Verlauf aus den Bereichen A und B. (Biegeprobe I, Detektorbereich C)

### Biegeprobe Nr. III

Im Gegensatz zur zuvor beschriebenen Probe ist die Biegeprobe Nr. III etwas schmaler (10 mm statt 12 mm). Sie wurde jedoch insgesamt stärker verformt (Biegeradius = 47 mm) um unterschiedliche Verformungsgrade einzubeziehen. In den Positronendaten zeigte sich allerdings kein großer Unterschied zwischen beiden Proben.

Im Folgenden sollen zunächst die Messergebnisse aus Detektorbereich A präsentiert werden. Hierbei werden allerdings nur die lokale Spannung und die Halbwertsbreite berücksichtigt. Die Netzebenenabstände und die relative Dehnung haben physikalisch die gleiche Bedeutung, wie die lokale Spannung.

So zeigt die lokale Spannung der drei  $\alpha$ -Eisenreflexe tendenziell einen ähnlichen Verlauf (Abb. 5.25(b)) wie bei Probe Nr.I. Jedoch ist deutlich der hakenförmige Sprung in dem Bereich der neutralen Faser zu sehen, der bei Probe Nr.I nur im Detektorbereich B zu verzeichnen war (Abb. 5.20(b)). Mittels des elastischen Zurückfederns (Abb. 5.19) wird die lokale Spannung durch die plastische Deformation überlagert, so dass sogar eine Spannungsumkehrung stattfindet.

Auch die Messung der Biegeprobe Nr. III musste unterbrochen werden (bei +2,2 mm), so dass eine Korrektur der Netzebenenabstände durchgeführt werden musste (Abb. 5.13).

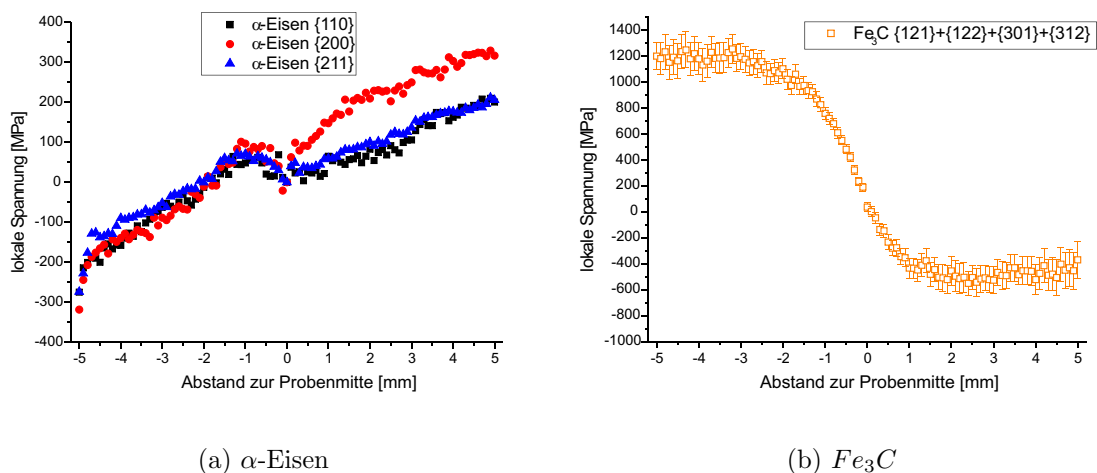


Abbildung 5.25: Die Biegeprobe III hat in der lokalen Spannung einen tendenziell ähnlichen Verlauf, wie Probe I. Jedoch zeigt sich im mittleren Bereich der Probe in der  $\alpha$ -Phase ein hakenförmiger Verlauf. Die maximale Amplitude ist bei Probe III etwas größer als bei Probe I. (Biegeprobe III, Detektorbereich A)

Die lokale Spannung innerhalb der  $Fe_3C$ -Phase (Abb. 5.25(b)) folgt dem bereits bekannten umgekehrten S-förmigen Verlauf, besitzt aber eine um 200 MPa größere Differenz zwischen Minimum und Maximum als die lokale Spannung bei Probe I. Die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe (Abb. 5.26) folgen dem bei Probe Nr. I beschriebenen V-förmigen Verlauf. Bei der Biegeprobe Nr.III ist der Sprung bei der

neutralen Faser aber weniger stark ausgeprägt. Diese verformungsarme Zone ist in dieser Probe räumlich kleiner ausgedehnt, da die Gesamtverformung stärker und die Probe gleichzeitig schmaler ist.

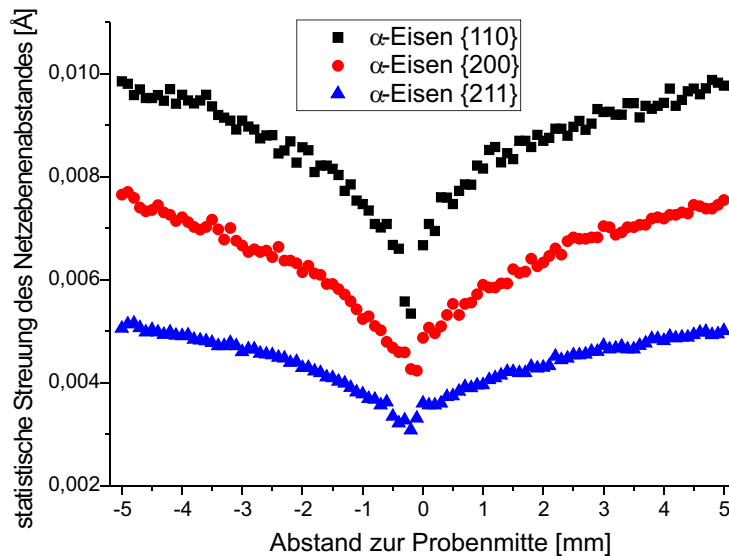


Abbildung 5.26: Die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisen Reflexe folgt dem V-förmigen Verlauf. Der Sprung in der Mitte des  $\{110\}$ -Reflexes ist weniger deutlich ausgeprägt als bei Probe I (Abb. 5.17(a)). (Biegeprobe III, Detektorbereich A)

Betrachtet man die Mittelwerte der Halbwertsbreiten (Abb. 5.27), so erkennt man den ähnlichen Verlauf wie bei Probe Nr.I, jedoch mit einer größeren Amplitude. Die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe gehen im Randbereich in ein Plateau über, während die Halbwertsbreiten der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe dies nicht zeigen. Zusätzlich lassen die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 5.27(b)) eine leichte Unsymmetrie erkennen, da sie auf der oberen Probehälfte (+4 mm bis +5 mm) höhere Werte annehmen, als in der unteren.

Im Folgenden sollen nun die Messergebnisse der Biegeprobe Nr.III aus dem Detektorbereich B vorgestellt werden. Hier wurde auf eine Präsentation der Halbwertsbreiten aus diesem Bereich verzichtet, da keinerlei aufschlussreiche Information aus den Halbwertsbreiten gezogen werden konnten (s. Abb. 5.23). Die lokale Spannung der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigt sehr schön den zuvor beschriebenen hakenförmigen Verlauf. Dabei ist dieser allerdings wesentlich stärker ausgeprägt als bei Probe I.

Beide Graphen (5.28(a) und 5.28(b)) verlaufen spiegelverkehrt zu den lokalen Spannungen aus Detektorbereich A in dem die Querkontraktion gemessen wurde.

Im  $Fe_3C$  folgt die Spannung (Abb. 5.28(b)) dem S-förmigen Verlauf, geht aber sehr früh in ein Plateau über. Trotz dieser frühen Sättigung wurden in diesem Bereich die größten lokalen Spannungen der beiden Proben gemessen. Die Differenz zwischen maximaler und minimaler Spannung ist bei Probe Nr.III um mehr als 300 MPa

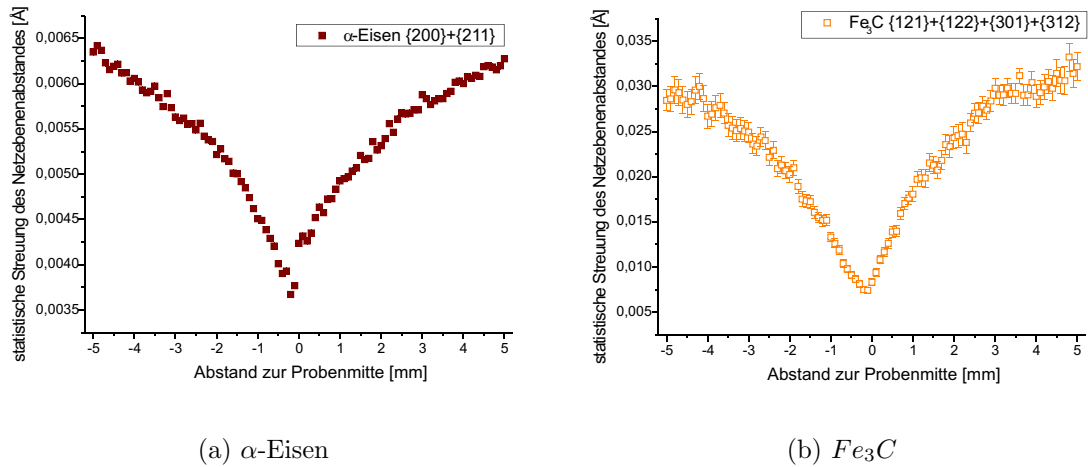


Abbildung 5.27: Die Halbwertsbreite der Reflexe der Probe III folgen dem bekannten V-förmigen Verlauf von Probe I, zeigen jedoch eine größere Differenz zwischen Maximal- und Minimalwert. Die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigt in der oberen Probenhälfte hingegen eine ausgeprägtere Linienverbreiterung. (Biegeprobe III, Detektorbereich A)

größer als bei Probe I im gleichen Detektorbereich. Auch in diesem Bereich ist ein Zurückfedern der Probe in den Außenbereichen (-5 mm bis -3 mm) zu erkennen. Aus dem Detektorbereich C sollen nur die Daten der Halbwertsbreiten vorgestellt werden, da diese nicht von der Unsymmetrie dieses Bereiches betroffen sind. Die mittleren Halbwertsbreiten (Abb. 5.29) folgen dabei dem bekannten V-förmigen Verlauf, wobei die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe in den Randbereichen wieder in ein Plateau übergeht. Das Minimum der Kurve, d. h. die neutrale Faser liegt etwas unterhalb der geometrischen Mitte der Probe (-0,2 mm), welches bereits bei Probe Nr. I festgestellt werden konnte.

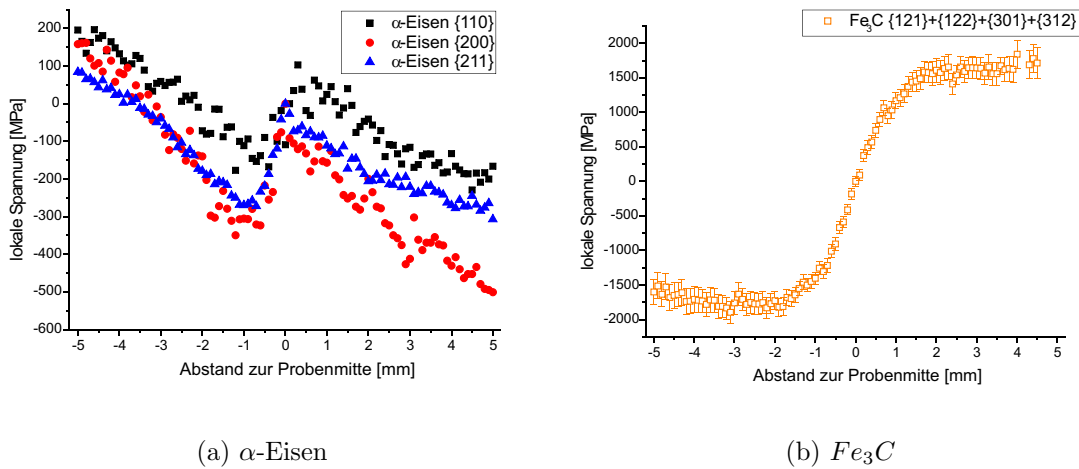


Abbildung 5.28: Die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen zeigt deutlich einen hakenförmigen Verlauf, der bereits andeutungsweise in den Daten aus Detektorbereich A zu sehen war. Dieser Verlauf entsteht durch das elastische Zurückfedern der Probe nach dem Verbiegen. Die lokale Spannung der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigt kaum einen Formunterschied zwischen Probe III und Probe I (Abb. 5.21). Allerdings ist die Maximalamplitude bei Probe III wieder größer als bei Probe I. (Biegeprobe III, Detektorbereich B)

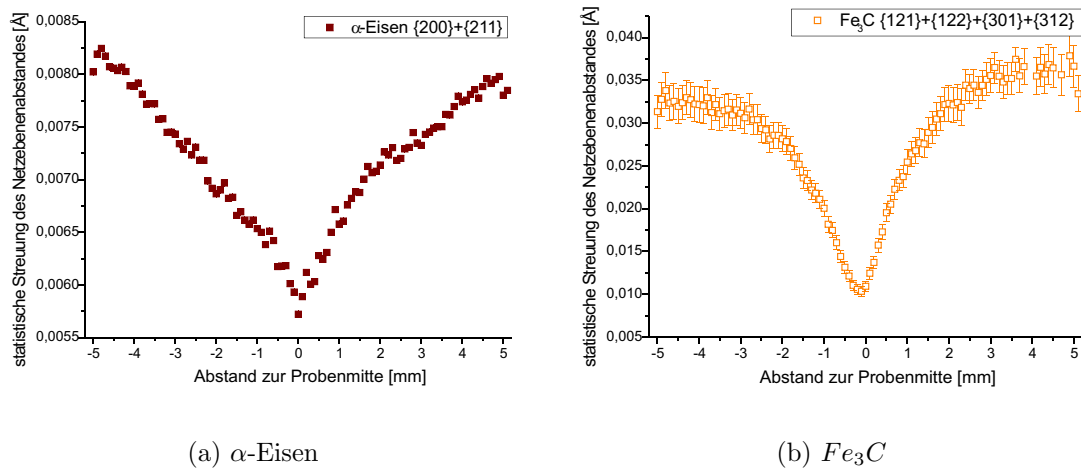


Abbildung 5.29: Die Halbwertsbreiten der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe folgt dem V-Verlauf, die maximale FWHM ist etwas größer bei Probe III. (Biegeprobe III, Detektorbereich C)



### 5.2.3 Finite-Elemente-Methode

Um die Physik der Beugungsversuche auch in einer weiteren Form darzustellen und weitere Vergleichswerte zu erhalten, wurden am Fraunhofer-Institut LBF in Darmstadt mit dem Softwarepaket ANSYS (Ansys Inc., Canonsburg, PA 15317, USA) eine FEM-Simulation dieses Biegeversuchs durchgeführt. Dafür wurde eine Biegeprobe im Computer in eine große Anzahl kleiner Bereiche unterteilt und anschließend ein Biegeversuch simuliert.

Als Ausgabeparameter erhält man den Umformgrad im Material und die von-Mises-Spannung in der Probe. Der Umformgrad (log. Formänderung) ist ein Maß für die Größe der plastischen Verformung und berechnet sich im kartesischen Koordinatensystem mit Hilfe der Längenänderung in den drei Raumrichtungen [Sie97]:

$$\varphi_l = \ln \frac{l_1}{l_0} \quad \varphi_b = \ln \frac{b_1}{b_0} \quad \varphi_h = \ln \frac{h_1}{h_0}$$

Die von-Mises-Spannung ist ein Maß für richtungsunabhängig wirkende Spannung innerhalb der Probe. Sie wird folgendermaßen aus dem Spannungstensor berechnet:

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

Die Ergebnisse der Simulation wurden in den beiden Graphen 5.30 zusammenfassend dargestellt.

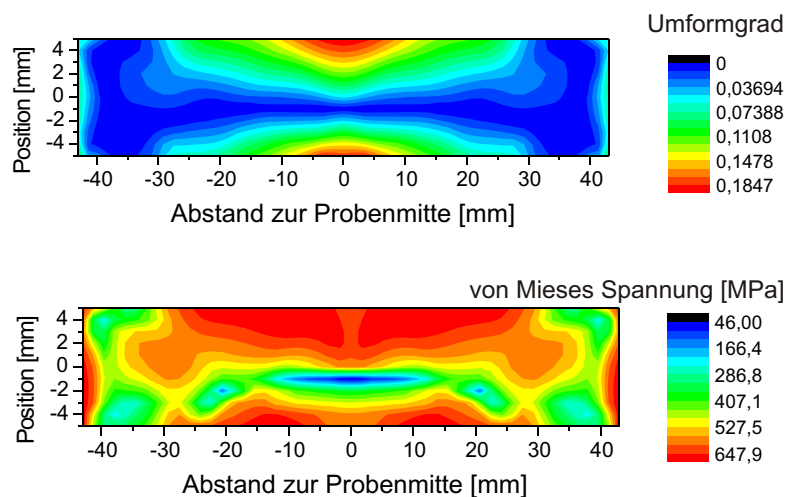


Abbildung 5.30: Die obere Matrix zeigt den berechneten Umformgrad in einer Biegeprobe, während die untere Matrix die von-Mises-Spannung darstellt.

Die für diese Arbeit ausschlaggebenden Daten aus der Mitte der Probe sollen im Folgenden noch genauer dargestellt werden. Dazu wurden nur die Simulationsergebnisse der Berechnungspunkte genau in der Mitte der Probe gegen den Abstand zur

Probenmitte aufgetragen (Abb. 5.31). Es zeigte sich jedoch, dass in diesem Bereich nicht genügend Berechnungspunkte simuliert wurden, um einen Vergleich mit den Messungen durchzuführen, da nur elf Punkte auf dieser Mittelachse lagen. Sowohl Umformgrad als auch die von-Mises-Spannung haben ihr Minimum in der unteren Probenhälfte. Dies ist ebenfalls bei beiden Experimenten festgestellt im Rahmen dieser Arbeit festgestellt worden.

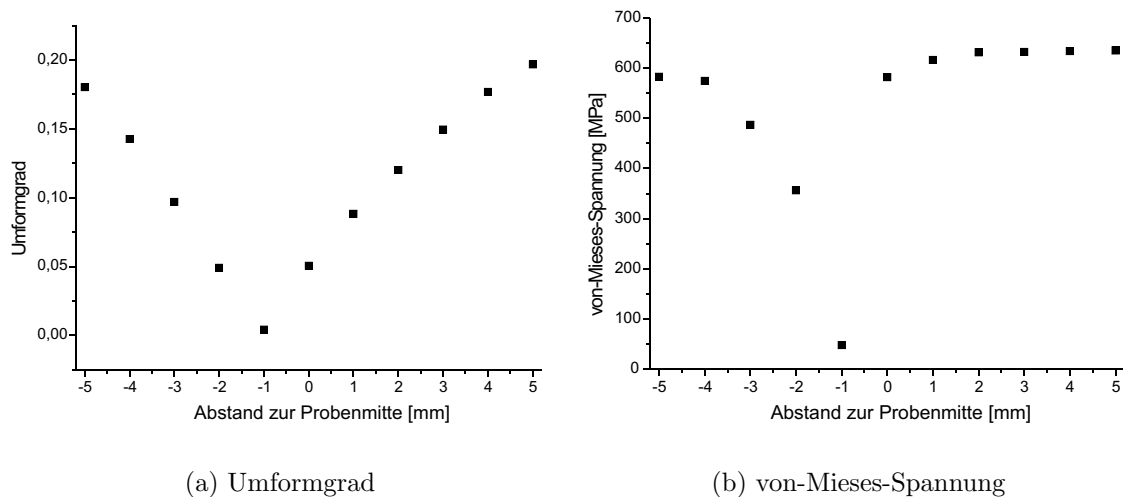


Abbildung 5.31: Der linke Graph zeigt den berechneten Umformgrad in der Mitte der Probe, der rechte Graph die von-Mises-Spannung innerhalb der Probe. Beide haben ein Minimum in der unteren Probenhälfte bei -1 mm.

