

Untersuchung der Auswirkung von sehr hohen  
Lastspielzahlen auf einen austenitisch-ferritischen  
Duplexstahl mittels in-situ Röntgendiffraktion an  
der Strahllinie BL10 an der  
Synchrotronstrahlungsquelle DELTA

DISSERTATION

ZUR ERLANGUNG DES GRADES EINES DOKTORS DER  
NATURWISSENSCHAFTEN

vorgelegt von

Dipl.-Phys. Anne Kathrin Hüsecken

EINGEREICHT BEI DER NATURWISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHEN  
FAKULTÄT DER UNIVERSITÄT SIEGEN  
SIEGEN 2016

Gutachter: Prof. Dr. Dr. h.c. Ullrich Pietsch  
Prof. Dr. Metin Tolan  
Prüfer: Prof. Dr. Hans-Jürgen Christ  
Prof. Dr. Otfried Gühne

Tag der mündlichen Prüfung: 09.12.2016

Gedruckt auf alterungsbeständigem holz- und säurefreiem Papier

## Kurzfassung

In dieser Arbeit wird das Verhalten von einem austenitisch-ferritischen Duplexstahl bei sehr hohen Lastspielzahlen untersucht. Dafür wurden Flachproben mit einer Ultraschall-Ermüdungs-Anlage bei unterschiedlichen Spannungsamplituden jeweils bis 10 Millionen Zyklen ermüdet und danach jeweils ein Röntgendiffraktionsscan der Probe aufgenommen. Die Messungen erfolgten an der Strahllinie BL10 an der Synchrotronstrahlungsquelle DELTA. Aufgrund der Kornstruktur des Duplexstahls ist es möglich eine Einzelkornanalyse durchzuführen. Jedes Korn, dessen Netzebenen die richtige Orientierung zum einfallenden Strahl und zum Detektor aufweist, erzeugt als Diffraktionsbild einen einzelnen Braggreflex auf dem Detektor. Da unterschiedliche Körner unterschiedliche Orientierungen haben, sind die Reflexe auf Debye-Scherrer-Ringen angeordnet. Diese können als Austenit- oder Ferritreflexe indiziert werden. Die Rockingkurven eines einzelnen Korns werden nach den unterschiedlichen Ermüdungsstufen miteinander verglichen und die Änderungen in der Reflexposition, der Halbwertsbreite (FWHM), der Intensität und der integrierten Intensität diskutiert. Dabei zeigt sich, dass nicht nur Austenitkörner von der Ermüdung betroffen sind, sondern auch Ferritkörner. Hier sind die Änderungen aber meist nicht so gravierend wie bei den Austenitkörnern. Die Rockingkurven einiger Austenitkörner zeigen alle möglichen Änderungen und Kombinationen daraus. Austenitkörner, die von der Ermüdung betroffen sind, verändern z.B. die FWHM aufgrund von Gleitbandbildung oder durch Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen und damit durch Rotation der Netzebenen. Die Rockingkurven können nicht nur breiter werden, sondern sie können sogar aufspalten. Veränderungen treten nicht erst kurz vor dem Versagen der Probe auf, sondern schon bei relativ kleinen Spannungsamplituden nach den ersten 10 Millionen Lastzyklen. Manche Rockingkurven verändern sich zunächst, bleiben dann für einige Ermüdungsstufen konstant und verändern sich danach weiter. Dieses Verhalten wird als Entfestigungs-Verfestigungs-Entfestigungsverhalten des Austenits interpretiert. Die durch diese Messungen gewonnenen Erkenntnisse werden mit den Ergebnissen des Projektes im SPP1466 verglichen.

Bevor jedoch die Messungen an der Strahllinie BL10 am DELTA durchgeführt werden konnten, musste der Aufbau dieser Strahllinie zunächst beendet werden. In dieser Arbeit wird näher auf den Aufbau und die einzelnen Komponenten der BL10 eingegangen. Die Programmierung der Steuerung der Ventile und des Personeninterlocks werden gezeigt. Die Strahllinie BL10 ist für Röntgendiffraktionsmessungen und Röntgenabsorptionsspektroskopiemessungen konzipiert.



## Abstract

The behavior of an austenitic-ferritic duplex stainless steel during very high cycle fatigue is investigated in this thesis. For this flat samples were fatigued with different load amplitudes up to 10 million cycles with an ultrasonic testing device. After that X-ray diffraction scans were performed. These measurements were done at the beamline BL10 at the synchrotron light source DELTA. Because of the grain structure of the duplex stainless steel it is possible to perform a single grain analysis. Each grain, whose lattice planes have the right orientation to the incoming X-ray beam and the detector, gives a single Bragg reflection on the detector. Different grains have different orientations and so the reflections are arranged on Debye-Scherrer-Rings. These reflections can be indexed as austenite or ferrite reflections. The rocking curves for a single grain are compared to each other after different fatigue steps. The changes in position, full width at half maximum (FWHM), intensity and integrated intensity are discussed. This reveals that not only austenite grains are affected by fatigue but also ferrite grains are. However for ferrite the changes are normally much smaller than for austenite grains. The rocking curves of the austenite grains show all possible changes and even combinations of them. Austenite grains, which are affected by fatigue, change for example their FWHM because of the formation of slip bands or formation of small angle grain boundaries due to a rotation of lattice planes. The rocking curves can not only broaden, they can even split. Changes do not only occur shortly before failure of the sample. They already appear after 10 million load cycles with relatively small load amplitudes. Some rocking curves change first, then stay constant for a while (different loading steps) and then change again. This behavior is interpreted as the softening-hardening-softening behavior of austenite. These findings are compared with the results of the project in SPP1466.

Before the measurements could be performed, the construction of beamline BL10 at DELTA had to be finished. In this thesis, the setup of BL10 and the single components are described. The programs for controlling the vacuum system and the personal safety system are shown. The beamline BL10 is designed for X-ray diffraction measurements and X-ray spectroscopy measurements.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b>	<b>I</b>
<b>Abstract</b>	<b>III</b>
<b>Liste verwendeter Abkürzungen</b>	<b>VII</b>
<b>Liste verwendeter Variablen und Naturkonstanten</b>	<b>XI</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1 Physikalische Grundlagen . . . . .	5
2.1.1 Kristallgitter . . . . .	5
2.1.2 Theorie zur Röntgenbeugung . . . . .	8
2.1.3 Verbreiterung von Rockingkurven . . . . .	11
2.1.4 Williamson-Hall Methode . . . . .	13
2.1.5 Warren-Averbach Methode . . . . .	13
2.1.6 $\sin^2 \Psi$ -Methode . . . . .	15
2.2 Materialwissenschaftliche Grundlagen . . . . .	17
2.2.1 Projektvorstellung und Einordnung dieser Arbeit . . . . .	18
2.2.2 Grundlagen der Bruchmechanik . . . . .	22
2.2.3 Verformung bei zyklischer Belastung . . . . .	28
2.2.4 Rissinitiierung und Ausbreitung bei zyklischer Belastung . . . . .	29
<b>3 Aufbau und Inbetriebnahme der Strahllinie BL10 an DELTA</b>	<b>35</b>
3.1 Die Synchrotronstrahlungsquelle DELTA . . . . .	35
3.2 Die Strahllinie BL10 . . . . .	36
3.3 Die Sektionen der Strahllinie . . . . .	38
3.3.1 Die Frontend-Sektion . . . . .	38
3.3.2 Optik Hütte . . . . .	41
3.3.3 Experimentierhütte . . . . .	46
3.3.4 Arbeitsplatz . . . . .	53
3.4 Ventilsteuerung und Personeninterlock . . . . .	54
3.4.1 Speicherprogrammierbare Steuerung . . . . .	55
3.4.2 STEP 7 . . . . .	56
3.4.3 Ventilsteuerung . . . . .	57
3.4.4 Personenschutz . . . . .	58
3.5 Tests zur Abnahme der Strahllinie . . . . .	61
3.6 Strahlcharakterisierung . . . . .	62
3.6.1 Monochromator . . . . .	62
3.6.2 Am Probenort . . . . .	63

3.7	Erste Messungen . . . . .	63
<b>4</b>	<b>Experimenteller Aufbau und experimentelles Vorgehen</b>	<b>65</b>
4.1	Austenitisch-ferritischer Duplexstahl 1.4462 . . . . .	65
4.2	Probenherstellung . . . . .	66
4.3	In-situ Ermüdungsversuche . . . . .	67
4.3.1	Ultraschall-Ermüdungs-Anlage der BOKU Wien . . . . .	67
4.3.2	Vertikales Setup . . . . .	70
4.3.3	Horizontales Setup . . . . .	72
<b>5</b>	<b>Auswertung und Diskussion der Messergebnisse</b>	<b>77</b>
5.1	Vorgehen bei der Auswertung der Diffraktionsbilder . . . . .	77
5.2	Analyse der Rockingkurven . . . . .	79
5.3	Auswertung und Diskussion anhand von exemplarischen Messungen . . . . .	85
5.3.1	Beispiele für Intensitätsänderungen . . . . .	86
5.3.2	Beispiele für Positionsänderungen . . . . .	94
5.3.3	Beispiele für Kombinationen aus mehreren Änderungen . . . . .	94
5.4	Zusammenfassung der Ergebnisse für das SPP1466 Projekt . . . . .	100
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>105</b>
<b>A</b>	<b>SPS Programme und Kabellisten</b>	<b>111</b>
A.1	Quellcode Steuerung Personenschutz . . . . .	111
A.2	Quellcode Steuerung Ventile . . . . .	116
A.3	Symbollisten Personenschutz und Ventile . . . . .	121
A.4	Kabelliste BL10 . . . . .	128
A.5	Belegung Hauptrelaiskarte . . . . .	137
A.6	Belegung Relaiskasten . . . . .	138
A.7	Probleme und mögliche Lösungen . . . . .	139
<b>B</b>	<b>Konstruktionszeichnungen</b>	<b>141</b>
B.1	Halterungen für den Justageturm und die Kapillare . . . . .	141
B.2	Vertikales Probensetup . . . . .	144
B.3	Horizontales Probensetup . . . . .	153
	<b>Abbildungs- und Tabellenverzeichnis</b>	<b>161</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>165</b>
	<b>Danksagung</b>	<b>173</b>

## Liste verwendeter Abkürzungen

A	Austenit
$\mathcal{A}$	Ausgang
$\alpha$	Ferritische Phase
AC	Wechselstrom
ANKA	Angströmquelle Karlsruhe
bcc	kubisch raumzentriert (Body Centered Cubic, krz)
BL1	Strahllinie BL1
BL8	Strahllinie BL8
BL9	Strahllinie BL9
BL10	Strahllinie BL10
BL11	Strahllinie BL11
BoDo	Boostersynchrotron Dortmund
BS	Beamshutter
$\gamma$	Austenitische Phase
DC	Gleichstrom
DELTA	Dortmunder Elektronenspeicherringanlage
DI	Eingänge SPS
DO	Ausgänge SPS
DSS	Duplexstahl (Duplex Stainless Steel)
E	Eingang
EBSD	Elektronen-Rückstreubeugung (Electron Back Scatter Diffraction)
EXAFS	Röntgenabsorptionsspektroskopie zur Analyse der kantennahen Feinstruktur (Extended X-ray Absorption Fine Structure)
EZ	Elementarzelle
F	Ferrit
FC	Funktionsbaustein

fcc	kubisch flächenzentriert (Face Centered Cubic, kfz)
FWHM	Halbwertsbreite (Full Width at Half Maximum)
FIM	Frequent Injection Mode
GIXAS	Röntgenabsorptionsspektroskopie bei streifendem Einfall (Grazing Incidence X-ray Absorption Spectrometry)
HCF	hohe Lastspielzahlen (High Cycle Fatigue)
HRK	Hauptrelaiskarte
HV	Hoch Vakuum
IGP	Ionen-Getter-Pumpe
IKR	Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter
KA	Kippabsorber
kfz	kubisch flächenzentriert, fcc
krz	kubisch raumzentriert, bcc
LCF	niedrige Lastspielzahlen (Low Cycle Fatigue)
LEBM	Linear elastische Bruchmechanik
LINAC	Linearbeschleuniger
M	Merker
M1-M4	Druckanzeigen
MC	Monochromator
OB	Organisationsbaustein
PA	Photonabsorber
PSB	persistente Gleitbänder (Persistent Slip Band)
PSM	persistente Gleitspuren (Persistent Slip Marking)
PSS	Personeninterlock (Personal Safety System)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SAW	Supraleitender Asymmetrischer Wiggler
SAW0	Optik Hütte

SAW1	Optik Hütte BL8 und BL9
sc	Einfach kubisches Gitter (Simple Cubic)
SEM	Rasterelektronenmikroskop (Scanning Electron Microscope)
SPP	Schwerpunktprogramm
SPS	Speicherprogrammierbare Steuerung
SSK	Schnellschlussklappe
T	Timer
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TPR	Pirani-Vakuummeter
UFTM	Ultraschall-Ermüdungs-Anlage (Ultrasonic Fatigue Testing Machine)
UHV	Ultra Hoch Vakuum
VCS	Vakuum-Kontroll-System (Vacuum Control System)
VHCF	sehr hohe Lastspielzahlen (Very High Cycle Fatigue)
VV	Vorvakuum
V0	Ventil 0
V1	Ventil 1
V2	Ventil 2
WW	Wasserwächter
XAS	Röntgen-Absorptions-Spektroskopie
XANES	Röntgen-Nahkanten-Absorptions-Spektroskopie (X-ray Absorption Near-Edge structure Spectroscopy)
XRD	Röntgendiffraktion (X-Ray Diffraction)
XRR	Röntgenreflektivität (X-Ray Reflectivity)



# Liste verwendeter Variablen und Naturkonstanten

## Variablen - Lateinische Symbole

$A$	Querschnittsfläche des Probenvolumens
$A_{n_s}$	Fourierkoeffizient
$A_{n_s}^D$	Verzerrungskoeffizient
$A_L^S$	Größenkoeffizient in kubischem Kristall
$A_{n_s}^S$	Größenkoeffizient
$a_{A/F}$	Gitterkonstante Austenit/ Ferrit
$a_0$	Reflexhöhe
$a_1$	Reflexposition
$2a_2$	FWHM des Reflexes
$\vec{a}_i$	primitiver Gittervektor
$a, b, c$	Längen der Gitterkonstanten
$\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$	Gittervektoren, die die Elementarzelle aufspannen
$B$	Breite des einfallenden Strahls
$B_{n_s}$	Fourierkoeffizient
$\mathcal{B}$	y-Achsenabschnitt
$\vec{b}$	Burgers-Vektor
$\vec{b}_i$	reziproker Gittervektor
$c_{ij}$	elastische Konstanten
$D$	Abstand zwischen Versetzungen
$D_{hkl}$	Kristallitgröße, Korngröße
$d$	Netzebenenabstand
$d_0$	Netzebenenabstand im spannungsfreien Zustand
$d_{hkl}$	Abstand zwischen zwei parallelen Netzebenen
$\frac{d\sigma}{d\Omega}$	differentieller Wirkungsquerschnitt
$E$	Energie, Strahlenergie

$\frac{\Delta E}{E}$	Energieauflösung
$\mathcal{E}$	Elastizitätsmodul
$F$	Kraft
$F_{cryst}$	Strukturfaktor Kristall
$F_{hkl}^{EZ}$	Strukturfaktor Elementarzelle
$f_j$	Atomformfaktor
$\vec{G}_{hkl}$	reziproker Gittervektor
$h, k, l$	Millersche Indizes
$I$	Strahlstrom
$I_e$	Intensität einfallender Strahl
$I_{int}$	integrierte Intensität
$I_{sq}(\vec{q})$	Intensität der gebeugten Strahlung in Abhängigkeit vom Wellenvektorübertrag
$I_{sc}$	Intensität gebeugter Strahl
$K_\epsilon$	Konstante
$K_M$	Konstante
$K_r$	Konstante
$\vec{k}_i$	Wellenvektor der einfallenden Welle
$\vec{k}_f$	Wellenvektor der ausfallenden Welle
$L$	Distanz
$\Delta L$	Längenänderung
$l$	Abstand zwischen Probe und Detektor
$l'$	Abstand von der Probe, in dem sich die Projektionsfläche des Detektors befindet
$M$	Geradensteigung
$m$	Schmid-Faktor
$\vec{m}$	Netzebenennormale Korn
$N$	Anzahl Belastungszyklen

$N_{EZ}$	Anzahl verschiedener Elementarzellen
$N_{n_s}$	durchschnittliche Anzahl von $n_s$ Paaren pro Spalte
$N_S$	Probenoberflächennormale
$N_3$	durchschnittliche Anzahl an EZ pro Spalte
$\vec{N}$	Normale der Beugungsebene
$n$	Beugungsordnung
$n_i$	natürliche Zahl
$n_s$	Anzahl Spalten
$P$	Polarisationsfaktor
$P'(2\theta)$	Leistung pro Längeneinheit
$p_x$	Anzahl Detektorpixel in x-Richtung
$p(hkl)$	Multiplizitätsfaktor
$\vec{q}$	Wellenvektorübertrag
$R$	Lastamplitudenverhältnis
$R_D$	Distanz zur Probe
$R^2$	Bestimmtheitsmaß der Anpassung
$r$	Radius
$r_P$	Verkrümmung der Probe
$r_0$	klassischer Elektronenradius
$\vec{r}$	Gittervektor, Position eines Atoms im Gitter
$\vec{r}'$	Gittervektor, Position eines Atoms im Gitter
$S_N$	Gittersumme
$s_1, s_2$	Röntgenographische Elastizitätskonstanten
$\vec{T}$	Translationsvektor
$t$	Zeit
$V$	Volumen
$V_{EZ}^*$	Volumen der reziproken Elementarzelle

## Variablen - Griechische Symbole

$\alpha, \beta, \gamma$	Winkel zwischen Gittervektoren
$\beta_{corr}$	um $\beta_{Inst}$ korrigierte FWHM
$\beta_D$	FWHM Korngröße
$\beta_\epsilon$	FWHM Verzerrung
$\beta_G$	FWHM der Verbreiterung durch Strahlbreite
$\beta_{Inst}$	Instrumentelle FWHM
$\beta_{int}$	intrinsische FWHM
$\beta_{obs}$	beobachtete FWHM der Rockingkurve ohne Korrekturen
$\beta_{Rock}$	FWHM der Rockingkurve
$\Delta\theta$	Änderung des Braggwinkels
$\Delta\Omega$	Raumwinkelement
$\epsilon_{hkl}$	maximale Verzerrung der Netzebenenabstände
$\epsilon_L$	Verzerrung
$\overline{\epsilon_N^2}$	mittlere quadratische Verzerrung in Richtung $\vec{N}$
$\epsilon$	Dehnung
$\theta_{KWKG}$	Kippwinkel an Kleinwinkelkorngrenze
$2\theta$	Streuwinkel, Braggwinkel
$2\theta_{fix}$	eingestellter Detektorwinkel
$2\theta_{min/max}$	minimal / maximal möglicher Winkel auf Detektor
$\lambda$	Wellenlänge
$\lambda$	Winkel zwischen Belastungsrichtung und Gleitrichtung
$\nu$	Querkontraktionszahl
$\xi$	Drehwinkel zwischen zwei Gleitebenen
$\rho$	Elektronendichteverteilung
$\rho_V$	Versetzungsdichte
$\sigma$	Spannung, Schubspannung

$\sigma_\omega$	Fehler in $\omega$
$\sigma_{2\theta, v/h}$	Fehler in $2\theta$ für das vertikale / horizontale Setup
$\tau$	resultierende Schubspannung
$\Phi$	Azimutwinkel zwischen Netzebenennormale Korn und Probenoberflächennormale
$\Phi_0$	Fluss des einfallenden Strahls
$\phi$	Winkel zwischen Belastungsrichtung und Gleitebenennormale
$\varphi$	Kippwinkel zwischen zwei Gleitebenen
$\chi$	Winkel zwischen den Projektionen der Probenoberflächennormalen und $\vec{k}_f$ auf die yz-Ebene
$\Psi$	Polwinkel
$\psi$	Winkel zwischen $\vec{k}_i$ und der Projektion von $\vec{k}_f$ auf die xy-Ebene
$\omega$	Probenkippwinkel
$\omega_{Diff}$	Eingestellter Probenkippwinkel am Diffraktometer
$\omega_{true}$	wahrer Probenkippwinkel

### Naturkonstanten

$c$	Lichtgeschwindigkeit $2,998 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}$
$e$	Elementarladung $1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
$\epsilon_0$	Dielektrizitätskonstante $8,854 \cdot 10^{-12} \frac{\text{As}}{\text{Vm}}$
$h$	Plancksches Wirkungsquantum $6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$
$k_B$	Boltzmann-Konstante $1,381 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}}$
$m_e$	Elektronenmasse $9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$



# 1 Einleitung

Plötzlich auftretene Schadensfälle aufgrund von Rissbildung und Rissausbreitung in Bauteilen haben im Laufe der Zeit schon mehrfach zu großen Unglücken geführt, bei denen Personen zu Schaden gekommen sind. Diese Schäden traten an Materialien auf, die weit unterhalb ihrer Streckgrenze zyklisch belastet wurden. Deshalb hat beispielsweise Wöhler nach dem Eisenbahnunglück von Versailles 1842 mit der Erforschung von Eisenbahnwagenachsen und deren Versagen unter zyklischer Belastung begonnen. Er fand heraus, dass bei zyklischer Belastung die Versagensschwelle deutlich unterhalb der statischen Kennwerte liegt und unterhalb eines gewissen Schwellwertes keine Schädigung mehr auftritt. Er äußerte sich allerdings damals schon skeptisch gegenüber einer echten Dauerfestigkeit von Materialien. Dies konnte aber aufgrund der technischen Möglichkeiten 1860 noch nicht untersucht werden [1]. In der weiteren Geschichte der Ermüdungsforschung haben weitere Unglücke, wie Flugzeugabstürze, die Forschung weiter vorangetrieben, wie z.B. das ICE Unglück von Eschede im Jahr 1998. Nach der Entwicklung von neuen Prüfanlagen ist es nun möglich Materialien bei sehr hohen Lastspielzahlen von mehr als 10 Millionen Zyklen innerhalb kurzer Zeit zu ermüden und den Verlauf der Wöhlerkurve [2] bis zu  $10^{11}$  Zyklen und darüber hinaus zu ermitteln [2, 3].

Austenitisch-ferritischer Duplexstahl ist aufgrund seiner Korrosionsbeständigkeit und hohen Festigkeit in vielen Bereichen einsetzbar. So wird dieser Stahl z.B. in der chemischen und petrochemischen Industrie, in Offshore Anlagen oder in Bootsantrieben verwendet. Hierbei treten bei relativ geringer Belastungsamplitude sehr hohe Lastspielzahlen im Laufe des Lebens dieser Bauteile auf. Das Versagen dieser Bauteile kann verheerende Auswirkungen haben [4–6]. Aufgrund der Tatsache, dass die Risskeimbildung und das Kurzrischwachstum gemeinsam einen Anteil von mehr als 90 % der Ermüdungslebensdauer eines Bauteils ausmachen können [2], sollten diese genauer erforscht werden.

Deshalb befasst sich diese Arbeit mit der Erforschung des Verhaltens von Duplexstahl bei sehr hohen Lastspielzahlen. In diesem Projekt des SPP1466, soll gezeigt werden, ob es überhaupt eine echte Dauerfestigkeit für den austenitisch-ferritischen Duplexstahl gibt und wenn ja, welche materialspezifischen Eigenschaften eine Rolle bei der Rissinitiierung spielen und wie sie vorhergesagt werden können. Dazu wurden bereits phänomenologische und mikrostrukturelle Untersuchungen durchgeführt, wie die Messung des Einflusses von Laboratmosphäre, Prüffrequenz und Art der Oberflächenbehandlung auf die Wöhlerkurven [4]. Zu dem wurde der Einfluss der Probenoberfläche auf die Entstehung von Gleitbändern und Rissen und deren Ausbreitung [4, 7, 8] untersucht. Die Phasen des Duplexstahls, die Rissinitiierung und das Kurzrischwachstum in 3D wurden mittels Phasen-Kontrast- und Diffraktions-Kontrast-Tomographie untersucht [4, 7, 9, 10]. Die Schädigungsentwicklung während der Ermüdung wird mit Röntgenbeugungsexperimenten analysiert. So hat Fu [11] die Eigenspannungen, die innerhalb

des Duplexstahls auftreten, gemessen. Istomin und Dönges [4, 9] haben gezeigt, dass die Körner an der Probenoberfläche in der Mitte der Taillierung der Proben am meisten von der Ermüdung betroffen sind und erste in-situ Experimente [12] haben gezeigt, dass die Halbwertsbreite der gemessenen Rockingkurven von Austenitkörnern, die von der Schädigung betroffen sind, während der Ermüdung der Probe größer wird. Dabei haben Dönges et al. auch die Normaldehnung für Ferrit- und Austenitkörner gemessen [12]. Pashniak et al. haben gezeigt, wie eine schnelle Rissdetektion durch Messungen mit dem weißen Strahl und energiedispersiven Diffraktion möglich ist [13].

Diese Arbeit wird durch die Arbeit von Istomin et al. [9] motiviert, da dort gezeigt wurde, dass eine Einzelkornanalyse möglich ist und Oberflächenkörner am häufigsten von der Ermüdung betroffen sind. Also wird eine oberflächensensitive Messmethode benötigt, die mit den optischen Ergebnissen der Auflichtmikroskopie-, Transmissions-elektronenmikroskopie- (TEM), Rasterelektronenmikroskopie- (REM) und Elektronen-Rückstreubeugungsaufnahmen (EBSD) [4, 7, 8, 14] verglichen werden kann. An den Oberflächenkörnern entstehen Gleitbänder, die mit den optischen Methoden beobachtet werden können. Diese rufen Änderungen im Kristallgitter hervor, die mit Röntgenstrahlung nachgewiesen werden können. Dies legt nahe die Versuche mit der zerstörungsfreien Röntgendiffraktion (XRD) in Reflektionsgeometrie durchzuführen. Damit ist sowohl die nötige Auflösung, als auch die Oberflächensensitivität gegeben. Da die Halbwertsbreiten von der Ermüdung betroffener Austenitkörner größer werden, sollten die Experimente so ausgerichtet sein, dass einzelne Körner während des gesamten Ermüdungsvorganges beobachtet werden können, um die Veränderungen einzelner Körner zu beobachten. Dies setzt voraus, dass die Probe direkt mit der Ultraschall-Ermüdungs-Anlage auf ein Diffraktometer montiert wird, da so die Probe zu Beginn der Messungen immer in der gleichen Ausgangslage ist und so gewährleistet ist, dass immer die selben Körner analysiert werden. Aufgrund der Größe des Aufbaus scheiden Laborquellen aus. Als Lösung sind Synchrotronstrahlquellen möglich, da diese den nötigen Platz bieten. In dieser Arbeit wurde an der Synchrotronstrahlquelle DELTA in Dortmund gemessen, da dort eine von der Bergischen Universität Wuppertal und der Universität Siegen betriebene Strahllinie BL10 zur Verfügung steht und diese die nötigen Voraussetzungen mitbringt. Diese Strahllinie liefert Röntgenstrahlung, die wenige  $\mu\text{m}$  in den Duplexstahl eindringen kann und somit sind oberflächensensitive Messungen möglich.

Obwohl der austenitisch-ferritische Duplexstahl eine polykristalline Probe ist, kann eine Einzelkornanalyse durchgeführt werden, da je nach Aufbau zwischen 130 und 400 Körner bestrahlt werden, von denen nur diejenigen Braggreflexe auf dem Detektor zeigen, die die richtige Orientierung zum Strahl und zum Detektor haben. Weiterhin trennen sich die Reflexe in Austenit- und Ferritreflexe, da die beiden Phasen unterschiedliche Kristallgitter aufweisen. Aufgrund der zufälligen Ausrichtungen der Körner sind die Braggreflexe der einzelnen Körner auf Debye-Scherrer-Ringen angeordnet und es ist unwahrscheinlich, dass zwei verschiedene Körner exakt die selbe Orientierung haben,

so dass sich die Braggreflexe überlagern. Dies bedeutet, dass ein Reflex von einem einzelnen Korn stammt, und eine Einkristallanalyse möglich ist. Diese einzelnen Körner besitzen Defekte, wie z.B. Kleinwinkelkorngrenzen, die dazu führen, dass die Braggreflexe aufgespalten sind, da die Reflexe der beiden Subkörner sehr dicht beieinander liegen können.

Bevor die Messungen an der Strahllinie BL10 an DELTA beginnen konnten, musste diese im Aufbau befindliche Strahllinie, für Röntgenabsorptionsspektroskopie zur Analyse der kantennahen Feinstruktur (EXAFS) und XRD, zunächst fertiggestellt werden. Während dieser Arbeit wurden Komponenten hinzugefügt, die Strahllinie verkabelt und die Vakuumsteuerung und das Personeninterlocksystem programmiert. Deshalb ist der Aufbau der Strahllinie BL10 in dieser Arbeit ausführlich beschrieben (s. Kapitel 3) und das Programm der selbstprogrammierbaren Steuerung (SPS) angehängt.

Zunächst wird in Kapitel 2 auf die physikalischen Grundlagen der Kristalle und der Röntgenbeugung eingegangen, die Verbreiterung von Rockingkurven diskutiert und dargestellt welche Methoden es gibt die Verbreiterung durch Größeneffekte, bzw. durch Verzerrungen des Gitters, zu trennen. Danach werden die Grundlagen der Bruchmechanik und die Verformung bei zyklischer Belastung diskutiert und letztendlich Mechanismen der Rissinitiierung und Ausbreitung beschrieben.

Kapitel 3 beschreibt ausführlich den Aufbau der Strahllinie BL10 am DELTA. Es wird sowohl auf die einzelnen Komponenten der Strahllinie eingegangen, als auch auf die Programmierung der Strahllinie. Auch werden erste Tests bis zur Abnahme der Strahllinie beschrieben und erste Messungen, sowie die Charakterisierung des Strahlprofils vorgestellt.