Weitere Konsequenzen konnten aus den durchgeführten Messungen nicht gezogen werden.

Nach der Untersuchung dieser plastisch verformten Proben soll nun in einem zweiten Schritt auf die zyklisch belasteten Proben - die taillierten Flachproben - näher eingegangen werden, um sie im Anschluss miteinander vergleichen zu können.

### 5.3 Die taillierte Flachprobe

Bei der zyklisch belasteten taillierten Flachprobe handelt es sich um eine 40 mm x 20 mm große Probe mit zwei kreisförmigen Ausschnitten im Mittelbereich (s. Abb. 5.32). Die Probendicke liegt je nach Probe bei 0,8 mm bzw. 1 mm.

Die hier dargestellte Probengeometrie wurde speziell für die Experimente entwickelt und bietet durch die taillierte Form einen berechenbaren Spannungsverlauf entlang der Längsachse der Probe (Abb. 5.32(b)).

Der Spannungsverlauf entlang der Probenachse ermöglicht dem Experimentator durch ortsaufgelöste Messungen den Einfluss der verschiedenen Spannungen in zyklischer Belastung an einer Probe zu untersuchen. Die lineare Abhängigkeit zwischen dem

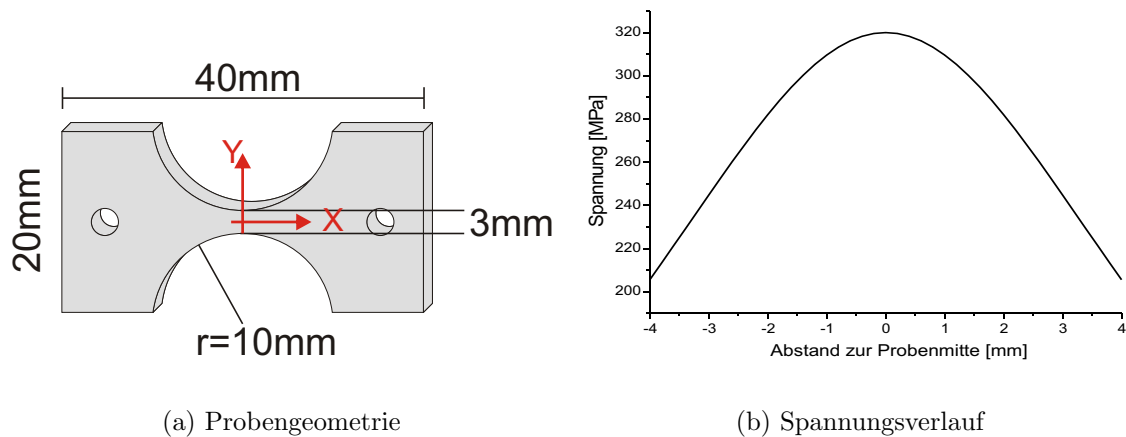


Abbildung 5.32: Durch die kreisförmigen Ausschnitte entsteht bei Belastung ein berechenbarer Spannungsverlauf entlang der x-Achse. In (b) ist der Spannungsverlauf bei einer Maximalspannung von 320 MPa dargestellt. Der Ursprung des Koordinatensystems zur Beschreibung der Messposition wurde in die Probenmitte gelegt (a)

Logarithmus der Zyklenzahl und dem S-Parameter [Ben02b] ermöglicht zudem eine Vorhersage des Bruches nach wenigen Zyklen.

In Zukunft soll es dadurch möglich werden, aus einer einzigen Probe ein komplettes Wöhlerfeld zu erstellen.

Für das Experiment wurden die Proben bei Unterspannung zyklisch verformt und anschließend die Messergebnisse ausgewertet.

Es wurden drei verschiedene Proben sowohl mit der Positronenspektroskopie als auch mit der Röntgenbeugung untersucht<sup>6</sup>:

- Probe IX: 1 mm dick, wurde mit bis zu  $2 \cdot 10^6$  Zyklen bei 300 MPa belastet.
- Probe XII: 1 mm dick, wurde mit bis zu  $5 \cdot 10^5$  Zyklen bei 320 MPa belastet.
- Probe XIV: 0,83 mm dick, wurde mit bis zu  $5 \cdot 10^5$  Zyklen bei 350 MPa belastet. Dabei ist die Probe gebrochen.

### 5.3.1 Positronenmessungen

Die Positronenmessungen der Proben wurden mit der Bonner Positronenmikrosonde (BPM) durchgeführt. Hierbei wurden die Proben bei der in der obigen Liste angegebenen Spannung zyklisch beansprucht, aus der Verformungsapparatur ausgebaut und anschließend in die BPM eingebaut und untersucht. Im Anschluss wurden die

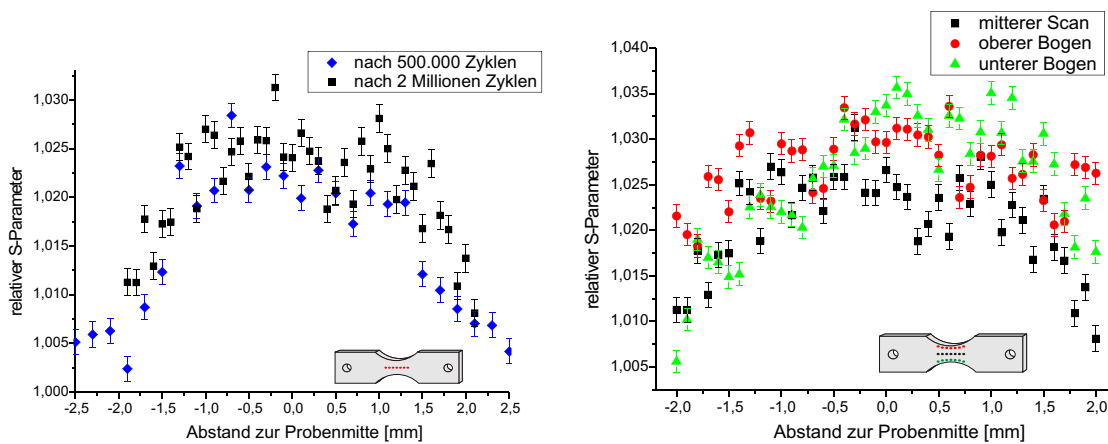
<sup>6</sup> Zur Auswertung wurden lediglich die Proben IX, XII und XIV verwendet. Die übrigen Proben waren wegen ungleichmäßiger Belastung unbrauchbar geworden.

Proben wieder in die Verformungsapparatur erneut eingebaut, zyklisch unter gleichen Spannungen belastet und wieder in der BPM untersucht. Dadurch konnte eine Entwicklung der Schäden in den Proben abhängig von Zyklenzahl und wirkender Spannung verzeichnet werden.

### Taillierte Flachprobe Nr. IX

Die Probe Nr. IX wurde nach 500.000 Zyklen und nach 2 Millionen Zyklen bei 300 MPa aus der Verformungsapparatur ausgebaut und in der Mikrosonde untersucht. Nach 500.000 Zyklen wurde ein einfacher Linienscan über die Mitte der Probe durchgeführt und nach 2 Millionen Zyklen wurden zusätzlich die Randbereiche der Probe untersucht (Abb. 5.33(a)). Anschließend wurden über die Mitte neun Linienscans entlang der x-Achse im Abstand von  $200 \mu\text{m}$  durchgeführt (Abb. 5.34). Der Positronenstrahl wurde bei allen Messungen auf einen Maximaldurchmesser von  $35 \mu\text{m}$  eingestellt.

Bereits nach 500.000 Zyklen ist der Verlauf der Schädigung bereits deutlich zu erkennen gewesen (Abb. 5.33(a)). Genau in der Mitte der Probe kam es dabei stärksten Schädigung, die nach außen entlang der x-Achse bis zum Referenzwert einer undeformierten C45E Probe ( $S_{rel} = 1$ ) abnahm.



(a) Entwicklung der Schädigung

(b) örtliche Verteilung der Schädigung

Abbildung 5.33: Mit zunehmender Zyklenzahl nimmt der relative S-Parameter zu und hat einen maximalen Wert von 1,031 nach 2 Millionen Zyklen etwa in der Mitte der Probe (a). Die zusätzlich gemessenen Randbereiche (oberer und unterer Bogen) der Probe (b) zeigen einen höheren S-Parameter von 1,035 relativ zum ausgeheilten Material, da die Schädigung von den Randbereichen der Probe ausgeht. Im Photopeak lagen dabei jeweils mindestens 450.000 Ereignisse bei Graph (a) und 600.000 Ereignisse bei Graph (b)[Pul05]. (Probe IX)

Die untersuchten Randbereiche (oberer und unterer Bogen) der Probe zeigten einen höheren relativen S-Parameter (Abb. 5.33(b)), als die Messpunkte in der Probenmitte. Dies lässt sich durch erhöhte die lokale Spannung im Randbereich (Kerbeffekt) erklären. Zugleich ist die Schädigungszone auf Grund des selben Effektes im Randbereich etwas verbreitert.

Aus den neun gemessenen Linienscans in der Mitte der Probe, wurde eine Matrix des relativen S-Parameters zusammengesetzt, die den räumlichen Verlauf der Schädigung in einer taillierten Flachprobe nach 2 Millionen Zyklen zeigt (Abb. 5.34). Die einzelnen Linienscans hatten einen Abstand von  $200 \mu\text{m}$  voneinander und decken somit einen Bereich von 1,6 mm Breite ab. Je zentraler die Linienscans auf der Probe liegen (entlang der y-Achse) um so kleiner ist der maximale S-Parameter, da die Schädigung am Rand am größten ist. In jedem der Scans folgt der relative S-Parameter dem Verlauf, der bereits in dem Scan der Mittellinie zu verzeichnen war (Abb. 5.33(a)).

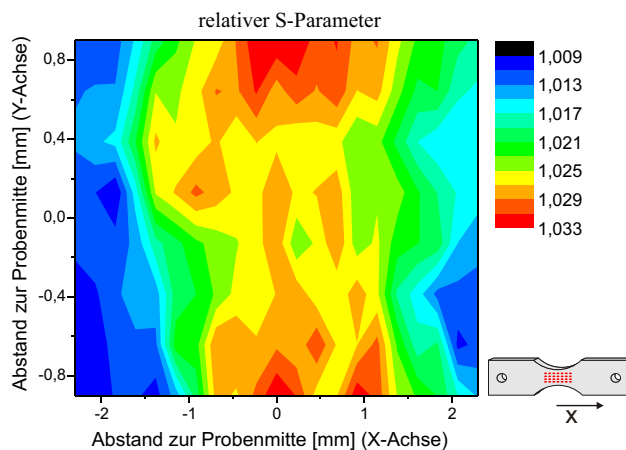


Abbildung 5.34: Aus den neun Linienscans wurde eine Matrix gebildet um eine räumliche Übersicht über die Schädigung zu erhalten. Die oberen und unteren Linienscans zeigen eine höhere maximale Schädigung als die Messungen in der Mitte der Probe. Im Photopeak lagen dabei mindestens 400.000 Ereignisse[Pul05]. (Probe IX)

### Taillierte Flachprobe Nr.XII

Die Probe Nr.XII wurde mit einer maximalen Spannung von 320 MPa zyklisch belastet. Sie wurde nach 1.000 Zyklen und nach 500.000 Zyklen mit der BPM untersucht (Abb. 5.35).

Bereits nach 1.000 Zyklen zeigte sich die Schädigung innerhalb der Probe durch den zur Mitte hin ansteigenden relative S-Parameter. Das Maximum lag bei Position -0,4 mm und damit weiter links als die ermittelte geometrische Mitte der Probe. Möglicherweise ist diese Verschiebung durch eine lokale Schwachstelle in der Probe oder durch einen Fehler bei der Bestimmung des Probenmittelpunktes entstanden. Nach 500.000 Zyklen ist der Bereich mit erhöhtem S-Parameter fast doppelt so breit wie nach 1.000 Zyklen. Der maximale S-Parameter ist von 1,022 auf 1,03 gestiegen. Das entstandene Plateau und die Breite der Verformungszone deuten daraufhin, dass die Verschiebung des Maximums bei 1.000 Zyklen durch eine lokale Schwachstelle innerhalb der Probe entstanden sein könnte.

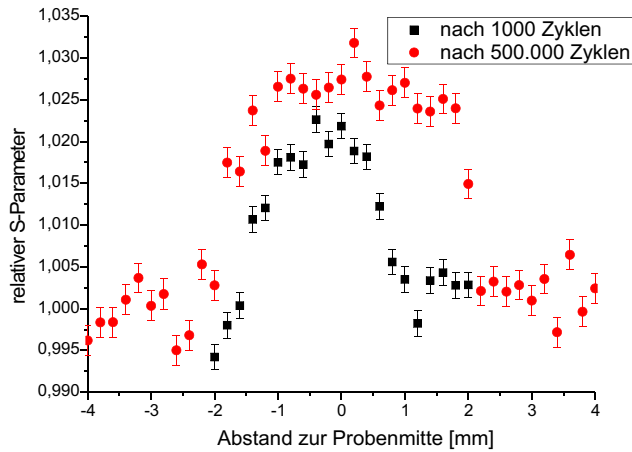


Abbildung 5.35: Der relative S-Parameter hat nach 1.000 Zyklen ein Maximum von 1,022 bei Position -0,4 mm. Nach 500.000 Zyklen bildet sich eine breite Zone maximaler Schädigung mit einem maximalen S-Parameter von 1,03. Im Photopeak der Einzelmessungen waren mindestens 300.000 Ereignisse. (Probe XII)

Zusätzlich zu den Scans in der Mitte der Probe, wurden, ähnlich wie bei Probe Nr. IX, mehrere Linienscans über die komplette Probenbreite durchgeführt. Es wurden insgesamt fünf Linienscans entlang der Probenlängsachse in einem Abstand von  $750 \mu\text{m}$  durchgeführt. Der relative S-Parameter der einzelnen Messungen wurde in eine Matrix eingetragen (Abb. 5.36) und zeigt wie Probe IX eine maximale Schädigung in der Nähe des Probenrandes, die zur Mitte (entlang der y-Achse) hin abnimmt.

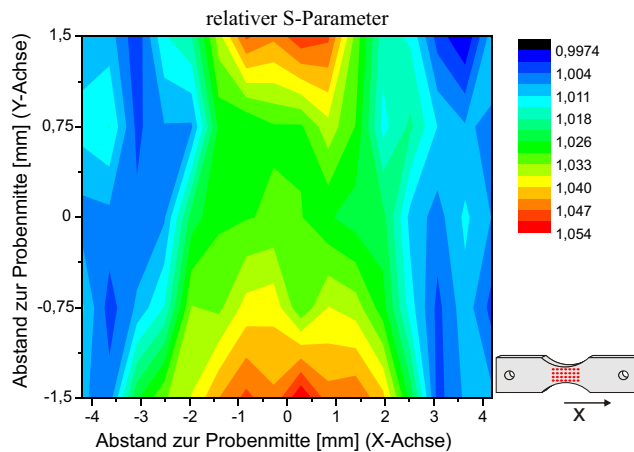


Abbildung 5.36: Der relative S-Parameter der Probe XII zeigt nach 500.000 Zyklen ähnlich wie die Probe IX im Randbereich die höchste Schädigung entlang der y-Achse zur Mitte hin einen Rückgang des S-Parameters. Im Photopeak der Einzelmessungen waren mindestens 120.000 Ereignisse. (Probe XII)

### Taillierte Flachprobe Nr.XIV

Die Probe Nr.XIV wurde mit einer sehr hohen Spannung von 350 MPa zyklisch belastet. Diese Probe ist daher bereits nach 500.000 Zyklen in zwei Teile gebrochen. Eine Hälfte der Probe wurde anschließend in der BPM eingebaut und zwei Linienscans in der Mitte der Probe durchgeführt. Beide Scans entlang der Längsachse hatten einen Abstand von  $100 \mu\text{m}$  zur Probenmitte (s. Abb. 5.37).

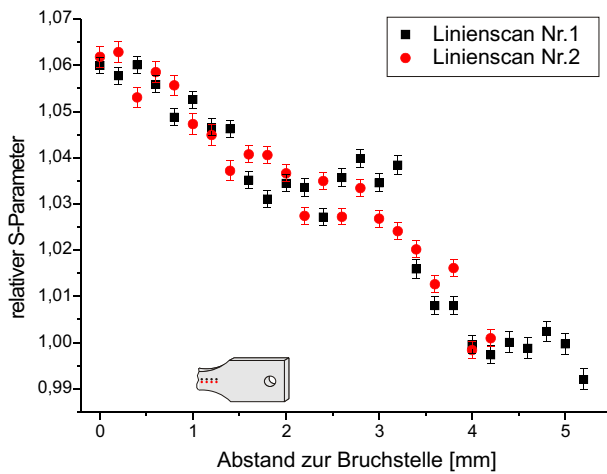


Abbildung 5.37: Die Probe Nr. XIV ist bei der zyklischen Verformung in zwei Teile gebrochen. Eine Hälfte wurde in der BPM untersucht. Zwei Linienscans wurden im Abstand von  $200 \mu\text{m}$  durchgeführt. An der Bruchstelle wurde ein maximaler S-Parameter von 1,06 gemessen und im Photopeak waren mindestens 180.000 Ereignisse. Im Gegensatz zu den anderen Graphen ist auf der x-Achse der Abstand zur Bruchstelle aufgetragen. (Probe XIV)

### 5.3.2 Röntgenmessungen

Alle drei taillierten Flachproben wurden wie die Biegeproben am Hochenergie-Strahlplatz von PETRA II bei DESY/HASYLAB in Hamburg vermessen. Der dafür verwendete Röntgenstrahl hatte für die Messungen eine Breite von  $750 \mu\text{m}$  und eine Höhe von  $100 \mu\text{m}$ , d. h. ca. 7.000 Körner konnten dabei pro Messpunkt durchstrahlt werden. Für jeden Messpunkt wurde die Probe 20 Sekunden lang bestrahlt und anschließend der Detektor ausgelesen.

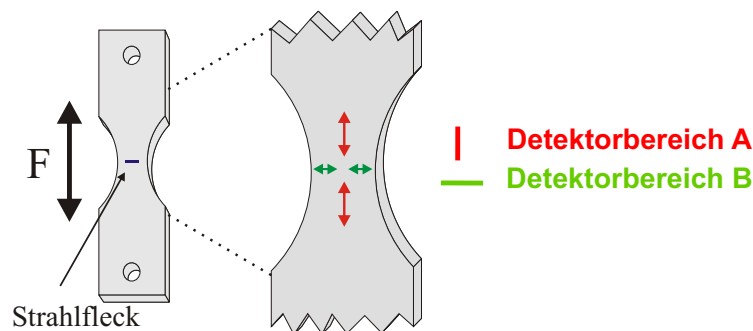


Abbildung 5.38: Die Probe ist hochkant in den Strahlplatz eingebaut worden, dadurch werden in Detektorbereich A die lokalen Spannungen der Hauptverformungsrichtung bestimmt, während in Detektorbereich B die Querkontraktion gemessen wird.

Die Proben wurden hochkant in den Strahlplatz eingebaut, d.h. im Gegensatz zu den Biegeproben liegt die Hauptbelastungsrichtung vertikal. Die maximalen Spannungen

werden somit im Detektorbereich **A** gemessen, während die Querkontraktion im Detektorbereich **B** ermittelt wird (s. Abb. 5.38).

### Taillierte Flachprobe Nr. IX

Es wurden insgesamt vier Linienscans mit einem Abstand von  $750 \mu\text{m}$  entlang der Probelängsachse durchgeführt. Im Gegensatz zu den Positronenmessung, fand nur eine Messung nach 2 Millionen Zyklen statt.

Von den vier Linienscans soll zunächst nur die Messung der Linie Nr. 3 exemplarisch vorgestellt (s. Abb. 5.39) werden, danach werden in Matrixdarstellung alle Linien zusammengefasst.

Die Netzebenenabstände im  $\alpha$ -Eisen zeigten keinen symmetrischen Verlauf, obwohl dies auf Grund der Ergebnisse der Positronenmessungen (Abb. 5.33) und der gewählten Probengeometrie zu erwarten war. Es ist möglich, dass der kleine Effekt von Veränderungen der Messapparatur überlagert worden ist. Im Folgenden werden deshalb die Ergebnisse der lokalen Spannung der  $\alpha$ -Eisenreflexe nicht mehr dargestellt werden.

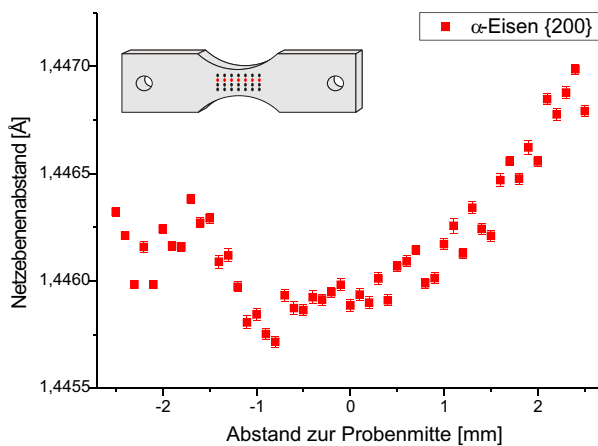


Abbildung 5.39: Die berechneten Netzebenenabstände der  $\alpha$ -Eisenreflexe für diese Probe zeigen nicht den erwarteten symmetrischen Verlauf. Möglicherweise ist der Effekt kleiner als die Variation durch die Messapparatur. Die roten Punkte in der Probenskizze markieren die Messpositionen, aus der die Daten stammen. (Probe IX, Detektorbereich **A**)

Die lokale Spannung der  $Fe_3C$ -Netzebenenabstände (Abb. 5.40) zeigt dagegen den erwarteten Verlauf mit einem Maximum in der Mitte der Probe, wo bei der Verformung die höchste Spannung wirkte. Auf einer Seite der Probe wurde der minimale Spannungswert von 0 MPa nicht erreicht, an dieser Stelle hätte möglicherweise weiter nach außen gemessen werden müssen.

Zur Berechnung der relativen Dehnung wird bei dieser Probengeometrie der kleinste Netzebenenabstand aus dem Rand des Messbereiches genommen, da dort wegen der geringsten wirkenden Spannung kaum eine Veränderung in der Probe stattfinden sollte.

Die Halbwertsbreiten der untersuchten Röntgenreflexe zeigen ebenfalls den bogenförmigen Verlauf (Abb. 5.41), wobei die Halbwertbreite des  $\{110\}$ -Reflexes<sup>7</sup> des

<sup>7</sup> Die  $\{110\}$ -Ebenen sind eine Gleitebene im  $\alpha$ -Eisen.



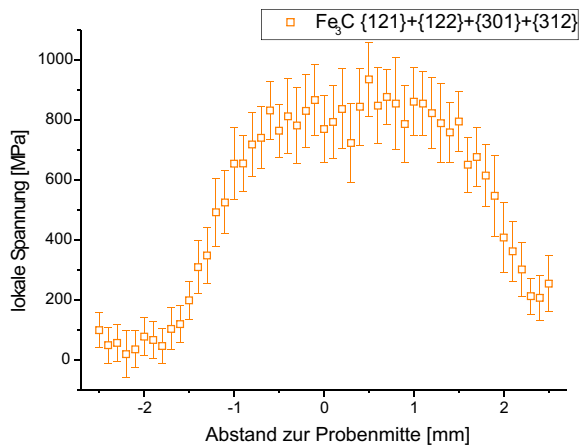


Abbildung 5.40: Der gewichtete Mittelwert der lokalen Spannung der vier  $Fe_3C$ -Reflexe zeigt sehr deutlich den erwarteten Verlauf, der bereits in den Positronenmessungen zu sehen war. Im Bereich positiver Abstände zu Probenmitte ( $>+2,5$  mm) wird eine Spannung von 0 MPa nicht erreicht. (Probe IX, Detektorbereich A)

$\alpha$ -Eisens ähnlich wie bei den Biegeproben Abweichungen im Bereich der minimalen Belastung (Randbereich) aufzeigt.

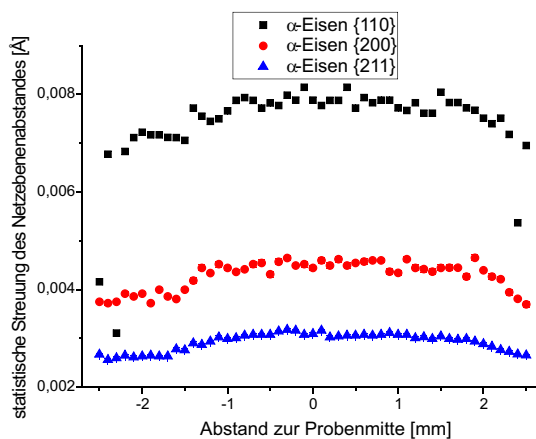


Abbildung 5.41: Die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe lassen ein Maximum in der Mitte der Probe erkennen. Im äußeren Bereich zeigen die Gleitebenen  $\{110\}$  wieder Sprünge zu kleinen Werten. Die statistischen Fehler sind dabei kleiner als die Messpunkte. (Probe IX, Detektorbereich A)

Die  $\alpha$ -Eisenreflexe lassen den bereits beschriebenen bogenförmigen Verlauf besonders deutlich erkennen (Abb. 5.42(a)), während die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe einer starken Streuung unterworfen ist und nur einen geringen Effekt zeigen (Abb. 5.42(b)).

Aus dem Detektorbereich B soll hier nur die lokale Spannung im  $Fe_3C$  dargestellt werden, da die übrigen Messwerte keinerlei Effekte erkennen ließen.

Die lokale Spannung im  $Fe_3C$  (Abb. 5.43) hat wie erwartet einen umgekehrten Verlauf in Detektorbereich B (Querkontraktion), der Effekt ist jedoch sehr klein und wird von starkem Rauschen überlagert.

Die Messdaten aus Detektorbereich C zeigen den erwarteten Verlauf besser als die Daten aus Bereich B. Deutlich ist hier der Bogen in dem gewichteten Mittelwert der lokalen Spannungen der  $Fe_3C$ -Reflexe zu erkennen (Abb. 5.44). Die maximale

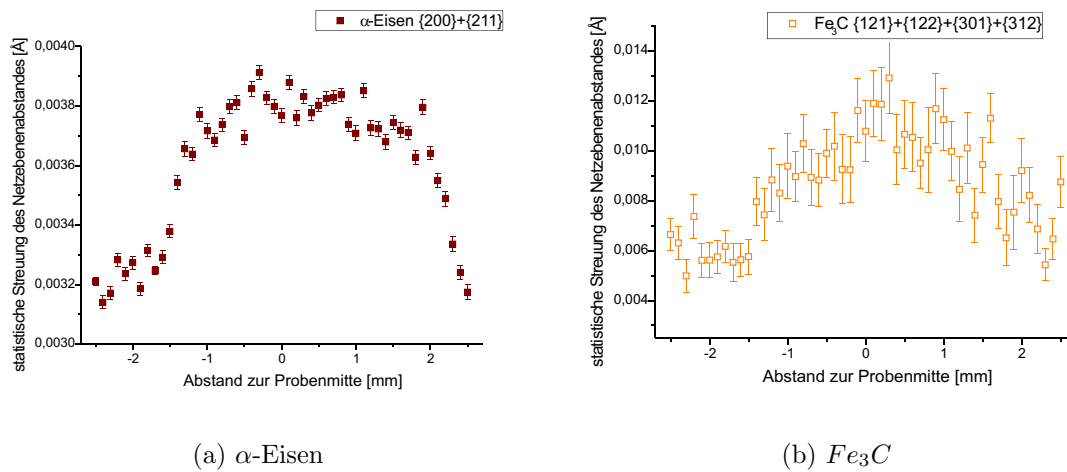


Abbildung 5.42: Die gemittelten Werte der Halbwertsbreiten der Reflexe zeigen beide den erwarteten Verlauf, jedoch ist die Streuung in der Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe (b) stärker als in dem Mittelwert der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe (a). (Probe IX, Detektorbereich A)

Amplitude ist jedoch um mehr als den Faktor 2 kleiner als in Bereich A, da in C über alle Raumrichtungen gemittelt wurde, während in A nur die Richtung der maximalen Belastungen berücksichtigt wurde.

Die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe aus dem Detektorbereich C zeigen trotz der hohen Statistik dieses Detektorbereiches die erwartete Form nur undeutlich und sind von Rauschen überlagert (s. Abb. 5.45(a)). Die mittlere Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe folgt dagegen sehr deutlich dem aus Bereich A bekannten Verlauf und weist eine geringere Streuung auf als die Daten aus Detektorbereich A.

Sämtliche bisher vorgestellten Daten stammten aus nur einem von insgesamt vier Linienscans über Probe Nr. IX. Die Ergebnisse aller Messungen wurden, um eine Übersicht über die räumlich Ausdehnung der Schädigung innerhalb der Probe zu erhalten, in einer Matrixdarstellung zusammengefasst. Hierfür wurden der Mittelwert Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe ( $\{211\} + \{200\}$ ) und der gewichtete Mittelwert der lokalen Spannungen im  $Fe_3C$  jeweils aus Detektorbereich A ausgewählt.

Dabei zeigen beide Matrizen (Abb. 5.46) eine ähnliche räumliche Verteilung der Schädigung innerhalb der Probe. Entlang der x-Achse liegt das Maximum der Schädigung jeweils bei einem Abstand von +0 mm bis +1 mm zur Probenmitte. In der anderen Richtung (entlang der y-Achse) liegt kein symmetrischer Verlauf vor, sondern eine Abnahme der Schädigung von oben nach unten. Möglicherweise ist bei der Positionsbestimmung der Probe ein Fehler verursacht worden und die Mitte der Probe nicht exakt genug bestimmt, da die Positronendaten (Abb. 5.34) auf einen symmetrischen Verlauf mit einer minimalen Schädigung in der Mitte hinweisen. Die Positionsbestimmung bei den Röntgenmessungen ist jedoch wesentlich schwieriger

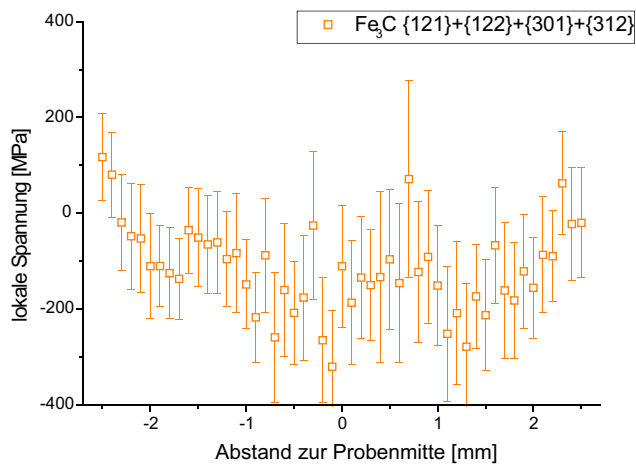


Abbildung 5.43: Im Gegensatz zur lokalen Spannung im Detektorbereich **A** ist in **B** der Verlauf der lokalen Spannung umgekehrt, da in horizontaler Richtung durch die Querkontraktion eine Stauchung stattfand. Der Effekt ist jedoch wesentlich schwächer ausgeprägt und von Rauschen fast überlagert, da der Röntgenstrahl in dieser Richtung wesentlich breiter ist als in **A**. (Probe IX, Detektorbereich **B**)

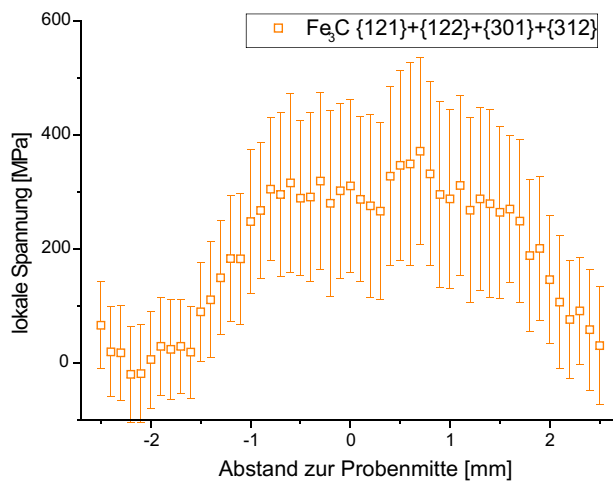


Abbildung 5.44: Die lokale Spannung des Detektorbereiches **C** ist kleiner als in Detektorbereich **A** und weist einen größeren Fehler auf, da in diesem Integralbereich die Peakform stärker von einem Gaußprofil abweicht. (Probe IX, Detektorbereich **C**)

als bei den Positronenmessungen, da bei den Röntgenmessungen keine Zielmöglichkeit wie der Elektronenstrahl der BPM existiert.

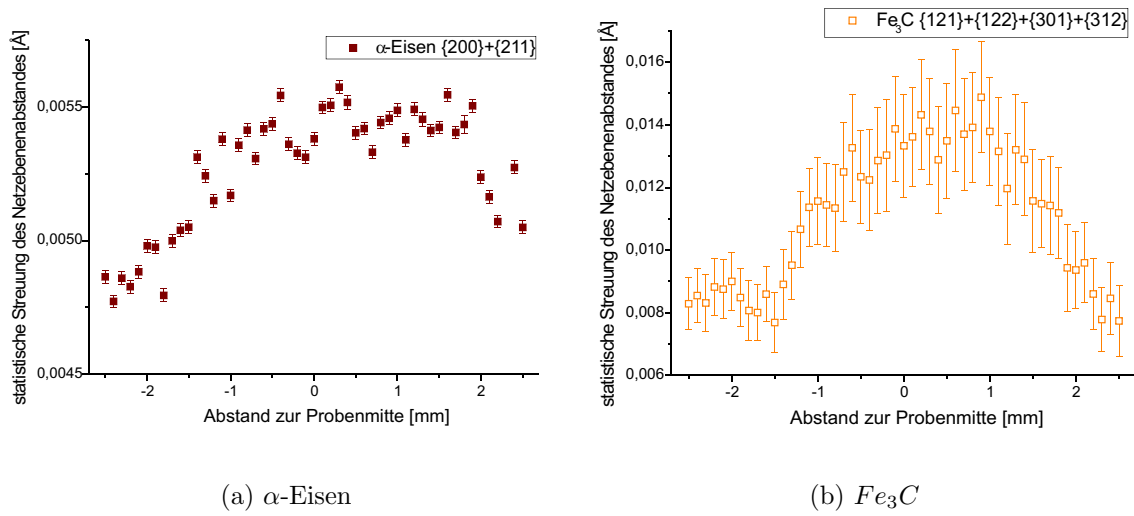


Abbildung 5.45: Die Halbwertsbreiten der Reflexe des  $\alpha$ -Eisens zeigen einen nicht so deutlichen Verlauf wie in Detektorbereich A. Die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe hingegen lassen den erwarteten Verlauf deutlich erkennen. (Probe IX, Detektorbereich C)

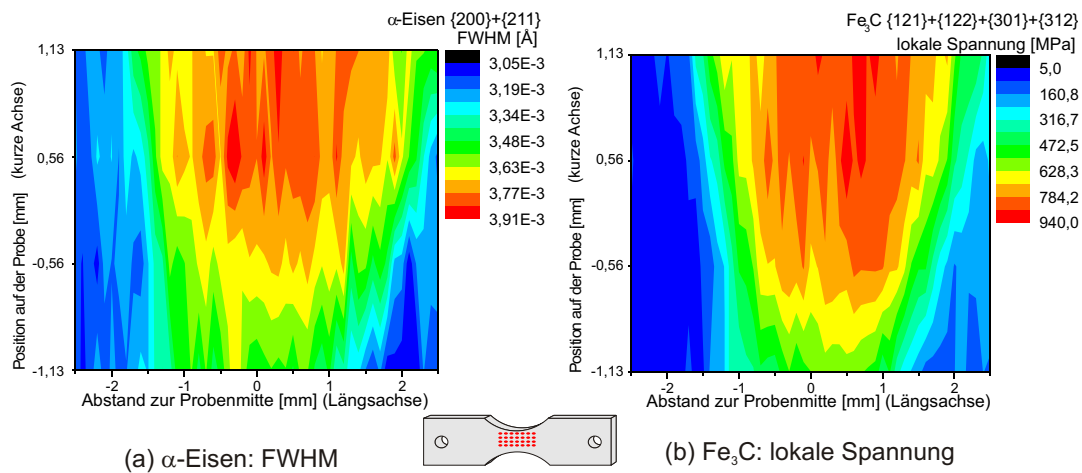


Abbildung 5.46: Um eine räumliche Übersicht über die Schädigung innerhalb der Probe Nr. IX zu erhalten wurde die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe {211} und {200} sowie die lokale Spannung im  $Fe_3C$  zu Matrizen zusammengefasst. Dabei deutet die höhere Schädigung in der oberen Probenhälfte auf falsch eine ermittelte Probenmitte hin. Die unterste Messreihe mit dem geringsten Maximum wurde aus diesem Grund als Probenmitte angenommen. (Probe IX, Detektorbereich A)

### Taillierte Flachprobe Nr. XII

Im Gegensatz zu den lokalen Spannungen bei der Probe Nr. IX ist bei Probe Nr. XII auch im  $\alpha$ -Eisen ein Effekt der zyklischen Beanspruchung zu verzeichnen. Wie bei den Ergebnissen der Biegeproben, verläuft die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen umgekehrt zur Spannung im  $Fe_3C$  und die maximal Amplitude ist dabei wesentlich kleiner (Abb. 5.47).