Die Aufbauten der in-situ Ermüdungsmessungen, der Duplexstahl und die Ultraschall-Ermüdungs-Anlage werden in Kapitel 4 vorgestellt.

In Kapitel 5 wird zunächst das Vorgehen bei der Auswertung der Diffraktionsbilder genau beschrieben, dann werden die Rockingkurven analysiert und anhand einiger Beispielkurven diskutiert. Am Ende des Kapitels folgt eine kurze Zusammenfassung der Ergebnisse.

Die Arbeit wird in Kapitel 6 zusammengefasst und es wird ein kurzer Ausblick gegeben zu möglichen Verbesserungen der Strahllinie und welche Experimente noch durchgeführt werden können, um weitere Fragestellungen hinsichtlich der Probenermüdung zu erforschen.

Im Anhang A werden die SPS Programme beschrieben und die Kabellisten zur Strahllinie aufgeführt. In Anhang B sind alle Konstruktionszeichnungen, die für die Entstehung dieser Arbeit nötig waren, gezeigt.



## 2 Grundlagen

In diesem Kapitel soll auf die physikalischen Grundlagen der Röntgenbeugung eingegangen werden. Dazu werden zunächst Kristallgitter eingeführt, die Millerschen Indizes erläutert und dann auf den Streuquerschnitt näher eingegangen, der für die Röntgenbeugung wichtig ist. Anschließend wird auf die materialwissenschaftlichen Grundlagen zur Rissentstehung im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen eingegangen.

Dieses Kapitel orientiert sich an den Lehrbüchern Als-Nielsen [15], Massa [16], Warren [17], Kopitzki [18], Christ [19], Bathias [2], Schwarzenbach [20], Gottstein [21], Spieß [22] und den Dissertationen von Steffen [23] und Schmacke [24].

### 2.1 Physikalische Grundlagen

Analog zur Beugung von sichtbarem Licht an Beugungsgittern, können Röntgenstrahlen an Gittern gebeugt werden, deren Gitterkonstanten in etwa in der selben Größenordnung liegen, wie die benutzte Wellenlänge. Durch Interferenz gebeugter Wellen kommt es zu Auslöschung oder Verstärkung und somit zu Beugungsreflexen. Dieser elastische Streuprozess wird im englischen X-Ray Diffraction, kurz XRD genannt [16].

Zunächst sollen nun Kristallgitter diskutiert werden.

#### 2.1.1 Kristallgitter

Ein Kristall ist eine Struktur, die durch die periodische Anordnung von Bausteinen regelmäßig aufgebaut ist und eine langreichweitige Ordnung besitzt. Die Position eines Atoms im Gitter kann durch den Vektor  $\vec{r}_i$  beschrieben werden, wobei der Nullpunkt beliebig gewählt werden kann. Wird dieser Baustein nun durch eine Translation um einen bestimmten Vektor  $\vec{T}$

$$\vec{T} = n_1 \vec{a}_1 + n_2 \vec{a}_2 + n_3 \vec{a}_3 \quad (1)$$

verschoben, so sollte sich dort am Punkt

$$\vec{r}' = \vec{r}_i + \vec{T} \quad (2)$$

ein baugleicher Baustein mit der selben Orientierung befinden. Dabei sind  $\vec{a}_i$  die sogenannten Gittervektoren und  $n_i \in \mathbb{Z}$ . Die Gittervektoren spannen den kleinst möglichen Baustein, die primitive Elementarzelle, bzw. Einheitszelle (EZ) auf, aus denen der Kristall zusammengesetzt sein kann. Die Gesamtheit aller Atome innerhalb der EZ wird die Basis des Gitters genannt. Zusammenfassend kann man sagen, dass die Kombination aus Gitter und Basis den Kristall ergibt (s. Abb. 2.1).

Das Volumen der primitiven EZ wird über das Spatprodukt der primitiven Gittervek-

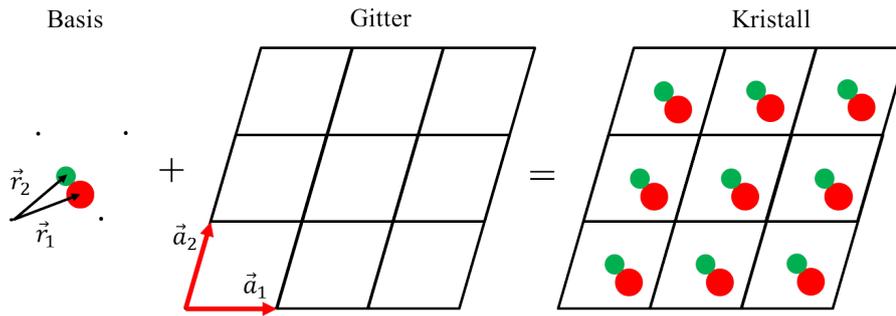


Abbildung 2.1: Zweidimensionaler schematischer Aufbau eines Kristalls.

toren berechnet.

$$V = |\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)| \quad (3)$$

Die EZ wird durch die Gitterkonstanten  $a = |\vec{a}_1|$ ,  $b = |\vec{a}_2|$ ,  $c = |\vec{a}_3|$  und die Winkel zwischen den Vektoren  $\alpha = \sphericalangle(\vec{a}_2, \vec{a}_3)$ ,  $\beta = \sphericalangle(\vec{a}_3, \vec{a}_1)$  und  $\gamma = \sphericalangle(\vec{a}_1, \vec{a}_2)$  charakterisiert. Durch die Betrachtung der Symmetrien gibt es die sieben Kristallsysteme: triklin, monoklin, orthorombisch, tetragonal, trigonal, hexagonal und kubisch. Aufgrund höherer Symmetrieeigenschaften ist es manchmal allerdings besser nicht die primitive EZ zu benutzen, sondern auf eine größere Zelle zur Beschreibung der Struktur zurückzugreifen. Dies sind die 14 Bravaisgitter. Da in dieser Arbeit ein austenitisch-ferritischer Duplexstahl untersucht wird und dieser, wie die meisten Metalle, in kubisch flächenzentrierter (kfz, bzw. fcc engl. face centered cubic) bzw. kubisch raumzentrierter (krz, bzw. bcc engl. body centered cubic) Struktur vorliegt, werden diese beiden Bravaisgitter genauer vorgestellt. In Abbildung 2.2 sind die EZ der beiden Gittertypen dargestellt. Aufgespannt werden die Würfel durch die Vektoren  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  und  $\vec{c}$ , die alle die Länge  $|\vec{a}| = |\vec{b}| = |\vec{c}| = a$  besitzen und die Winkel  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ . Außerdem sind noch die primitiven Gittervektoren  $\vec{a}_i$  eingezeichnet. Das bcc Gitter besitzt zu den Atomen an den Ecken des Würfels noch ein Atom in der Mitte des Würfels. Neben den Eckatomen gibt es beim fcc Gitter jeweils noch ein Atom auf jeder Fläche.

In der Kristallographie werden die Bravaisgitter noch weiter in 32 Punktgruppen bzw. Kristallklassen unterschieden und diese wiederum in 230 Raumgruppen aufgeteilt.

Die Periodizität des Kristallgitters im Realraum erlaubt auch die Beschreibung des Gitters im reziproken Raum. Die Gittervektoren  $\vec{a}_i$  können mit Hilfe folgender Gleichung in reziproke Gittervektoren  $\vec{b}_i$  überführt werden.

$$\vec{b}_i = 2\pi \cdot \frac{\vec{a}_j \times \vec{a}_k}{|\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)|} \text{ mit } \begin{pmatrix} i \\ j \\ k \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1, 2, 3 \\ 2, 3, 1 \\ 3, 1, 2 \end{pmatrix} \quad (4)$$

Diese spannen die EZ im reziproken Raum auf mit dem Volumen  $V_{EZ}^* = |\vec{b}_1 \cdot (\vec{b}_2 \times \vec{b}_3)|$ . In Tabelle 2.1 sind die primitiven Gittervektoren  $\vec{a}_i$  und die reziproken Gittervektoren

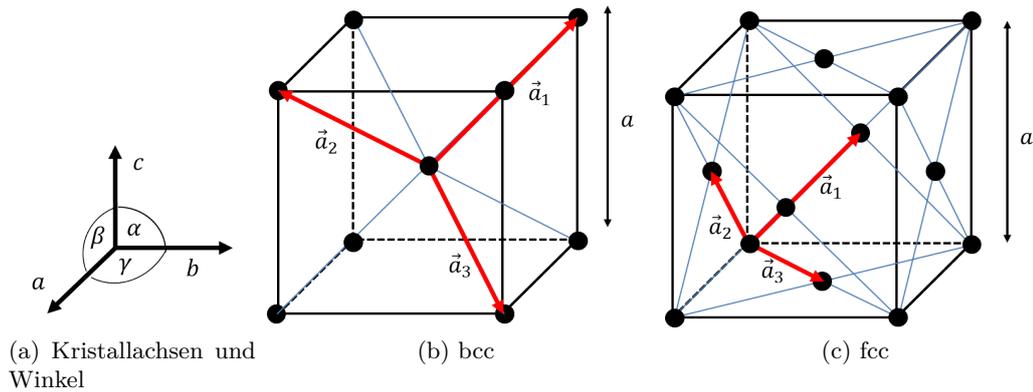


Abbildung 2.2: a) Kristallachsen und dazugehörige Winkel für die Bravaisgitter, b) bcc Gitter und c) fcc Gitter mit den dazugehörigen primitiven Gittervektoren  $\vec{a}_i$ .

$\vec{b}_i$  für das fcc und bcc Gitter zusammengefasst. Hier ist zu sehen, dass das reziproke Gitter des fcc Gitters ein bcc Gitter ist und umgekehrt.

	primitive Gittervektoren $\vec{a}_i$	reziproke Gittervektoren $\vec{b}_i$
bcc	$\frac{a}{2} \begin{pmatrix} -1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix}$	$\frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}$
fcc	$\frac{a}{2} \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} -1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 1 \end{pmatrix}, \frac{2\pi}{a} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix}$

Tabelle 2.1: Gittervektoren für bcc und fcc im Realraum und im reziproken Raum.

Das Gitter im reziproken Raum wird durch die reziproken Gittervektoren  $\vec{G}_{hkl}$  beschrieben.

$$\vec{G}_{hkl} = h \cdot \vec{b}_1 + k \cdot \vec{b}_2 + l \cdot \vec{b}_3 \quad (5)$$

Der reziproke Gittervektor  $\vec{G}_{hkl}$  ist die Flächennormale einer Schar paralleler Gitterpunktebenen, die durch die ganzzahligen Millerschen Indizes  $h, k, l$  beschrieben werden. So wird die Ebene, die sich am nächsten zum Ursprung befindet, diesen aber nicht enthält durch  $\frac{\vec{a}}{h}, \frac{\vec{b}}{k}, \frac{\vec{c}}{l}$  aufgespannt (s. Abb. 2.3). Ist die Ebene  $\{hkl\}$  parallel zu einer Achse, so ist der entsprechende Indize 0. Haben die Millerschen Indizes eines Reflexes  $hkl$  einen gemeinsamen Teiler, so gibt dieser die Beugungsordnung an [16].

Der Abstand  $d_{hkl}$  zweier paralleler Netzebenen im kubischen Kristall beträgt

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (6)$$

Dieser hängt mit dem Betrag des reziproken Gittervektors über folgende Beziehung zusammen

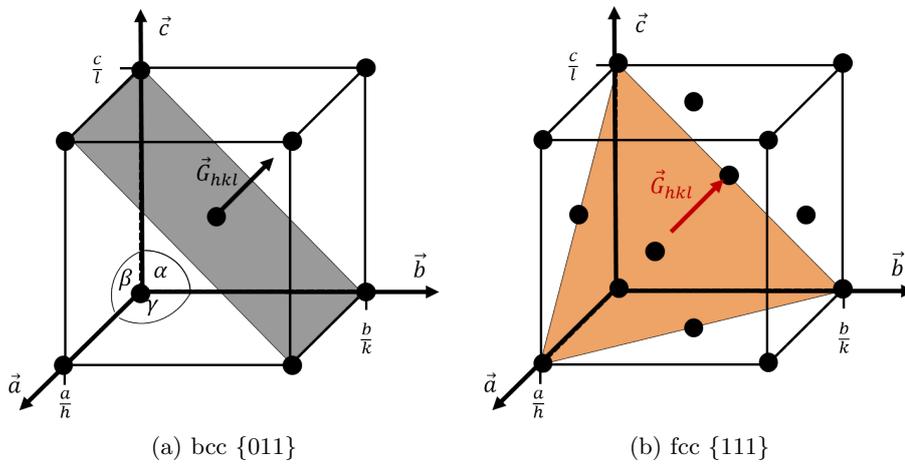


Abbildung 2.3: Einführung zu den Millerschen Indizes, a)  $\{011\}$  Ebene in bcc, b)  $\{111\}$  Ebene in fcc

$$|\vec{G}_{hkl}| = \frac{2\pi}{d_{hkl}}. \quad (7)$$

### 2.1.2 Theorie zur Röntgenbeugung

Durch Röntgenbeugung können Informationen auf der Längenskala des Kristallgitters, wie Kristallstruktur, Gitterkonstanten oder eine Abschätzung der Kristallitgrößen gewonnen werden. Dies ist aber nur möglich, wenn die Wellenlänge der einfallenden Strahlung in der selben Größenordnung liegt, wie die Abstände der Gitterpunkte im Kristall an dem gebeugt wird. Deshalb wird hierfür Röntgenstrahlung mit Wellenlängen zwischen ca.  $0,1 \text{ \AA}$  und  $2 \text{ \AA}$  eingesetzt.

Die physikalische Grundlage der Röntgenbeugung ist die Photon-Elektron-Wechselwirkung zwischen den Röntgenquanten und den Elektronen der Atome. Trifft eine elektromagnetische Welle mit der Wellenlänge  $\lambda$  bzw. der Energie  $E = \frac{hc}{\lambda}$  ( $h$  Plancksches Wirkungsquantum,  $c$  Lichtgeschwindigkeit) und dem Impuls  $\hbar \vec{k}_i$  auf eine streuende Probe, so werden die Elektronen in der Probe zum Schwingen angeregt und emittieren Dipolstrahlung [20, 25].

Um den Streuquerschnitt eines Kristalls herzuleiten wird zunächst der Streuprozess einer einfallenden Welle an einem einzelnen Elektron betrachtet und danach über alle Elektronen eines Atoms summiert und dann über alle Atome des Kristalls. Hieraus folgt dann die Intensität  $I_{sq}(\vec{q})$  der gebeugten Strahlung in Abhängigkeit vom Streuwinkel bzw. dem Wellenvektorübertrag [15], welche experimentell bestimmt werden kann.

Der Wellenvektorübertrag oder auch Streuvektor ist die Differenz aus dem Wellenvektor der einfallenden Welle  $\vec{k}_i$  und dem der ausfallenden Welle  $\vec{k}_f$

$$\vec{q} = \vec{k}_i - \vec{k}_f. \quad (8)$$

Wird die einfallende Welle elastisch gestreut, so sind die Beträge der Wellenvektoren gleich

$$|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f| = \frac{2\pi}{\lambda}. \quad (9)$$

Beträgt der Streuwinkel um den die einfallende Welle gebeugt wird  $2\theta$ , so ist der Betrag des Wellenvektorübertrags durch

$$|\vec{q}| = \frac{4\pi}{\lambda} \cdot \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) \quad (10)$$

gegeben.

Um die Röntgenbeugung methodisch beschreiben zu können, werden zwei Näherungen durchgeführt. Zum einen wird durch Benutzung der kinematischen Näherung vorausgesetzt, dass ein einfallendes Photon nur einen Streuprozess durchführt, also keine Mehrfachstreuung vorkommt und zum anderen nur elastisch gestreut wird.

Der differentielle Wirkungsquerschnitt  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  ist eine Größe, die sich experimentell bestimmen lässt:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = \frac{I_{sc}}{\Phi_0 \Delta\Omega}. \quad (11)$$

Er ist definiert durch das Verhältnis der Intensität  $I_{sc}$  des gebeugten Strahls, also der Photonen pro Sekunde, die den Detektor in einem Raumwinkelelement  $\Delta\Omega$  treffen und dem Fluss des einfallenden Strahls  $\Phi_0$  [15].

Der differentielle Streuquerschnitt für einen Einkristall setzt sich aus dem Beitrag eines einzelnen Elektrons  $\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_e = r_0^2 P$  und dem Beitrag des Gitters zusammen

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = \left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_e \cdot |F_{cryst}(\vec{q})|^2, \quad (12)$$

mit der Thomsonschen Streulänge, bzw. dem klassischen Elektronenradius

$$r_0 = \left(\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 m_e c^2}\right) \approx 2,82 \cdot 10^{-5} \text{ \AA} \quad (13)$$

und dem, von der Röntgenquelle abhängigen, Polarisationsfaktor  $P$ . Dieser ist für - von einem linearen Wiggler an einer Synchrotronstrahlungsquelle, mit einem horizontal liegenden Elektronenorbit, erzeugte - Röntgenstrahlung durch

$$P = \begin{cases} 1 & \text{vertikale Streuebene} \\ \cos^2 \psi & \text{horizontale Streuebene} \end{cases} \quad (14)$$

gegeben. Der Strukturfaktor des Kristalls  $F_{cryst}(\vec{q})$  ist die Fouriertransformierte der Elektronendichteverteilung  $\rho(\vec{q})$  des Kristalls,

$$F_{cryst}(\vec{q}) = \int \rho(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}} d\vec{r} \quad (15)$$

welche aufgrund der Periodizität des Gitters invariant gegenüber Translationen ist. Deshalb kann der Strukturfaktor des Kristalls auch aus dem Strukturfaktor der EZ und der Gittersumme zusammengesetzt werden zu

$$F_{cryst}(\vec{q}) = F_{hkl}^{EZ}(\vec{q}) \cdot S_N(\vec{q}) . \quad (16)$$

Der Strukturfaktor der EZ beschreibt das Streuverhalten der Atome an den Positionen  $\vec{r}_j'$  in der EZ mit dem Atomformfaktor  $f_j(\vec{q})$ :

$$F_{hkl}^{EZ}(\vec{q}) = \sum_{r'_j} f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}'_j} . \quad (17)$$

$f_j$  beschreibt das Streuverhalten der einzelnen Atomsorten. Ist die sogenannte Laue Bedingung  $\vec{q} = \vec{G}_{hkl}$  erfüllt, dann verschwindet der Strukturfaktor des Kristalls nicht [15]. Werden nun die Positionen der vier Basisatome für eine fcc Struktur eingesetzt, so ergibt sich für den Strukturfaktor für eine fcc Zelle:

$$F_{hkl}^{fcc} = f \cdot \left( 1 + e^{i\pi(k+l)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(h+k)} \right) \quad (18)$$

$$= \begin{cases} 4f & \text{für } h, k, l \text{ alle gerade oder alle ungerade} \\ 0 & \text{für } h, k, l \text{ gemischt} \end{cases} . \quad (19)$$

Dies bedeutet, dass nur Reflexe mit Millerindizes erlaubt sind, die alle gerade oder alle ungerade sind und Reflexe mit gemischten Indizes nicht auftreten. Das bcc Gitter kann aus zwei einfach kubischen Gittern (sc engl. simple cubic ) zusammengesetzt werden, die um die halbe Raumdiagonale verschoben sind. Also sind die beiden Basisatome an den Positionen  $\vec{r}_1 = (0, 0, 0)$  und  $\vec{r}_2 = (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$  zu finden und für den Strukturfaktor für bcc ergibt sich folglich

$$F_{hkl}^{bcc} = f \cdot \left( 1 + e^{i\pi(h+k+l)} \right) \quad (20)$$

$$= \begin{cases} 2f & \text{für } h + k + l = 2g \\ 0 & \text{für } h + k + l = 2g + 1 \end{cases} \quad (21)$$

mit  $g \in \mathbb{Z}$ . Dies bedeutet, dass die Reflexe mit einer ungeraden Summe der Millerschen Indizes ausgelöscht werden und nur solche, bei denen das Ergebnis gerade ist erlaubt sind [17].

Die Gittersumme  $S_N(\vec{q}) = \sum_{\vec{T}} e^{i\vec{q} \cdot \vec{T}}$  berücksichtigt die Phasenverschiebung zwi-

schen den an  $N_{EZ}$  verschiedenen EZ gestreuten Wellen und gibt die Position der Bragg-Reflexe an [24]. Die e-Funktion innerhalb der Gittersumme wird für die Laue Bedingung  $\vec{q} = \vec{G}_{hkl}$  maximal, da der Exponent dann einem Vielfachen von  $2\pi i$  entspricht. Aus dieser Bedingung folgt direkt mit den Gleichungen 7 und 10 die Bragg-Gleichung

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right), \quad (22)$$

die auch über die Überlegungen zur Interferenz der reflektierten Wellen an unterschiedlichen Netzebenen hergeleitet werden kann.

Für einen sehr großen Kristall, in dem die Anzahl der EZ gegen unendlich geht, geht die Laue Interferenz Funktion in eine Delta-Funktion über. Deshalb kann das Betragsquadrat der Gittersumme für einen unendlich großen Kristall durch

$$|S_N(\vec{q})|^2 = N_{EZ} \cdot V_{EZ}^* \cdot \delta(\vec{q} - \vec{G}_{hkl}) \quad (23)$$

ausgedrückt werden und somit ist der differentielle Streuquerschnitt durch

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right) = r_0^2 P \cdot |F_{hkl}^{EZ}(\vec{q})|^2 \cdot N_{EZ} \cdot V_{EZ}^* \cdot \delta(\vec{q} - \vec{G}_{hkl}) \quad (24)$$

für eine einkristalline Probe gegeben.

Für eine polykristalline Probe, bzw. eine Pulverprobe liegen kleine Einkristalle in allen möglichen Orientierungen vor und die Gittersumme wird über alle möglichen Orientierungen des ausfallenden Wellenvektors gemittelt. Daraus folgt, dass der differentielle Streuquerschnitt nur noch von der Länge des Streuvektors abhängt und nicht mehr von dessen Richtung [15], also

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{Poly} = r_0^2 P \cdot |F_{hkl}^{EZ}(\vec{q})|^2 \cdot N_{EZ} \cdot V_{EZ}^* \cdot \frac{2}{k_f} \delta(G_{hkl}^2 - 2k_f G_{hkl} \sin(\theta)). \quad (25)$$

Wird eine polykristalline Probe nun von einem Röntgenstrahl getroffen, so ergibt sich ein Debye-Scherrer-Kegel mit dem Öffnungswinkel  $2\theta$  und als Streubild Debye-Scherrer-Ringe. In der in dieser Arbeit untersuchten Probe gibt es nicht unendlich viele kleine Kristallite mit unendlich vielen Orientierungen, sondern nur eine endliche Anzahl an Orientierungen der Austenit- bzw. Ferrit-Körner. Deshalb besteht das Streubild aus einzelnen Bragg-Reflexen, die auf Debye-Scherrer-Ringen angeordnet sind (s. Abb. 2.4) und eine Einzelkornanalyse ist möglich.

### 2.1.3 Verbreiterung von Rockingkurven

Nach Spieß und Ayers [22, 26] kann die FWHM einer Rockingkurve  $\beta_{Rock}$ , bei der der Detektor bei einem Diffraktionswinkel von  $2\theta_{hkl}$  fixiert wird und nur die Probe um

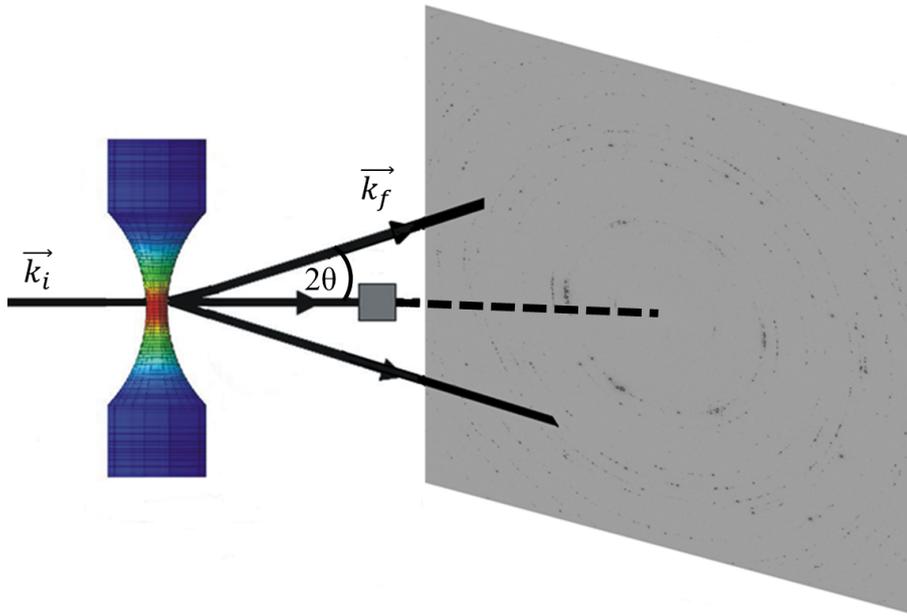


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung des Diffraktionsbildes des in dieser Arbeit verwendeten Duplexstahls. Nach [9].

$\Delta\theta$  um den halben Diffraktionswinkel  $\theta_{hkl}$  gedreht wird, für einen Einkristall bestimmt werden zu

$$\beta_{Rock}^2 = \beta_{int}^2(hkl) + \beta_G^2(hkl) + K_M + K_\epsilon \tan^2 \theta_{hkl} + \left[ \frac{4 \ln 2}{\pi D_{hkl}^2} \right] \left( \frac{\lambda^2}{\cos^2 \theta_{hkl}} \right) + \frac{K_r}{\sin^2 \theta_{hkl}}. \quad (26)$$

Dies gilt aber nur, für die Überlagerung gaußförmiger Beiträge der Einzelkomponenten. Dabei ist  $\beta_{int}(hkl)$  die intrinsische FWHM und  $\beta_G(hkl)$  die Verbreiterung bei einer einkristallinen Probe. Beide sind abhängig von den Millerschen Indizes, also dem Diffraktionswinkel.  $K_M$  ist eine Konstante, die über

$$K_M = 2\pi \ln 2 \cdot |\vec{b}|^2 \cdot \rho_V \quad (27)$$

mit dem Betrag des Burgersvektors  $\vec{b}$  und der Versetzungsdichte  $\rho_V$  (siehe Unterkapitel 2.2.2) zusammenhängt.

Die Konstante  $K_\epsilon$  ist abhängig von der mittleren quadratischen Verzerrung in Richtung der Normalen  $\vec{N}$  der Beugungsebene und gegeben durch

$$K_\epsilon = 8 \cdot \ln 2 \cdot \left( \overline{\epsilon_N^2} \right). \quad (28)$$

$D_{hkl}$  ist die Kristallitgröße und wird durch die Scherrer-Gleichung

$$D_{hkl} = \frac{0.94 \cdot \lambda}{\beta_D \cdot \cos \theta_{hkl}} \quad (29)$$

beschrieben, mit der FWHM  $\beta_D$  [rad] und der Wellenlänge  $\lambda$ .

$K_r$  ist eine weitere Konstante und ist abhängig von der Breite des einfallenden Strahls  $B$  und dem Radius der Verkrümmung der Probe  $r_P$ :

$$K_r = \frac{B}{r_P}. \quad (30)$$

Die drei Konstanten in Gleichung 26 können aus der Messung von drei Rockingkurven bei verschiedenen Diffraktionswinkeln  $2\theta_{hkl}$  jedes einzelnen Korns bestimmt werden.

Nach Stokes und Wilson [27] kann die maximale Verzerrung der Netzebenenabstände auch über

$$\epsilon_{hkl} = \frac{\beta_\epsilon}{4 \cdot \tan \theta_{hkl}} \quad (31)$$

ausgedrückt werden, mit der FWHM  $\beta_\epsilon$ , wenn der Diffraktionsreflex durch keine weiteren Einflüsse verbreitert wird.

#### 2.1.4 Williamson-Hall Methode

In der Williamson-Hall Methode [28] wird für Pulverdiffraktion die Annahme getroffen, dass bei gaußförmigem Profil gilt

$$\beta_{obs}^2 - \beta_{Instr}^2 = \beta_{corr}^2 = \beta_D^2 + \beta_\epsilon^2, \quad (32)$$

mit der FWHM des gemessenen Reflexes  $\beta_{obs}$  und der FWHM des Beitrags vom Instrument.  $\beta_D$  und  $\beta_\epsilon$  entsprechen den FWHM aus den Gleichungen 29 und 31. Werden diese Gleichungen nun nach den FWHM umgestellt und in Gleichung 32 eingesetzt und mit  $\cos^2 \theta_{hkl}$  multipliziert, so ergibt sich:

$$\beta_{corr}^2 \cdot \cos^2 \theta_{hkl} = 16 \cdot \epsilon_{hkl} \cdot \sin^2 \theta_{hkl} + \frac{0,94^2 \cdot \lambda^2}{D_{hkl}^2}. \quad (33)$$

Dies entspricht einer Geradengleichung  $y = Mx + \mathcal{B}$ . Wird nun  $\beta_{corr}^2 \cos^2 \theta_{hkl}$  gegen  $\sin^2 \theta_{hkl}$  aufgetragen, so kann aus der Steigung die Verzerrung und aus dem y-Achsenabschnitt die Kristallitgröße bestimmt werden. Diese Methode berücksichtigt allerdings keine richtungsabhängigen Tendenzen, bzw. diese können nur als Trends abgelesen werden, wenn z.B. alle [h00]-Reflexe oberhalb der Geraden liegen [29].

#### 2.1.5 Warren-Averbach Methode

Mittels der Warren-Averbach Methode [17, 30, 31] ist es möglich den Einfluss der Verzerrungen und der Kristallitgrößen auf die FWHM der Rockingkurven bei polykristallinen Proben zu trennen und nach Kristallrichtungen zu separieren.