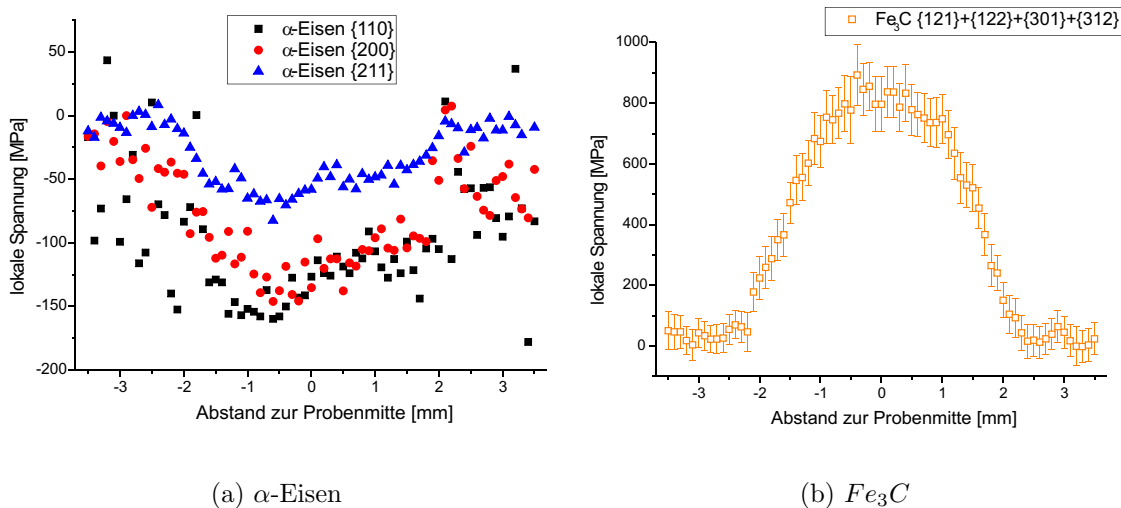


Abbildung 5.47: Die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen verläuft umgekehrt zur Spannung im  $Fe_3C$ . Die  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen deutlich die Dehnung durch die zyklische Belastung bei Unterspannung, während die  $\alpha$ -Eisenreflexe durch das Zurückfedern der Probe eine Stauchung aufweist. (Probe XII, Detektorbereich A)

Aus dem Detektorbereich B zeigt nur die lokale Spannung im  $Fe_3C$  einen eindeutigen Effekt (Abb. 5.50), der etwas deutlicher als bei Probe Nr. IX ausfällt und wegen der Querkontraktion umgekehrt zur Spannung in Detektorbereich A verläuft.

Der Detektorbereich C zeigt bei der Spannung im  $Fe_3C$  (Abb. 5.51) erneut eine geringere Amplitude als Bereich A. Bei den Halbwertsbreiten lassen sich nur die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe den bereits beschriebenen Verlauf erkennen (Abb. 5.52), während die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe von Rauschen überlagert sind und hier deshalb nicht dargestellt werden sollen.

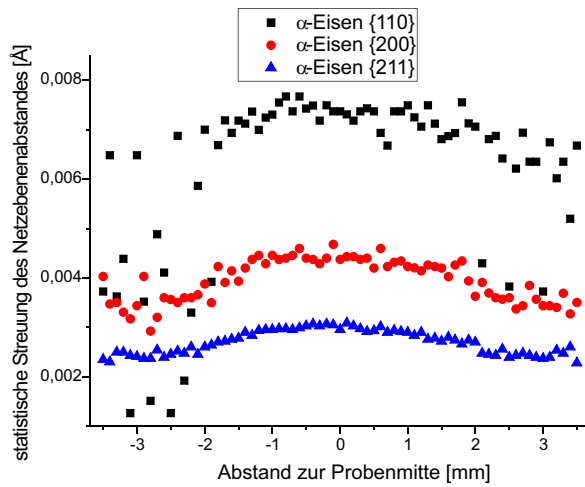
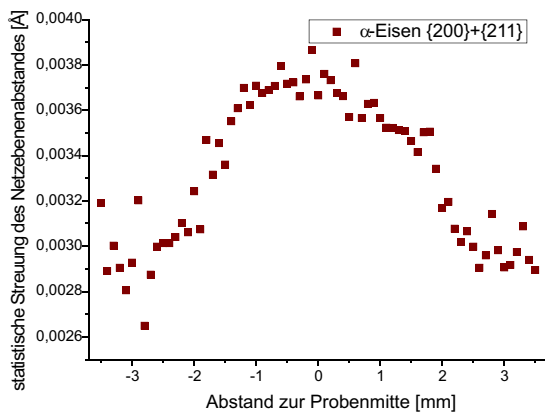
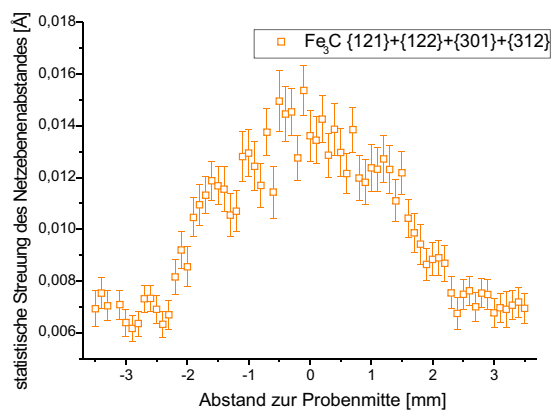


Abbildung 5.48: Die Halbwertsbreiten der drei  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen den von Probe Nr. IX bekannten Verlauf. In der Halbwertsbreite der  $\{110\}$ -Gleitebene sind im Bereich kleiner Belastungen (außen) Sprünge zu erkennen. (Probe XII, Detektorbereich A)



(a)  $\alpha$ -Eisen



(b)  $Fe_3C$

Abbildung 5.49: Sowohl die Halbwertsbreiten der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe als die  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen deutlich den aus den Positronenmessungen bekannten Verlauf. Beim  $\alpha$ -Eisen liegt der statistische Fehler innerhalb der Messpunkte. (Probe XII, Detektorbereich A)

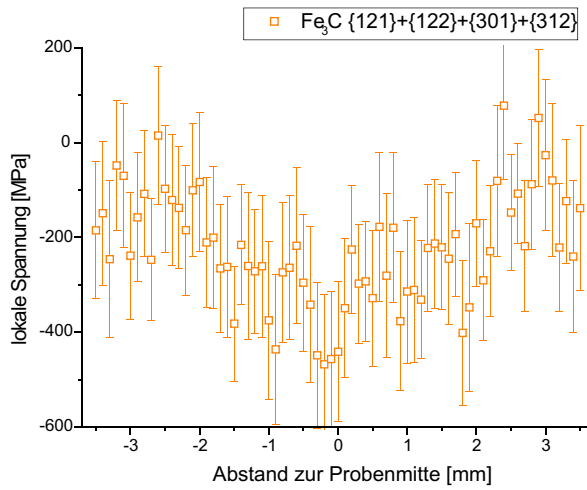


Abbildung 5.50: Im Detektorbereich **B** lässt nur die lokale Spannung der  $Fe_3C$ -Reflexe einen Effekt erkennen, der durch die Querkontraktion umgekehrt zum Effekt in Bereich **A** verläuft. (Probe XII, Detektorbereich **B**)

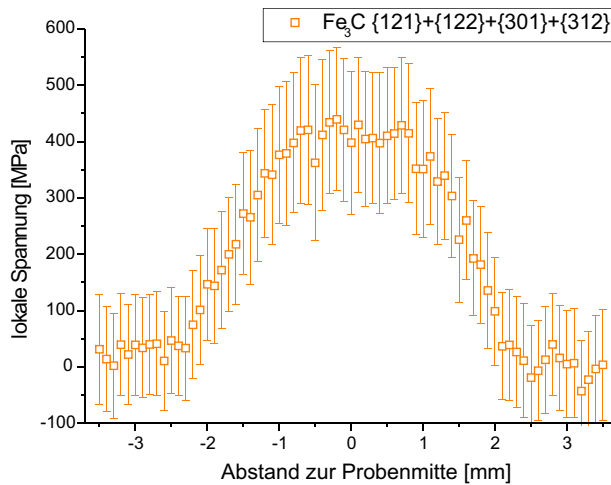


Abbildung 5.51: Die lokale Spannung im  $Fe_3C$  zeigt im Detektorbereich **C** ein kleines Plateau in der Mitte der Probe. (Probe XII, Detektorbereich **C**)

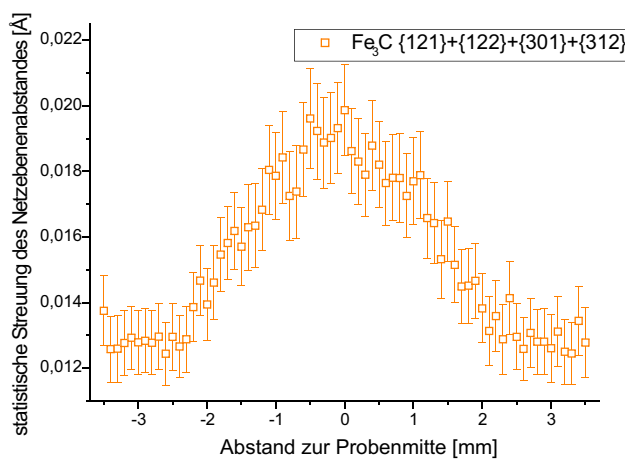


Abbildung 5.52: Die Halbwertsbreite des  $Fe_3C$  zeigt den aus Detektorbereich **A** bekannten Verlauf. (Probe XII, Detektorbereich **C**)

### Taillierte Flachprobe Nr. XIV

Die taillierte Flachprobe Nr. XIV hat der Belastung von 350 MPa nur bis ungefähr 500.000 Zyklen standgehalten und ist dann in zwei Teile zerbrochen. Beide Teile wurden für die Röntgenmessungen wieder lose zusammengefügt und in dieser Position vermessen.

Bereits die lokalen Spannungen aus Detektorbereich A zeigen deutliche Unterschiede zu den Ergebnissen der ungebrochenen Proben (Abb. 5.53). Durch den Bruch und die neu entstandene Oberfläche kam es zu einer Entspannung an der Bruchkante. An der Position des Bruches (-0,5 mm) geht die gemessene lokale Spannung sogar wieder auf 0 MPa zurück. Die Spannung im  $Fe_3C$  folgt dabei einem M-förmigen Verlauf dessen rechter Bogen eine größere Amplitude als der linke Bogen aufweist, da die Bruchstelle weiter von dieser Seite entfernt ist und die Entlastung somit einen geringeren Einfluss hat.

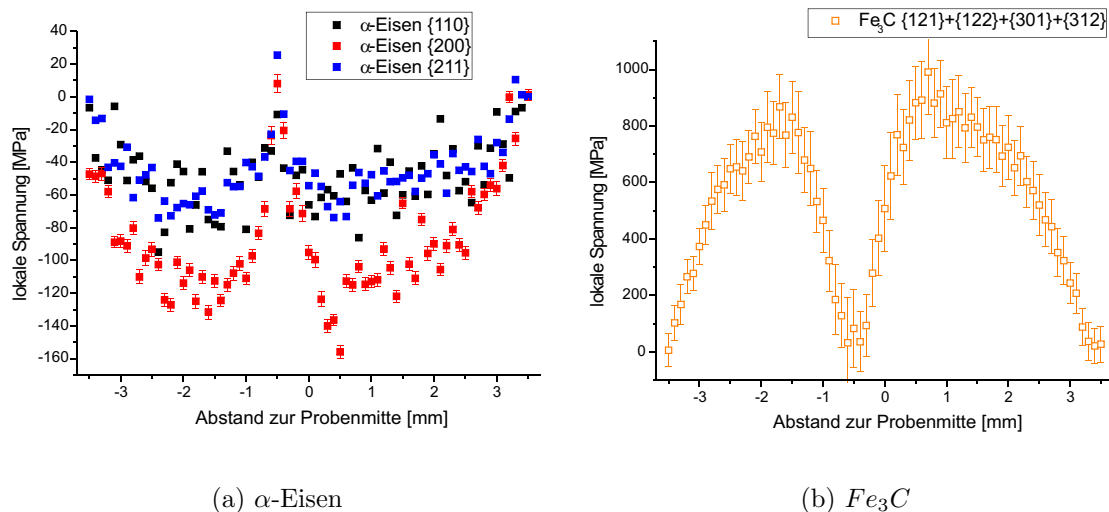


Abbildung 5.53: Beide lokalen Spannungen zeigen eine Entspannung auf Grund des Probenbruchs. Die lokale Spannung der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigt erneut einen umgekehrten Verlauf zum  $Fe_3C$ . (Probe XIV, Detektorbereich A)

Die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigt zusätzlich zu dem anderen bekannten bogenförmigen Verlauf eine erhöhte Halbwertsbreite in einem 0,3 mm breiten Bereich an der Bruchstelle (Abb. 5.54).

Im  $Fe_3C$  ist die Halbwertsbreite an der Bruchstelle dagegen verringert, was besonders deutlich in den Daten aus dem Detektorbereich C zu sehen ist (Abb. 5.56). Dieser Rückgang der Halbwertsbreite in der Nähe des Bruches findet in einem 1mm breiten Bereich statt, während die Erhöhung der Halbwertsbreite im  $\alpha$ -Eisen sehr lokalisiert ist. Wahrscheinlich kommt dieser Rückgang durch die starke Entspannung des Materials an der Bruchstelle und weniger durch ein Rückgang der Fehlstellendichte.



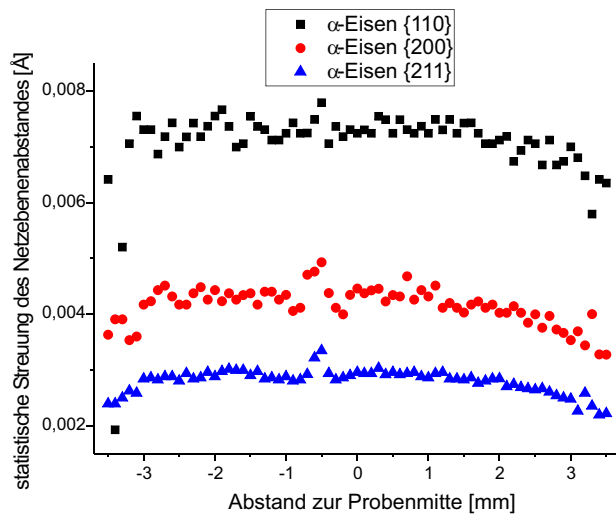
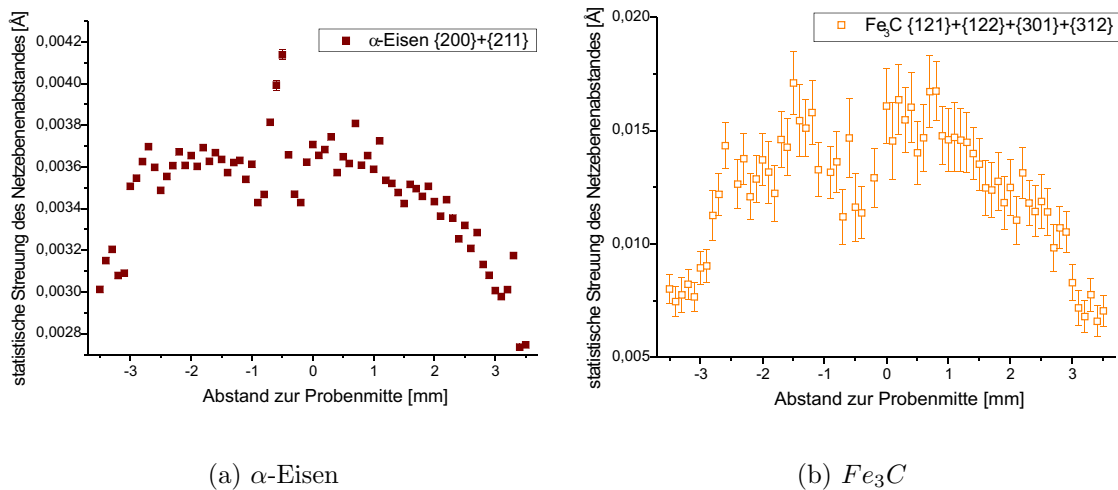


Abbildung 5.54: Zusätzlich zum bekannten Verlauf zeigen die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe an der Bruchstelle (-0,5mm) erhöhte Werte. (Probe XIV, Detektorbereich A)



(a)  $\alpha$ -Eisen

(b)  $Fe_3C$

Abbildung 5.55: Im Gegensatz zum  $\alpha$ -Eisen zeigen die Halbwertsbreiten der  $Fe_3C$ -Reflexe (b) ein lokales Minimum an der Bruchstelle, welches räumlich weiter ausgedehnt ist als das Maximum beim  $\alpha$ -Eisen (a). (Probe XIV, Detektorbereich A)

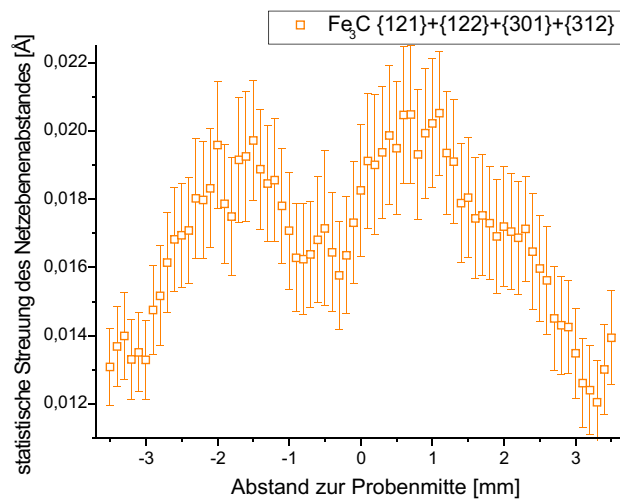


Abbildung 5.56: Das breite Minimum in der Halbwertbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe in der Nähe der Bruchstelle ist im Detektorbereich C besonders deutlich zu sehen. (Probe XIV, Detektorbereich C)

# Kapitel 6

## Diskussion der Ergebnisse

Die Positronenspektroskopie und die Röntgenbeugung sind zwei bewährte Verfahren in der Materialforschung um Schäden in Werkstoffen nachzuweisen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Probengeometrien aus dem Stahl C45E mit beiden Methoden untersucht. Die Ergebnisse sollen im Folgenden zusammengefasst und miteinander verglichen werden. Ziel des Vergleichs ist es zu überprüfen, ob beide Verfahren die Schädigung in der Gitterstruktur gleichwertig messbar machen.

### 6.1 Die Biegeproben

Bei den mit den Biegeproben durchgeführten Versuchen handelt es sich um einen einfachen und bereits ausgiebig erforschten plastischen Verformungsversuch. Dabei unterstützt die Entstehung der neutralen Faser die Kalibrierung und Interpretation der Ergebnisse.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedenen Biegeproben (Kap. 5.2) plastisch verformt und in der Bonner Positronenmikrosonde und am HASYLAB untersucht. Bei beiden Messreihen wurden Messpunkte im Abstand von  $100\ \mu\text{m}$  in der Mitte der Probe aufgenommen. Der Positronenstrahl hatte dabei jeweils einen Durchmesser von ungefähr  $100\ \mu\text{m}$ , während der Röntgenstrahl  $100\ \mu\text{m}$  hoch und  $1500\ \mu\text{m}$  breit war. Die Breite des Röntgenstrahls war notwendig um genug Körner für eine ausreichend Statistik im durchstrahlten Probenvolumen zu erreichen. Dies hat aber keinen Einfluss auf die Vergleichbarkeit der Messungen haben.

Aus den aufgenommen Röntgenspektren wurden drei  $\alpha$ -Eisenreflexe ( $\{110\}$ ,  $\{211\}$  und  $\{200\}$ ) und vier Reflexe des  $Fe_3C$  ( $\{121\}$ ,  $\{122\}$ ,  $\{301\}$  und  $\{312\}$ ) ausgewählt und analysiert. Dabei wurde die lokale Spannung innerhalb der einzelnen Netzebenen und die Halbwertsbreite der Reflexe in verschiedenen Detektorebereichen ausgewertet. Zu diesen Detektorbereichen zählten die Richtung der Hauptverformung (B), der Querkontraktion (A) und die Summe über alle Raumrichtungen (C).

Wie zu erwarten, hat die lokale Spannung in Hauptverformungsrichtung (B) einen umgekehrten Verlauf als die lokale Spannung in Richtung der Querkontraktion (A). Zusätzlich zeigt sich jedoch auch ein unterschiedliches Verhalten in den beiden Phasen der Proben. Während die lokale Spannung der  $Fe_3C$ -Ebenen einem S-förmigen

folgte, zeigte die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen einen hakenförmigen Verlauf mit umgekehrten Vorzeichen im Gegensatz zum  $Fe_3C$ .

Diese Abweichung von einem linearen Verlauf im  $\alpha$ -Eisen befand sich im unteren Teil der Probe (-5 mm bis 0 mm), d.h. im gestauchten Probenteil. Sie war in beiden Detektorbereichen 1 mm breit, jedoch in Detektorbereich B stärker ausgeprägt. Dieser hakenförmige Verlauf entsteht durch das elastische Zurückfedern der Probe nach Ausbau aus der Biegeapparatur, da hierdurch eine Spannungsumkehr erzeugt wird (s. Abb. 5.19) [Rei98][Dad00][Liu05].

Dieses Zurückfedern der Probe ist beim  $Fe_3C$  nur in der lokalen Spannung der  $\{301\}$ -Ebenen (Abb. 6.1 unten rechts) und der  $\{122\}$ -Ebenen des  $Fe_3C$  zu sehen, wo es im Randbereich zu einem Rückgang der lokalen Spannung kommt. Die räumliche Ausdehnung dieses Effektes ist dabei im  $Fe_3C$  jedoch kleiner als im  $\alpha$ -Eisen (Abb. 6.1).

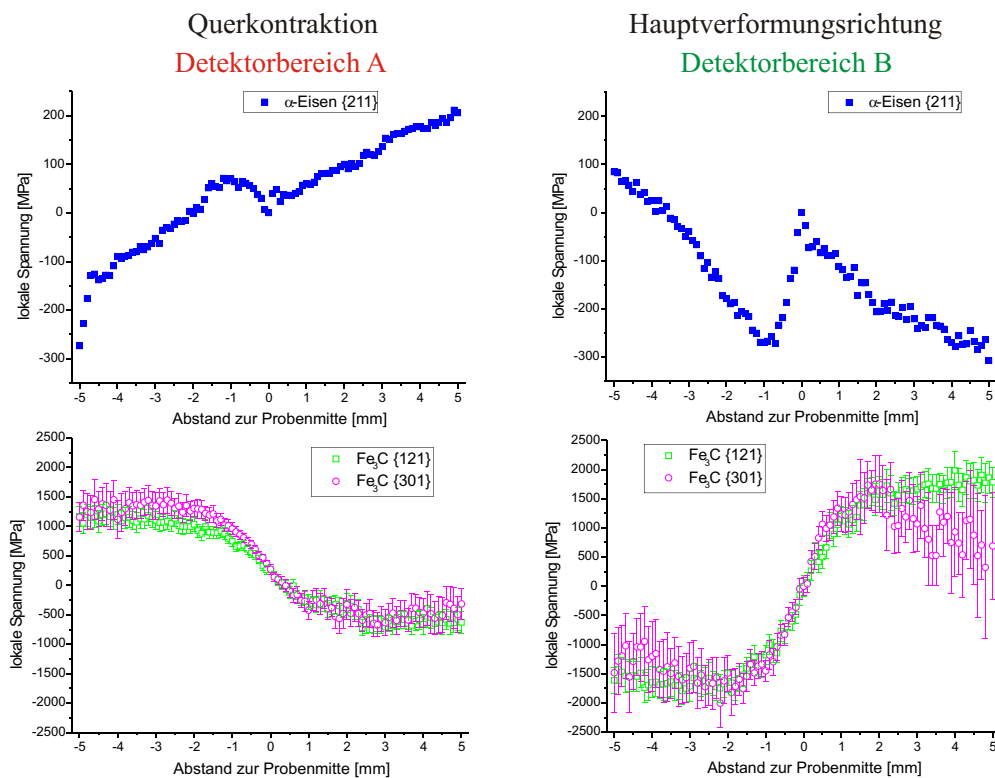


Abbildung 6.1: Die oberen beiden Graphen zeigen die lokale Spannung der  $\{211\}$ -Ebenen des  $\alpha$ -Eisens, die unteren beiden Graphen die lokale Spannung der  $\{121\}$ -Ebenen und der  $\{301\}$ -Ebenen des  $Fe_3C$ . Die Graphen auf der linken Seite zeigen Daten aus dem Detektorbereich A der die Querkontraktion in der Probe misst, während die Graphen auf der rechten Seite die Hauptverformungsrichtung zeigen. Das elastische Zurückfedern der Probe ist im  $\alpha$ -Eisen besonders deutlich zu sehen, aber auch in der lokalen Spannung der  $\{301\}$ -Ebenen des  $Fe_3C$  zu erkennen. (Biegeprobe III)

Zusätzlich zu den lokalen Spannungen wurde auch die Halbwertsbreite der einzelnen Reflexe untersucht. Die Halbwertsbreite ist, ähnlich dem S-Parameter in der Positronenspektroskopie, ein Maß für die Fehlstellendichte im Material. Sowohl die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe als auch der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen den erwarteten V-förmigen Verlauf, wobei jeweils das Minimum (neutrale Faser) 0,2 mm bis 0,3 mm unterhalb der Probenmitte liegt (Abb. 5.27). Um die Streuung der Daten zu reduzieren wurde jeweils der Mittelwert der Halbwertsbreiten berechnet.

Als Besonderheit muss die Halbwertsbreite der  $\{110\}$ -Ebenen des  $\alpha$ -Eisens erwähnt werden, da die  $\{110\}$ -Ebenen die einfachsten Gleitebenen innerhalb des  $\alpha$ -Eisens sind und deshalb als erstes Gleitsystem aktiviert wird (Abb. 6.2). Demnach kann eine plastische Deformation ohne Erzeugung von Versetzungen stattfinden. Erst bei größer werdender Spannung (d.h. mit einer größeren Entfernung von der neutralen Faser) kommt es durch Versetzungen in anderen Systemen oder durch Klettern zu einer Verbreiterung des  $\{110\}$ -Röntgenreflexes.

Da die anderen beiden Ebenen  $\{200\}$  und  $\{211\}$  keine Gleitsysteme sind, kann hier nur über Versetzungen eine Deformation stattfinden, d. h. es kommt sofort zu einer Verbreiterung der Reflexe. Die  $\{110\}$ -Ebenen wurden aus diesem Grund bei der Berechnung der Mittelwerte der Halbwertsbreiten nicht berücksichtigt.

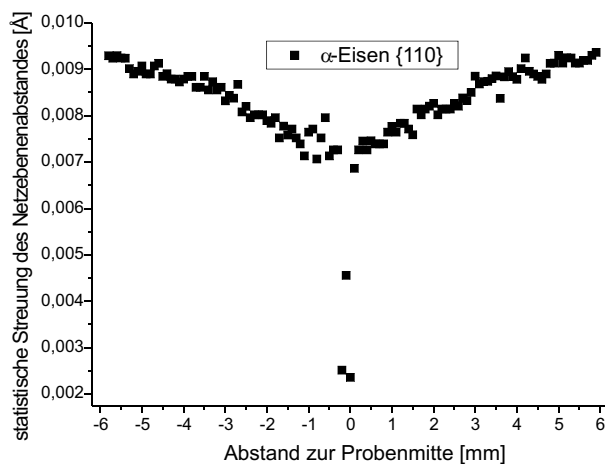


Abbildung 6.2: Die Halbwertsbreite der Gleitebene  $\{110\}$  des  $\alpha$ -Eisens zeigt in der Nähe der neutralen Faser einen deutlichen Abfall. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

Die besten Ergebnisse für die Halbwertsbreite ergaben sich aus den Daten des Detektorbereichs A, da die Ausdehnung des Röntgenstrahls in dieser Richtung am geringsten war. Bei den durchgeführten Messungen war der Röntgenstrahl immer wesentlich breiter als hoch, um genügend Körner des Probenmaterials durchstrahlen zu können. Dadurch verringert sich allerdings die Auflösung in dieser Raumrichtung. Dieses Problem kann man umgehen, indem man die Strahlbreite so klein wählt wie die Strahlhöhe und die Probe während der Belichtungsdauer des Detektors horizontal verfährt (s. Abb. 6.3). So erhält man eine gute Auflösung und trotzdem eine ausreichende Zahl an Körnern, um die Daten zuverlässig auswerten zu können.

Die gleichen Proben wurden ebenfalls mit der Bonner Positronenmikrosonde untersucht und der S-Parameter als Maß für die Fehlstellendichte bestimmt. Durch die

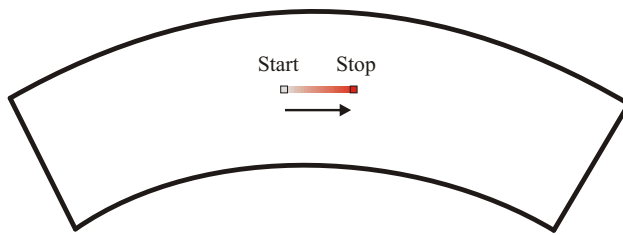


Abbildung 6.3: Um genügend Körner zu durchstrahlen und gleichzeitig eine gute Auflösung in beiden Raumrichtungen zu erhalten, kann die Probe bei kleinem Strahldurchmesser während der Belichtung des Detektors durch den Strahl bewegt werden.

Messung einer ausgeheilten C45E-Probe und der Berechnung des relativen S-Parameters ist es möglich, zwischen verschiedenen Messungen und Proben Vergleiche zu ziehen.

Um die Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment des Biegeversuches zu unterstreichen, soll im Folgenden die Positronenmessung mit der technischen Dehnung bei einem Biegeversuch verglichen werden.

In erster Näherung ist die technische Dehnung beim Dreipunktbiegen proportional zum Abstand der Probenmitte entlang der kurzen Probenachse [Dad00]. Mit Hilfe der Formel

$$\epsilon_{wahr} = \ln(1 + \epsilon_{tech})$$

kann deshalb die wahre plastische Dehnung innerhalb der Probe abgeschätzt werden [Dad00]. Diese Formel wurde deshalb als Fit für die Positronendaten genutzt, um die Übereinstimmung zwischen Theorie und Messwert zu bestimmen [Haa06b].

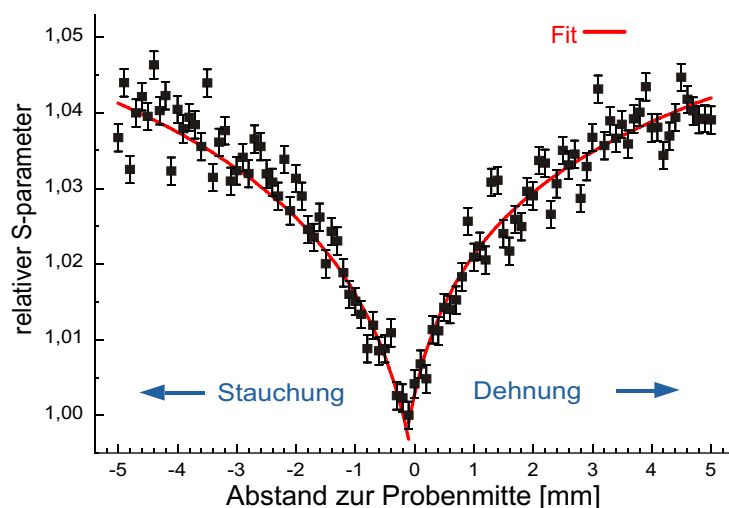
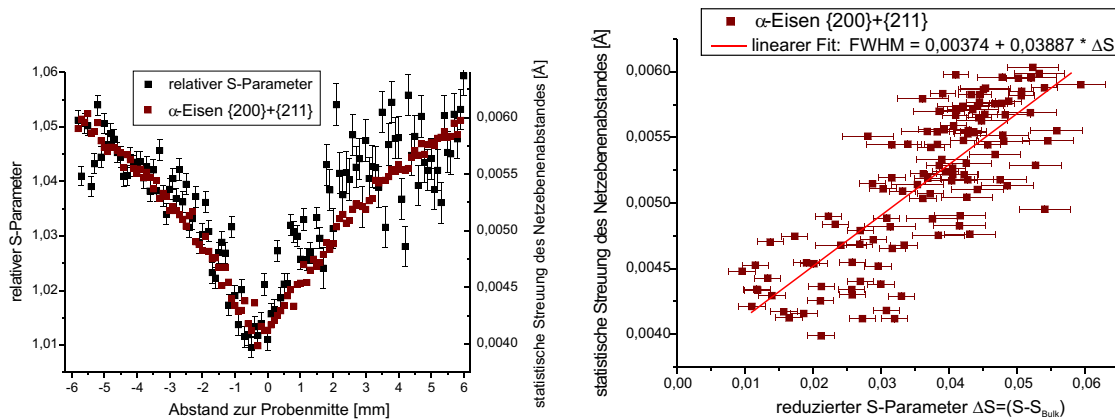


Abbildung 6.4: Der Graph zeigt den gemessenen S-Parameter der Biegeprobe Nr.III. Die eingezeichnete rote Linie entspricht dem Verlauf der wahren Dehnung in einem Dreipunkt-Biegeversuch.[Haa06b]

Um die Röntgenbeugung und die Positronenspektroskopie besser miteinander vergleichen zu können, sollen im Folgenden die Ergebnisse beider Messungen zusammen dargestellt werden. So zeigen der S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe (Detektorbereich A) der Biegeprobe Nr. I einen ähnlichen Verlauf

und eine annähernd lineare Abhängigkeit untereinander (Abb. 6.5). Da keine Halbwertsbreite einer ausgeheilten Probe vorhanden ist, wurden die y-Achsen per Hand aneinander angepasst. Die Statistik der Positronendaten ist in der oberen Probenhälfte wegen eines Gerätedefektes verringert, so dass S-Parameter und Halbwertsbreite dort nicht verglichen werden können.



(a) S-Parameter und FWHM

(b) S-Parameter vs. FWHM

Abbildung 6.5: S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen entlang der kurzen Probenachse einen ähnlichen Verlauf. Durch die schlechte Statistik der Positronendaten in der oberen Probenhälfte lassen sich beide Werte nur schlecht miteinander vergleichen. Im rechten Graph ist der reduzierte S-Parameter gegen die Halbwertsbreite aufgetragen und ein linearer Fit mit eingezeichnet. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

Aber auch die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigt einen ähnlichen Verlauf wie der gemessene S-Parameter der Biegeprobe Nr.I (Abb. 6.6). Wegen der schlechten Statistik der Positronendaten wurde darauf verzichtet, die beiden Werte gegeneinander aufzutragen.

Bei der Biegeprobe Nr. III ist die Korrelation zwischen S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe besonders deutlich zu sehen (Abb. 6.7), da hier der S-Parameter immer mit gleicher Statistik bestimmt wurde.

Einen ähnlichen Zusammenhang kann man auch beim S-Parameter und der Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe feststellen (Abb. 6.8). Jedoch erkennt man hierbei deutlich die Unsymmetrie der Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe, die auf der oberen Probenhälfte größere Werte annimmt. Bei dem Graphen 6.8(b) wurden deshalb nur die Halbwertsbreite und der S-Parameter der oberen Probenhälfte gegeneinander aufgetragen.

Da die lokale Spannung im Gegensatz zu den bisher betrachteten Halbwertsbreiten keinen V-förmigen Verlauf wie der S-Parameter besitzt, lassen sich beide Messwerte nicht direkt miteinander vergleichen. Um dennoch einen Eindruck von dem Verlauf

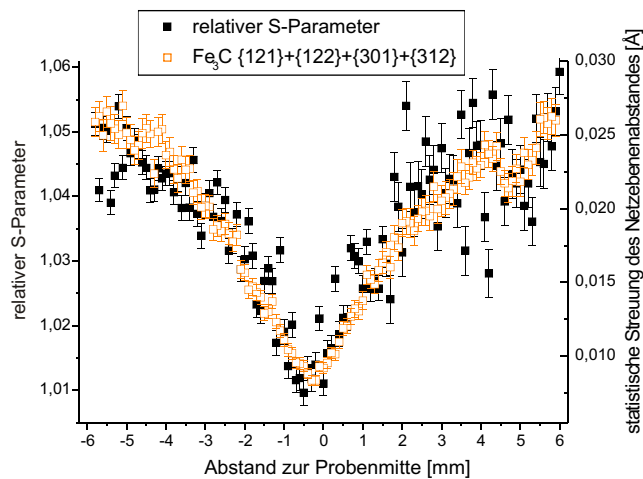


Abbildung 6.6: S-Parameter und Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen entlang der kurzen Probenachse einen ähnlichen Verlauf. Durch die schlechte Statistik der Positronendaten in der oberen Probenhälfte lassen sich beide Werte nur schwer miteinander vergleichen. (Biegeprobe I, Detektorbereich A)

der Messwerte zu erhalten, werden in Abbildung 6.9 die lokale Spannung und der S-Parameter nur der unteren Probenhälfte eingezeichnet. Man erkennt, dass die lokale Spannung im Bereich maximaler Verformung (-5 mm bis -4 mm) in ein Plateau übergeht, während der S-Parameter weiter steigt.