Wird ein Kristall durch Spalten von Elementarzellen entlang der  $\vec{a}_3$  Richtung beschrieben, die senkrecht auf den  $00l$  Netzebenen stehen, so gibt  $n_s$  die Anzahl der Spalten

zwischen zwei beliebigen Spalten entlang  $\vec{a}_3$  an, also die Distanz  $L = n_s a_3$ . Die experimentell bestimmbare Leistung pro Längeneinheit  $P'(2\theta)$  wird durch eine Fourierreihe beschrieben:

$$P'(2\theta) = \frac{K N_{EZ} F_{hkl}^2}{\sin^2 \theta} \sum_{n_s=-\infty}^{+\infty} \{A_{n_s} \cos(2\pi n_s h_3) + B_{n_s} \sin(2\pi n_s h_3)\}. \quad (34)$$

Dabei ist  $K = \frac{I_e R_D \lambda^2 p(hkl)}{16\pi V |\vec{b}|}$ , mit der Intensität des einfallenden Strahls  $I_e$ , der Distanz zur Probe  $R_D$ , dem Multiplizitätsfaktor  $p(hkl)$ , der Anzahl  $N_{EZ}$  der Elementarzellen in der Probe, dem Strukturfaktor  $F_{hkl}$  und  $h_3 = \frac{2|\vec{a}_3| \sin \theta}{\lambda}$ . Die Fourierkoeffizienten  $A_n$  und  $B_n$  sind gegeben durch

$$A_{n_s} = \frac{N_{n_s}}{N_3} \langle \cos 2\pi l Z_{n_s} \rangle \quad \text{und} \quad B_{n_s} = -\frac{N_{n_s}}{N_3} \langle \sin 2\pi l Z_{n_s} \rangle, \quad (35)$$

mit der durchschnittlichen Anzahl von  $n_s$  Paaren pro Spalte  $N_{n_s}$  und der durchschnittlichen Zahl an EZ pro Spalte  $N_3$ . Für eine kleine Längenänderung entlang  $\vec{a}_3$  gilt  $\Delta L = a_3 Z_{n_s}$ .

Der Sinuskoeffizient  $B_{n_s}$  ist in kalt verformten Metallen meist klein und kann vernachlässigt werden. Ist der Reflex jedoch gegenüber der Position eines Reflexes von einer nichtverzerrten Probe verschoben oder ist der Reflex asymmetrisch, so sind die Sinuskoeffizienten nicht vernachlässigbar [30].

Wird nun die experimentell bestimmbare Größe  $\frac{P'(2\theta) \sin^2 \theta}{F_{hkl}^2}$  aufgetragen gegen  $h_3$  für  $l - \frac{1}{2} \leq h_3 \leq l + \frac{1}{2}$ , so können die unkorrigierten Fourierkoeffizienten  $A_{n_s}$  und  $B_{n_s}$  bestimmt werden. Wird die Messung nun mit einer Standardprobe wiederholt, und die Stokes-Korrektur<sup>1</sup> durchgeführt, so können die korrigierten Fourierkoeffizienten gewonnen werden und mit  $A_0 = 1$  für  $n_s = 0$  normiert werden.

Der Kosinuskoeffizient  $A_{n_s}$  setzt sich aus dem Produkt des Größenkoeffizienten  $A_{n_s}^S = \frac{N_{n_s}}{N_3}$  und dem Verzerrungskoeffizienten  $A_{n_s}^D = \langle \cos 2\pi l Z_{n_s} \rangle$  zusammen. Werden nun die gemessenen Reflexe sortiert, z.B nach  $00l$ , so können die beiden Effekte voneinander getrennt werden, da der Größenkoeffizient unabhängig von der Ordnung  $l$  ist und der Verzerrungskoeffizient abhängig von der Ordnung. Für kleine  $n$  und  $l$  kann der Kosinus im Verzerrungskoeffizienten umgeschrieben werden und nach logarithmieren der Gleichung ergibt sich

$$\ln A_{n_s}(l) = \ln A_{n_s}^S - 2\pi^2 l^2 \langle Z_{n_s}^2 \rangle. \quad (36)$$

Nun wird  $\ln A_{n_s}(l)$  für verschiedene feste Werte für  $n_s$  gegen  $l^2$  aufgetragen und es ergeben sich für die unterschiedlichen  $n_s$  jeweils Geraden, deren Schnittpunkt mit der  $\ln A_{n_s}(l)$ -Achse, also bei  $l = 0$  den Größenkoeffizienten liefern und die Steigung

<sup>1</sup>Die Stokes-Korrektur wird in [17] in Kapitel 13.2 beschrieben.

$-2\pi^2 n_s^2 \langle \epsilon_L^2 \rangle$  liefert mit der Verzerrung  $\epsilon_L = \frac{\Delta L}{L} = \frac{Z_{n_s}}{n_s}$ , gemittelt über die Länge  $L$ , eine gemittelte Verzerrungskomponente.

Für kubische Kristalle kann dieses Verfahren für verschiedene Reflexsorten durchgeführt werden, z.B. 110, 220, 330 oder 111, 222, 333. Der Netzebenenabstand ist dort gegeben durch  $d_{hkl} = \frac{a}{h_0}$  mit  $h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2$  und Gleichung 36 kann durch

$$\ln A_L(h_0) = \ln A_L^S - 2\pi^2 \langle \epsilon_L^2 \rangle L^2 \frac{h_0^2}{a^2} \quad (37)$$

ausgedrückt werden. Da in kubischen Kristallen die dritte Reflexordnung von höheren Reflexen überlagert wird, ist es nur bei polykristallinen Proben mit stark bevorzugter Orientierung möglich die Warren-Averbach Methode mit den ersten drei Reflexordnungen durchzuführen. Liegt keine bevorzugte Orientierung vor und die Größenverteilung und Spannungsverteilung sind isotrop, reichen die ersten beiden Reflexordnungen für die Extrapolation.

Diese Methode ist für eine gaußförmige Verteilungsfunktion der Verzerrung exakt.

### 2.1.6 $\sin^2 \Psi$ -Methode

Ändert sich der Netzebenenabstand aufgrund von Zug- oder Druckspannungen, so kann die Dehnung über

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (38)$$

berechnet werden. Dabei ist  $d_0$  der Netzebenenabstand im spannungsfreien Zustand. Nach Differenzieren der Bragg'schen Gleichung ergibt sich somit

$$\Delta\theta = -\epsilon \tan \theta. \quad (39)$$

Es kann also aus Änderungen der Positionen der Bragg-Reflexe die Dehnung berechnet werden.

Die Orientierung der Netzebenennormale  $\vec{m}$  der Kristallite zur Probenachse wird durch den Azimutwinkel  $\Phi$  und den Polwinkel  $\Psi$  beschrieben (s. Abb. 2.5 a) und b)). Die Dehnung in eine beliebige Richtung  $\Phi$ ,  $\Psi$  kann für ein isotropes Werkstück wie folgt über die 6 Komponenten des Dehnungstensors ausgedrückt werden [22]:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\Phi\Psi} = & (\epsilon_{11} - \epsilon_{33}) \cos^2 \Phi \sin^2 \Psi + (\epsilon_{22} - \epsilon_{33}) \sin^2 \Phi \sin^2 \Psi + \epsilon_{33} \\ & + \epsilon_{12} \sin 2\Phi \sin^2 \Psi + \epsilon_{13} \cos \Phi \sin 2\Psi + \epsilon_{23} \sin \Phi \sin 2\Psi. \end{aligned} \quad (40)$$

Mithilfe des Hookeschen Gesetzes (s. Abschnitt 2.2.2) können die Dehnungskomponenten durch Spannungskomponenten ausgedrückt werden. Mit der Querkontraktionszahl

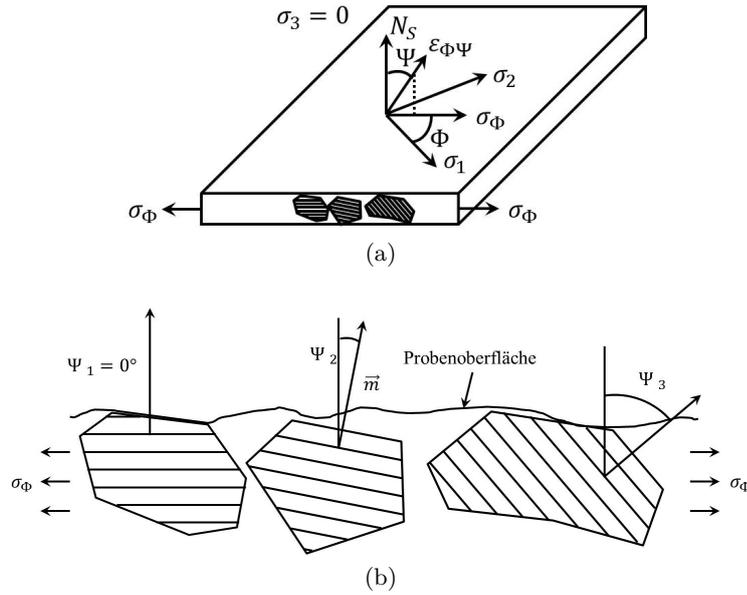


Abbildung 2.5: a) Erklärung des Azimut- und Polwinkels für die  $\sin^2 \Psi$ -Methode. Die Spannungskomponenten  $\sigma_1$  und  $\sigma_2$  sind parallel zur Probenoberfläche.  $N_S$  bezeichnet die Normale der Probenoberfläche. Nach [32]. b) Unterschiedliche Kristallite haben verschiedene Polwinkel zur Normalen der Probenoberfläche, da die Netzebenen unterschiedlich orientiert sind. Nach [11].

$\nu$  und dem makroskopischen E-Modul  $\mathcal{E}$  ergibt sich nach [22]

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\Phi\Psi} = & -\frac{\nu}{\mathcal{E}} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1+\nu}{\mathcal{E}} \sigma_{33} \\ & + \frac{1+\nu}{\mathcal{E}} \left[ (\sigma_{11} - \sigma_{33}) \cos^2 \Phi \sin^2 \Psi + (\sigma_{22} - \sigma_{33}) \sin^2 \Phi \sin^2 \Psi \right] \\ & + \frac{1+\nu}{\mathcal{E}} \left[ \sigma_{12} \sin 2\Phi \sin^2 \Psi + \sigma_{13} \cos \Phi \sin 2\Psi + \sigma_{23} \sin \Phi \sin 2\Psi \right]. \end{aligned} \quad (41)$$

Bei vielkristallinen Proben und gegebenem Spannungszustand hängt die Dehnung eines Kristallits in eine bestimmte Richtung von seiner Orientierung ab, da die Kristalle elastisch anisotrop sind. Dies wird durch die röntgenographischen Elastizitätskonstanten  $s_1(hkl)$  und  $\frac{1}{2}s_2(hkl)$  berücksichtigt [22]:

$$-\frac{\nu}{\mathcal{E}} \longrightarrow s_1(hkl) \quad \text{und} \quad \frac{1+\nu}{\mathcal{E}} \longrightarrow \frac{1}{2}s_2(hkl). \quad (42)$$

Damit ergibt sich die "Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse", mit der die mittleren Spannungskomponenten in quasiisotropen Werkstoffen berechnet

werden können, zu:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\Phi\Psi} = & s_1(hkl) (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2}s_2(hkl)\sigma_{33} \\ & + \frac{1}{2}s_2(hkl) \left[ (\sigma_{11} - \sigma_{33}) \cos^2 \Phi \sin^2 \Psi + (\sigma_{22} - \sigma_{33}) \sin^2 \Phi \sin^2 \Psi \right] \\ & + \frac{1}{2}s_2(hkl) \left[ \sigma_{12} \sin 2\Phi \sin^2 \Psi + \sigma_{13} \cos \Phi \sin 2\Psi + \sigma_{23} \sin \Phi \sin 2\Psi \right]. \end{aligned} \quad (43)$$

Wird über alle röntgenographischen Elastizitätskonstanten gemittelt, so ergeben sich die makroskopischen Werte, die das makroskopische Dehnungsverhalten des Werkstoffs beschreiben.

Aufgrund der geringen Eindringtiefe der Röntgenstrahlen bei  $E = 16 \text{ keV}$ , können die Spannungskomponenten  $\sigma_{13}$ ,  $\sigma_{23}$  und  $\sigma_{33}$  vernachlässigt werden [11]. Daraus folgt für die Dehnung:

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = s_1(hkl) (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \frac{1}{2}s_2(hkl) \sin^2 \Psi \left[ \sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{12} \sin 2\Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi \right]. \quad (44)$$

Mit der Abkürzung  $\sigma_{\Phi} = \sigma_{11} \cos^2 \Phi + \sigma_{12} \sin 2\Phi + \sigma_{22} \sin^2 \Phi$  und der Ableitung von  $\frac{d\varepsilon_{\Phi\Psi}}{d \sin^2 \Psi}$  ergibt sich, bei Auftragung der Dehnung in Abhängigkeit von  $\sin^2 \Psi$ , für die Steigung der Geraden

$$\frac{d\varepsilon_{\Phi\Psi}}{d \sin^2 \Psi} = \frac{1}{2}s_2(hkl) \cdot \sigma_{\Phi}. \quad (45)$$

Wird nun für drei verschiedene Winkel  $\Phi$  (z.B.  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  und  $90^\circ$ ) für mehrere verschiedene Winkel  $\Psi$  die Dehnung bestimmt, so kann der Spannungstensor berechnet werden, ohne dass der spannungsfreie Netzebenenabstand bekannt ist. Dieses Verfahren wird als  $\sin^2 \Psi$ -Methode bezeichnet.

## 2.2 Materialwissenschaftliche Grundlagen

Große Unglücke in der Geschichte waren häufig Auslöser für die Erforschung eines materialwissenschaftlichen Gebietes. So hat das Eisenbahnunglück von Versailles 1842, bei dem mindestens 40 Menschen ums Leben kamen, den Beginn der Ermüdungsforschung an Metallen markiert. Damals begann August Wöhler mit der systematischen Untersuchung von Eisenbahnachsen. Flugzeugabstürze im 2. Weltkrieg aufgrund von Bauteilermüdung führten zu weiteren Forschungen und auch die jüngere Ermüdungsforschung wurde durch Unfälle motiviert. So führte das Zugunglück des ICE Wilhelm-Konrad-Röntgen, bei dem, aufgrund eines gerissenen Radreifens, mehrere Waggons entgleisten und 101 Personen starben, zu Ermüdungsuntersuchungen bei sehr hohen Lastspielzahlen (VHCF, engl. Abkürzung für very high cycle fatigue) [2, 3]. Dabei führte die Entwicklung neuer Prüfverfahren dazu, dass diese Versuche heutzutage deutlich schneller durchführbar sind. So können dank der höheren Prüffrequenzen Lastspielzahlen von  $10^9$  Zyklen innerhalb von einer Woche erreicht werden.

Laut dem Lexikon der Werkstofftechnik ist Ermüdung *”das Versagen von Werkstoffen durch fortschreitendes Risswachstum, welches durch wiederholte Spannungszyklen verursacht wird”* [33]. Dabei liegt die Spannung, bei der das Werkstück durch Ermüdung versagt, je nach Zyklenzahl deutlich unterhalb der Zugfestigkeit. Dieses Verhalten wird in der sogenannten Wöhlerkurve wiedergegeben (s. Abb. 2.6 und 4.5). Mit steigender Anzahl der Lastzyklen sinkt die Spannung, bei der es zum Versagen der Probe kommt. Es kann auch vorkommen, dass unterhalb einer bestimmten zyklisch angelegten Spannung keine Brüche mehr auftreten, egal wie hoch die Anzahl der Lastzyklen ist. Dieses Verhalten wird als Dauerfestigkeit bezeichnet. Ob der in dieser Arbeit verwendete austenitisch-ferritische Duplexstahl auch eine Dauerfestigkeit besitzt soll u.a. in einem Projekt im Rahmen des Schwerpunktprogramms SPP1466 Life<sup>∞</sup>: Unendliche Lebensdauer für zyklisch beanspruchte Hochleistungswerkstoffe in Kooperation der Universität Siegen, der Hochschule Osnabrück und der ESRF herausgefunden werden. Im nächsten Unterkapitel wird dieses Projekt genauer vorgestellt und in den darauf folgenden Unterkapiteln näher auf die materialwissenschaftlichen Grundlagen eingegangen.

### 2.2.1 Projektvorstellung und Einordnung dieser Arbeit

Es ist bekannt, dass sich Materialien im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen (VHCF) anders verhalten als während der Ermüdung bei niedrigen (LCF, engl. Abkürzung für low cycle fatigue) oder hohen (HCF, engl. Abkürzung für high cycle fatigue) Lastspielzahlen. So können Werkstücke im VHCF Bereich versagen, obwohl die benutzten Belastungsamplituden deutlich unterhalb der Grenzlasterlast von Zugversuchen liegen. Die Prozesse, die im VHCF Bereich zum Materialversagen führen, müssen genauer erforscht werden. Dabei ist nicht nur das Ausbreitungsverhalten mikroskopischer Risse zu untersuchen, sondern bereits die mikrostrukturellen Änderungen, die zur Rissentstehung beitragen.

In Abbildung 2.6 ist das Verhalten von Metallen unter zyklischer Belastung skizziert. Im LCF Bereich bis zu etwa  $10^4$  Lastzyklen versagen die Proben bei annähernd konstanten Spannungsamplituden. Im HCF Bereich (etwa bis  $10^6$ ,  $10^7$ ) nimmt die Spannungsamplitude mit wachsender Lastzyklenzahl linear ab und im VHCF Bereich können mehrere mögliche Verhalten auftreten. Es kann z.B. eine echte Dauerfestigkeit geben, d.h. unterhalb einer gewissen Spannungsamplitude tritt kein Probenversagen mehr ein. Dies ist die traditionelle Annahme für bcc Werkstoffe. Oder es gibt keine echte Dauerfestigkeit, wie es für fcc Werkstoffe vermutet wird und die Kurve fällt weiter ab. Es ist aber auch möglich, dass die Wöhler-Kurve ein zweistufiges Verhalten im VHCF Bereich zeigt, und die Spannungsamplitude zunächst über etliche Millionen Zyklen konstant bleibt, und bei noch höheren Zyklenzahlen dann aufgrund der Rissbildung an inneren Einschlüssen auf geringere Spannungsamplituden absinkt. Bei noch geringeren Spannungsamplituden kann es wiederum sein, dass auch diese Form von Rissbildung unterbunden ist und die Spannungsamplitude wieder konstant bleibt [4].

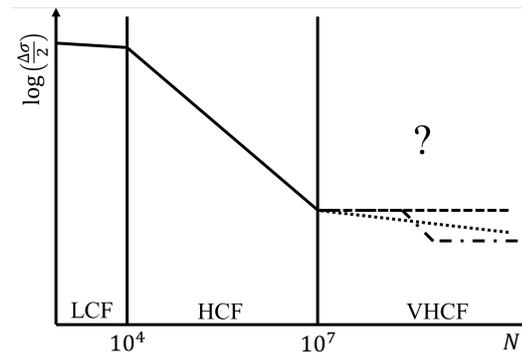


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der kompletten Wöhlerkurve mit möglichen Verhalten von Metallen im VHCF Bereich.

Aufgrund der vielfältigen Einsatzmöglichkeiten von Duplexstählen und der durch Materialermüdungen verursachten Unglücke, stellt sich die Frage, ob es für moderne zweiphasige metallische Werkstoffe so etwas, wie eine Dauerfestigkeit gibt und durch welche mikrostrukturellen Größen sie bestimmt wird. Dies war die Motivation zu Beginn des Projektes innerhalb des SPP1466. Ziel des SPP1466 war es ein Lebensdauervorhersagekonzept für den Bereich sehr hoher Lastspielzahlen zu entwickeln und eine Definition von Mikrostruktur-Beanspruchungs-Kombinationen für unendliche Lebensdauern zu geben.

Wie bereits erwähnt ist dieses Projekt eine Kooperation der Universität Siegen (Physik, Maschinenbau), der Hochschule Osnabrück und der ESRF. Um das Projektziel zu erreichen wurde das Projekt in drei Arbeitsgebiete unterteilt, wobei sich diese auch überlappen.

1. Die Rissinitiierung und das Kurzzrisswachstum werden mit Hilfe der Phasen- und Diffraktionskontrasttomographie an der ESRF untersucht.
2. Die Modellentwicklung, die phänomenologischen und mikrostrukturellen Untersuchungen werden in Siegen und Osnabrück durchgeführt.
3. Die Schädigungsentwicklung während der Ermüdung wird mit Hilfe von Röntgenbeugungsexperimenten an PETRA III, DELTA und ANKA untersucht.

Diese Arbeit ist unter dem dritten Punkt einzuordnen. Alle Messungen in dieser Arbeit wurden an der Synchrotronstrahlungsquelle DELTA durchgeführt.

Ein Überblick über die bisherigen Ergebnisse zu den in diesem Projekt durchgeführten Untersuchungen sind im folgenden kurz aufgelistet und auf die zugehörige Literatur wird verwiesen.

Vorherige Messungen an PETRA III mit einer sanduhrförmigen Rundprobe ergaben, dass Ferritreflexe weniger von der Ermüdung betroffen sind als Austenitreflexe. Dies zeigte sich anhand der Form der Rockingkurven. So waren die Ferritreflexe mit einer einzelnen Lorentzkurve anpassbar, einige Austenitreflexe waren aufgespalten und

mussten mit mehreren Lorentzkurven angepasst werden (s. Abb. 2.7). Die Aufspaltung

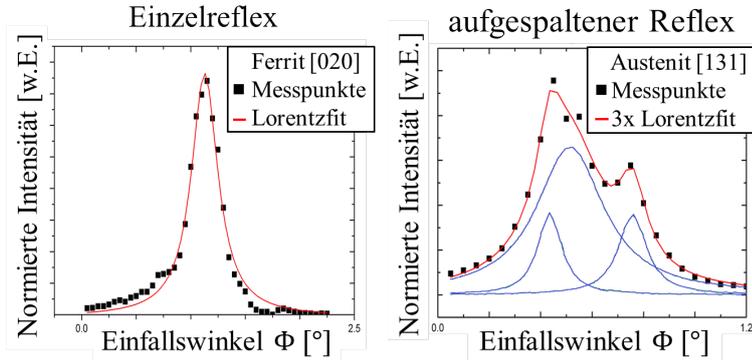


Abbildung 2.7: Die von der Ermüdung betroffenen Austenitkörner zeigen aufgespaltene Rockingkurven (rechts), die Ferritkörner sind weniger von der Ermüdung betroffen und zeigen meist Einzelreflexe (links). Nach [9].

wurde zum Einen durch die Bildung von Gleitbändern erklärt und zum Anderen durch die Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen, da deutlich mehr aufgespaltene Reflexe gefunden wurden, als Austenitkörner mit Gleitbändern. Die Aufspaltung fungiert also als Schädigungsparameter. Nach diesen Messungen wurden Rockingkurven an einer Probe entlang der Probenachse, ausgehend von der Probenmitte an verschiedenen Positionen nach  $10^9$  Lastzyklen aufgenommen. Diese Messungen wurden zusätzlich noch senkrecht zur Probenachse ausgeführt, wieder ausgehend von der Probenmitte. Die Austenit [131] Rockingkurven wurden untersucht und der Anteil der aufgespaltene Rockingkurven berechnet. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 2.8 dargestellt. Die pro-

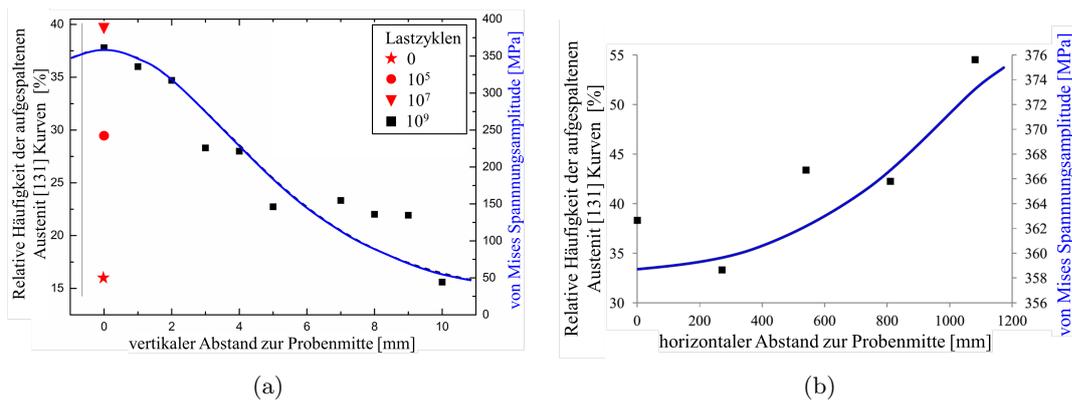


Abbildung 2.8: Abhängigkeit der relativen Häufigkeit von aufgespaltenen Austenit [131] Reflexen von der Messposition entlang der Probenachse (a), bzw. senkrecht zur Probenachse (b), jeweils ausgehend von der Probenmitte. Zusätzlich ist die von Mises Vergleichsspannungsamplitude [33] eingezeichnet. Nach [4, 9].

zentual größte Häufigkeit für aufgespaltene Austenitreflexe befindet sich demnach an der Oberfläche in der Mitte der Probe [9]. Außerdem wurde in ersten in-situ Experimenten gezeigt, dass die FWHM von Austenitreflexen mit der Anzahl der Lastzy-

klen zunimmt [4, 12]. Um Proben auf Ermüdungsschädigung zu untersuchen, reicht es also die Probenoberfläche zu untersuchen, da dort die meisten Veränderungen an Austenit-Rockingkurven auftreten. Diese Ergebnisse motivierten die in dieser Arbeit durchgeführten oberflächensensitiven in-situ Messungen an DELTA.

An Petra III und an einer Laborquelle wurden Eigenspannungsmessungen für beide Phasen des Duplexstahls durchgeführt [11] und mittels der  $\sin^2 \Psi$ -Methode ausgewertet. Die Eigenspannungen in den Austenit- bzw. Ferritkörnern sind nicht isotrop, sondern hängen von der Richtung zur Probenachse ab. Während der Probenermüdung nehmen die Eigenspannungen, im Vergleich zum Ausgangszustand, ab.

An ANKA wurde ein Riss in einer Duplexstahlprobe mit dem weißen Strahl untersucht. Die Energievariation innerhalb der Laue Streaks wurde gegen die Änderung des Braggwinkels aufgetragen. Abweichungen vom linearen Verhalten innerhalb eines Streaks wurden als möglicher Indikator für Risse in der Probe identifiziert [13].

Mit der Phasen- und Diffraktions-Kontrast-Tomographie wurden Miniaturproben des Duplexstahls an der ESRF untersucht. Details zu den dreidimensionalen Rekonstruktionen der Proben und eines wachsenden Risses, finden sich in [7, 10, 34]. Die Rekonstruktion des Risses ist außerdem in Abbildung 6.1 gezeigt.

Die phänomenologischen Untersuchungen haben u.a. gezeigt, dass die Luftatmosphäre, die Prüffrequenz und die Art der Oberflächenbehandlung einen Einfluss auf die Wöhlerkurve für den in diesem Projekt untersuchten Duplexstahl haben [4, 12]. So führt eine deutlich geringere Prüffrequenz 30 Hz zum Versagen der Proben bei geringeren Lastspielzahlen, im Vergleich zu Messungen bei 20 kHz. Messungen im Vakuum verschieben die Wöhlerlinie zu größeren Lastspielzahlen. Wird die Oberfläche der Proben mechanisch poliert, so wird die Wöhlerlinie sowohl zu größeren Lastspielzahlen verschoben und die Spannungsamplitude, unterhalb der es nicht mehr zum Versagen der Proben kommt, wird zu höheren Spannungsamplituden hin verschoben.

Zur leichteren Durchführung weiterer Experimente wurde die Ermüdungsanlage in ein Rasterelektronenmikroskop integriert. Nun kann die Ermüdung der Probe im Vakuum durchgeführt werden und diese, ohne Ausbau der Probe, direkt mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht werden [14].

Die mikrostrukturellen Untersuchungen dokumentieren die Entstehung von Gleitbändern an der Oberfläche in Austenitkörnern, die Rissinitiierung, und schließlich die Rissausbreitung über mehrere Korngrenzen hinweg [7–9, 12, 14, 35]. Außerdem wurden während des Projektes die Auswirkungen der Festigkeit der Ferritphase auf die Ermüdung bei zyklischer Belastung untersucht. Hier für wurden Experimente mit Proben, deren Ferrit-Phase durch 475°C-Versprödung gehärtet wurde, untersucht. Dadurch erhöhte sich die Spannungsamplitude, unterhalb derer kein Versagen auftritt, minimal im Vergleich zum normalen Duplexstahl [4]. Anschließend sollen die Auswirkungen auf das Ermüdungsverhalten für den Fall untersucht werden, in dem die Austenit-Phase härter ist als die Ferrit-Phase. Dies wird mit dem Superduplexstahl 1.4410 realisiert [10].

Alle experimentell bestimmten Ergebnisse wurden und werden in eine Simulation eingearbeitet, um den Einfluss der Mikrostruktur auf die Lebensdauer besser zu verstehen und anhand von 3D-Datensätzen vorhersagen zu können [4].

### 2.2.2 Grundlagen der Bruchmechanik

**Gitterfehler** Kein Werkstoff ist perfekt. Schon während der Herstellung des Duplexstahles werden Fehlstellen im Kristallgitter einzelner Körner erzeugt. Fehlstellen können z.B. Gitterplätze sein, die nicht besetzt sind oder es befinden sich zusätzliche Atome auf Zwischengitterplätzen. Auch Fremdatome können in das Gitternetz eingebaut sein oder Zwischengitterplätze besetzen. Dies führt dazu, dass sich das Metallgitter in der näheren Umgebung um eine Fehlstelle verformt. Fehlstellen werden auch nulldimensionale Gitterfehler genannt [18].

Auch Versetzungen sind bereits nach der Herstellung der Werkstücke vorhanden. So kann ein einzelnes Korn bereits im nichtermüdeten Zustand viele Versetzungen enthalten [3].