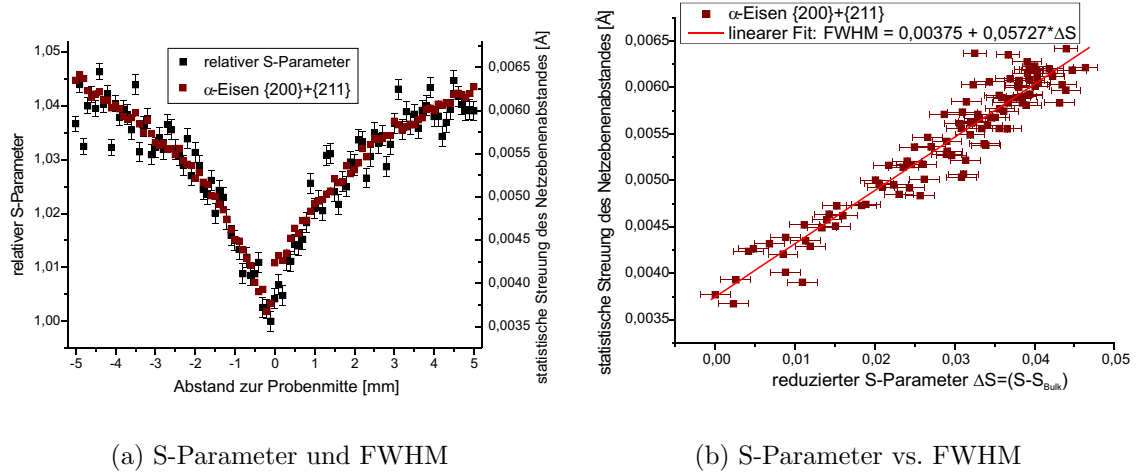
Eine weitere Möglichkeit bietet ein Vergleich S-Parameter mit dem Betrag der lokalen Spannung. Dies macht aber nur Sinn, wenn eine ausgeheilte C45E-Probe gemessen wird, um die lokale Spannung zu kalibrieren.

Insgesamt lässt sich demnach eine deutliche Übereinstimmung zwischen dem S-Parameter und den Messwerten aus den Röntgenbeugungsexperimenten nachweisen. Besonders die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe und S-Parameter zeigen einen sehr ähnlichen Verlauf in einer plastisch verformten Biegeprobe. Um die lokale Spannung und die Halbwertsbreite als aussagefähigen Messwert nutzen zu können, müsste vor jeder Messreihe eine ausgeheilte Probe des gleichen Materials gemessen werden. Nur so ist es möglich, die lokale Spannung auf das ausgeheilte Material hin zu kalibrieren. Es bietet sich daher an immer eine Kalibrierungsprobe gleichzeitig mitzumessen, ähnlich der Beryllium-Quelle in der Positronenspektroskopie, deren Beugungsreflexe sich nicht mit denen des Probenmaterials überschneiden und deren Halbwertsbreite konstant ist.

Zusätzlich muss nach jeder Messunterbrechung eine neue Kalibrierung der Apparatur mit  $LaB_6$  durchgeführt werden, um Messartefakte, wie sie bei den Messungen entstanden sind, zu vermeiden (Abb. 5.13).

Als Ergebnis kann für den Biegeversuch festgehalten werden, dass beide Messverfahren die Schädigung gleichwertig detektieren konnten.

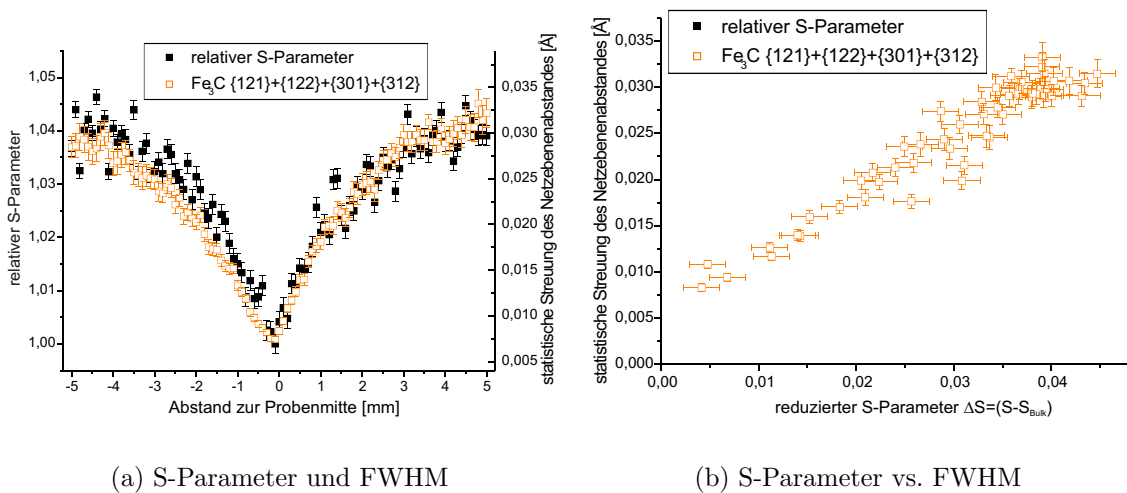




(a) S-Parameter und FWHM

(b) S-Parameter vs. FWHM

Abbildung 6.7: Der gemessene S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen einen ähnlichen Verlauf. In Graph (b) ist eine deutliche Korrelation zwischen beiden Messwerten zu erkennen [Haa06b]. (Biegeprobe III, Detektorbereich A)



(a) S-Parameter und FWHM

(b) S-Parameter vs. FWHM

Abbildung 6.8: In Abbildung (a) erkennt man eine deutliche Unsymmetrie im Verlauf der Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe. In Abbildung (b) wurden deshalb nur die Halbwertsbreite und der S-Parameter der oberen Probenhälfte gegeneinander aufgetragen. (Biegeprobe III, Detektorbereich A)

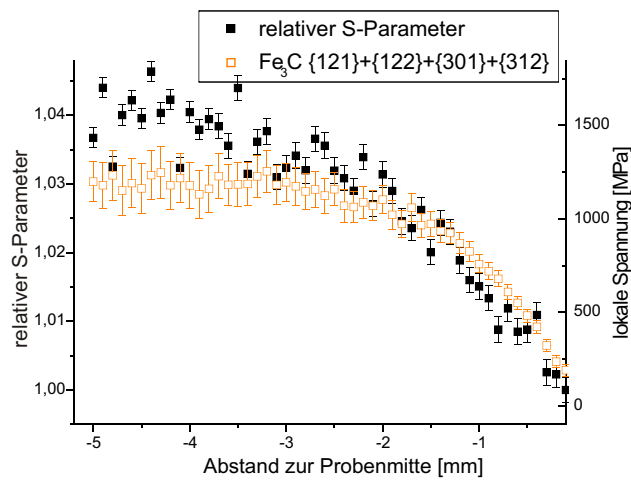


Abbildung 6.9: Die lokale Spannung in  $Fe_3C$  und der S-Parameter in der unteren Probenhälfte, zeigen ein unterschiedliches Verhalten im Bereich maximaler Deformation. Während der S-Parameter weiter steigt, flacht die Kurve der lokalen Spannung ab. (Biegeprobe III, Detektorbereich A)

## 6.2 Die taillierten Flachproben

Die zweite untersuchte Probenart ist eine zyklisch belastete taillierte Flachprobe aus dem gleichen Probenmaterial. Die Spannung, mit der die Proben belastet wurden, lag jeweils im elastischen Bereich (66%, 71% bzw. 77% der Streckgrenze).

Bei den Dopplermessungen hatte der Positronenstrahl einen Strahldurchmesser von maximal  $35\ \mu\text{m}$  und bei den Röntgenbeugungsexperimenten hatte der Röntgenstrahl eine Ausdehnung von  $750\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ .

Auch bei dieser Probenform und einer zyklischen Belastung zeigen die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe und die lokale Spannung im  $Fe_3C$  die deutlichsten Ergebnisse der Beugungsexperimente. Von Bedeutung ist auch hier die Wahl des Detektorbereiches, besonders bei den Werten für die lokale Spannung. So misst der Detektorbereich **A** die lokale Spannung in Hauptbelastungsrichtung, während der Detektorbereich **B** die durch die Querkontraktion entstandene Spannung im Material misst.

Selbst bei der Halbwertsbreite zeigt der Detektorbereich **A** eindeutigere Ergebnisse, als der Detektorbereich **C**, der die bessere Körnerstatistik auf Grund einer größeren Detektorfläche aufweist, aber über die verschiedenen Verformungsrichtungen mittelt. Zwei der taillierten Proben wurden vor einem Bruch mittels Röntgenbeugung, die dritte Probe (Probe Nr.XIV) dagegen erst nach dem Bruch durch die zyklische Belastung untersucht. Anhand der Ergebnisse von Probe Nr.XII sollen hier kurz die Ergebnisse der nicht zerstörten Proben dargestellt werden (Abb. 6.10).

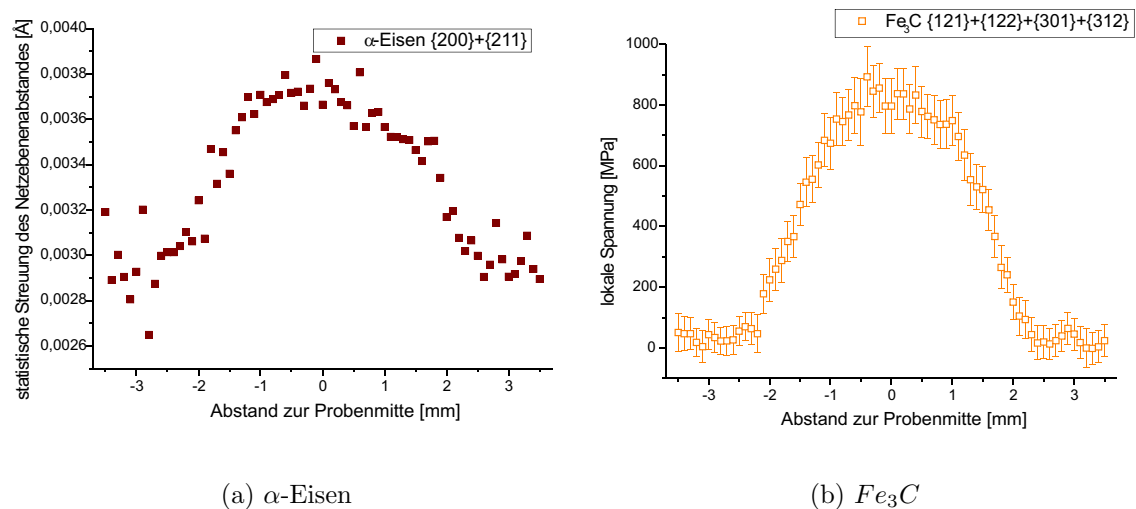


Abbildung 6.10: Sowohl die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe als auch die lokale Spannung im  $Fe_3C$  zeigen sehr deutlich einen bogenförmigen Verlauf mit einem Maximum in der Mitte der Probe. (Detektorbereich **A**)

Der Mittelwert der beiden Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe (Abb. 6.10(a)) zeigt den gleichen Verlauf wie die S-Parametermessungen (Abb. 5.35) bei einer solchen

Probenform. In der Mitte der Probe ist die Schädigung auf Grund der höchsten anliegenden Spannung bei der Belastung maximal. Der Bereich in dem Schädigung nachgewiesen werden konnte ist insgesamt 4 mm breit und steigt schnell auf ein hohes Niveau der Halbwertsbreite.

Die  $\{110\}$ -Ebenen des  $\alpha$ -Eisens zeigen besonders häufig eine Verringerung der Halbwertsbreite im Bereich geringster Belastung (Randbereich), während die beiden anderen Reflexe den bekannten bogenförmigen Verlauf erkennen lassen.

Der gewichtete Mittelwert der vier lokalen Spannungen im  $Fe_3C$  zeigt einen ähnlichen Verlauf (Abb. 6.10(b)), wie die eben beschriebene Halbwertsbreite, jedoch ist die bogenförmige Form der Kurve hier noch deutlicher zu sehen.

Die Probe Nr. XIV nimmt, auf Grund des Bruches nach ca. 500.000 Zyklen, eine Sonderstellung ein. Trotz des Bruches wurden beide Probenhälften aneinandergesetzt und mittels Röntgenbeugung untersucht.

Die Halbwertsbreiten der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen (Abb. 6.11(a)), bis auf die Position an der die Probe gebrochen ist (-0,5 mm), einen Verlauf, der mit dem der ungebrochenen Proben vergleichbar ist. direkt am Bruch kommt es zu einer plötzlichen Erhöhung der Halbwertsbreite. Dieser Bereich ist insgesamt nur 0,3 mm breit.

In der Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 6.11(b)) zeigt sich dagegen ein anderer Effekt. Sie verringert sich in der Nähe des Bruches und zwar in einem Bereich mit einer Breite von zwei bis drei Millimetern. Durch den Bruch kommt es also durch den Bruch zu einer Entspannung im  $Fe_3C$ . Dies sorgt für einen Rückgang der Streuung der Netzebenenabstände im Material.

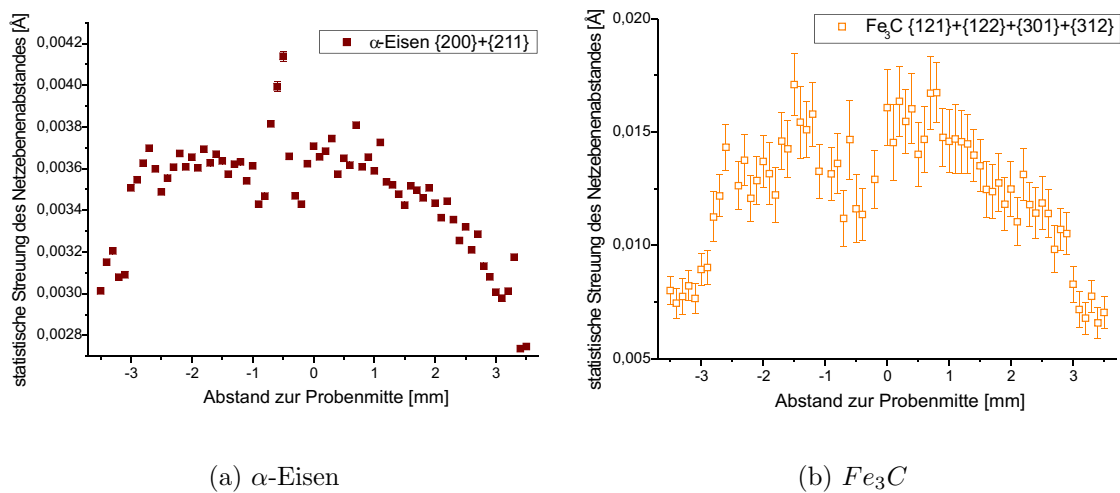


Abbildung 6.11: Die Halbwertsbreiten der Reflexe des  $\alpha$ -Eisens und des  $Fe_3C$  zeigen im Bereich des Bruches (-0,5 mm) ein unterschiedliches Verhalten. Die Breite der  $\alpha$ -Eisenreflexe nimmt in nächster Nähe des Bruches zu, während die  $Fe_3C$ -Reflexbreite in einem größeren Bereich kleiner wird. (Detektorbereich **A**)

Ähnlich verhält es sich auch mit der lokalen Spannung im  $Fe_3C$ , die im Bereich des

Bruchs bis auf Werte des nicht belasteten Materials abnimmt (Abb. 6.12). Dieser Entspannungsbereich geht bis zu zwei Millimeter in beide Richtungen in das Material hinein.

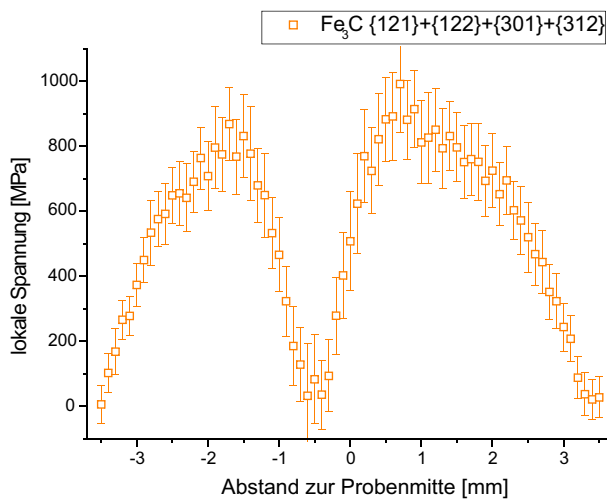


Abbildung 6.12: Die lokale Spannung ist kein Maß für die Schädigung im Material, da diese in der Nähe eines Bruches bis auf die lokale Spannung des nicht beanspruchten Materials abfällt. (Detektorbereich A)

Als Maß für die Schädigung im Material lässt sich somit am besten die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe nutzen, da diese im Falle eines Bruches nicht absinkt wie die lokale Spannung oder die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe.

Diese drei verschiedenen Proben sind ebenfalls in der Bonner Positronenmikrosonde untersucht worden. Dies erfolgte nicht nur am Ende der zyklischen Belastungsversuche sondern auch in Zwischenstufen der zyklischen Belastung. Somit konnte man die Akkumulation von Gitterfehlern während eines solchen Versuchs in den Proben beobachten.

Durch die Messung des S-Parameters einer ausgeheilten C45E-Probe und die Stabilisierung der Messelektronik durch die  ${}^7Be$ -Quelle erhält man mit dem relativen S-Parameter einen vergleichbaren Messwert über die Schädigung der Probe.

Die Entwicklung des S-Parameters mit der Lastzyklenzahl zeigt sich besonders gut an dem S-Parameter der Probe Nr. XII nach 1.000 bzw. nach 500.000 Zyklen (Abb. 6.13). Zusätzlich zur Erhöhung des S-Parameters mit größerer Zyklenzahl sieht man hier auch eine Verbreiterung der geschädigten Zone.

Die während der zyklischen Belastung wirkende Spannung wurde an Hand des variierenden Probenquerschnitts berechnet und in den Graphen mit eingezeichnet. Man erkennt, dass eine Spannung unter 250 MPa keinen Schädigung im Material nach 500.000 Zyklen verursacht hat.

Die räumliche Verteilung der Schädigung zeigt sich besonders deutlich in den S-Parametermessungen der Probe Nr. IX (Abb. 6.14). Bei dieser Probe wurde nicht nur die Mittelachse vermessen, sondern zusätzlich eine 1,8 mm x 5 mm große Fläche in der Probenmitte und in den äußeren Bögen der Probe. Die Ergebnisse dieser Messungen zeigen deutlich, dass die Schädigung, wie erwartet, im Randbereich der Probe entsteht und sich von dort aus in die Mitte ausbreitet. Um eine Vorhersage

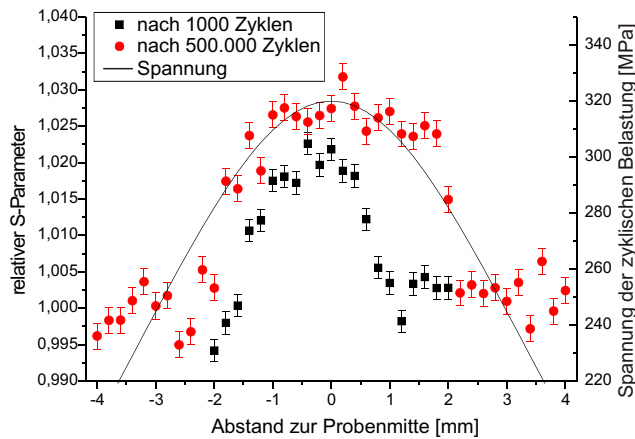


Abbildung 6.13: Der Graph zeigt die lastzyklenabhängige und räumliche Entwicklung des S-Parameters der Probe Nr. XII. Die eingezeichnete Linie zeigt die berechnete Spannung die während der zyklischen Belastung wirkte.

über den Zeitpunkt des Versagens machen zu können, müssen daher insbesondere die beiden Außenbögen der Probe ebenfalls vermessen werden.

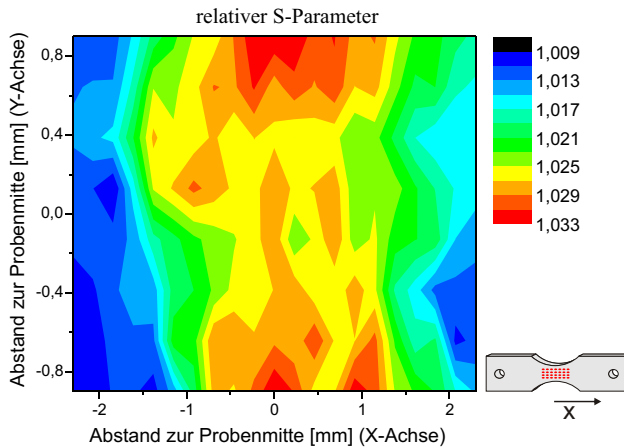


Abbildung 6.14: Die Schädigung innerhalb der Probe ist im Randbereich am oberen und unteren Bogen am größten und nimmt zur Mitte hin ab.

Die gebrochene Probe Nr. XIV zeigte, wie erwartet, den höchsten gemessenen relativen S-Parameter. Dieser liegt 6% über dem S-Parameter einer ausgeheilten Probe. Im Folgenden sollen nun der S-Parameter und die Messwerte der Beugungsexperimente direkt miteinander verglichen werden.

Bei Probe IX wurden die Messgrößen nach zwei Millionen Zyklen verglichen. Dabei stellte sich heraus, dass sowohl die Halbwertsbreite der beiden  $\alpha$ -Eisenreflexe (Abb. 6.15), als auch die lokale Spannung im  $Fe_3C$  einen ähnlichen Verlauf wie der gemessene S-Parameter zeigen (Abb. 6.16). Die Probenmitte beider Messungen war jedoch um 0,2 Millimeter gegeneinander verschoben, da die Bestimmung der Probenposition bei den Beugungsexperimenten nicht genau genug ist. Diese Differenz ist durch Verschieben der Position bei den Beugungsexperimenten um 0,2 mm korrigiert worden.

Trägt man S-Parameter und Halbwertsbreite gegeneinander auf, so erhält man zwischen beiden einen annähernd linearen Zusammenhang. Jedoch ist eine endgültige Aussage über einen Zusammenhang nur möglich, wenn bei den Beugungsexperimenten ein Referenzwert für eine ausgeheilte Probe vorliegt.

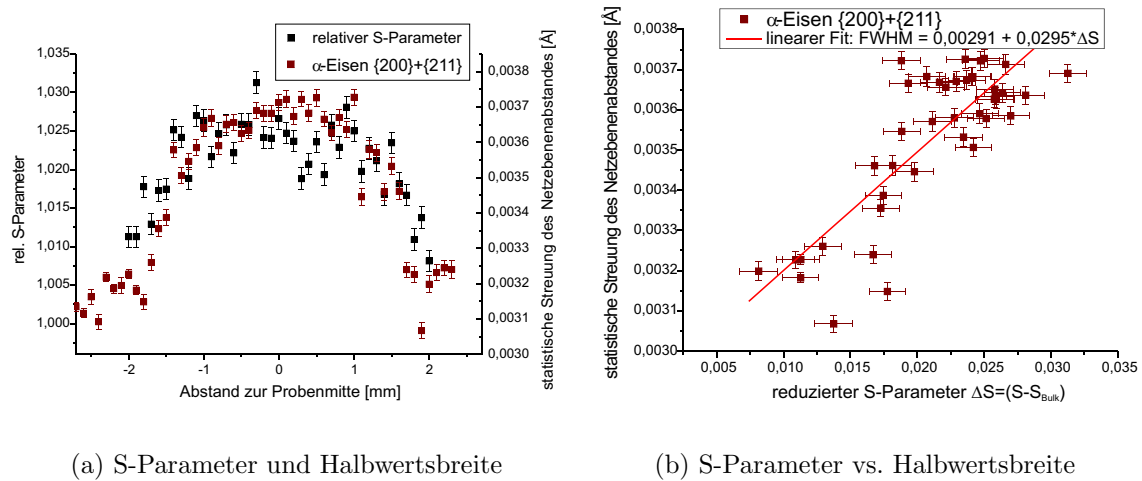


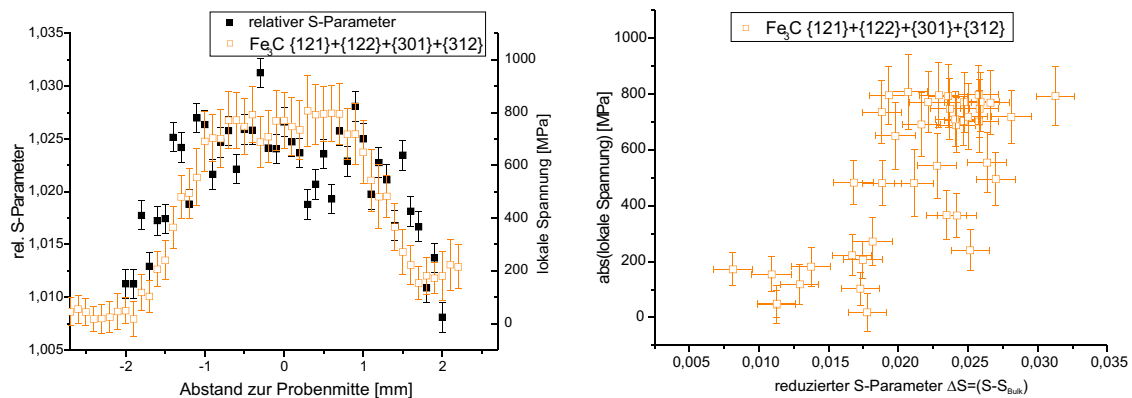
Abbildung 6.15: S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen einen ähnlichen Verlauf entlang der Probenlängsachse. Trägt man sie gegeneinander auf (b) so erhält man einen annähernd linearen Verlauf. (Probe IX, Detektorbereich A)

Auch der S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen einen ähnlichen Verlauf (Abb. 6.17). Allerdings ist die Übereinstimmung durch die hohe Streuung beider Messwerte nicht so deutlich, wie bei der Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe. Bei der Probe Nr. XII scheint das Verhalten dem der Probe IX ähnlich, allerdings ist bei Probe XII die Probenmitte bei beiden Messungen korrekt bestimmt worden. Da keine ausgeheilte Probe per Röntgenbeugung untersucht wurde, sind beide y-Achsen manuell aneinander angepasst worden.

Die Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe und der S-Parameter zeigen auch bei dieser Probe einen linearen Zusammenhang. Hierbei entspricht die Steigung des linearen Fits (Abb. 6.16(b)) im Rahmen des Fehlers der Steigung des Fits bei Probe Nr. IX. Wie bei Probe IX lässt Probe XII in Bezug auf den S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zwar einen ähnlichen Verlauf erkennen (Abb. 6.20), doch weisen beide ein starke Streuung der Messwerte auf.

Die Probe XIV nimmt hingegen eine Sonderstellung ein, da durch den Bruch der Proben die genaue Positionsbestimmung nicht möglich ist. Aus diesem Grund werden S-Parameter und die Messwerte der Röntgenbeugung nur für eine Probenhälfte verglichen (Abb. 6.21). Bei der Anpassung der Positionen wurde davon ausgegangen, dass das Maximum in der Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe die Position des Bruches zeigt. Da dies mit der optischen Beobachtung übereinstimmt, ist davon auszugehen, dass diese Anpassung korrekt ist.

Im Bereich maximaler Schädigung zeigen sich besonders unterschiedliche Verläufe von S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe. Während der S-Parameter bis zur Bruchstelle kontinuierlich weiter steigt, geht die Halbwertsbreite in ein Plateau über, um an der Bruchstelle einen Sprung nach oben zu machen.



(a) S-Parameter und lokale Spannung

(b) S-Parameter vs. lokale Spannung

Abbildung 6.16: Auch S-Parameter und Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe verlaufen ähnlich, zeigen aber keinen eindeutigen Zusammenhang. (Probe IX, Detektorbereich A)

Die lokale Spannung (Abb. 6.21(b)) und die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe (Abb. 6.22) nehmen dagegen durch die Entspannung des Materials im Bereich des Bruches ab.

Auf Grund der Messwerte kann die Hypothese, ob beide Verfahren in den angegebenen Versuchen zu gleichen Ergebnissen kommen, bestätigt werden. Gleichwohl gibt es deutliche Praktikabilitätsunterschiede beider Verfahren für die Anwendung in der Materialphysik. Während man die beschriebenen Röntgenbeugungsexperimente nur an Großforschungseinrichtungen durchführen kann, können dagegen die Dopplermessungen im „normalen,, Laborbetrieb eingesetzt werden.



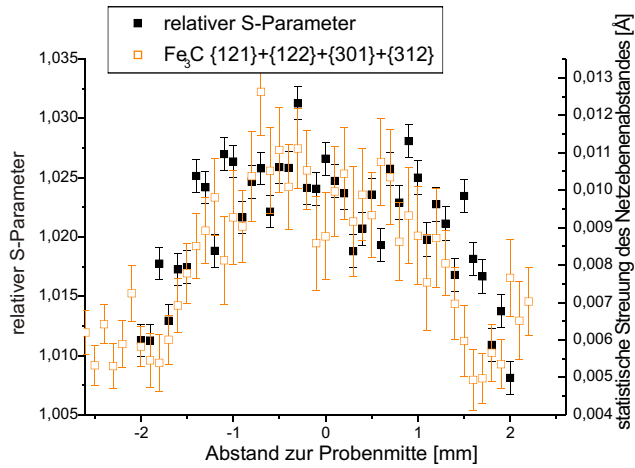
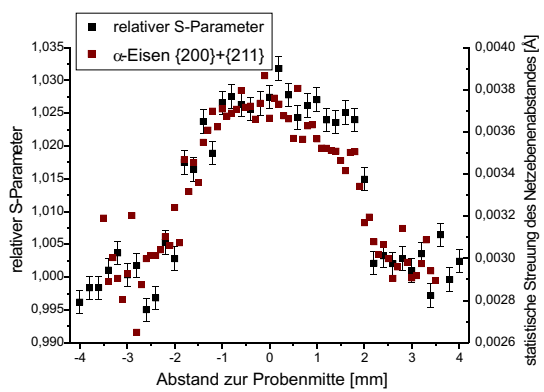
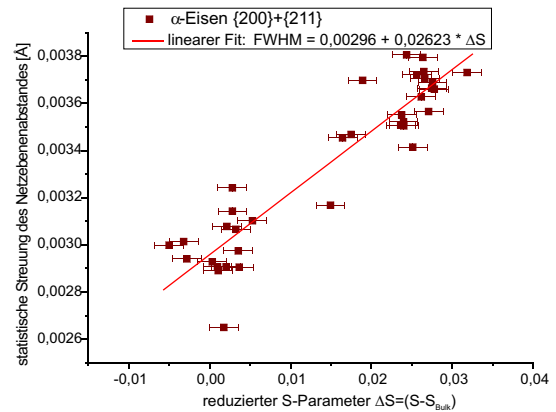


Abbildung 6.17: S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen einen ähnlichen Verlauf. Allerdings streuen beide Messwerte zu stark, um einen Zusammenhang nachweisen zu können. (Probe IX, Detektorbereich A)

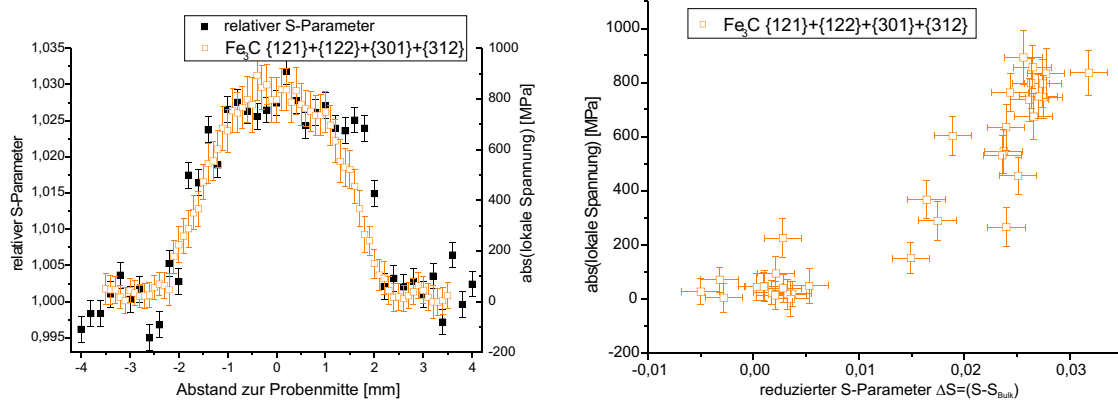


(a) S-Parameter und Halbwertsbreite



(b) S-Parameter vs. Halbwertsbreite

Abbildung 6.18: S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe zeigen entlang der Probenachse einen ähnlichen Verlauf. Die beiden y-Achsen sind per Hand aneinander angepasst worden. (Probe XII, Detektorbereich A)



(a) S-Parameter und lokale Spannung

(b) S-Parameter vs. lokale Spannung

Abbildung 6.19: S-Parameter und lokale Spannung lassen eine deutliche Korrelation untereinander erkennen. (Probe XII, Detektorbereich A)

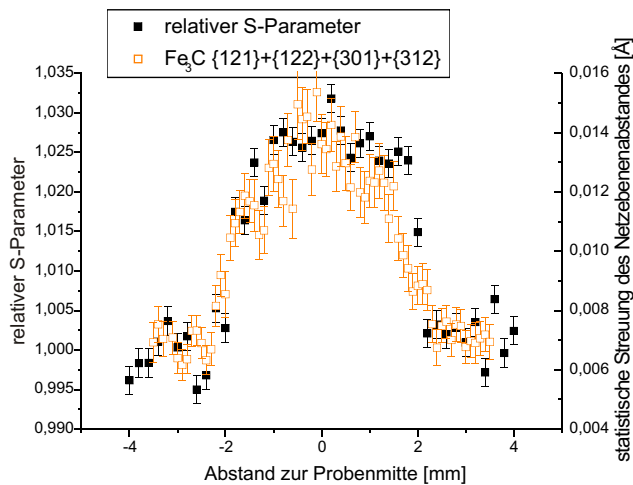
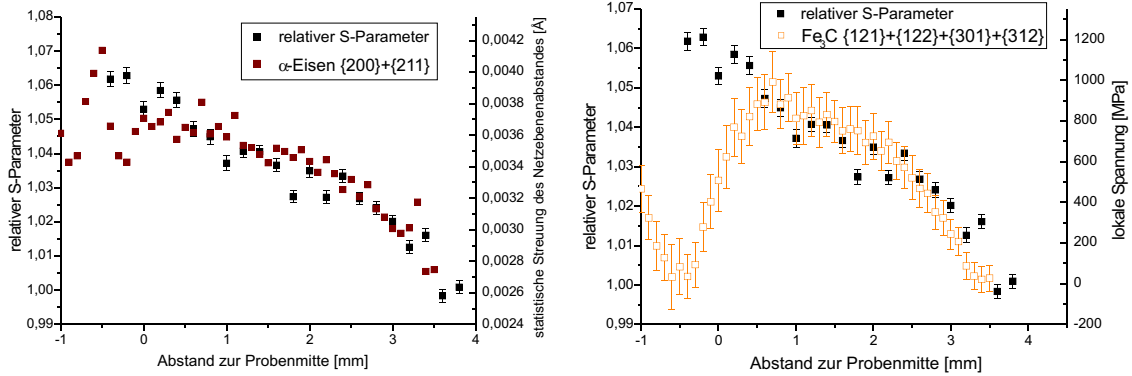


Abbildung 6.20: Der S-Parameter und die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe zeigen zwar einen ähnlichen Verlauf, weisen aber beide auf eine starke Streuung der Messwerte hin. (Probe XII, Detektorbereich A)



(a) S-Parameter und Halbwertsbreite

(b) S-Parameter und lokale Spannung

Abbildung 6.21: Besonders im Bereich maximaler Schädigung unterscheiden sich die Verläufe von S-Parameter und Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe. Während der S-Parameter weiter steigt, flacht der Verlauf der Halbwertsbreite, ab um dann an der Bruchstelle einen Sprung nach oben zu machen. Die lokale Spannung bricht dagegen bereits 1 mm vor dem Riss ein und fällt bis auf 0 MPa ab. (Probe XIV, Detektorbereich A)

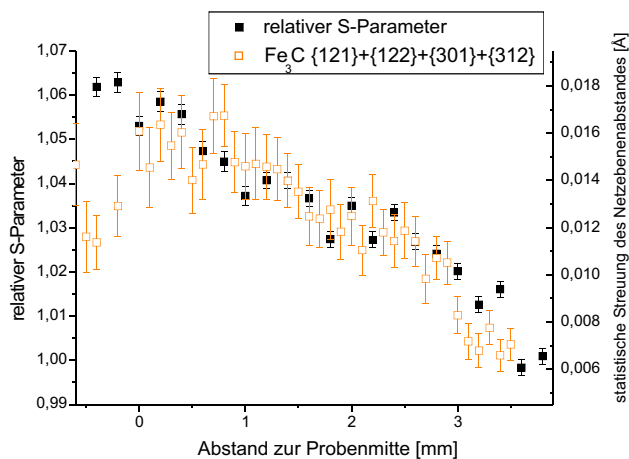


Abbildung 6.22: Die Halbwertsbreite der  $Fe_3C$ -Reflexe nimmt in der Nähe der Bruchstelle durch die Entspannung des Materials ab. (Probe XIV, Detektorbereich A)



# Kapitel 7

## Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Probengeometrien aus dem Stahl C45E mit orts aufgelöster Positronenspektroskopie und orts aufgelöster Röntgenbeugung nach dem Debye-Scherrer-Verfahren untersucht.