Wird statt einzelner Zwischengitteratome z.B. eine zusätzliche halbe Atomlage in das Gitter eingesetzt oder eine Lage endet plötzlich, so entstehen eindimensionale Gitterfehler, die Versetzungen. Das übrige Gitter verzerrt sich um diese auszugleichen. Die Versetzungen werden durch den Burgers-Vektor beschrieben. Dieser beschreibt die räumliche Differenz zwischen gestörtem und ungestörtem Material (s. Abb. 2.13). Es wird zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen unterschieden. In Abbildung 2.9 (a) ist eine Stufenversetzung dargestellt. Hier ist in der oberen Bildhälfte eine weitere Atomlage eingefügt. Die Versetzungslinie verläuft senkrecht zur Bildebene und damit auch senkrecht zum Burgers-Vektor  $\vec{b}$ . Seine Länge ist durch

$$|\vec{b}| = \frac{a}{2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (46)$$

in kubischen Kristallen mit der Gitterkonstante  $a$  gegeben.

Bei Schraubenversetzungen liegen Versetzungslinie und Burgers-Vektor parallel (s. Abb. 2.9). Bei der Schraubenversetzung wird ein ganzer Kristallblock parallel zur Versetzungslinie verschoben. Bei einem Umlauf entlang der Gitterebene senkrecht um die Versetzungslinie herum, bewegt man sich nun auf einer Schraubenlinie. In der Realität liegt meist eine Mischform aus Stufen- und Schraubenversetzung vor [21].

Zu den zweidimensionalen Gitterfehlern gehören Korngrenzen, Stapelfehler und Zwillingsgrenzen.

Die Korngrenzen trennen zwei Atomgitter mit unterschiedlicher Gitterorientierung voneinander. Auf die Korngrenzen wird in einem späteren Abschnitt noch genauer eingegangen.

Werden Kristallebenen übereinander gestapelt, so ergibt sich z.B. eine natürliche regelmäßige Reihenfolge der Gitterebenen von "ABCABC". Stapelfehler durchbrechen diese

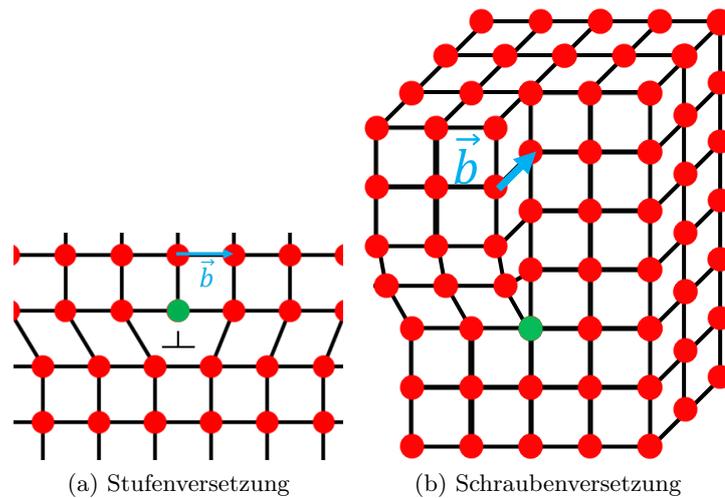


Abbildung 2.9: Schema einer Stufen- und Schraubenversetzung. Mit grüner Farbe ist die Versetzungslinie markiert. Der Burgersvektor in blau steht bei der Stufenversetzung senkrecht auf der Versetzungslinie und bei der Schraubenversetzung ist er parallel.

Reihenfolge und führen z.B. zu der Reihenfolge "ACABCA".

Die Zwillingsgrenzen werden durch Zwillingspaare gebildet, die sich eine Atomreihe als Korngrenze teilen. Die Korngrenze spiegelt die Struktur des einen Zwillings auf den anderen.

Zu den dreidimensionalen Gitterfehlern gehören Hohlräume innerhalb des Metalls, die als Poren bezeichnet werden. Fremdphasen können Einschlüsse innerhalb des Metalls bilden oder sich als Ausscheidungen aus dem Kristall herausbilden [18].

**Elastische und Plastische Verformung** Werden Materialien verformt, so kann dies elastisch, also reversibel, oder plastisch, irreversibel, erfolgen. Wird ein Material einer äußeren Belastung unterzogen, so führt dies zu Spannungen innerhalb eines Kornes. In einem infinitesimalen Volumenelement liegen die Spannungen  $\sigma_{ij}$  mit  $i, j = 1, 2, 3$  an. Dies ist in Abbildung 2.10 verdeutlicht.

Bei linear elastischer Verformung gilt das Hookesche Gesetz. Bei Verformung entlang einer Achse ist das Hookesche Gesetz durch  $\sigma = \mathcal{E}\varepsilon$  gegeben. Hier ist die Spannung  $\sigma$  durch das Produkt aus Elastizitätsmodul  $\mathcal{E}$  und der Dehnung  $\varepsilon$  gegeben. In der Realität wirken die Kräfte allerdings nicht nur in eine Richtung. Für einen kubischen Kristall im elastischen Fall gilt aus Symmetrieüberlegungen für das Hookesche Gesetz nach Grimvall [36]

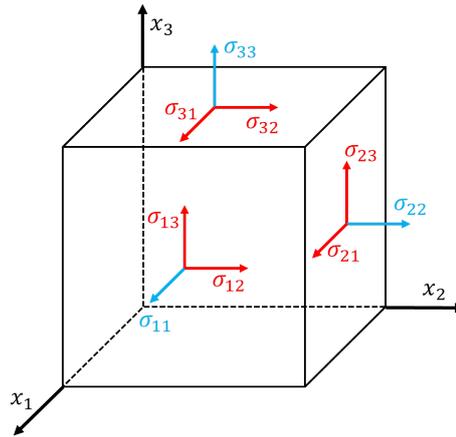


Abbildung 2.10: Spannungskomponenten eines infinitesimalen Volumenelementes. Die Normalspannungen sind in blau eingezeichnet und die Schubspannungen in rot.

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix}. \quad (47)$$

Hierbei wurde die Voigt'sche Notation zur Vereinfachung angewendet

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_1 & \sigma_4 & \sigma_5 \\ \sigma_4 & \sigma_2 & \sigma_6 \\ \sigma_5 & \sigma_6 & \sigma_3 \end{pmatrix}, \quad (48)$$

dies gilt analog auch für  $\varepsilon_{kl}$ . Im Allgemeinen Fall gilt  $\sigma_{ij} = c_{ijkl}\varepsilon_{kl}$  mit  $i, j, k, l = 1, 2, 3$  [36].

Da aber sowohl Austenit (fcc), als auch Ferrit (bcc) eine kubische Kristallstruktur besitzen, reicht Gleichung 47 für die Berechnung der Spannung in einem einzelnen Korn. Die Werte der elastischen Konstanten für Austenit und Ferrit können Tabelle 2.2 entnommen werden.

	$c_{11}$ [GPa]	$c_{12}$ [GPa]	$c_{44}$ [GPa]
Austenit	206	133	119
Ferrit	230	135	117

Tabelle 2.2: Elastische Konstanten für Austenit [37, 38] und Ferrit [36].

Für die Berechnung des Elastizitätsmoduls in einer polykristallinen Probe, bei dem unterschiedlich orientierte Körner unterschiedliche Steifigkeiten hinsichtlich der Belastungsachse der Probe aufweisen, kann folgende Formel verwendet werden, um das Elas-

tizitätsmodul entlang einer bestimmten Achse zu berechnen [39]:

$$\mathcal{E} = \frac{c_{11} + c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})} - \left( \frac{1}{c_{11} - c_{12}} - \frac{1}{2c_{44}} \right) (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2), \quad (49)$$

mit den Winkeln  $\alpha_1 = \cos \{ \varphi ([100], Achse) \}$ ,  $\alpha_2 = \cos \{ \varphi ([010], Achse) \}$  und  $\alpha_3 = \cos \{ \varphi ([001], Achse) \}$ . Dabei wird angenommen, dass alle Körner dieselbe Dehnung erfahren und dies zu unterschiedlichen Normal- und Schubspannungen in den verschieden orientierten Körnern führt.

In [37, 39] wird gezeigt, dass die aus den elastischen Konstanten berechneten E-Module sowohl für Ferrit, als auch für Austenit in  $\langle 111 \rangle$ -Richtung am größten sind und in  $\langle 100 \rangle$ -Richtung am kleinsten. Das führt dazu, dass sich die Körner je nach Orientierung unterschiedlich stark verformen und es im polykristallinen Duplexstahl zu Spannungsüberhöhungen an den Korngrenzen kommt.

Wird die Elastizitätsgrenze eines duktilen Materials überschritten, so kommt es zu einem Abgleiten von Kristallebenen und der Kristall wird plastisch verformt. Selbst nach Entlastung des Materials bleiben diese Verformungen bestehen. Plastische Verformungen sind Bewegungen von Versetzungen durch das Kristallgitter. Auf die Entstehung von Gleitbändern und das Abgleiten wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen.

Auch im unbelasteten Zustand können Spannungen im Probenvolumen auftreten. Diese Spannungen sind Eigenspannungen, die bereits bei der Fertigung des Materials eingebracht wurden. In der Materialkunde werden die Eigenspannungen in Eigenspannungen I. Art, welche über größere Werkstoffbereiche, wie z.B. mehrere Körner, homogen sind, II. Art, die über kleinere Bereiche konstant sind, z.B. ein Korn und III. Art, welche schon über wenige Atomabstände inhomogen sind, unterteilt. Das Verhalten der Eigenspannungen wird in der Arbeit von Fu [11] untersucht.

**Gleitsysteme** Versetzungen in den Körnern sind nicht lokal gebunden, sondern können sich im Kristallgitter bewegen. Dabei ist es energetisch günstiger, wenn nicht eine komplette Ebene auf einmal um einen Atomabstand verschoben wird, sondern die Versetzungen/ Versetzungslinien von Gitterplatz zu Gitterplatz wandern und dabei ihre Bindungspartner wechseln. Dieser Prozess verläuft auf Gleitebenen entlang von Gleitrichtungen.

In Tabelle 2.3 sind die möglichen Gleitsysteme für fcc und bcc Metalle aufgeführt und in Abbildung 2.11 grafisch dargestellt.

In fcc Metallen entsprechen die 12 möglichen Gleitsysteme den dichtest gepackten Ebenen. Die Energie, welche aufgewendet werden muss um von einem Gitterplatz zum nächsten zu gelangen ist nur gering. Deshalb sind fcc Metalle duktil.

In bcc Metallen entsprechen die insgesamt 48 Gleitsysteme nicht den dichtest gepackten Ebenen. Daher können Versetzungen nur schwer wandern. Bei Raumtemperatur zeigen

Kristallstruktur	Gleitebenen	Gleitrichtungen	Anzahl Gleitsysteme
fcc	4 {111}	3 $\langle 110 \rangle$	12
bcc	6 {110}	2 $\langle 111 \rangle$	12
	12 {112}	1 $\langle 111 \rangle$	12
	24 {123}	1 $\langle 111 \rangle$	24

Tabelle 2.3: Mögliche Gleitsysteme für fcc und bcc Metalle [21].

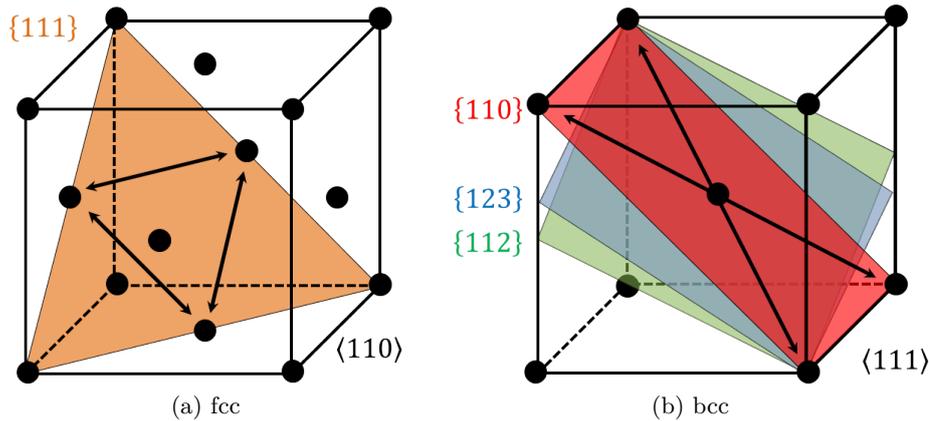


Abbildung 2.11: Mögliche Gleitebenen für fcc und bcc Metalle und mögliche Gleitrichtungen. Nach [21].

diese Materialien deshalb ein sprödes Verhalten. Wird allerdings von außen Wärme zugeführt, z.B. durch die Ermüdung, so reicht die Energie aus, das auch hier die Versetzungen wandern können und das Material wird duktil. Aus diesem Grund ist es wichtig die Temperatur bei der Ermüdung gering zu halten um diesen Effekt zu unterdrücken. Bewegen sich die Versetzungen zur Probenoberfläche, so bilden sich Extrusionen und Intrusionen, ähnlich wie bei einem Kartenstapel, der mehrfach gegeneinander verschoben wird. Diese Gleitstufen sind an der Oberfläche als Gleitbänder sichtbar.

Im Probeninneren stauen sich die Versetzungen an Korn- und Phasengrenzen auf. Dieser Versetzungsaufstau kann im benachbarten Korn weitere Gleitbänder oder sogar Risse hervorrufen, wenn ein kritischer Wert der Schubspannung überschritten wird.

**Schmid-Faktor** Ob ein Gleitband oder ein Riss in einem Korn entstehen kann, kann über das Schmid'sche Schubspannungsgesetz berechnet werden.

Die resultierende Schubspannung  $\tau$  kann aus der Schubspannung  $\sigma$  über folgende Formel berechnet werden:

$$\tau = \sigma \cos \phi \cos \lambda = m\sigma \tag{50}$$

dabei ist  $\phi$  der Winkel zwischen der Normale der Gleitebene und der Zugrichtung und  $\lambda$  bezeichnet den Winkel zwischen Zugrichtung und Gleitrichtung (s. Abb. 2.12). Der

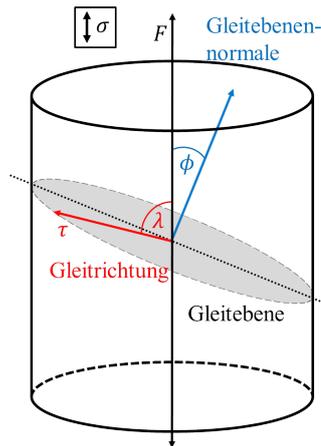


Abbildung 2.12: Abbildung zur Veranschaulichung der Größen im Schmid'schen Schubspannungsgesetz. Nach [21].

Schmid-Faktor  $m$  kann dabei Werte zwischen  $0 \leq |m| \leq 0,5$  annehmen [21]. Das Maximum des Schmid-Faktors wird für  $\phi = \lambda = 45^\circ$  erreicht. Je größer der Schmid-Faktor, desto eher wird ein Gleitband aktiviert. Die auf das Probenvolumen wirkende Kraft  $F = \sigma A$  ist abhängig von der Querschnittsfläche  $A$  des Probenvolumens und der Schubspannung.

**Korn- und Phasengrenzen** Korngrenzen trennen zwei Bereiche unterschiedlicher Gitterorientierung voneinander. Sind die Winkelunterschiede kleiner als  $15^\circ$ , so werden diese Korngrenzen als Kleinwinkelkorngrenzen bezeichnet und trennen innerhalb eines Korns zwei Subkörner voneinander. Ist der Winkel größer als  $15^\circ$ , so trennt diese Großwinkelkorngrenze zwei Körner voneinander. Der Übergangsbereich zwischen den Körnern beträgt dabei mehrere Atomlagen und erscheint als ungeordneter Bereich [21].

In Abbildung 2.13 ist eine Kleinwinkelkorngrenze dargestellt. Es handelt sich dabei um mehrere Versetzungen, die übereinander angeordnet sind und so zur Verkipfung der beiden Körner führen. Aus der Verkipfung  $\theta_{KWKG}$  der Körner gegeneinander und dem Betrag des Burgers-Vektor  $b$  kann über die Näherung für kleine Winkel der Abstand der Versetzungen

$$D = \frac{b}{2 \sin \frac{\theta_{KWKG}}{2}} \approx \frac{b}{\theta_{KWKG}} \quad (51)$$

berechnet werden. Je größer der Drehwinkel der Verkipfung ist, desto kleiner ist der Abstand zwischen den Versetzungslinien.

Phasengrenzen sind Korngrenzen, die allerdings nicht nur Körner unterschiedlicher Orientierung voneinander trennen, sondern auch die unterschiedlichen Phasen im Duplexstahl. So ist eine Ferrit-Ferrit- oder Austenit-Austenit-Grenze eine Korngrenze und eine Ferrit-Austenit-Grenze eine Phasengrenze. Die Phasengrenze trennt somit das duktile Austenitkorn vom spröden Ferritkorn. Dies kann bei Gleitbandbildung im Austenitkorn zu deutlichen Spannungsüberhöhungen im Ferrit führen und damit möglicherweise zum

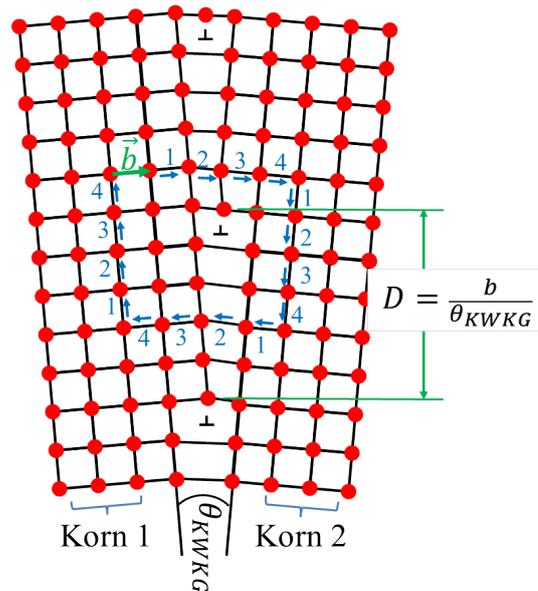


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung einer Kleinwinkelkorngränze und der Umlaufweg zur Bestimmung des Burgers-Vektors. An der Kleinwinkelkorngränze sind die beiden Subkörner um den Winkel  $\theta_{KWKG}$  gegeneinander gekippt. Die Kleinwinkelkorngränze besteht aus mehreren Stufenversetzungen übereinander. Der Abstand  $D$  der Versetzungen kann über den Burgers-Vektor und die Verkippung bestimmt werden.

Anriss im Ferrit, vorausgesetzt, dass die Orientierung der möglichen Gleitebenen im Nachbarkorn stimmt [4, 40].

### 2.2.3 Verformung bei zyklischer Belastung

Bei zyklischer Belastung können sich Versetzungen entlang der Gleitebenen bewegen. Dieser Vorgang ist irreversibel. Treffen zwei Versetzungen aufeinander können sie sich gegenseitig vernichten [41]. Überschreitet der Abstand eine kritische Distanz, so können die Versetzungen eine stabile Konfiguration bilden, die Dipol genannt wird. Diese Dipole bestehen aus Stufenversetzungen, deren Burgers-Vektoren Winkel zwischen  $25^\circ$  und  $65^\circ$  bilden [42]. Diese können z.B. eine Cottrell-Lomer Versetzung bilden, die selbst bewegungsunfähig ist. Für andere Versetzungen bilden sie eine Barriere, was zu einem Versetzungsaufstau führen kann und damit zur Verfestigung des Kristalls führt [43].

Gleiten die Versetzungen zur Kristalloberfläche werden sie ausgelöscht und bilden Extrusionen und Intrusionen. Wachsen diese Strukturen weiter, so werden sie "persistente Gleitbänder" (PSB, engl. Abkürzung für persistent slip band) genannt. Persistent werden sie deshalb genannt, da sie auch nach Wegpolieren dieser Extrusionen und Intrusionen bei erneuter Ermüdung immer wieder an den selben Stellen erscheinen. Diese PSB bestehen aus Bereichen mit hoher Versetzungsdichte, die von nahezu versetzungsfreien Bereichen umgeben sind (s. Abb. 2.14 a)). An der Oberfläche des Kornes spricht man von "persistenten Gleitspuren" (PSM, engl. Abkürzung für persistent slip mar-

king). Neben den PSB bilden sich im Volumen zusätzlich noch Bereiche mit erhöhter Versetzungsdichte.

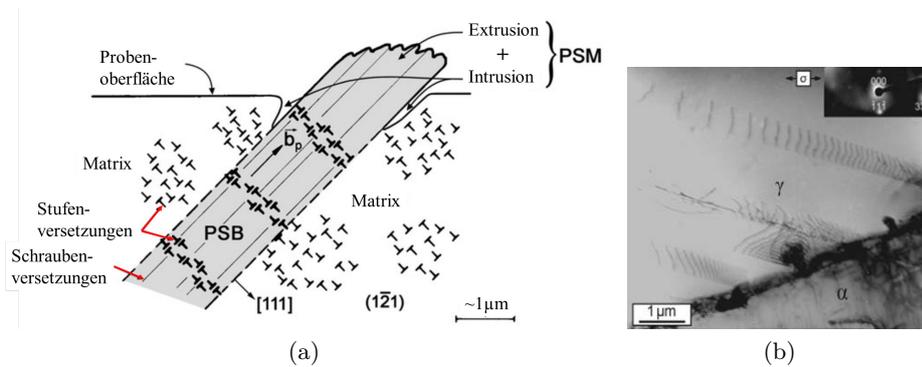


Abbildung 2.14: a) Skizze zur Erklärung von PSB und PSM nach [44, 45]. b) TEM Aufnahme vom verwendeten DSS. Es ist ein Versetzungsaufstau an der Phasengrenze zu erkennen, was zu einer Erhöhung der Spannung im benachbarten Ferritkorn führt [12].

In Abbildung 2.14 b) ist eine Aufnahme des verwendeten DSS, die mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) erstellt wurde, dargestellt. Sie zeigt einen Versetzungsaufstau der Gleitbänder an der Phasengrenze zum Ferrit, was zu einer Erhöhung der Spannung im angrenzenden Ferritkorn führt.

Bei zyklischer Belastung kann es auch zu einer Vermehrung von Versetzungen durch sogenannte Frank-Read-Quellen kommen (s. Abb. 2.15). Durch eine genügend große Schubspannung  $\tau$  wird die Versetzungslinie, die zwischen zwei Punkten fixiert ist a), verformt b). Ist die Schubspannung groß genug, um die Versetzungslinie auf einen Radius auszudehnen, der dem halben Abstand zwischen den beiden Punkten entspricht, so wird diese Versetzungsanordnung instabil und die Versetzungslinie dehnt sich weiter aus c). Dies geschieht so lange, bis sich die beiden unteren Versetzungssegmente berühren und gegenseitig auslöschen d). Nun löst sich der so entstandene Versetzungsring von den Punkten ab und kann weiter wachsen e). Der restliche Teil der Versetzungslinie bildet eine neue Quelle und kann den ganzen Vorgang erneut wiederholen. Diese losgelösten Versetzungsringe wachsen auf Gleitbändern weiter, bis sie durch Korn- oder Phasengrenzen gestoppt werden.

#### 2.2.4 Rissinitiierung und Ausbreitung bei zyklischer Belastung

Nach Radaj und Vormwald [46] kann das Ermüdungsrisswachstum in fünf Phasen unterteilt werden (s. Abb. 2.16). Die Versetzungsbewegung erfolgt auf Gleitebenen, den Gleitbändern. Diese entstehen bevorzugt an Spannungsüberhöhungen, z.B. an Kerben, Einschlüssen oder bereits vorhandenen Rissen. Durch Aufstau der Versetzungen an Korn- oder Phasengrenzen kommt es zur Risskeimbildung. Diese Mikrorisse oder Kurz-

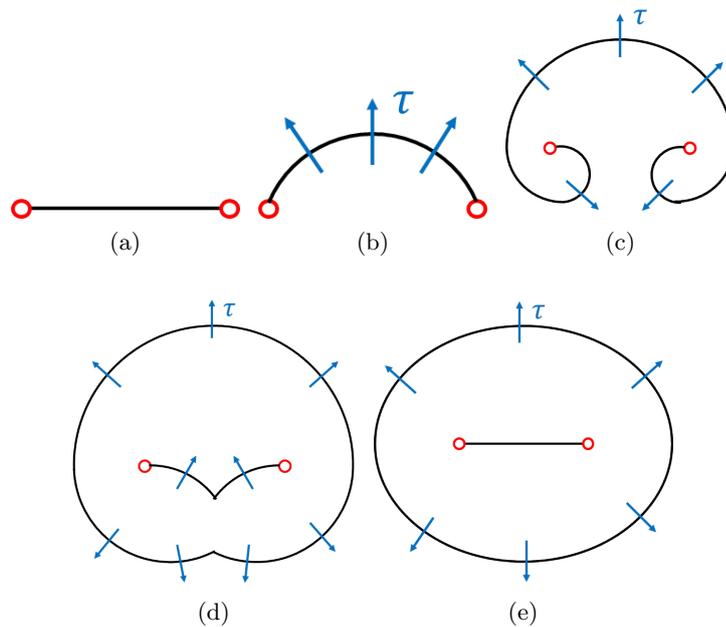


Abbildung 2.15: Mechanismus der Frank-Read-Quelle. Nach [18].

risse können dann interkristallin (entlang von Korn- und Phasengrenzen) oder transkristallin (auf Gleitebenen durch das Korn) wachsen.

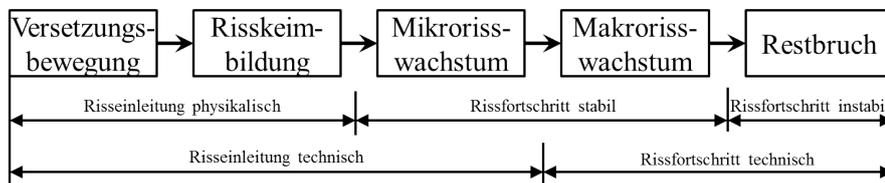


Abbildung 2.16: Ermüdungsphasen des Risswachstums nach Radaj und Vormwald [46].

Das Mikrorisswachstum wird auch als Stadium-I-Risswachstum bezeichnet. Wachstumsfähig ist dieser Mikroriss wenn er in etwa die Länge einer Korngröße hat. Dieser wächst aufgrund der zyklischen Belastung kontinuierlich weiter und kann sich mit anderen Mikrorissen vereinigen. Hat er in etwa die Länge von 1 mm erreicht, so spricht man von Makrorisswachstum oder Langrisswachstum, welches von der Werkstoffmikrostruktur nahezu nicht beeinflusst wird und meist entlang einer Ebene verläuft, die senkrecht zur Belastungsrichtung der Probe liegt. Dies wird auch als Stadium-II-Risswachstum bezeichnet. Erreicht der Riss eine kritische Länge so kommt es zum instabilen Risswachstum, dem Restbruch.

Die linear elastische Bruchmechanik (LEBM) unterscheidet zwischen drei verschiedenen Rissöffnungsarten. Diese werden in Abbildung 2.17 gezeigt. Es wird unterschieden zwischen der Öffnung des Risses senkrecht zur Rissebene (Modus I), einer Verschiebung parallel zur Rissebene und zur Rissrichtung (Modus II) und der Verschiebung

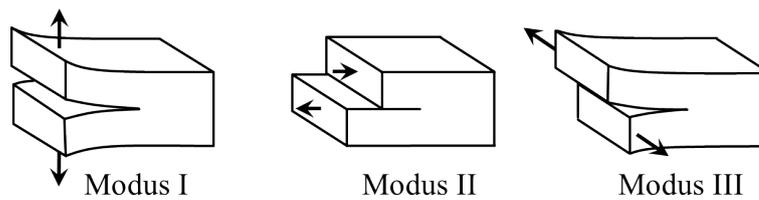


Abbildung 2.17: Rissöffnungsarten der LEBM nach [46].

parallel zur Rissebene aber senkrecht zur Rissrichtung (Modus III). Das Stadium I Risswachstum erfolgt in einer Kombination aus den Rissöffnungsmoden I und II entlang einzelner Gleitebenen. Das Langrisswachstum erfolgt im Rissöffnungsmodus I, wie es auch in Abbildung 2.18 angedeutet ist.

Künkler [47] hat das Stadium-I-Risswachstum nochmals unterteilt in Ia, in welchem sich der Riss auf einer einzelnen Ebene durch Einfachgleitung fortbewegt und Ib, bei dem weitere Gleitebenen aktiviert werden und der Riss sich durch Wechselgleiten fortbewegt. In Stadium Ib ändert der Riss seine Wachstumsrichtung von ursprünglich  $45^\circ$  allmählich zu der in Stadium II vorherrschenden Richtung von  $90^\circ$ . Dies ist schematisch in Abbildung 2.18 gezeigt.

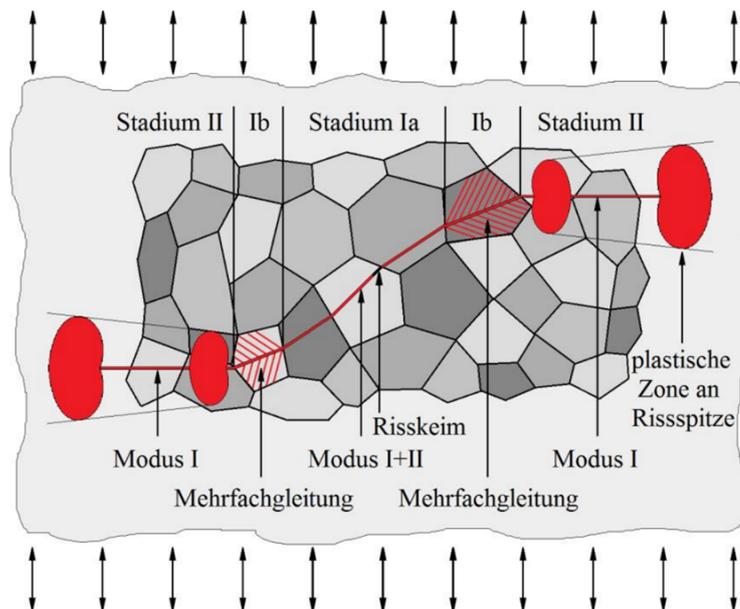


Abbildung 2.18: Risswachstumsphasen aus [4] nach [47].