Dabei weist die Positronenspektroskopie die Schädigung in der Nähe der Oberfläche nach und ist damit anfälliger für Messfehler durch Schäden an der Oberfläche (z. B. Kratzer). Jedoch wird bei zyklischer Belastung im Falle eines Bauteileversagens ein Riss an der Oberfläche des Bauteils entstehen.

Durch die hohe Strahlenergie und Brillianz am Hoch-Energie-Strahlplatz an PETRA II (HASYLAB/DESY) war es möglich, millimeterdicke Proben in Transmission zu messen und somit genügend Statistik zu erhalten, um neben den starken  $\alpha$ -Eisenreflexen auch die Halbwertsbreite und lokale Spannung einiger  $Fe_3C$  Netzebenen zu untersuchen. Auf Grund der mittleren Korngröße von  $20\mu m$  im Material ist die Pulverbedingung für einen Debye-Scherrer-Versuch erfüllt. Aus den kompletten Debye-Scherrer-Ringen wurden zwei Bereiche so ausgewählt, so dass der eine Bereich die lokale Spannung der Hauptverformungsrichtung und der andere die der Querkontraktion im Material misst.

Im Gegensatz zur Positronenspektroskopie weist die Röntgenbeugung den Mittelwert der Schädigung im Probenvolumen nach.

Bei den plastisch verformten Biegeproben zeigte sich eine deutliche lineare Korrelation zwischen dem S-Parameter und der Halbwertsbreite der Reflexe, sowohl vom  $\alpha$ -Eisen als auch vom  $Fe_3C$ .

Die lokale Spannung im  $\alpha$ -Eisen zeigte einen deutlichen Einfluss durch das elastische Zurückfedern der Probe nach dem Ausbau aus der Biegeapparatur und einen Einfluss durch den Kontakt mit dem mittleren Druckzylinder der Biegeapparatur. Dieser Effekt ist auch in der lokalen Spannung im  $Fe_3C$  zu beobachten. Der Einfluss des Zurückfederns war im  $Fe_3C$  nur bei einigen Netzebenen zu beobachten und ist schwächer ausgeprägt als beim  $\alpha$ -Eisen.

Bei der zweiten Probengeometrie handelt es sich um taillierte Flachproben, die einer zyklischen Belastung bei Unterspannung unterzogen worden sind. Es wurden insgesamt drei Proben bei unterschiedlicher maximaler Spannung belastet und untersucht.

Die beiden Proben, mit der geringeren Maximalspannung, wurden bei unterschiedlichen Zyklenzahlen aus der Verformungsapparatur ausgebaut und in der Bonner Positronenmikrosonde (BPM) untersucht und anschließend weiter belastet, um die Entwicklung der Schädigung mit steigender Zyklenzahl beobachten zu können.

Die dritte Probe ist auf Grund der großen Maximalspannung bei der Belastung in zwei Teile zerbrochen und deshalb nur einmal untersucht worden.

Zusätzlich zur Entwicklung mit steigender Zyklenzahl wurde bei den nicht durchgebrochenen Proben auch die räumliche Verteilung der Schädigung in der Nähe der Probenoberfläche eingehend betrachtet. Dabei zeigte sich, dass sich die maximale Schädigung im Randbereich der Probe befindet und zur Mitte hin abnimmt.

Durch die taillierte Form und der dadurch berechenbare Spannungsverlauf entlang der Probenlängsachse, konnte zusätzlich der Einfluss der Spannung auf das Entstehen der Schädigung untersucht werden.

Im Vergleich zu den Beugungsexperimenten zeigte sich, ähnlich wie bei den Biegeproben, eine Korrelation zwischen dem S-Parameter und der Halbwertsbreite. Jedoch erwies sich diese Korrelation bei den zyklischen Belastungen als weniger stark ausgeprägt. Aus dieser Korrelation läßt sich schließen, dass beide Messverfahren zu gleichwertigen Ergebnissen hinsichtlich der Schädigung der Proben kommen.

Die lokale Spannung ließ zwar bei den Proben einen ähnlichen Verlauf wie den des S-Parameters erkennen, ist aber nur eingeschränkt ein Maß für die Schädigung, da die Messungen an der gebrochenen Probe in der Nähe der Bruchstelle auf Grund von Entspannung einen Rückgang der lokalen Spannung auf den Wert des unbelasteten Materials aufzeigen.

Es gilt festzuhalten dass beide Verfahren, die Positronenspektroskopie und die Röntgenbeugung, mit dem S-Parameter und der Halbwertsbreite der  $\alpha$ -Eisenreflexe sowohl in plastisch deformierten Proben als auch in zyklisch belasteten Proben die Schädigung im Material in ähnlicher Genauigkeit nachweisen können.

Bei der S-Parametermessung können annähernd beliebige Probengeometrien verwendet werden, solange die Oberflächenschicht repräsentativ für das Probenvolumen ist. Bei den Beugungsexperimenten muss dagegen die Pulverbedingung erfüllt sein, d. h. der untersuchte Werkstoff muss feinkörnig genug sein, um eine ausreichende Anzahl an Körnern im durchstrahlten Volumen zu besitzen.

Dieses Ergebnis und die zukünftige Forschung könnten dazu führen, dass die Positronenspektroskopie als Messverfahren für die Schädigung im Material eine kostengünstige und dezentral durchführbare Alternative werden kann; mit entsprechenden Auswirkungen auf den Ingenieurbereich.

# Literaturverzeichnis

- [Adl79] T. Adler und C.R. Houska. Simplifications in the x-ray line-shape analysis. *J. Appl. Phys.* **50**: 3282–3287 (1979).
- [Bal99] D. Balzar. *Voigt-function model in diffraction line-broadening analysis*, Seiten 94–126. Oxford University Press, New York, defect and microstructure analysis from diffraction Auflage, 1999.
- [Beh42] R. Behringer und C. Montgomery. *Phys. Rev.* **61**: 222 (1942).
- [Ben02a] K. Bennewitz. *Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen*. Dissertation, HISKP, University Bonn, Nuss-allee 14-16, D-53115 Bonn, Germany, 2002.
- [Ben02b] K. Bennewitz, M. Haaks, T.E.M. Staab, S. Eisenberg, T. Lampe, und K. Maier. Positron annihilation spectroscopy — a non-destructive method for lifetime predictions in the field of dynamical testing. *Z. Metallkd.* **93**(8): 778–783 (2002).
- [Ber89] Wolfgang Bergmann. *Werkstofftechnik Band 1 u. 2*. Hanser 1989.
- [Ber97] C. Berger und K.Kloos. *Werkstoffprüfung*, Kapitel E24. in [Dub97]. 1997.
- [Böh03] J. Böhm, A. Wanner, R. Kampmann, H. Franz, K.D. Liss, A. Schreyer, und H. Clemens. Internal stress measurements by high-energy synchrotron x-ray diffraction at increased specimen-detector distance. *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B 200C* **200C**: 315–322 (2003).
- [Bra68] W. Brandt, H.Waung, und P.Levy. *Proc. Int. Symp. Color Centers in Alkali* Seite 48 (1968).
- [Dad00] P. Dadras. *Stress-Strain Behavior in Bending*, Kapitel OH, Seite 109. ASM Handbooks. ASM International, mechanical testing and evaluation Auflage, 2000.
- [Dek64] I. Dekhtyar, D. Levina, und V. Mikhalenkov. *Soviet Phys. Dokl.* **9**: 492 (1964).
- [Din00] Deutsches Institut für Normung eV. DIN Norm 50150, Umwertung von Härtewerten. Beuth Verlag, 2000.

- [Dub97] H. Dubbel. *Taschenbuch für Maschinenbau*. Springer 1997.
- [Gos95] V. Gosh. Positron implantation profiles in elemental and multilayer systems. *Appl. Surf. Sci.* **85**: 187 (1995).
- [Gre97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, J. Bihr, und B. Huber. High resolution positron-annihilation spectroscopy with a new positron microprobe. *Appl. Phys. Lett.* **71**(15): 2115–2117 (1997).
- [Haa84] P. Haasen. *Physikalische Metallkunde*. 2. Auflage, Springer Verlag, Berlin 1984.
- [Haa03] Matz Haaks. *Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln*. Dissertation, HISKP, Universität Bonn, Nußallee 14-16, D-53115 Bonn, Germany, 2003.
- [Haa05a] Matz Haaks und Karl Maier. *Predicting the lifetime of steels*, Seiten 209–230. Extreme events in nature and society. Springer, 2005.
- [Haa05b] Matz Haaks, T.E.M. Staab, Kimmo Saarinen, und Karl Maier. Chemical sensitivity in positron annihilation with just one single ge-detector. *Phys. Stat. Sol. A* **202** (2005).
- [Haa06a] Matz Haaks. Software zur Datenauswertung M\_SPEC 2 <http://www.iskp.uni-bonn.de/gruppen/material/software/MSpec.php>, 2006.
- [Haa06b] Matz Haaks, Ingo Müller, Andreas Schoeps, und Hermann Franz. Spatially resolved deformation studies on carbon steel employing X-rays and positron annihilation. *phys. stat. sol. (a)* **203**(4): R31–R33 (2006).
- [Hah97] U. Hahn, H. Schulte-Schrepping, K. Balewski, J.R. Schneider, P. Ilinski, B.Lai, W. Yun, D. Legnini, und E. Gluskin. Measurements of the emittance and absolute spectral flux of the petra undulator at desy hamburg. *J. Synchrotron Rad.* **4**: 1–5 (1997).
- [Hah98] U. Hahn, W. Brefeld, M. Hesse, J.R. Schneider, H. Schulte-Schrepping, M. Seebach, und M. Werner. Beam-position monitors in the x-ray undulator beamline at petra. *J. Synchrotron Rad.* **5**: 627–629 (1998).
- [Ham97] A.P. Hammersley. Fit2d: An introduction and overview. ESRF Internal Report, 1997.
- [Hau97] Viktor Hauk. *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Elsevier 1997.
- [Hug02] C. Hugenschmidt, G. Kögel, R. Repper, K. Schreckenbach, P. Sperr, B. Straßer, und W. Triftshäuser. *Appl. Phys. A* **74**: 295 (2002).



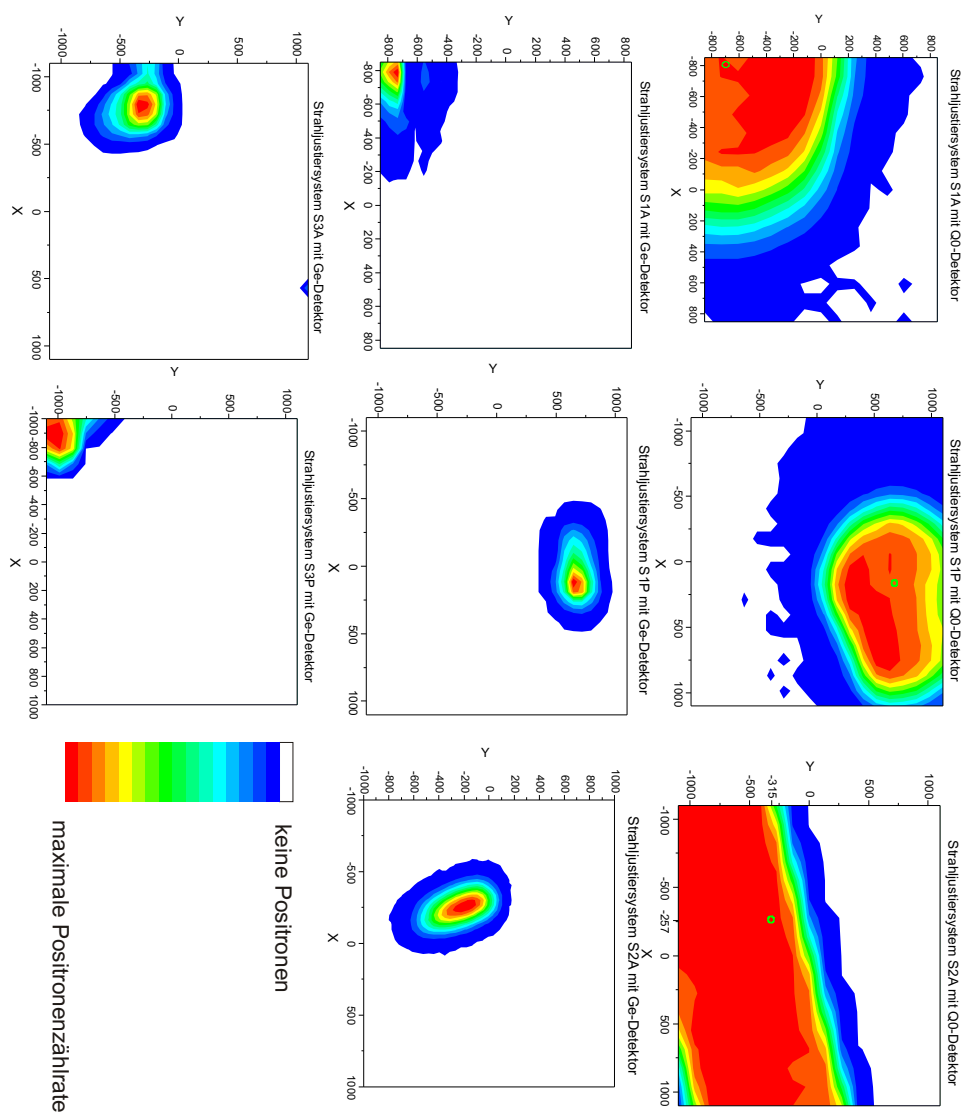
- [Hug05] C. Hugenschmidt, K. Schreckenbach, M. Stadlbauer, und B. Strasser. Low-energy positrons of high intensity at the new positron beam facility nepomuc. *Nucl. Inst. Meth. A.* **554**: 384 (2005).
- [Joh92] Vernon John. *Introduction to Engineering Materials*. 3. Auflage, MacMillian Press 1992.
- [Kop02] Konrad Kopitzki und Peter Herzog. *Einführung in die Festkörperphysik*. 4 Auflage, Teubner 2002.
- [KR99] R. Krause-Rehberg und H.S. Leipner. *Positron Annihilation in Semiconductors*. 1. Auflage, Springer Verlag, Berlin 1999.
- [Kri96] Michail Krivoglaz. *X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals*. Springer-Verlag 1996.
- [Liu05] J. Liu, K. Kim, M. Golshan, D. Laundry, und A.M. Korsunsky. Energy calibration and full-pattern refinement for strain analysis using energy-dispersive and monochromatic x-ray diffraction. *J. Appl. Cryst.* **38**: 661–667 (2005).
- [Mac67] J.K. MacKenzie, T.L. Khoo, A.B. McDonald, und B.T.A. McKee. Temperature dependence of positron mean lives in metals. *Phys. Rev. Lett.* **19**(17): 946–948 (1967).
- [Mak61] A. Makhov. *Sov. Phys. sol. State.* **2**: 1934 (1961).
- [Noy87] I. C. Noyan und J. B. Cohen. *Residual Stress*, Kapitel 8.1, Seite 232. Springer-Verlag, 1987.
- [Oro34] E. Orowan. *Zeitschrift f. Physik* **89**: 634 (1934).
- [Pul05] Andreas Puls. *Schadensvorhersage in ferritischem Stahl*. Diplomarbeit, HISKP Universität Bonn, 2005.
- [Pusys] M.J. Puska und R.M. Nieminen. Theory of positrons in solids and on solid surfaces. 1994, 66 Rev. Mod. Phys.
- [Rei98] W. Reimers, M. Broda, G. Brusch, D. Dantz, K.-D. Liss, A. Pyzalla, T. Schmackers, und T. Tschentscher. Evaluation of residual stresses in the bulk of materials by high energy synchrotron diffraction. *Journal of Nondestructive Evaluation* **17**(3): 129–140 (1998).
- [Sch06] Andreas Schöps. persönliche e-mail, 2006.
- [Sie97] K. Siegert. *Umformen*, Kapitel S, Seite 22. in [Dub97]. 1997.
- [Veh87] A. Vehanen, K. Saarinen, P. Hautojärvi, und H. Huomo. Profiling multilayer structures with monoenergetic positrons. *Phys. Rev. B* **35**(10): 4606 (April 1987).

- [War90] B.E. Warren. *X-Ray Diffraction*, Band 7. Dover Publ. 1990.
- [Wes73] R. West. Positron studies of condensed matter. *Adv. Phys.* **22**(3): 263 (May 1973).
- [Wid99] T. Wider, K. Maier, und U. Holzwarth. Temperature-dependent positron trapping in copper and aluminium tubes after tensile deformation. *Phys. Rev.* **60**(1): 179–190 (1999).
- [Wöh58] A. Wöhler. *Zeitschrift für Bauwesen* **8**: 642–652 (1858).

# Anhang A

## Zählratenbilder der Justiersysteme

Zählratenbilder des Detektors  $Q_0$  und des Ge-Detektors



# Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. K. Maier, für seine sehr persönliche und engagierte Betreuung während der letzten Jahre, sowie die Ermöglichung dieser Doktorarbeit. Des Weiteren möchte ich mich bei den übrigen Mitgliedern der Promotionskommission Prof. Herzog, Prof. Petry und Prof. Otto für die Bereitschaft zur Teilnahme an dieser Kommission.

Bei den „Maiers“ möchte ich mich für die schöne Zeit - auch abseits der Physik - bedanken. Für viele schöne Gruppenausflüge, Video- und Spielabende, sowie meistens lustige „Mensaausflüge“. Natürlich war auch das Arbeiten mit Euch ganz ok :-).

Besonders möchte ich mich bei Matz bedanken, für die vielen Diskussionen rund um Positronen und die Mikrosonde sowie die Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit; bei dem Rest der „Positronis“ für die gemeinsame Arbeit und die Hilfe bei den Messungen.

Ebenso möchte ich mich bei Frau Maier für die vielen Kuchenstücke und Mittagessen bedanken, mit denen ich bei meinen Besuchen verköstigt wurde. Unter solchen Umständen bin ich immer dazu bereit, bei Computerproblemen zu helfen.

Ich möchte mich bei allen anderen Mitgliedern des Instituts aus Sekretariaten, Werkstätten, Zyklotron und anderen Arbeitsgruppen bedanken, die mich bei meiner Arbeit unterstützt haben.

Bei Christiane möchte ich mich nicht nur für die gemeinsame Zeit in der Arbeitsgruppe (und im Kino), sondern auch für das ausgiebige Korrigieren meiner Arbeit bedanken.

Bei meiner Freundin Raphaële für die wunderschöne Zeit und Ihre Unterstützung (besonders in den letzten Tagen vor Abgabe dieser Arbeit).

Mein größter Dank gilt meinen Eltern, die mir das Studium ermöglicht haben und mich in dessen Verlauf bei jeder Prüfung unterstützt haben und mir gleichzeitig alle Freigeiten gelassen haben.

Ich danke allen meinen Freunden für viele spaßige Kino- und Spielabende im Laufe der letzten Jahre.