Die Rissinitiierung und das Kurzzrisswachstum können bis zu 90 % der Lebensdauer der Duplexstahlprobe bestimmen [3]. In Abbildung 2.19 [8] ist ein Beispiel eines Risses gezeigt, der von seinem Rissinitiierungsort aus wächst. Zunächst wächst seine rechte Rissfront, bis sie etwa die Größe eines Korndurchmessers erreicht hat. Dies ist nach etwa  $2 \cdot 10^7$  Lastzyklen der Fall. Zu diesem Zeitpunkt hat die Rissfront eine Korn- oder Phasengrenze erreicht und wird durch diese zunächst für fast  $4,5 \cdot 10^7$  Lastzyklen

aufgehalten. Danach wächst der Riss in beide Richtungen weiter und führt nach weiteren  $2 \cdot 10^6$  Lastzyklen zum Versagen der Probe. Dieses Verhalten wurde auch durch [7, 35, 40] beobachtet und interpretiert. Andere Risswachstumskurven zeigen diesen starken Barriereneffekt nicht [8] und der Riss kann ungehindert weiterwachsen.

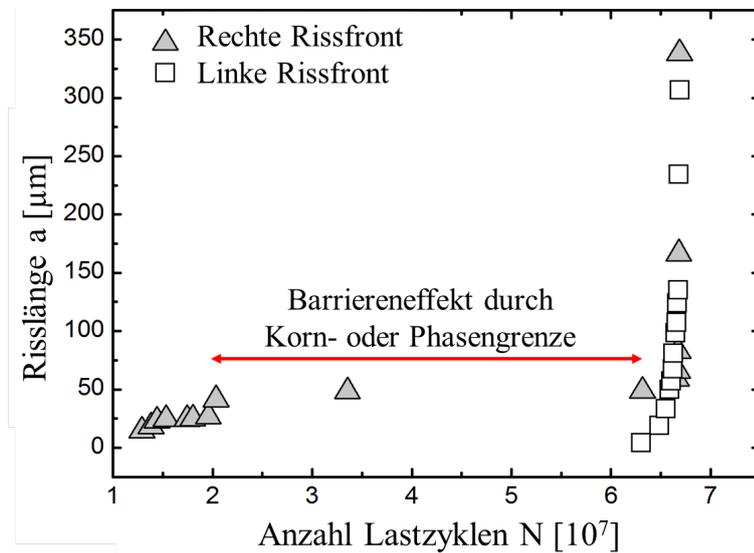


Abbildung 2.19: Risslänge der linken und rechten Rissfront in einer DSS Probe in Abhängigkeit von der Anzahl der Lastzyklen. Nach [8].

Abbildung 2.20 veranschaulicht den Grund für das Stoppen oder Weiterwachsen eines Risses an einer Korn- oder Phasengrenze. Sind die Dreh- und Kippwinkel zwischen den möglichen Gleitbändern zweier Körner zu groß, kann der auf dem Gleitband wachsende Mikroriss in Korn 1 nicht entlang des Gleitbandes in Korn 2 weiterwachsen. Dies wird erst möglich, wenn die lokale Spannungsüberhöhung so hoch ist, dass auch diese Barriere überwunden werden kann. Sind die Dreh- und Kippwinkel jedoch klein, kann der Riss fast ungehindert weiterwachsen [8, 37, 48].

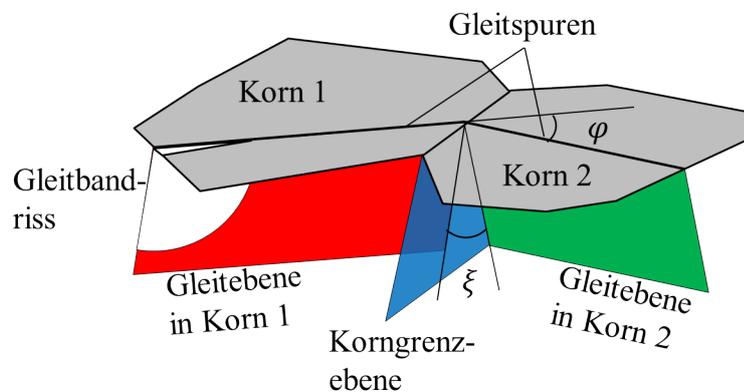


Abbildung 2.20: Schematische Darstellung zweier Körner mit möglichen Gleitebenen und deren Dreh- ( $\xi$ ) und Kippwinkeln ( $\varphi$ ) zueinander. Nach [37, 48].

Ein Beispiel einer Probe, die bis zum Versuchsende bei  $10^9$  Lastzyklen nicht versagt hat, ist in Abbildung 2.21 gezeigt. Hier ist eine Probe gezeigt, die mit einer Lastamplitude von  $\frac{\Delta\sigma}{2} = 380$  MPa ermüdet wurde. Nur innerhalb des eingekreisten Bereichs ist eine Gleitbandbildung zu beobachten, was auf eine starke Lokalisierung der Ermüdungsschädigung hinweist. Laut Dönges [4] wurden in allen Durchläuferproben nur sehr wenige Austenitkörner mit Gleitspuren gefunden. In Proben, die aufgrund von Rissen versagen, werden deutlich mehr Austenitkörner mit Gleitspuren gefunden.

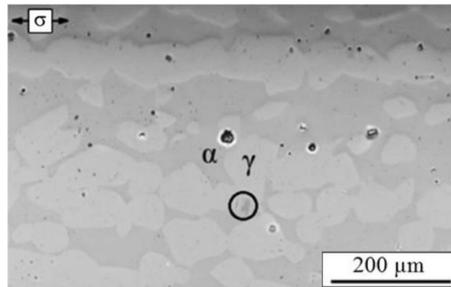


Abbildung 2.21: Oberfläche einer Durchläuferprobe ( $N = 10^9$  Lastzyklen bei  $\frac{\Delta\sigma}{2} = 380$  MPa). Nur im eingekreisten Bereich wurden Gleitspuren beobachtet. Aus [12].



### 3 Aufbau und Inbetriebnahme der Strahllinie BL10 an DELTA

In diesem Kapitel wird zunächst die Synchrotronstrahlungsquelle DELTA näher beschrieben. Dann wird auf den Aufbau und die Steuerung der Strahllinie BL10, die im Rahmen dieser Arbeit verkabelt, programmiert und in Betrieb genommen wurde näher eingegangen. An dieser Strahllinie wurden Ermüdungsversuche an flachen Duplexstahlproben in-situ und ex-situ durchgeführt, deren Aufbauten im Kapitel 4 diskutiert werden.

#### 3.1 Die Synchrotronstrahlungsquelle DELTA

Die Dortmunder Elektronenspeicherringanlage (DELTA) besteht aus drei Hauptkomponenten (s. Abb. 3.1). Dem Linearbeschleuniger (LINAC), der die Elektronen auf bis zu 75 MeV beschleunigt, dem Boostersynchrotron (BoDo) mit einem Umfang von 50,4 m, welches die Elektronenpakete auf eine Energie von bis zu 1,5 GeV bringt, bevor die Elektronen in den Speicherring mit einem Umfang von 115,2 m gespeist werden. Der Speicherring kann Elektronenpakete mit Energien zwischen 300 MeV und 1,5 GeV speichern, wobei der Ring üblicherweise in den Nutzerwochen mit 1,5 GeV betrieben wird, bei einem maximalen Strahlstrom von 130 mA. Dabei sind Strahllebensdauern von über 10 Stunden möglich [49].

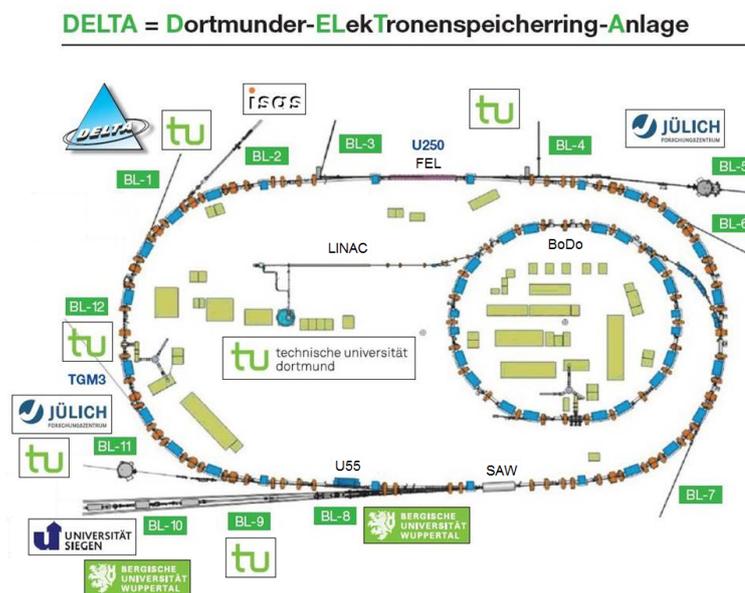


Abbildung 3.1: Schemazeichnung von DELTA, dargestellt sind die Lage der einzelnen Strahllinien und deren Betreiber. Außerdem sind der Linearbeschleuniger (LINAC), das Boostersynchrotron (BoDo) und der Elektronenspeicherring zu erkennen.

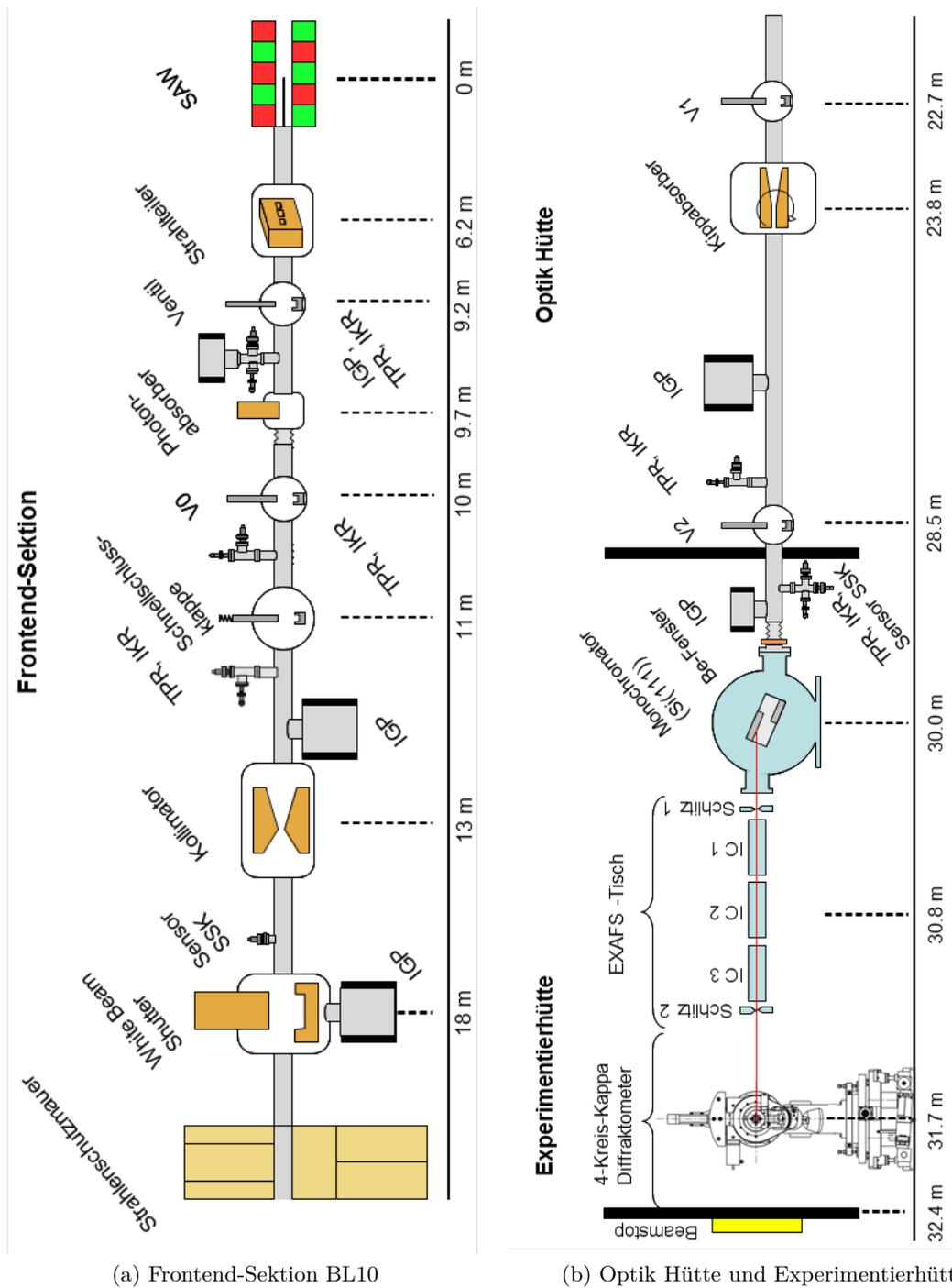
In Abbildung 3.1 sind zudem die einzelnen Strahllinien und deren Betreiber abgebildet. Die Quellen der verschiedenen Strahllinien sind Dipole, Undulatoren oder der Supralei-

tende Asymmetrische Wiggler (SAW), von dem drei Strahllinien (BL8, BL9 und BL10) ihre harte Röntgenstrahlung beziehen. Auf die Strahllinie BL10 soll im folgenden Unterkapitel 3.2 genauer eingegangen werden.

### 3.2 Die Strahllinie BL10

Die Strahllinie BL10 wird in Kooperation der Universität Siegen und der Bergischen Universität Wuppertal betrieben. An ihr können Experimente im Bereich der Röntgenbeugung (XRD), Röntgenreflektivität (XRR) und der Röntgen-Absorptions-Spektroskopie (XAS), einschließlich EXAFS und XANES (engl. extended X-ray absorption fine structure EXAFS, Röntgen-Nahkanten-Absorptions-Spektroskopie XANES) durchgeführt werden. Sie wurde zunächst von der Universität Bonn geplant und zum Teil gebaut, wovon manche Beschriftungen an der BL10 noch zeugen und dann von der Universität Siegen und der Bergischen Universität Wuppertal übernommen und fertiggestellt. Die Strahllinie ist eine von drei Strahllinien, die als Quelle den SAW besitzt [50]. Im SAW werden die Elektronenpakete, welche sich im Speicherring befinden, durch die periodische Anordnung der Magneten ausgelenkt. Durch die Beschleunigung emittieren die Elektronen elektromagnetische Strahlung - in diesem Fall Röntgenstrahlung -, die an den Strahllinien verwendet wird. Aufgrund der Anordnung der Magnete im SAW und der relativistischen Geschwindigkeit der Elektronen wird ein vorwärts gerichteter Strahlfächer emittiert [51]. Dieser Fächer ist groß genug, um damit drei Strahllinien zu betreiben. Die mittlere der drei Strahllinien ist die Strahllinie BL9 und die beiden Strahllinien am Rand des Fächers BL8 und BL10. Diese beiden haben einen horizontalen Winkel von  $\pm 15$  mrad zur Strahlachse des SAW, wobei die horizontale Divergenz des gesamten Fächers  $\pm 25$  mrad beträgt. Die maximale Strahlintensität ist entlang der Mittellinie des Strahlfächers zu finden. Dies führt zu einer geringeren Intensität bei den beiden äußeren Strahllinien im Vergleich zu BL9. Die Leistungsdichte des Wigglers beträgt bei  $I = 130$  mA und  $E = 1,5$  GeV (im asymmetrischen Modus) ca.  $110 \frac{\text{W}}{\text{mrad}^2}$  [52].

In Abbildung 3.2 ist der schematische Aufbau der Strahllinie BL10 zu sehen. Die Strahllinie ist dabei in drei Sektionen zu unterteilen. Die Frontend-Sektion ist der erste Teil zwischen der Quelle, dem SAW, und der Strahlenschutzmauer, die zweite Sektion befindet sich in der Optik Hütte und der dritte Teil befindet sich in der Experimentierhütte, wobei der Monochromator aus Platzmangel in der Experimentierhütte eingebaut werden musste. Dieser ermöglicht es die Energie der Röntgenstrahlung zwischen 4,5 keV und 16 keV zu variieren [50]. Auf die einzelnen Sektionen, Komponenten, Programmierung und Strahlcharakterisierung der Strahllinie wird in den folgenden Abschnitten eingegangen.



(a) Frontend-Sektion BL10

(b) Optik Hütte und Experimentierhütte BL10

Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau der Strahllinie BL10, dargestellt sind die einzelnen Komponenten der Strahllinie und deren Lage in Bezug auf den Quellpunkt (nicht massstabsgetreu). (a) Frontend-Sektion, Komponenten der BL10 innerhalb des Ringes von der Quelle bis zur Strahlenschutzmauer. (b) Optik Hütte und Experimentierhütte. Gezeigt ist auch der Beamstop, der sich in der Experimentierhütte der BL9 befindet. Nach [50].

### 3.3 Die Sektionen der Strahllinie

Die Strahllinie wird durch Ventile in drei Sektionen unterteilt. Innerhalb der Betonmauer, die Frontend-Sektion und außerhalb der Mauer die Optik Hütte und die Experimentierhütte. In diesem Unterkapitel werden kurz die einzelnen Komponenten beschrieben um einen Überblick über die Strahllinie BL10 zu bekommen.

#### 3.3.1 Die Frontend-Sektion

Alle Teile der Strahllinie, die innerhalb der Betonummauerung des Ringes liegen, werden als Frontend-Sektion bezeichnet. Das Frontend selbst ist der Übergang vom Speicherring zur Strahllinie, also der Photonabsorber und das Ventil  $V_0$ . Der SAW, als Quellpunkt der Röntgenstrahlung und der Strahlteiler, der den Strahl auf die Strahllinien BL8, BL9 und BL10 aufteilt, werden vom DELTA-Kontrollraum gesteuert, bzw. überwacht. Der Photonabsorber, die Ventile, der Kollimator und der Beamshutter können mittels der Strahllinien-Steuerung gefahren werden, wenn die nötigen Freigaben vorliegen.

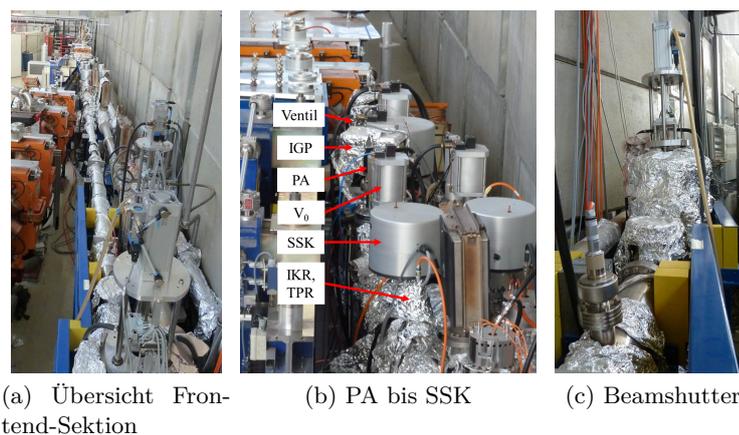


Abbildung 3.3: (a) Übersicht über die Frontend-Sektion der BL10, im Hintergrund ist der SAW, im Vordergrund der Beamshutter zu sehen. Links befindet sich der Speicherring mit den Quadrupolen. Von der Strahlenschutzmauer ausgehend sieht man die Strahllinien BL8, BL9 und BL10. (b) Zeigt die beengten Platzverhältnisse die zwischen dem Photonabsorber (verdeckt durch  $V_0$ ) und der Schnellschlussklappe (SSK, vorne Mitte) vorhanden sind. (c) Zeigt den hinteren Teil der Frontend-Sektion mit dem Beamshutter. Im Vordergrund ist der Sensor der SSK zu sehen.

**Strahlteiler** Der Strahlteiler wird direkt von dem Strahlfächer, der vom SAW emittiert wird, getroffen, nimmt einen Teil der Wärmelast auf und führt ihn ab. Er teilt den Strahl 6,2 m hinter dem Quellpunkt in drei gleichgroße Strahlsegmente, das mittlere für BL9, und die beiden äußeren Segmente mit jeweils  $\pm 15$  mrad zur horizontalen Mittellinie für BL8 und BL10 (Abb. 3.4 (a)). Die Divergenz des Röntgenstrahles, der

vom SAW erzeugt wird, beträgt in vertikaler Richtung  $\pm 0,34$  mrad und in horizontaler Richtung  $\pm 25$  mrad.

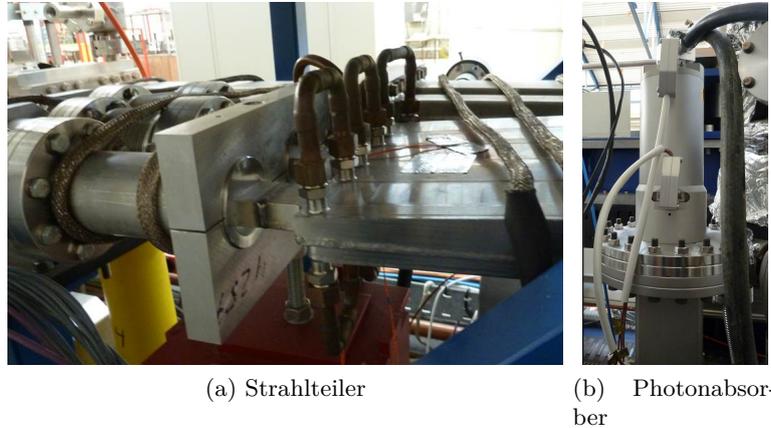
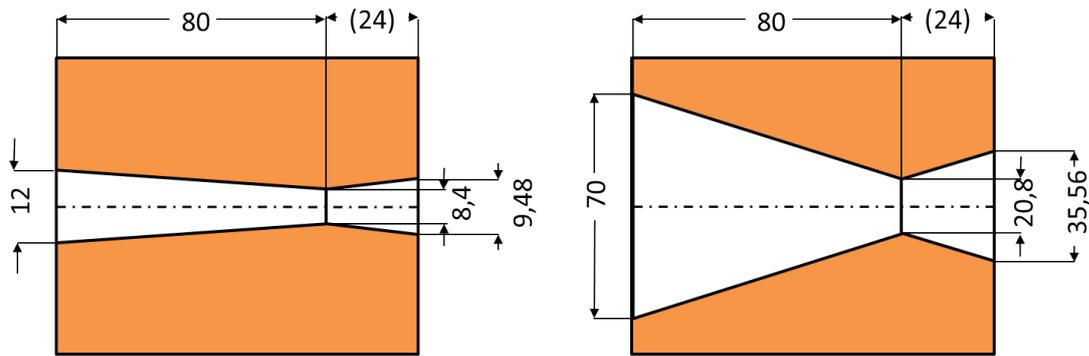


Abbildung 3.4: (a) Foto des Strahlteilers für die Strahllinien BL8, BL9 und BL10. (b) Foto vom Photonabsorber der BL10, zu sehen sind die Kabel zur Ansteuerung und in schwarz die Wasserkühlung.

**Photonabsorber** Der Photonabsorber (PA) ist ein Beam Stopper der Serie 79 von VAT Vakuumventile AG. Er ist bis zu einer Leistungsdichte von  $30 \frac{\text{W}}{\text{mm}^2}$  und einer Gesamtwärmelast von 7 kW ausgelegt und muss deshalb mit  $5 \frac{\text{l}}{\text{min}}$  Wasser mit einem Druck von bis zu 8 bar gekühlt werden [53]. Der Photonabsorber (s. Abb. 3.4 (b)) befindet sich 9,7 m hinter der Quelle und soll während des Strahlbetriebes, wenn gerade nicht gemessen wird, alle Komponenten vor der intensiven Röntgenstrahlung schützen. Deshalb kann der PA auch nicht geöffnet werden, wenn z.B. noch ein Ventil innerhalb der Strahllinie geschlossen ist. Der PA wird über die beiden Drucktaster an der Frontplatte zur Steuerung des Personeninterlocks am Steuerrack (s. Abb. 3.18) bedient. Um ihn während des Strahlbetriebs öffnen zu können, müssen alle Ventile bis zum Beamsutter (BS) geöffnet sein. Zusätzlich muss die Wasserkühlung von BS und Kollimator gewährleistet sein. Während der Injektionen von DELTA wird der PA geschlossen. Der PA wird über ein 24 V Signal gesteuert, welches über ein Relais im Ring galvanisch von dem 24 V Signal der SPS getrennt ist. Zum Schließen benötigt der PA ca. 1 s. Die Wasserkühlung des PA erfolgt über das DELTA Kühlwassersystem und wird vom Kontrollraum überwacht.

**Kollimator** Der Kollimator begrenzt den Strahlfächer innerhalb der Strahllinie auf  $3 \text{ mrad} \cdot 1,2 \text{ mrad}$  (horizontal und vertikal, [50]). Die Durchlassöffnung ist horizontal 2,08 cm groß und vertikal 0,84 cm. Da er während der PA geöffnet ist permanent von der Röntgenstrahlung erwärmt wird, muss er mit Wasser gekühlt werden. Dazu besteht

das Bauteil aus einem Kupferblock, der mit Kupferrohren umwickelt ist. In der Mitte besitzt er einen speziell geformten Durchlass, der die Strahlgröße definiert (s. Abb. 3.5) und flache Auftreffwinkel der Röntgenstrahlen garantiert. Diese Komponente befindet sich etwa 13 m hinter dem Quellpunkt. Der Kollimator wurde von FMB in Berlin produziert.



(a) Skizze des Kollimators



(b) Foto des eingebauten Kollimators

Abbildung 3.5: (a) Schemazeichnung des Kupferblocks des Kollimators mit Durchlassöffnung. Links vertikale Ansicht, rechts horizontale Ansicht. (b) Foto des bereits in der Frontend-Sektion der Strahllinie eingebauten Kollimators. Zu sehen ist der Kupferblock mit der Kühlspirale.

**Beamshutter** Der Beamshutter (s. Abb. 3.3 (c)) ist ein strahlenschutz relevantes Bauteil, was bei geöffnetem PA alle Komponenten und Personen innerhalb der Optik Hütte und der Experimentierhütte vor der Röntgenstrahlung schützt, indem es sie absorbiert. Er ist das letzte Bauteil der Strahllinie innerhalb des DELTA-Innenraumes. Der eigentliche Absorber ist ein Block aus Triamet G18B. Dies ist eine Legierung aus Wolfram, Nickel und Eisen mit einem Wolframgehalt von mehr als 90 %, und einer Dichte von  $18 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Der Block hat eine Länge von 240 mm und einem Durchmesser von 132 mm. Er deckt das gesamte Strahlrohr ab, um eine komplette Abschattung des Röntgenstrahls zu garantieren. Zur Abführung der durch die Absorption der Röntgenstrahlung entstehenden Wärme ist vor dem Metallblock eine wassergekühlte rechteckige

Kupferplatte mit den Dimensionen (Höhe · Breite · Tiefe)  $80 \cdot 132 \cdot 8 \text{ mm}^3$  angebracht [54]. Der BS an BL10 ist nahezu baugleich mit dem an BL8 und sehr ähnlich zu dem an BL1 [55]. Die Strahlgröße am Ort des BS (18 m) beträgt 3,8 cm in der Breite und 1,5 cm in der Höhe [56]. Die maximale Gesamtleistung beträgt etwa 640 W, was einer maximalen Leistungsdichte von etwa  $1,1 \frac{\text{W}}{\text{mm}^2}$  entspricht [54]. Der BS wurde von FMB in Berlin produziert.

Der Beamshutter wird über Relais in der Relaisbox im Steuerrack der Strahllinie und über ein weiteres Relais in der Relaisbox im DELTA-Innenraum mit 24V gesteuert, diese Spannung ist durch die Relais galvanisch von den 24V Versorgung der SPS getrennt. Zusätzlich zu diesem Signal wird noch Druckluft zwischen 4 – 8 bar benötigt. Bei Druckluftverlust oder einem Stromausfall fährt der Beamshutterblock in den Strahl. Damit der Beamshutter gefahren werden kann, muss das Personeninterlock der Optik Hütte als auch der Experimentierhütte gesetzt sein, die Ventile offen und die Wasserkühlung des Kippabsorbers, des Berylliumfensters und des Monochromators gegeben sein. Auch die Öffnung des BS erfolgt über einen Drucktaster am Steuerrack der Strahllinie (s. Abb. 3.18). Die Lagemeldungen "BS auf", bzw. "BS zu" erhält die SPS über Lagemelder am Beamshutter.

### 3.3.2 Optik Hütte

Die Optik Hütte (SAW0) teilen sich die drei Strahllinien BL8, BL9 und BL10. Aufgrund des geringen Platzes für BL10 war es nicht möglich den Monochromator in der Optik Hütte zu platzieren. Deshalb befinden sich hier nur zwei Ventile und der Kippabsorber. Auch die Installation von Spiegeln zur Strahlfokussierung, Unterdrückung von höheren Harmonischen, bzw. der Reduktion der Wärmelast auf den Monochromatorkristall war aufgrund des geringen Platzes an dieser Strahllinie nicht möglich. Die Fotos der Optik Hütte sind in Abbildung 3.6 zu sehen.

**Kippabsorber** Aufgrund der beengten Platzverhältnisse an BL10 war der Einbau eines Schlitzsystemes für den weissen Strahl nicht möglich. Deshalb wurde an BL10 auf eine räumlich deutlich kleinere Variante zurückgegriffen, der Kippabsorber, welcher die Strahlhöhe auf der ersten Fläche des Monochromatorkristalles definiert. An der Position des Kippabsorbers, 23,8 m hinter der Quelle, kann die Strahlhöhe zwischen 3 mm und 0 mm variiert werden, indem der in Abbildung 3.7 schematisch abgebildete Kupferblock um das mit einem roten Kreuz markierte Drehzentrum gedreht wird. Die Strahlbreite kann nicht verändert werden und beträgt 15 mm. Dies führt auf der ersten Monochromatorkristallfläche zu einem 19 mm breiten Strahl [50]. Dieses Bauteil wurde von K. Istomin nach einer Vorlage von DESY konstruiert. Die Konstruktionszeichnung, sowie ein Foto des eingebauten Bauteils sind in Abbildung 3.7 (b), bzw. (c) zu sehen. Aufgrund der beengten Platzverhältnisse konnte der Motor nicht mit dem Getriebe direkt am Kippabsorber montiert werden, sondern wird über ein Eckgewinde um  $90^\circ$



(a) Vorderer Teil der Optik Hütte

(b) Hinterer Teil der Optik Hütte

Abbildung 3.6: Foto des Aufbaus in der Optik Hütte (a) entgegen der Strahlrichtung. Im vorderen Bereich ist der Kippabsorber mit seinem Getriebe, der 90°-Umlenkung und dem Motor zu sehen, auf der linken Seite die Strahlenschutzmauer und im hinteren Bereich das Ventil  $V_1$ . Rechts sind die Strahllinien BL9 und BL8 zu sehen. (b) In Strahlrichtung. Zu sehen sind die Vakuummesssonden mit der Bezeichnung M3 auf der Frontplatte und das Ventil  $V_2$ .

umgelenkt, dies ist in Abbildung 3.6 (a) zu sehen.

**Ventile und Schnellschlussklappe** Die Strahllinie wird durch drei Ventile in mehrere Vakuum-Sektionen unterteilt. Alle Ventile können am Frontpanel (s. Abb. 3.17) nur geöffnet werden, wenn die Drucksensoren in beiden Abschnitten vor und hinter dem jeweiligen Ventil einen Druck von weniger als  $10^{-6}$  mbar anzeigen, wobei von höheren Drücken her kommend erst ab dem unteren Schwellenwert von  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar das "Vakuum ok" Signal für den jeweiligen Abschnitt gegeben wird und dieses bis zu dem oberen Schwellenwert von  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar gilt. Sollte dies nicht der Fall sein, so kann der Schalter des jeweiligen Ventils zwar betätigt werden, das Ventil bleibt jedoch geschlossen. Das Ventil  $V_0$  (s. Abb. 3.3 (b)) trennt das Ringvakuum vom Vakuum der Strahllinie und muss vor dem Öffnen zusätzlich vom Kontrollraum freigeschaltet werden. Die Ventile  $V_1$  und  $V_2$  befinden sich am Anfang und Ende der Optik Hütte (s. Abb. 3.6). Es handelt sich hier um UHV-Schieber mit Pneumatik-Antrieb aus der Reihe 10.8 von VAT Vakuumventile AG. Diese Ventile sind in geschlossenem Zustand konzipiert für Druckdifferenzen von 1,6 bar und können ab einem Druckunterschied von weniger als 30 mbar geöffnet werden. Die Ventile werden alle über Druckluft (4 – 7 bar) und einer angelegten Spannung von 24 V geöffnet und würden bei einem Stromausfall zufallen. Da diese Ventile allerdings zum Schließen mehr als 2 s benötigen, reichen diese Ventile nicht um das Ringvakuum vor einem plötzlichen Lufteintritt, z.B. im Falle des Berstens des Berillium-Fensters, zu schützen. Deshalb ist zusätzlich zu diesen drei Ventilen noch eine Schnellschlussklappe (SSK, Reihe 77 von VAT, s. Abb. 3.3 (b)) verbaut, welche in weniger als 30 ms deutlich schneller schließt [57]. Diese wird mit Druckluft zwischen

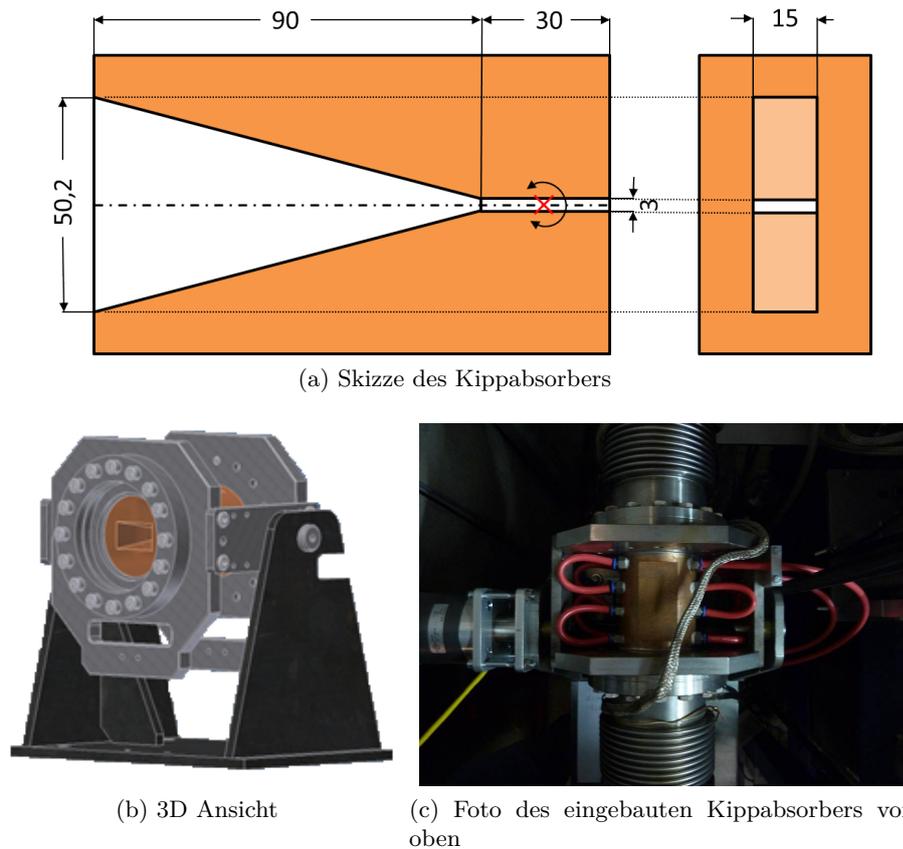


Abbildung 3.7: (a) Schemazeichnung des Kippabsorbers mit Durchlassöffnung. Um die Position, welche durch das rote Kreuz markiert wird, kann der Kippabsorber gedreht werden. Links: seitliche Ansicht (Strahlrichtung von rechts nach links), rechts: Ansicht von vorn entgegen der Strahlrichtung. (b) 3D Ansicht der fertigen Konstruktionszeichnung des Kippabsorbers. (c) Foto des in der Optik Hütte eingebauten Kippabsorbers von oben. Zu sehen sind der Kupferblock, die Kühlleitungen und die flexiblen Anschlüsse an das Strahlrohr.

5 – 7 bar betrieben. Die Schnellschlussklappe löst aus, wenn einer der beiden Drucksensoren der Schnellschlussklappe seinen eingestellten Wert überschreitet. Beim Sensor in der Experimentellen Hütte ist dies ein Druck von  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar und beim Sensor vor dem BS  $5 \cdot 10^{-7}$  mbar. Da die SSK nicht vom direkten Strahl getroffen werden darf, schließen auch der PA und  $V_0$ . Zusätzlich wird das "Beamline OK" Signal an den Kontrollraum aufgehoben, was zu einer sofortigen Vernichtung des Elektronenstrahls im Speicherring führt.

Desweiteren gibt es entlang der Strahllinie noch Auszugsventile (1. zwischen  $V_0$  und SSK, 2. ca. halber Meter vor BS, 3. Experimentierhütte (s. Abb. 3.8 a)), um nach etwaigem Belüften einzelner Sektionen der Strahllinie eine Turbomolekularpumpe anzuschließen. In der Optik Hütte wurde kein Auszugsventil verbaut, es existieren allerdings drei Auslassöffnungen die mit Blindflanschen verschlossen sind. Dies bedeutet, dass das Ventil  $V_2$  geöffnet bleiben muss (auf manuelle Druckluftversorgung umschalten s. Abb.

3.8 b)), wenn die Sektion des Strahlrohres in der Optik Hütte belüftet wird und um diesen Bereich wieder abzupumpen. Alle benutzten Ventile wurden von VAT Vakuumteile AG hergestellt.

Zusätzlich zu den oben beschriebenen Ventilen gibt es im Gegensatz zu den anderen Strahllinien noch ein weiteres Ventil vor dem PA, welches durch den DELTA Kontrollraum gesteuert werden kann. Dieses Ventil wurde eingebaut, um Wartungsarbeiten am PA durchführen zu können und gleichzeitig das Ringvakuum zu schützen. Mittlerweile hat dieses Ventil keine Funktion mehr und muss während des Strahlbetriebes permanent geöffnet bleiben [58].

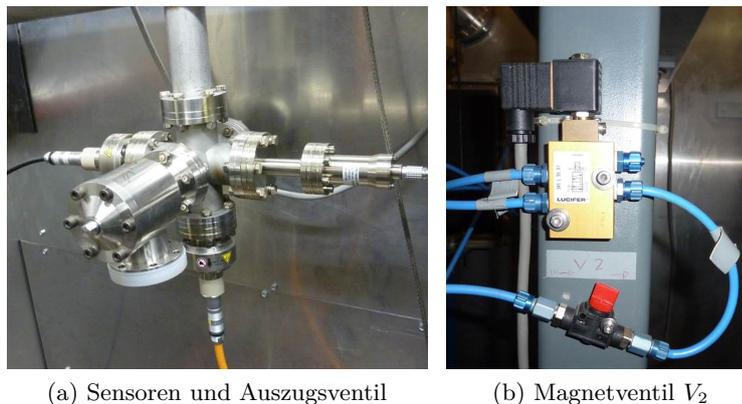


Abbildung 3.8: a) Auszugsventil vorne, Messsonde IKR 070 unten, TPR 018 rechts und Sensor SSK links in der Experimentierhütte. b) Magnetventil für die Steuerung der Druckluft für das Ventil  $V_2$  in der Optik Hütte, hier kann zwischen der elektronischen und der manuellen Steuerung des Ventils gewechselt werden.

**Vakuumpumpen** Zum Erreichen niedriger Drücke unterhalb von  $10^{-9}$  mbar werden an der Strahllinie BL10 drei verschiedene Pumpenarten eingesetzt. Eine Membranpumpe, um nach dem Belüften die Strahllinie zunächst auf ein Vorvakuum abzupumpen, ab dem dann die Turbomolekularpumpe, bzw. die Ionen-Getter-Pumpen (IGP) eingesetzt werden können, um die gewünschten Drücke von weniger als  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar zu erreichen. Dabei gehören sowohl die Membran- als auch die Turbomolekularpumpe zu den Gas-transferpumpen, die die Gasmoleküle ansaugen und dann in die Atmosphäre entlassen. Die Ionengetterpumpen binden die restlichen Gasmoleküle an der Pumpeninnenseite, weshalb diese auch schnell verschmutzen können.

Die an der BL10 eingesetzte Membranpumpe ist eine MVP 055-3 Vakuumpumpe. Sie ist zusammen mit einer Turbopumpe TSU 261 im TurboCube Turbo-Drag-Pumpstand von Pfeiffer eingebaut. Mit dieser Pumpenkombination kann bei Atmosphärendruck mit dem Abpumpen begonnen werden und ein Enddruck von weniger als  $1 \cdot 10^{-8}$  mbar erreicht werden [59]. Zu beachten ist allerdings die Umgebungstemperatur von  $12-40^\circ\text{C}$  [60], bei der die Membranpumpe betrieben werden kann. Die maximale Temperatur

kann während längerer Hitzeperioden im Inneren der Experimentierhütte von BL10 erreicht werden, da diese Hütte momentan noch nicht über ein Klimagerät verfügt, wie es bei den Strahllinien BL8 und BL9 der Fall ist. Während des Betriebes der BL10 ist diese Pumpenkombination noch hinter die Turbomolekularpumpe TURBOVAC 151 C von Oerlikon Leybold Vacuum am Monochromator geschaltet. Der Pumpstand kann aber bei Bedarf auch an jedes Auszugsventil der Strahllinie angeflanscht werden.

Die Turbomolekularpumpe TURBOVAC 151 C von Oerlikon Leybold Vacuum, welche direkt am Monochromator angebracht ist (s. Abb. 3.10 a)), erlaubt einen maximalen Einschaltdruck von weniger als  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar und kann bei einer Umgebungstemperatur zwischen  $10^\circ\text{C}$  und  $55^\circ\text{C}$ , mit einem Saugvermögen für Stickstoff von  $145 \frac{1}{\text{s}}$ , einen Enddruck von weniger als  $1 \cdot 10^{-10}$  mbar erreichen [61].

Alle an der BL10 eingesetzten Ionen-Getter-Pumpen (IGP) sind von Agilent Technologies Varian VacIon Plus 55/150 StarCell Pumpen, die sich nur durch ihr Stickstoffsaugvermögen  $50 \frac{1}{\text{s}}$ , bzw.  $125 \frac{1}{\text{s}}$  und ihren maximalen Einschaltdruck  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar, bzw.  $1 \cdot 10^{-1}$  mbar unterscheiden. Beide Typen können einen Enddruck von weniger als  $10^{-11}$  mbar erreichen und können bei bis zu  $350^\circ\text{C}$  ausgeheizt werden [62, 63]. Die Ionengetterpumpen, die über BL10 gesteuert werden sind mit IGP1 bis IGP4 durchnummeriert. IGP1 befindet sich zwischen der SSK und dem Kollimator, IGP2 unterhalb des BS, IGP3 in der Optik Hütte und IGP4 in der Experimentierhütte, diese ist in Abbildung 3.10 a) zu sehen. IGP1 bis IGP3 sind 150l-Pumpen und IGP4 ist eine 55l-Pumpe, in denen jeweils noch eine Vakuummesssonde integriert ist. Angesteuert werden die vier entlang der Strahllinie eingebauten und über BL10 regelbaren IGP's durch Steuergeräte von Terranova, Model 752 Dual Ion Pump Power Supply (IGP1, IGP2 und IGP4, s. Abb. 3.15b), bzw. Abb. 3.16b)) und IGP3 von Varian Dual Ion Pump Controller (s. Abb. 3.16b)). Dabei ist zu beachten, dass die IGP's mit unterschiedlichen Spannungen und Polaritäten betrieben werden. Die Spannungen sind für IGP1  $-7,5\text{ kV}$ , für IGP2  $+7,5\text{ kV}$ , für IGP3  $-7,0\text{ kV}$  und für IGP4  $-5,0\text{ kV}$ . Zusätzlich zeigen die Steuergeräte auch den jeweils am Pumpenort gemessenen Druck in mbar, Pascal oder Torr an.

**Vakuummessgeräte** Zusätzlich zu den in den IGP's integrierten Druckmessgeräten sind entlang der Strahllinie mehrere Drucksensoren verteilt. In jeder Sektion befinden sich sowohl Pirani Messonden (TPR 018) um den Druckbereich vom Atmosphärendruck bis zum Hochvakuum von  $1 \cdot 10^3$  mbar bis  $8 \cdot 10^{-4}$  mbar abzudecken und an gleicher Position wurden auch noch Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter (IKR 070) verbaut, welche den Druckbereich bis zum Ultrahochvakuum von  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar bis  $1 \cdot 10^{-11}$  mbar anzeigen können. Die Vakuumsensoren in der Experimentierhütte sind in Abbildung 3.8 zu sehen. Die IKR Messsonden können allerdings erst im Vakuum betrieben werden. Um diese nicht zu schädigen werden die IKR's erst bei einem unteren Schwellwert von  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar angeschaltet und bei Erreichen des oberen Schwellwertes von  $5 \cdot 10^{-4}$  mbar wieder ausgeschaltet. Die Anzeige der Drücke, die Steuerung der Messsonden und auch

die Weitergabe der Signale an die SPS (s. Kap. 3.4), dass das Vakuum in den einzelnen Sektionen gut genug ist, wird von dem Totaldruck Mess- und Steuergerät TPG 300 der Firma Pfeiffer Vacuum realisiert. Dabei werden sowohl die Signale der TPRs ab dem Vorvakuum (VV) als auch die Signale der IKRs ab dem Hochvakuum (HV) an die SPS weitergegeben. Die unteren und oberen Schwellwerte für das VV sind  $1 \cdot 10^{-3}$  mbar, bzw.  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar und für das HV gelten  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar, bzw.  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar. Zusätzlich zu diesen Sonden sind noch zwei Messsonden für die SSK an sensiblen Stellen der Strahllinie eingebaut, auch bei diesen Sonden handelt es sich um IKRs. Sollte z.B. das Berilliumfenster brechen, dann wird dieser Druckanstieg an der Messsonde in der Experimentierhütte detektiert und die SSK wird geschlossen, sobald der Druck  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar übersteigt. Sollte allerdings der Sensor vor dem BS vorher einen Druck von  $5 \cdot 10^{-7}$  mbar registrieren, dann löst die SSK bereits zu diesem Zeitpunkt aus. Die unterschiedlichen Werte wurden gewählt, da die Messsonden eine unterschiedliche Entfernung zur SSK besitzen und das Ringvakuum bei einem plötzlichen Lufteintritt nur wenig beeinflusst werden soll.

**Druckluftanschlüsse und Kühlkreisläufe** Diverse Komponenten der Strahllinie benötigen Druckluft, damit sie bewegt werden können. Dies betrifft die Ventile und den BS. Deshalb sind entlang der BL10 mehrere Druckluftanschlüsse installiert. Zusätzlich dazu gibt es auch eine Druckluftzuleitung in der Experimentellen Hütte, falls Druckluft für die Durchführung von Experimenten benötigt wird. Diese sind an das Druckluftsystem von DELTA angeschlossen, welches Druckluft mit einem Druck von 5 – 6 bar zur Verfügung stellt.

Um die Wärmelast der Bauteile, die dem direkten Strahl ausgesetzt sind so gering wie möglich zu halten müssen diese mit Wasser gekühlt werden. Dafür sind entlang der Strahllinie Wasseranschlüsse installiert. Der Wasserdurchfluss wird mittels eines Durchflusssensors überprüft und solange der Durchfluss über einem zuvor eingestellten Wert liegt, leiten diese Sensoren ein 24 V Signal an die SPS weiter, dass die Wasserkühlung funktioniert. An der BL10 gibt es mehrere Kühlkreisläufe. Die Kühlung des PA wird vom DELTA Kontrollraum überwacht. Der Kollimator und der BS haben einen gemeinsamen Kreislauf und sind in Reihe geschaltet (Durchflussmenge  $3 - 4 \frac{1}{\text{min}}$ ). Der Kippabsorber ( $2,5 \frac{1}{\text{min}}$ ) hat einen eigenen Kreislauf und das Berillium-Fenster und der Monochromator sind wiederum in Reihe geschaltet. Dabei ist darauf zu achten, dass der Durchfluss durch den Monochromator nicht zu hoch wird (momentan liegt er bei  $2,5 \frac{1}{\text{min}}$ ), da es sonst zu Vibrationen am Monochromatorkristall kommt.

### 3.3.3 Experimentierhütte

Der schematische Aufbau der Experimentierhütte der Strahllinie BL10 ist in Abbildung 3.9 a) gezeigt. Sowohl die Optik Hütte, als auch die Experimentierhütte sind mit Aluminium-Blei-Sandwichplatten aufgebaut, damit keine Streustrahlung in die DELTA-

Halle gelangen kann und um zu garantieren, dass während der Messungen keine Personen dem Röntgenstrahl ausgesetzt sind. Die Platten bestehen aus drei Schichten, außen jeweils 2 mm Aluminium-Blech und innen 3 mm Blei. Aufgrund des geringen Platzes in der Optik Hütte befindet sich an der BL10 nicht nur der experimentelle Aufbau wie Schlitze, Ionisationskammern und Diffraktometer, sowie Detektoren in der Experimentierhütte, sondern auch der Monochromator und das Berillium-Fenster. Da die Experimentierhütte durch eine Wand aus Bleisandwichplatten von der zweiten Optik Hütte (SAW 1) der Strahllinien BL8 und BL9 getrennt ist, ist auch diese Hütte mit ihren Abmessungen von ca. 3,8 m in der Länge und 1,37 – 1,50 m (s. Abb. 3.9) in der Breite relativ gering und erfordert einen kompakten Aufbau. Desweiteren wurde die Position des Monochromators durch die Form der Hüttenwand, welche durch die Spiegelkammer der BL9 vorgegeben ist, festgelegt. Eigentlich sollte sich auch der Beamstop aus Bleisteinen innerhalb der Experimentierhütte befinden, aber aufgrund der ohnehin knappen Dimensionen der Hütte wurde dieser in der Experimentierhütte von BL9 aufgebaut (s. Abb. 3.9 b)).

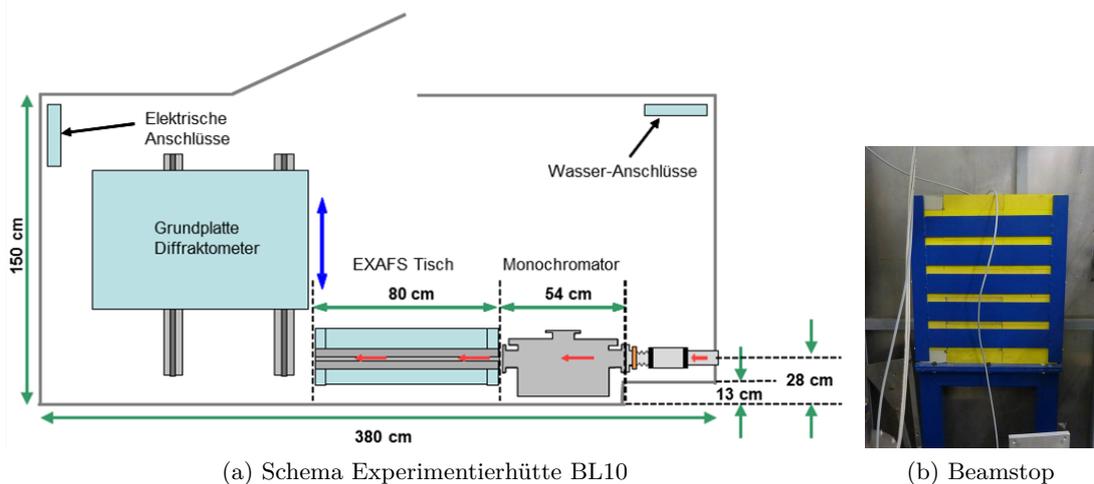


Abbildung 3.9: a) Schema der Experimentierhütte. Gezeigt sind die Abmessungen der Hütte, Wasser- und elektrische Anschlüsse, die Position des Monochromators, des EXAFS Tisches und das Diffraktometer auf Schienen nach [50]. b) Der Beamstop, der aus Platzmangel in der Experimentierhütte der BL9 untergebracht ist.

**Berillium-Fenster** Das an dieser Strahllinie eingebaute Berillium-Fenster wurde nicht für diese Strahllinie angefertigt, sondern ist eine Dauerleihgabe von der Angströmquelle Karlsruhe (ANKA) im Karlsruher Institut für Technologie. Das Fenster ist 70 mm hoch, 40 mm breit und  $750 \mu\text{m}$  dick. Dies reduziert die Transmission bei einer Energie von 5 keV auf 55 % [64], was bei den EXAFS-Messungen bei kleinen Energien stört [50]. Deshalb soll dieses Fenster durch ein dünneres, an die Bedürfnisse der Strahllinie angepasstes Fenster ersetzt werden. Das Berillium-Fenster dient zum Schutz des Ringvakuums und ist die Grenze zwischen dem HV/UHV innerhalb der Strahllinie

( $1 \cdot 10^{-9}$  mbar) und dem Monochromator, in welchem der Druck zwischen  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar und dem Atmosphärendruck von ca. 1 bar liegen kann (Lage s. Abb. 3.10 a)). Trotz der Gefahr, die bei einem Bruch des Fensters ausgeht (Be-Staub ist giftig), überwiegen die Vorteile von Berillium. So hat das Fenster für Röntgenstrahlung im niederenergetischen Bereich eine sehr gute Transmission im Vergleich zu anderen Materialien, bei gleichzeitiger Strahlhärte und einer hohen mechanischen Belastbarkeit [52].

**Monochromator** Der in diesem Absatz beschriebene Monochromator wurde im Rahmen der Diplomarbeit von Sebastian Szillat [52] angefertigt. Er ist in [52] ausführlich beschrieben und wurde an der Strahllinie BW1 an DORIS III am DESY in Hamburg getestet. Hier werden nur die wichtigsten Parameter des Monochromators dargestellt.

Da durch die Hüttenwand der Experimentierhütte die Position des Monochromators festgelegt wird und dahinter noch genug Platz für Experimente zur Verfügung stehen muss, musste der Monochromator so kompakt wie möglich aufgebaut werden. Der Monochromator besteht aus einem Edeltank mit einem Außendurchmesser von 480 mm und einer Tiefe von 380 mm inklusive des Sichtfensters [50]. Dabei ist die Strahlachse nur 195 mm von der Rückwand des Monochromators entfernt. Der Tank hat diverse Durchführungen, die für die Druckmessung, die Kühlwasserleitung, die Vakuumpumpe, etc. benötigt werden (s. Abb. 3.10 a)). Evakuiert werden kann der Tank über eine Turbomolekularpumpe TURBOVAC 151C von Oerlikon Leybold Vacuum, die zusätzlich noch mit dem Pumpstand TSU 261 von Pfeiffer verbunden ist. Das Steuergerät für die Turbomolekularpumpe ist ein Turbo Drive TD20 Frequenzwandler von Oerlikon. Der Druck im Tank wird über ein Atmion Wide Range Manometer gemessen, welches eine Kombination aus Pirani-Element und Ionisationsmanometer in der Bayard-Alpert Ausführung ist. Der Vakuumtank wird an der SAW-Seite vom Berillium-Fenster und auf der Diffraktometer-Seite von einem Kaptonfenster verschlossen, weshalb der Tank nur bis ca.  $10^{-6}$  mbar abgepumpt werden kann.

Der Monochromator besteht aus einem Channelcut-Silizium-Einkristall, dessen Reflexionsebene die Silizium (111)-Ebene ist. Die Reflektionsflächen haben einen Abstand von 10 mm, sind 25 mm breit und 60 mm (obere Fläche) bzw. 50 mm (untere Fläche) lang. Der komplette Einkristall hat eine Länge von 100 mm und ist damit sehr kompakt (s. Abb. 3.10 b)). Diese Channelcut-Geometrie hat den Vorteil, dass die Reflektionsflächen bereits intrinsisch perfekt parallele Netzebenen sind, weshalb keine aufwändige Mechanik zur Ansteuerung notwendig ist, wie es z.B. bei Monochromatoren mit mehreren Kristallen notwendig wäre, um die Reflektionsflächen genau aufeinander auszurichten. Allerdings ist bei dieser Geometrie aufgrund der geringen Flexibilität keine Unterdrückung höherer harmonischer Wellenlängen möglich, da die Reflektionsflächen nicht gegeneinander verkippt werden können. Aus Platzgründen wurde diese Geometrie gewählt. Der Kristall kann im Winkelbereich von  $7^\circ - 29^\circ$  um sein Rotationszentrum gedreht werden, um die Strahlenergie festzulegen. Dabei ändert sich allerdings die Po-

sition an der der monochromatische Strahl den Monochromator verlässt. Um diesen Höhenunterschied von ca. 2,36 mm, bei einer Energieänderung von 4 keV auf 16 keV, ausgleichen zu können, kann sowohl der Monochromator als auch alle weiteren Aufbauten hinter dem Monochromator in der Höhe verstellt werden. Mittlerweile ist diese Höhenkorrektur bei einem Wechsel der Energie in SPEC implementiert und erfolgt automatisch. Damit die Höhenverstellung des Monochromators erfolgen kann, ist er mittels eines flexiblen Faltenschlauches mit dem Strahlrohr verbunden und steht auf einem Tisch der mittels vier Spindelhubgetrieben von NEFF einen Gesamthub von 150 mm besitzt. In x- und y-Richtung kann der gesamte Monochromator um maximal 1 cm manuell verschoben werden.

Die abzuführende Wärmelast auf dem Monochromatorkristall im Normalbetrieb (Strahlgröße  $2 \cdot 25 \text{ mm}^2$ , Strahlstrom  $I = 130 \text{ mA}$ , Strahlenergie  $E = 1,5 \text{ GeV}$  und einer Leistungsdichte von  $110 \frac{\text{W}}{\text{mrad}^2}$  im asymmetrischen Mode des SAW) wurde von Szillat auf 11,4 W bestimmt, wobei der Kristall bei einem Einfallswinkel von  $29^\circ$  steht und eine Fläche von  $0,2 \cdot 2,5 \text{ cm}^2$  beleuchtet wird. Um diese Wärmelast abzuführen, liegt der Kristall auf einem Kupferblock, der mit Wasser gekühlt wird. Die Wärmeleitung zwischen Kristall und Kupfer im Vakuum wird durch die Verwendung des Kontaktmittels Gallistan erhöht. Um diese Wärmelast abzuführen wurde von Szillat ein minimaler Volumenstrom von  $0,16 \frac{1}{\text{min}}$  berechnet, empfiehlt aber einen Durchfluss von  $4 \frac{1}{\text{min}}$  um in den Bereich der turbulenten Strömung zu kommen. In der Praxis hat sich jedoch gezeigt, dass  $4 \frac{1}{\text{min}}$  zu Vibrationen des Kristalles führen, weshalb der Durchfluss auf  $2,5 \frac{1}{\text{min}}$  beschränkt wurde.

Die Energieauflösung des Monochromators liegt in der Größenordnung  $\frac{\Delta E}{E} = 10^{-4}$ . Die Energie der Röntgenstrahlung kann in SPEC über den Befehl "mono" geregelt werden.

**EXAFS Tisch** Der EXAFS Tisch wurde während der Diplomarbeit von Sebastian Szillat geplant und gebaut [52]. Er besteht aus Bosch Retroth  $50 \cdot 50 \text{ mm}^2$  Profilen und kann genauso, wie der Monochromator-Tisch über vier NEFF Spindelhubgetriebe in der Höhe verfahren werden. Momentan ist er mit einem 80 cm langen X95 Profil ausgestattet, dieses kann aber durch ein bis zu 190 cm langes Profil ersetzt werden, wenn das Diffraktometer zur Seite geschoben wird. So sind auch spezielle XAFS Aufbauten möglich. Auf diesen Profilen können modular unterschiedliche Aufbauten ermöglicht werden. So können hier die Blendensysteme S1 und S2, die Absorberbox, bis zu drei Ionisationskammern und für EXAFS Experimente auch die Probe montiert werden. Ein möglicher Aufbau ist in Abbildung 3.11 gezeigt.

Die Blendensysteme sind von JJ X-RAY und können sowohl in x- als auch in z-Richtung<sup>2</sup> gefahren werden. Mit den Motoren s1t (t - top - oben), s1b (b - bottom

<sup>2</sup>Die x-, y- und z- Richtung sind dabei wie folgt definiert: y - parallel zur Strahlrichtung, z - Höhe, x- senkrecht dazu, in Richtung Hüttentür zeigend.

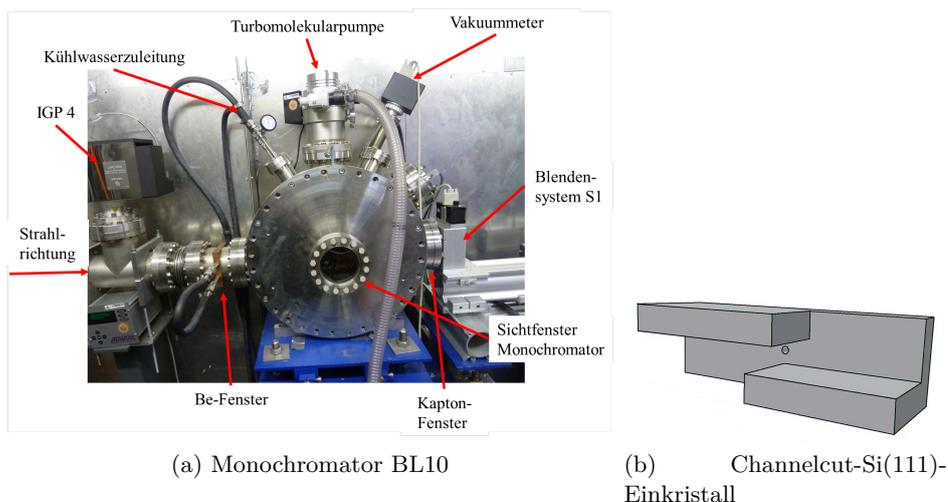


Abbildung 3.10: a) Monochromatortank und dessen Anschlüsse. b) Form des Channelcut-Silizium-Einkristalls. Nach [52]. In beiden Abbildungen verläuft die Strahlrichtung von links nach rechts.

- unten), s1l (l - left- links, Wandseite), s1r (r - right - rechts, Türseite) können die einzelnen Motoren der Blende S1 angesteuert werden. Es ist aber auch möglich bei einer konstanten Schlitzweite über s1ho, s1vo das horizontale (h), bzw. vertikale (v) Offset (o) zu verfahren. Sind die Schlitzre bereits richtig positioniert, aber die Schlitzweite (g - gap - Spalt) stimmt noch nicht, so kann diese über s1hg, bzw. s1vg vergrößert oder verkleinert werden. Die andere Blende lässt sich ebenso steuern. Normalerweise befindet sich S1 direkt hinter dem Monochromator und definiert die Strahlgröße am Probenort und S2 befindet sich am Ende des EXAFS Tisches um die Streustrahlung zu reduzieren (s. Abb. 3.11).

Für die Messung des einfallenden Photonenflusses stehen drei Ionisationskammern mit zwei verschiedenen Längen (15 cm und 30 cm) zur Verfügung. Diese können mit unterschiedlichen Gasen gefüllt werden, z.B. mit Helium, Stickstoff, Argon oder Krypton.

Die Hochspannungsversorgung der Ionisationskammern erfolgt über die H.V. Power Supply, Model 3102D von CANBERRA. Der durch die Ionisation erzeugte Strom wird vom Computer ausgelesen, nachdem er durch die 428 Current Amplifier (KEITHLEY) verstärkt wurde.

Um die zu untersuchenden Proben, bzw. die Detektoren vor Strahlungsschäden zu schützen wurde eine Absorberbox eingebaut. Die verfügbare Absorberbox ist von XIA LLC und mit drei Absorbern und einem Fastshutter (Nr. 1 auf der Steuereinheit) ausgestattet. Zum Fahren der Folienträger wird Druckluft benötigt. Die Folienträger werden über die Kontrolleinheit PFCU-4 von XIA gesteuert. Dabei kann eine maximale Strahlgröße von  $20 \cdot 20 \text{ mm}^2$  die Folienträger passieren. Da der Strahl an BL10 nach dem Monochromator aber maximal eine Strahlgröße von 4 mm Höhe und 22 mm Breite hat, ist dies völlig ausreichend. Die Dicken der Aluminiumabsorber betragen ca.  $1100 \mu\text{m}$ ,

500  $\mu\text{m}$  und 400  $\mu\text{m}$ .

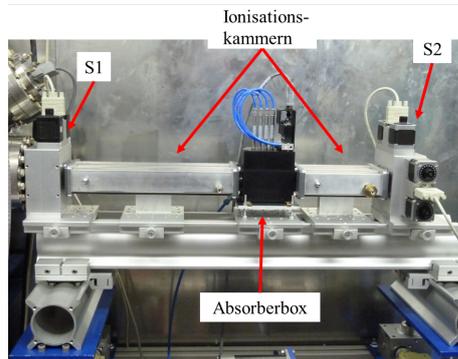


Abbildung 3.11: Möglicher Aufbau des EXAFS Tisches. Zu sehen sind die Blenden S1 und S2, zwei Ionisationskammern und die Absorberbox mit integriertem Fastshutter.

**Polykapillare** Da es an der BL10 keine strahlfokussierenden Optiken gab, wurde eine Polykapillare zur Strahlfokussierung vom IFG Institute for Scientific Instruments hergestellt. Dabei musste ein Kompromiss zwischen Fokussierung und der räumlichen Bewegbarkeit der Probe, diese sollte zumindest in  $\omega$  nicht zu stark eingeschränkt werden, gefunden werden. Die Kapillare hat einen Abstand von 210 mm, gemessen ab dem Ausgang der Kapillare, zur Probe und besitzt einen Eingangsdurchmesser von 7,7 mm. Die Steigerung der Flussdichte (Gain Intensity) am Ort der Probe, die mit einer 10  $\mu\text{m}$  grossen Lochblende am Fokuspunkt der Linse gemessen wurde im Vergleich zur Flussdichte, des direkten Strahls durch eine 10  $\mu\text{m}$  grosse Lochblende, liegt bei 9. Die Fokusgröße ist von der eingestellten Energie abhängig und beträgt für 5 – 7,5 keV, 900  $\mu\text{m}$ , für 7,5 – 10 keV, 920  $\mu\text{m}$  und für 10 – 15 keV, 800  $\mu\text{m}$  [65]. Die Kapillare hat einen Durchmesser von 10 mm und eine Länge von 117,3 mm [66]. Damit ist sie sehr kompakt (s. Abb. 3.12). Der für die Einjustage der Kapillare gekaufte Justageturm mit



Abbildung 3.12: Polykapillare, Intensity Gain 9, Fokusgröße zwischen 800 – 920  $\mu\text{m}$ , 210 mm vom Kapillarenausgang entfernt.

möglichen Bewegungen in x-, y, z- Richtung und den jeweiligen Rotationen um diese Achsen ist mit seinen Abmessungen von 218 mm Durchmesser und einer Höhe von 296,5 mm nicht sehr kompakt und führt dazu, dass das Diffraktometer in  $\omega$  nur um maximal 5° in negative Richtung verfahren werden kann. Ein Foto der Halterung und des Justageturmes ist in Abbildung 3.13 zu sehen. Dieser kann direkt am X95 Profil am EXAFS-Tisch befestigt werden. Diese Halterung wurde im Rahmen dieser Arbeit entworfen und die Konstruktionszeichnungen dazu befinden sich im Anhang (s. Abb. B1 und B2) dieser Arbeit.

Leider ist es bis zu diesem Zeitpunkt noch nicht möglich gewesen die Kapillare im Strahl einzujustieren.

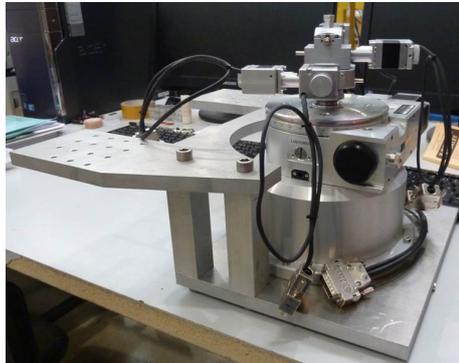


Abbildung 3.13: Justageturm für die Polykapillare mit Halterung, die am Ende des EXAFS Tisches direkt am X95 Profil angebracht werden kann.

**Diffraktometer** Das an dieser Strahllinie eingesetzte Diffraktometer ist ein 4-Kreis-Goniometer in Kappa-Geometrie von Huber (Rimsting, Deutschland; s. Abb. 3.14). Es lässt folgende Rotationen zu: Drehung der Probe um  $\omega$ ,  $\kappa$  und  $\varphi$  und Verstellung des Detektorarms in  $2\theta$  (s. Abb. 3.14). Dabei beträgt die Winkelauflösung in etwa  $0,001^\circ$ . Das Diffraktometer kann mit den Motoren "stagex" bzw. "stagez" um  $\pm 25$  mm entlang der x- bzw. z-Achse bewegt werden. Die Definitionen der Raumrichtungen ist in Abbildung 3.14 a) gezeigt. Mit der am Kappaarm angebrachten Verstellung kann die Probe manuell um  $\pm 20$  mm bewegt werden. Gegenüber des Kappaarmes ist am  $\omega$ -Kreis noch ein manuell in der Höhe verstellbarer Tisch angebracht, auf dem diverse Aufbauten bis ca. 10 kg montiert werden können. Da die Experimentierhütte sehr eng ist, wurde das Diffraktometer auf Schienen gelagert um es entlang der x-Achse komplett aus dem Strahlengang zu fahren. Dies eröffnet die Möglichkeit z.B. das Profil auf dem EXAFS-Tisch zu verlängern um andere Aufbauten realisieren zu können. Desweiteren besteht die Möglichkeit höhere Aufbauten zu realisieren. Mit Diffraktometer im Strahlengang beträgt die maximale Höhe für den Unteraufbau ca. 50 cm, falls der bewegliche Tisch benutzt wird. Oberhalb des Strahles ist wegen des Kappaarmes kaum Platz. Dieses Hindernis wäre mit dem verschobenen Diffraktometer zu überwinden.

Der Detektorarm bietet genug Platz um vor dem Detektor noch eine Ionisationskammer oder einen weiteren Schlitz zu befestigen. Der mit dem Pilatus 100k größte mögliche Abstand zwischen Probe und Detektor beträgt momentan 48 cm, könnte aber mit einer etwas anderen Befestigung des Detektors um weitere 2 – 3 cm vergrößert werden. Das ist aber das absolute Maximum, da die Hüttenwand die Detektorbewegung einschränkt.

Zur einfacheren Justage der Proben im Drehzentrum des Diffraktometers ist innerhalb der Drehachse des  $\omega$ -Kreises ein Mikroskop angebracht, welches jedoch vor Bewegungen des Kappaarmes demontiert werden muss.

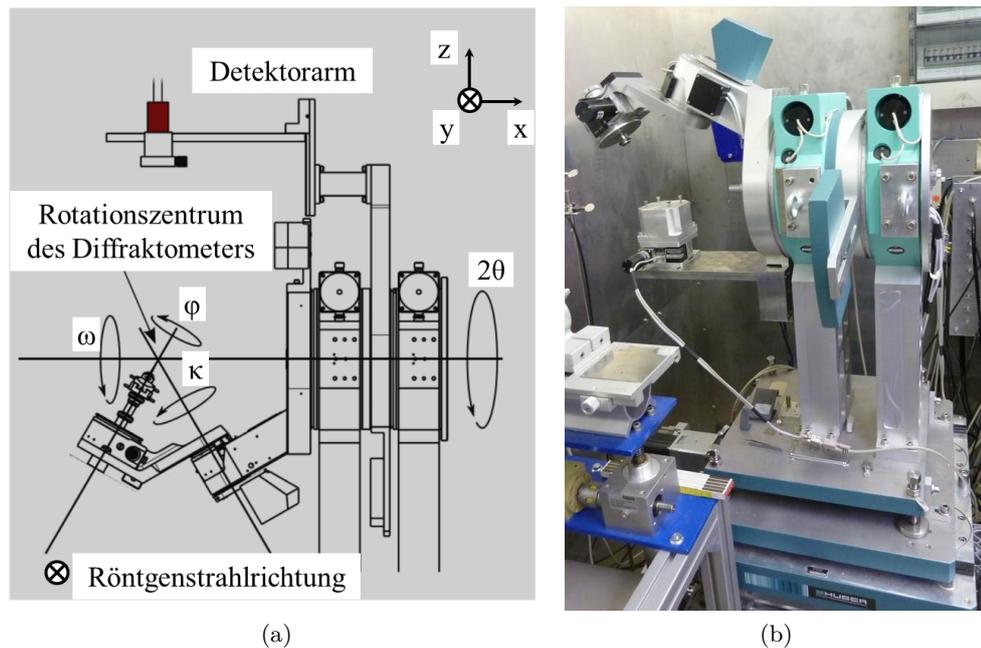


Abbildung 3.14: Vierkreis-Diffraktometer in Kappa-Geometrie an BL10. a) Skizze nach [67] mit Definition der drei Raumrichtungen. b) Foto des eingebauten Diffraktometers.

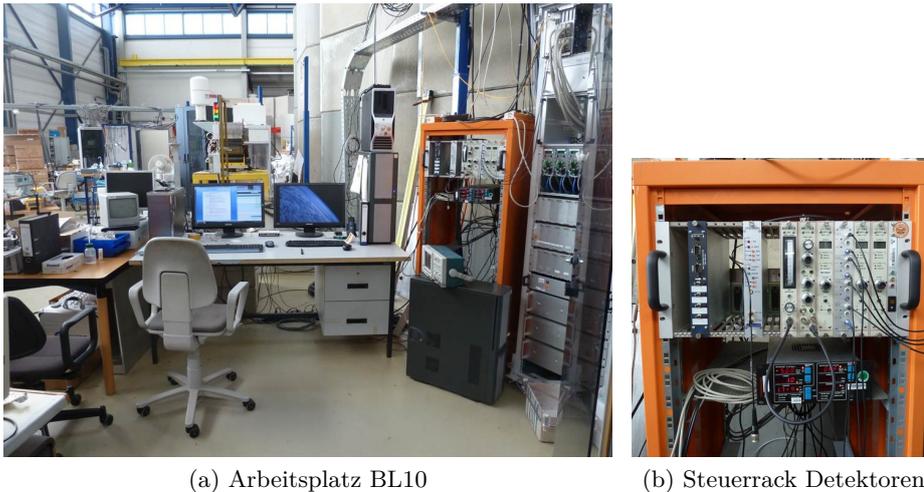
**Detektoren** Mehrere Detektoren stehen an der Strahllinie BL10 zur Auswahl. Je nach Art des Experiments kann ein Scintillationszähler von Scionix, eine Avalanche Photodiode von FMB Oxford, ein PIPS (engl. Abkürzung für Passivated Implanted Planar Silicon) von CANBERRA, eine Silicon Drift Diode mit Vielkanalanalysator von Amptek (Bezeichnung XR-100SDD/PX4) oder ein Pilatus 100k von Dectris eingesetzt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde fast ausschließlich mit dem Pilatus 100k gemessen. Die Pixelgröße des Pilatus beträgt  $172 \mu\text{m} \cdot 172 \mu\text{m}$  und er besitzt 195 mal 487 Pixel. Er kann in einem Energiebereich zwischen 3 – 30 keV eingesetzt werden und besitzt eine Energieauflösung von 500 eV [68]. Der Detektor mit der aktiven Fläche ist in Abbildung 4.8 zu sehen. Außerdem steht noch eine Kamera in der Experimentierhütte um Experimente während der Messung direkt zu beobachten.

### 3.3.4 Arbeitsplatz

Der Arbeitsplatz der Strahllinie BL10 liegt auf der Westseite der DELTA-Halle nördlich von der Strahllinie BL11. Der Arbeitsplatz besteht aus drei Computern und den Steuerracks zur Kontrolle der Strahllinie und dem Motorenrack. Der Arbeitsplatz ist in Abbildung 3.15 a) zu sehen. Auf dem Steuerrechner der Strahllinie ist SPEC [69] installiert. Mit dieser Software werden die Motoren entlang der Strahllinie angesteuert. Der Pilatus 100k Rechner wird über den Steuerrechner angesprochen.

Abbildung 3.15 b) zeigt das Rack, in dem sich die Stromversorgung der Ionisations-



(a) Arbeitsplatz BL10

(b) Steuerrack Detektoren

Abbildung 3.15: a) Arbeitsplatz der BL10 mit Arbeits- und Steuerrechner und Computer zur Kontrolle des Pilatus 100k; b) Steuerrack für die Absorberbox, den Scintillationszähler und die Ionisationskammern.

kammern (erster, zweiter und vierter Einschub von rechts) befinden. Mit dem dritten Einschub von rechts können die Offsets der Grundverstärkung für die Ionisationskammern eingestellt werden. Ganz links befindet sich die Steuereinheit für die Absorberbox, wobei 1 der Fastshutter ist und 2 bis 4 die Absorber in absteigender Reihenfolge. Der erste Absorber (2) ist der stärkste und der letzte Absorber (4) der schwächste. Der zweite Einschub von links wird für die Avalanche Photodiode verwendet und die mittleren beiden für den Scintillationszähler. Unterhalb dieser Einschübe befindet sich das Steuergerät für die IGP4. Das Motorrack (s. Abb. 3.16 a)) ist für die Stromversorgung der Motoren notwendig und beinhaltet alle Motorendstufen. Außerdem beinhaltet es die Schnittstelle zwischen Steuerrechner und den Detektoren (Einschub oben links).

Das Steuerrack in Abbildung 3.16 b) beinhaltet die SPS für den Personenschutz und die Ventilsteuerung. Von oben nach unten beinhaltet es 1. die Steuereinheit für die Schnellschlussklappe, 2. das Sprachmodul für die Warnung vor dem Öffnen des BS, 3. die Hauptrelaiskarte (HRK), 4. das Frontpanel zum Absuchen und Fahren von BS und PA (dahinter befindet sich die PSS SPS), 5. die beiden Frontpanels für die Ventilsteuerung mit dazugehöriger VCS SPS dahinter, 6. die Vakuumanzeigen, sowohl von den IGPs als auch den Pirani Messsonden, 7. den NPort, 8. die Relaisbox zur galvanischen Trennung der BL10 SPS von der SPS des Kontrollraumes und dem PA, und 9. die Steuergeräte für die IGP1 bis IGP3.

### 3.4 Ventilsteuerung und Personeninterlock

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Strahllinie BL10 größtenteils verkabelt und die Programmierung für die Ventilsteuerung und das sicherheitsrelevante Personeninterlocksystem durchgeführt. Die Programmierung erfolgte mit dem Programm simatic STEP



(a) Motorrack (b) Steuerrack PSS und VCS

Abbildung 3.16: a) Motor- und b) Steuerrack der Strahllinie. Über das Motorrack, werden die Motoren entlang der BL10 mit Strom versorgt und das Steuerrack ist für PSS und VCS zuständig.

7 (Version V5.4) von Siemens. Diese Programme wurden dann auf die speicherprogrammierbare Steuerung (SPS) aufgespielt, welche die Komponente ist, die die Software mit den Hardwarekomponenten der Strahllinie verknüpft. Die Programmierung besteht aus logischen UND und ODER Verknüpfungen, welche die SPS mit Ein- bzw. Ausgängen verknüpft. Es gibt zwei SPS, eine für die Ventilsteuerung und die Kontrolle des Vakuums (VCS, engl. Abkürzung für Vacuum Control System) und eine SPS für die Steuerung der sicherheitsrelevanten Bauteile und des Personeninterlocks (PSS, engl. Abkürzung für Personal Safety System). Außerdem kommuniziert diese SPS über die Relaisbox mit dem DELTA Kontrollraum und fragt den Status der Hauptrelaiskarte (HRK) ab. Auf die eben erwähnten Komponenten soll im folgenden näher eingegangen werden.

### 3.4.1 Speicherprogrammierbare Steuerung

Die oben schon erwähnte speicherprogrammierbare Steuerung verbindet die Software mit den Hardwarekomponenten der Strahllinie. Dazu sind verschiedene Module mit Ein- und Ausgängen notwendig, welche in den folgenden Tabellen sowohl für die VCS SPS (siehe Tab. 3.1), als auch für die PSS SPS (s. Tab. 3.2) aufgeführt sind. Die Module der SPSen mit den Eingängen werden mit DI bezeichnet, die mit den Ausgängen mit DO. Die Zahlen dahinter bezeichnen die Anzahl der Ein- bzw. Ausgänge mit der entsprechend ausgegebenen/ benötigten Spannung von 24V Gleichstrom, bzw. die Relais mit 230V Wechselstrom.

VCS	Beschreibung	Produktnummer
PS 307	5A	307-1EA00-0AA0
CPU 314	Simatec S 7-300 V1.0	314-1AE04-0AB0
SM 321	DI 32xDC24V	321-1BL00-0AA0
SM 322	DO 32xDC24V/0,5A	322-1BL00-0AA0
SM 322	DO 32xDC24V/0,5A	322-1BL00-0AA0
SM 322	DO 8x REL. AC 230V	322-1HF01-0AA0
SM 323	DI 16 / DO 16xDC24V	323-1BL00-0AA0

Tabelle 3.1: Bestandteile der SPS zur Steuerung der Ventile und Kontrolle des Vakuums.

PSS	Beschreibung	Produktnummer
PS 307	5A	307-1EA00-0AA0
CPU 314	V1.0	314-1AE04-0AB0
SM 321	DI 32xDC24V	321-1BL00-0AA0
SM 322	DO 32xDC24V/0,5A	322-1BL00-0AA0
SM 322	DO 8x REL. AC 230V	322-1HF01-0AA0
SM 323	DI 16 / DO 16xDC24V	323-1BL00-0AA0

Tabelle 3.2: Bestandteile der SPS zur Steuerung des Personeninterlocks.

### 3.4.2 STEP 7

Die Software von Siemens simatic STEP 7 verknüpft die Ein- und Ausgänge der SPS durch logische Verbindungen. Benutzt wurde als Programmiersprache die Anweisungsliste, die sehr maschinennah ist, jedoch textbasiert [70]. In den Programmen zur Ventilsteuerung und zum Personenschutz wurden folgende Befehle benutzt (s. Tab. 3.3). In der Tabelle steht die Abkürzung VKE für Verknüpfungsergebnis.

In der Symboltabelle werden zusätzlich noch folgende Abkürzungen verwendet.

M - MERKER

T - TIMER

E - Eingang

A- Ausgang

Dank der in der Symboltabelle zugewiesenen Namen für die einzelnen Ein- und Ausgänge, ist es möglich innerhalb des SPS-Programmes direkt mit Namen zu arbeiten. Die SPS-Programme bestehen aus einem Organisationsbaustein (OB), der das darin enthaltene Programm zyklisch abarbeitet und mehreren Funktionen (FC). So besteht das Programm für die PSS aus einem OB und vier FC, z.B. die Absuchprozedur der Experimentierhütte oder das Fahren von PA und BS und die VCS aus einem OB und 8 FC, z.B. Statusabfrage der Ventile und deren Freigaben an die PSS.

Die kompletten Programme zur Steuerung und die Symboltabellen der VCS und PSS

Befehl	Bedeutung
U	"UND", beide Bedingungen müssen erfüllt sein
O	"ODER", nur eine der beiden Bedingungen muss erfüllt sein
UN	"UND NICHT", ist die erste Bedingung wahr und die zweite nicht, dann...
ON	"ODER NICHT", ist die erste Bedingung erfüllt oder die zweite nicht, dann ...
R	"RESET", setzt die Variable/Merker zurück
S	"SETZE", setzt die Variable/Merker auf einen bestimmten Wert
SPBN	bedingte Sprungmarke, überspringt Programmteile bei VKE=0
\\	Zeilen sind auskommentiert
L	"LOAD", lädt z.B. einen Timer/ Zähler
BE	Bausteinende
SV	Zeit als verlängerter Impuls, startet, wenn VKE von 0 auf 1 wechselt, läuft weiter wenn VKE=0
SE	Zeit als Einschaltverzögerung, startet wenn VKE von 0 auf 1 wechselt, gilt solange VKE=1
SI	Zeit als Impuls, startet, wenn VKE von 0 auf 1 wechselt, gilt solange VKE=1
CALL	Bausteinanruf
X	"EXCLUSIVES ODER", ungerade Anzahl an Operanden muss 1 sein, damit VKE=1
CLR	"CLEAR", setzt VKE auf 0 zurück
=	Zuweisung, wenn bestimmte Bedingungen erfüllt sind, setzt es Variable auf bestimmten Wert
SPB	bedingte Sprungmarke, springt, wenn VKE=1

Tabelle 3.3: In den SPS-Programmen benutzte Befehle [71].

SPS der BL10 sind im Anhang zu finden. Die Programmierung der VCS und PSS Programme ist an die Programme der VCS Steuerung der BL8 und die PSS Steuerung der BL1 und BL8 angelehnt und wurde auf die Steuerung der BL10 angepasst.

### 3.4.3 Ventilsteuerung

Was die VCS SPS steuert und welchen Status die einzelnen Komponenten der BL10 haben, kann auf dem Ventilsteuerungs Panel am Steuerungs rack der Strahllinie abgelesen werden (s. Abb. 3.17). Von den sicherheitsrelevanten Komponenten, wie z.B. dem Photonabsorber, dem Schnellschlussventil und dem Beamshutter, wird auf diesem Panel nur der Status angezeigt. Sind die Komponenten geschlossen, so leuchtet eine rote LED, sind sie geöffnet zeigt dies eine grüne LED an. Ob die Freigabe für eine Komponente vorliegt wird durch eine zweifarbig LED angezeigt. Ist sie grün, liegt die Freigabe vor, bei rot nicht. Die VCS SPS fragt die Drücke (M1 bis M4) in den einzelnen Segmenten der Strahllinie ab und gibt das "Vakuum Freigabe" Signal an die PSS SPS, wenn alle Drücke in Ordnung sind, d.h. wenn von höheren Drücken her kommend

der untere Schwellenwert von  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar erreicht wird und dann bis zu dem oberen Schwellenwert von  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar aufrecht erhalten wird. Ist der Druck in einer Sektion in Ordnung, so leuchtet die grüne LED, sonst die rote. Auf diesem Panel werden zudem noch die Statusmeldungen der Wasserwächter (WW) und des Kühlwassers für den Beamshutter (BS), den Kippabsorber (KA) und den Monochromator (MC) mit dem Berilliumfenster angezeigt. Sind die Drücke vor und hinter den Ventilen in Ordnung

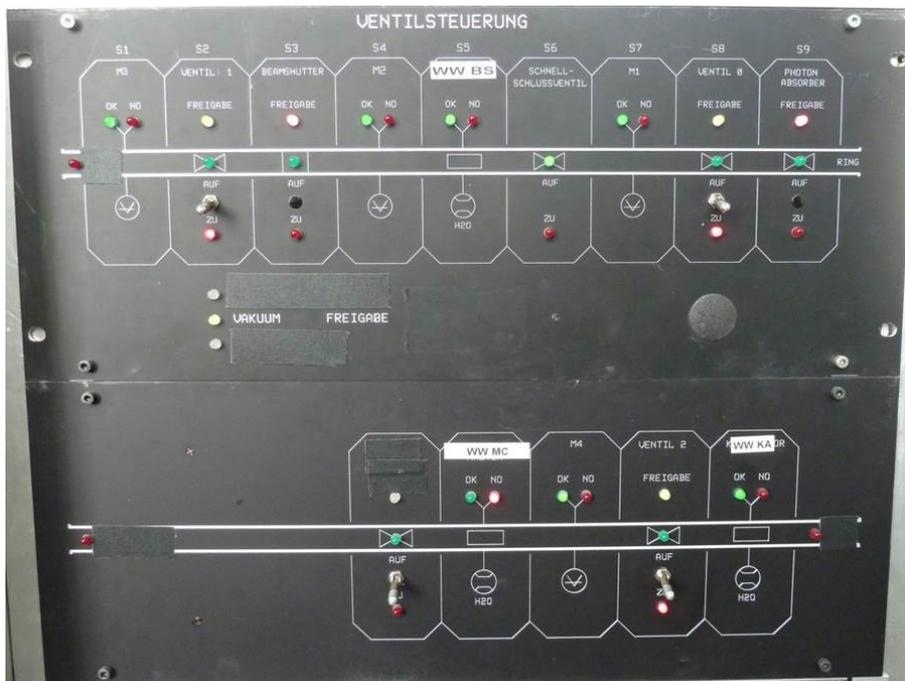


Abbildung 3.17: Ventilsteuerungs Panel der Strahllinie BL10.

und die Lagemeldungen der Ventile zeigen den selben Status an, wie die Schalter, dann kann das entsprechende Ventil mit dem entsprechenden Schalter am Ventilsteuerungs Panel der BL10 geöffnet werden. Sind alle Ventile geöffnet, so wird das Signal "Ventile ok" an die PSS SPS weitergegeben. Das Ventil V0 kann geöffnet werden, sobald die Vakuumfreigabe vom Kontrollraum gegeben wurde, also "Vac\_before\_V0" in Ordnung ist und auch der Druck auf der Seite der Strahllinie stimmt, dann liegt die Freigabe für dieses Ventil vor. Das komplette Programm zur Steuerung der VCS SPS ist im Anhang zu finden.

#### 3.4.4 Personenschutz

Die PSS SPS ist für den Personenschutz verantwortlich. Über diese SPS kann bei Vorlage der nötigen Freigaben des DELTA Kontrollraumes und des OK Signals der Hauptrelaiskarte (HRK) der Beamshutter und der Photonabsorber geöffnet werden. Mit dem Hauptschlüssel kann an dieser SPS die komplette Steuerung der Strahllinienkomponenten ausgeschaltet werden. Zusammen mit der HRK wird das Personeninterlock gesteuert. Die SPS kommuniziert über die Relaisbox (diese dient der galvanischen Trennung

der Signale der Strahllinie von denen des Kontrollraums) mit dem Kontrollraum. So bekommt sie vom Kontrollraum die Freigaben für das Ventil V0 und für den Beamshutter und gibt selbst das "BL OK" Signal, wenn die Strahllinie in einem sicheren Zustand ist, bzw. das Selbsthaltungssignal des BS weiter, falls dieser geöffnet ist. Zu dem wird von der gemeinsamen Optik Hütte der Strahllinien BL8, BL9 und BL10 das Signal abgefragt, ob das Interlock dieser Hütte gesetzt ist. Das Frontpanel zur Steuerung des Personeninterlocks und die Hauptrelaiskarte sind in Abbildung 3.18 gezeigt.



Abbildung 3.18: Frontplatte zur Steuerung des Personeninterlocks der Strahllinie BL 10 und Hauptrelaiskarte (oben).

Die Hauptrelaiskarte ist eine Standardkomponente bei DELTA und besteht aus 20 Relais, deren Status durch rote bzw. grüne LEDs angezeigt wird. Sie kontrolliert die wichtigsten Signale, die für ein sicheres Betreiben der Strahllinie nötig sind. Die erste LED (orange) ganz links zeigt den Status des Hauptschlüssels an. Die ersten acht Relais von links sind für die Anzeige von 1. Interlock OK, 2. Not-Aus-Taster Frontpanel, 3. Türkontakt, 4. Not-Aus Hüttentür, 5. Not-Aus innerhalb der Hütte, 6. Lichtschanke, 7. Freigabe HRK SAW0 und 8. Selbsthaltung SAW0, wobei die letzten beiden 24V Signale durch ein Relais von der SPS von SAW0 galvanisch getrennt sind. Die anderen Relais werden nicht gebraucht und sind deshalb überbrückt. Bei angezogenem Relais leuchtet die entsprechende LED grün und wenn alle Relais angezogen sind, so gibt die HRK ein 24V Signal aus, welches das "Status OK" Signal der BL10 ist. Dieses Signal wird von der PSS SPS für die BS Freigabe benötigt und wird in der Selbsthaltungsschaltung des BS verwendet.

Das Frontpanel zur Steuerung des Personeninterlocks der BL10 besteht aus dem Hauptschlüssel, der die beiden SPS zur Steuerung der Strahllinie außer Funktion setzt, einem roten Pilztaster, mit Not-Aus-Funktion, Tastern zur Steuerung des BS und des PA und

zum Setzen des Interlocks und mehreren Status LEDs.

Die LEDs können sowohl grün als auch rot leuchten, wobei grün für "alles in Ordnung" steht. Die LEDs für Ventile und Vakuum leuchten grün, wenn das entsprechende Signal von der VCS SPS vorliegt. Die LEDs für Kühlwasser und Wasserwächter sind von links nach rechts für den BS, den Monochromator und den Kippabsorber. Die Freigaben durch den Kontrollraum werden oben rechts angezeigt für den BS und für das Ventil V0 (VAK). Ist bei der gemeinsamen Optik Hütte von BL8, BL9 und BL10 das Interlock gesetzt, so leuchtet die LED "Interlock SAW 0" grün. Ist das Interlock der Experimentierhütte von BL10 gesetzt so wird dies durch die LED "Interlock gesetzt" angezeigt. Für einen zukünftigen Frequent Injection Mode (FIM) bei DELTA gibt es am Frontpanel bereits eine Status LED. Direkt darunter befindet sich die Anzeige für die Injektion. Für die Freigaben für BS und PA müssen diverse Kriterien erfüllt sein, die bereits bei den jeweiligen Komponenten im Kapitel 3.3.1 erwähnt wurden. Liegen diese Freigaben vor, so kann man über den grünen Taster die jeweilige Komponente öffnen, dieser Taster leuchtet grün sobald die Komponente ganz geöffnet ist. Über den roten Taster lässt sich die entsprechende Komponente wieder schließen (dieser leuchtet bei geschlossener Komponente rot).

Liegt die Freigabe für den Beamshutter vor, so wird er nicht unmittelbar nach betätigen des Drucktasters am Frontpanel geöffnet. Es wird zunächst eine 15-sekündige Vorwarnzeit geschaltet, in der die Blitzlampe außerhalb und innerhalb der Hütte leuchtet und innerhalb und außerhalb der Hütte die Ansage: "Achtung, Beamshutter BL10 öffnet. Attention, Beamshutter BL10 is opening." wiederholt wird. In dieser Zeit hätte eine bei der Absuchprozedur in der Hütte vergessene Person noch Zeit genug um das Interlock zu brechen, beispielsweise durch Drücken eines Not-Aus-Tasters innerhalb der Hütte, Öffnen der Hüttentür oder Durchbrechen der Lichtschranke. Erst danach wird der Beamshutter geöffnet und das Sperrbereichstableau außerhalb der Hütte und die Lampe "Beamshutter" innerhalb der Hütte angeschaltet. Der Drucktaster am Frontpanel leuchtet erst grün, wenn der Beamshutter die Lagemeldung auf erreicht hat und komplett geöffnet ist. Sollte der BS die Lagemeldung auf nicht innerhalb von 20 Sekunden erreichen, dann schließt er automatisch wieder. Während der BS geöffnet ist, ist der Drucktaster zum Öffnen der Hüttentür außer Betrieb gesetzt. Nach Schließen des BS ist eine weitere Wartezeit von 5 Sekunden vorgesehen, bevor der Türöffner wieder in Betrieb genommen wird. Wird der BS geöffnet, wenn alle nötigen Freigaben vorliegen, dann wird das Relais in der Relaisbox für die Selbsthaltung angezogen. Dieses gibt dann ein 24V Signal an den Kontrollraum weiter, welches bedeutet, dass die BL10 in einem sicheren Zustand ist und bleibt solange angezogen, bis das 24V Signal der HRK wegfällt, weil z.B. das Interlock gebrochen wird. Wird das Interlock gebrochen, während der BS geöffnet ist, bedeutet das, dass die BL10 in einem unsicheren Zustand ist und deshalb der Strahl im Ring vom Kontrollraum aus gedumpt wird. Es fällt aber auch weg, wenn nach Schließen des BS die Hüttentür geöffnet wurde. So ist sicher-

gestellt, dass der BS nicht ohne erneutes Absuchen der Hütte wieder geöffnet werden kann. Eine genau Beschreibung, wie die Selbsthaltung funktioniert und eine Skizze des dazugehörigen Schaltkreis findet sich in [55].

### 3.5 Tests zur Abnahme der Strahllinie

Damit die finale Abnahme der Strahllinie BL10 am 11.11.2011 erfolgen konnte, mussten im Vorfeld diverse Tests durchgeführt werden. So musste das Interlocksystem diversen Tests unterzogen werden: Vom Setzen des Interlocks bis zum Interlockbruch und Test der Not-Aus-Funktionen. Dies erfolgte zunächst bei geschlossenem BS. Nachdem diese Tests abgeschlossen waren, konnten im Beisein des Strahlenschutzbeauftragten und permanenten Messungen der Streustrahlung die einzelnen Komponenten der Strahllinie mit dem Röntgenstrahl ausgeheizt werden und weitere Tests vollzogen werden. In Abbildung 3.19 ist der Test der einzelnen Not-Aus-Funktionen bei geringem Strahlstrom zu sehen. In Abbildung 3.19 sind die Drücke an einzelnen Positionen entlang

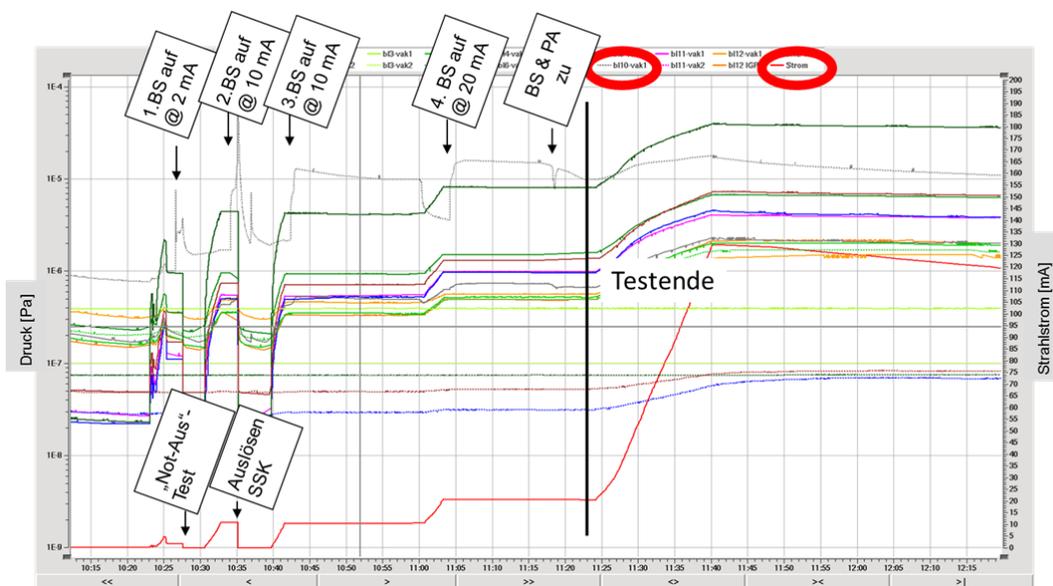


Abbildung 3.19: Test der einzelnen Not-Aus-Funktionen an BL10.

des Speicherringes abgebildet, wobei hier die oberste gepunktete schwarze Linie den Druckverlauf am Frontend der BL10 wiedergibt. Die durchgezogene rote Linie ganz unten gibt den Verlauf des Strahlstromes an. Zunächst wurde am 14.10.2011 der BS bei 2 mA Strahlstrom geöffnet, zu sehen am ersten Druckanstieg, und die Not-Aus-Funktion getestet. Nachdem dadurch der Strahl erwartungsgemäß gedumpt wurde, konnte mit dem Ausheizen der Komponenten hinter dem BS bei 10 mA Strahlstrom fortgefahren werden. Als nächstes folgte der Test der SSK, die dafür manuell ausgelöst wurde. Auch dieser Test wurde bestanden, was an der sofortigen Vernichtung des Strahls abzulesen ist. Danach wurde der BS ein weiteres Mal bei 10 mA Strahlstrom geöffnet. Dieses Mal war der Druckanstieg nur noch moderat, weshalb der Strahlstrom auf 20 mA verdop-

pelt wurde. Auch hier zeigte sich nach dem Öffnen des BS kein auffälliger Druckanstieg mehr. Deshalb konnte dieser erste Test beendet werden und der BS und PA wurden wieder geschlossen. Auch die Messungen zur Streustrahlung außerhalb der Hütten zeigten keine Auffälligkeiten, weshalb der BS und auch die dahinter liegenden Komponenten bereits wenige Tage später (19.10.2011) bei 130 mA Strahlstrom ausgeheizt werden konnten. In Abbildung 3.20 ist ein Bild des Strahles bei 10 mA Strahlstrom innerhalb des Monochromators auf Fluoreszenzpapier zu sehen, welches mit der Kamera innerhalb der Experimentierhütte aufgenommen wurde. Das Fluoreszenzpapier wurde anstatt des Monochromatorkristalls eingesetzt und ist leicht gebogen. Der Kippabsorber war ganz geöffnet.

Nach dem Bestehen aller Tests, konnte am 11.11.2011 die finale Abnahme der Strahllinie erfolgen. Durch die behördliche Abnahme und die Abnahme durch den Strahlenschutz liegt die Genehmigung vor, diese Strahllinie im Nutzerbetrieb zu betreiben, sobald die Freigabe aus dem Kontrollraum vorliegt.



Abbildung 3.20: Erster Strahl in der Experimentierhütte. Gezeigt ist das Strahlprofil innerhalb des Monochromators auf einem Fluoreszenzpapier.

## 3.6 Strahlcharakterisierung

Die Strahlcharakterisierung wurde mit dem Pilatus 100k Detektor auf dem EXAFS-Tisch durchgeführt. Zusätzlich wurde der Photonenfluss am Probenort, bei unterschiedlichen Energien, mit Hilfe einer Pindiode gemessen.

### 3.6.1 Monochromator

Das Strahlprofil wurde ca. 1 m hinter dem Monochromator mit dem Pilatus Detektor aufgenommen. Der Aufbau und das zugehörige Profil sind der Abbildung 3.21 zu entnehmen. Bei dieser Messung wurde die Photonenenergie auf 9 keV eingestellt. Das Strahlprofil wurde hinter dem Monochromator mit dem Pilatus 100k aufgenommen. Dabei bestand der Aufbau hinter dem Monochromator aus Blenden um die Streustrahlung in horizontaler und vertikaler Richtung zu verringern, zu dem aus zwei Ionisationskammern, um den Strahlstrom zu messen, aber auch um den Weg durch Luft so gering

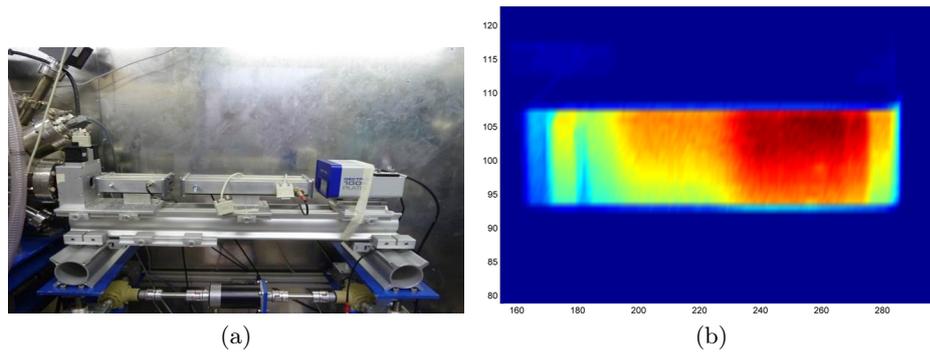


Abbildung 3.21: Erste Strahlcharakterisierung: a) Experimenteller Aufbau und b) Ausschnitt des Detektorbildes.

wie möglich zu halten (s. Abb. 3.21 a)). Wie in Abbildung 3.21 b) zu erkennen ist, war das Strahlprofil sehr inhomogen. Dies lag an einem schlecht ausgerichteten Monochromatorkristall, der scheinbar noch verkippt war. Die Größe des Strahlprofils betrug  $4 \cdot 22 \text{ mm}^2$  (vertikal  $\times$  horizontal). Die mit der Ionisationskammer gemessene Flussdichte lag bei  $5 \cdot 10^8 \frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2}$  bei 100 mA. Nach diesen Messungen wurde versucht die Einstellungen des Monochromators weiter zu optimieren, um ein homogenes Strahlprofil zu erzeugen. Diese Bemühungen waren allerdings nicht erfolgreich, da der Monochromatorkristall in sich verspannt war. Deshalb wurde letztendlich der Monochromatorkristall ausgetauscht. Bei einer Energie von  $E = 7,192 \text{ keV}$ , einem Strahlstrom von 117,3 mA und einer Strahlgröße von  $0,5 \cdot 4 \text{ mm}^2$  wurde anschließend ein Fluss von  $1,28 \cdot 10^9 \frac{\text{Photonen}}{\text{s}}$  gemessen. Das würde bei 100 mA einer Flussdichte von etwa  $5,5 \cdot 10^8 \frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2}$  entsprechen.

### 3.6.2 Am Probenort

Im Juni 2015 wurde in Kooperation mit Professor Lehmann vom Max-Planck-Institut für Kohlenforschung in Mülheim der Strahl am Probenort mit einer in x- und z-Richtung beweglichen Pindiode vermessen. Die Messungen wurden im Rahmen der Masterarbeit von Nils Nöthling an der BL10 durchgeführt [72]. Der Aufbau bestand aus zwei Blenden, zwei Ionisationskammern und der Absorberbox. Die Pindiode wurde am Kappaarm angebracht und der Strahl mit der beweglichen Pindiode abgerastert. Dies wurde für verschiedene Energien und mit verschiedenen Absorbern durchgeführt. Die Ergebnisse für die Flussdichten bei unterschiedlichen Energien und auf einen Strahlstrom von 100 mA bezogen, finden sich in folgender Tabelle 3.4.

## 3.7 Erste Messungen

Am 22.3.2012 konnten die ersten XANES Messungen an einer Kupfer-K-Kante an der BL10 durchgeführt werden. Die Kupfer-K-Kante ist in Abbildung 3.22 a) zu sehen. Das Spektrum wurde mit einer Schrittweite von 2 eV und einer Messzeit von 1 s pro Schritt

Energie [keV]	Flussdichte	$\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2}$
15,98		$2,9 \cdot 10^8$
10		$5,6 \cdot 10^8$
8,041		$3,9 \cdot 10^8$

Tabelle 3.4: Am Probenort gemessene Flussdichten [72] bezogen auf 100 mA.

aufgenommen. Weitere Messungen an anderen Proben bestätigen, dass die Energieauflösung (von weniger als 1 eV, bei den meisten Kanten zwischen 4–14 keV sogar deutlich kleiner) an BL10 für hochauflösende XANES Spektren ausreicht [50].

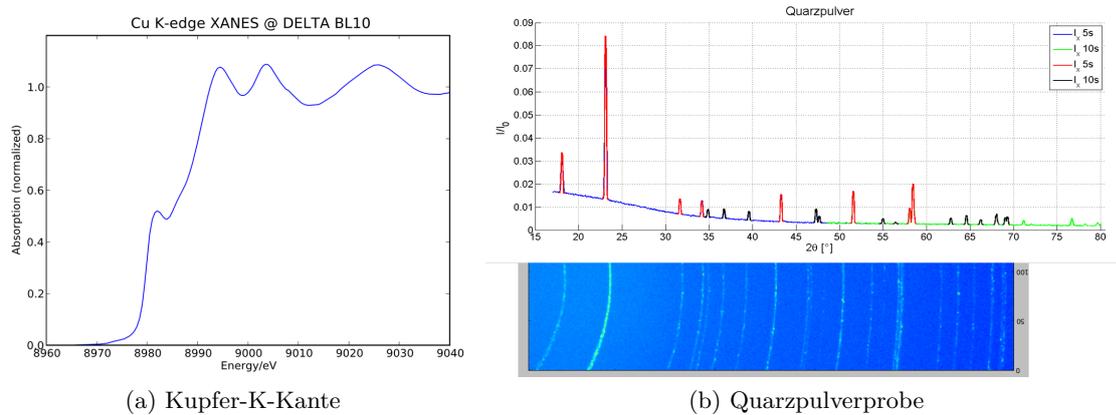


Abbildung 3.22: a) Erste XANES Messung an einer Kupfer-K-Kante an BL10; b) Erste Diffraktionsmessungen an einer Quarzpulverprobe bei 9 keV mit dem Szintillationszähler (oben, mit unterschiedlichen Zählzeiten  $t$ ) und dem Pilatus (unten, das Detektorbild wurde halbiert,  $t = 60$  s).

Darauf folgten erste Diffraktionsmessungen mit einer Quarzpulverprobe. Sowohl mit dem Pilatus, als auch mit dem Szintillationszähler wurden Diffraktionsmessungen durchgeführt (s. Abb. 3.22 b)). Der hohe Untergrund bei Winkeln bis ca.  $40^\circ$  kann auf die Streuung am Monochromator und an der Luft zurückgeführt werden. Der Pilatus hatte bei den Messungen nur einen Abstand von 80 mm zur Probe. Daraus ergibt sich beim Pilatus Detektor eine Winkelauflösung von  $0,123^\circ$ . Mittlerweile ist bei festgehaltener Detektorposition mit dem Pilatus Detektor eine Winkelauflösung von bis zu  $0,02^\circ$  möglich.

## 4 Experimenteller Aufbau und experimentelles Vorgehen

In diesem Kapitel wird zunächst auf den in dieser Arbeit verwendeten Duplexstahl und seine Eigenschaften eingegangen. Danach wird die Probenherstellung kurz beschrieben. Desweiteren wird auf die in-situ Ermüdungsversuche eingegangen und die Funktionsweise der Ultraschall-Ermüdungs-Anlage beschrieben, sowie das Lastverhältnis  $R = -1$  erklärt. Danach werden die verschiedenen Experimentaufbauten beschrieben und auf die Experimente näher eingegangen.

### 4.1 Austenitisch-ferritischer Duplexstahl 1.4462

Der zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens bei sehr hohen Lastspielzahlen verwendete Stahl ist ein austenitisch-ferritischer Duplexstahl 1.4462 mit dem Werkstoffkurznamen X2CrNiMoN22-5-3 oder nach AISI/SAE 318LN. Die genaue chemische Zusammensetzung des Duplexstahls nach Lieferantenzugnis im Vergleich zu den durch die Norm DIN EN 10088-2 vorgegebenen Toleranzen findet sich in Tabelle 4.1.

	C	Cr	Ni	Mo	Mn	N	Fe
DIN EN 10088-2	max. 0,03	21,0-23,0	4,5-6,5	2,5-3,5	k.A.	0,1-0,22	Rest
Lieferantenzugnis	0,02	21,9	5,6	3,1	1,8	1,87	Rest

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des verwendeten austenitisch-ferritischen Duplexstahls 1.4462 (Massenanteile in %) [73].

Aufgrund des hohen Chromanteils im Duplexstahl verfügt er über eine gute Korrosionsbeständigkeit. Chrom und Molybdän führen zur Ferritbildung und Nickel und Mangan garantieren die nötige Austenitstabilität [4]. Außerdem ist dieser Duplexstahl auch vom ökonomischen Standpunkt interessant, da er im Vergleich zu herkömmlichen Austenitstählen über einen geringeren Nickelanteil verfügt [5]. Ein weiterer Vorteil von austenitisch-ferritischen Duplexstählen ist die Vereinigung der hohen Festigkeit von ferritischen Cr-Stählen mit der Korrosionsbeständigkeit und Duktilität von austenitischen CrNi-Stählen [74]. Deshalb ist er besonders geeignet für Anwendungen bei denen Korrosion und hohe mechanische Belastungen auftreten, wie in der Bauindustrie, chemischen und petrochemischen Industrie, Off-shore Windkraftanlagen oder im Schiffsbau [4-6].

Eingesetzt werden austenitisch-ferritische Duplexstähle als Guss- oder Knetlegierungen. Erstarrt die Schmelze, so bildet sich zunächst der kubisch raumzentrierte Ferrit ( $\alpha$ ) und unterhalb von 1400°C teilweise der kubisch flächenzentrierte Austenit ( $\gamma$ ) durch die Festkörperreaktion  $\alpha \rightarrow \gamma$ . Unterhalb von 1050°C ändert sich das Phasenverhältnis kaum noch. D.h., dass die Abkühlgeschwindigkeit über 1050°C das Verhältnis von Austenit und Ferrit bestimmt. Um im Endprodukt keine unerwünschten Ausscheidungen zu bekommen, wird das Gussstück nach dem Erstarren bei 1050°C lösungsgeglüht. Der Unterschied zwischen Guss- und Knetlegierungen besteht darin, dass das Gussstück bei

den Knetlegierungen vor dem Lösungsglühen noch gewalzt wird. Um die 475°C Versprödung zu umgehen, wird der Duplexstahl von 1050°C mit Wasser auf Raumtemperatur abgeschreckt [4].

Der Hersteller liefert den warmgewalzten und lösungsgeglühten Stahl in Stangen mit einem Durchmesser von 25 mm. Dieser hat eine feinlammelare Mikrostruktur und ein Volumenverhältnis von 50% Austenit und 50% Ferrit. Da diese Strukturierung die Untersuchungen aber erschwert, wird zur Vereinfachung der Experimente, der mittlere Korndurchmesser der Austenit und Ferritkörner erhöht. Dies geschieht durch eine Wärmebehandlung des Werkstücks. Dazu wird der Stahl für 4 Stunden bei 1250°C geglüht, dann innerhalb von 3 Stunden linear auf 1050°C abgekühlt und anschließend in Wasser abgeschreckt. Bei gleichbleibendem Volumenverhältnis vergrößert sich dadurch der mittlere Korndurchmesser in der Austenitphase auf 33  $\mu\text{m}$  und in der Ferritphase auf 46  $\mu\text{m}$ . Die zeitliche Anordnung der Phasen, sowie eine Streckung der Körner in Walzrichtung sind zu beachten. Außerdem besitzen die beiden Phasen eine starke Vorzugsorientierung [4]. Die fertigungsbedingten Eigenspannungen I. Art und die während des Abschreckvorganges entstandenen Eigenspannungen II. Art wurden von  $F_u$  untersucht [11]. Die Eigenspannungen I. Art hatten in beiden Phasen identische Werte (50,2 MPa Zugeigenspannungen in Walzrichtung und 21 MPa Druckeigenspannungen quer dazu). Da die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Phasen unterschiedlich sind, entstehen Eigenspannungen II. Art. Dabei wurden im Mittel Druckeigenspannungen in der Ferritphase gemessen und Zugeigenspannungen im Austenit (137 MPa in Walzrichtung und 186 MPa quer dazu) [11]. Eine deutlich ausführlichere Darstellung des Werkstoffs ist in der Dissertation von Dönges zu finden [4].

## 4.2 Probenherstellung

Da die Prüfanlage der BOKU Wien mit einer Erregerfrequenz zwischen 18,5 kHz bis 21 kHz arbeitet, müssen die Eigenfrequenzen der Proben auf diese Frequenz abgestimmt werden, damit das Zentrum der Probe zyklisch belastet wird. Dazu wurde die Probengeometrie mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode von Dönges [4] auf diese Frequenzen ausgelegt, so dass Erregerfrequenz und Eigenfrequenz der Probe übereinstimmen. Die für die Ermüdungsexperimente benötigten Flachproben wurden in Walzrichtung durch Drahterodieren aus dem wärmebehandelten Stangenmaterial herausgetrennt, mit Schleifpapier bis zu einer Körnung von etwa 4  $\mu\text{m}$  geschliffen und dann mit einer  $\text{SiO}_2$ -Suspension (etwa 0,4  $\mu\text{m}$  Körnung) über etwa 10 Stunden an den flachen Seiten vibrationspoliert. Danach wurden die Proben mit einem Zweikomponenten-Epoxidharz-Kleber in einem Adapter mit Schraubgewinde fixiert und der Kleber bei 100°C für eine Stunde im Ofen ausgehärtet [4]. Die Probengeometrie ist in Abbildung 4.1 zu sehen.

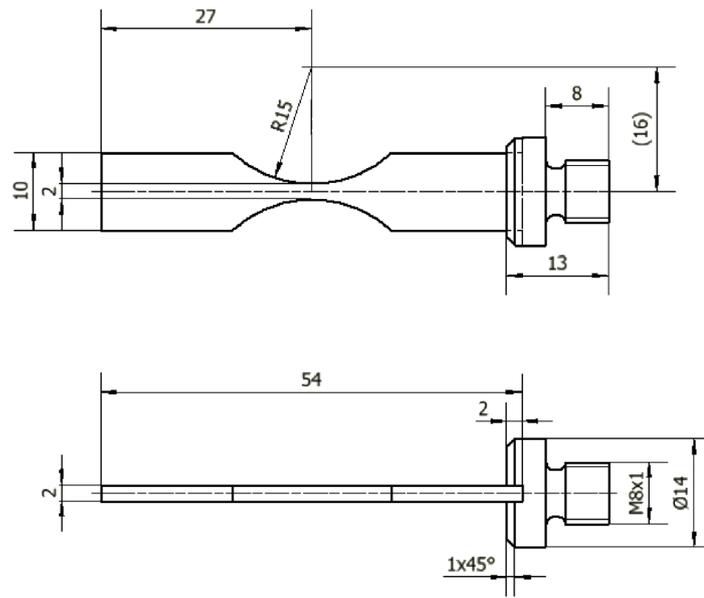


Abbildung 4.1: Geometrie der Flachprobe für die Ultraschallermüdung aus [4].

### 4.3 In-situ Ermüdungsversuche

Die in-situ Ermüdungsversuche die in dieser Arbeit beschrieben werden, wurden alle an der Strahllinie BL10 an der Synchrotronstrahlungsquelle DELTA durchgeführt. Es handelt sich hier um oberflächensensitive Messungen in Reflektionsgeometrie, die bei einer Photonenenergie von 15 keV und mit einer Strahlgröße von  $500 \cdot 500 \mu\text{m}^2$  durchgeführt wurden. Nach  $27 \mu\text{m}$  Eindringtiefe in die Probe ist die Eingangsintensität der 15 keV Photonen auf 10% abgefallen. Bei allen Experimenten wurde vor der Ermüdung eine Messung zur späteren Winkelkalibration des Detektors durchgeführt.

In diesem Abschnitt wird auf das experimentelle Vorgehen und auf die Versuchsaufbauten näher eingegangen. Zunächst soll aber die Funktionsweise der Ultraschall-Ermüdungs-Anlage und das Vorgehen während der Ermüdung der Proben näher erläutert werden.

#### 4.3.1 Ultraschall-Ermüdungs-Anlage der BOKU Wien

Die Ultraschall-Ermüdungs-Anlage, die von der BOKU Wien<sup>3</sup> entwickelt wurde, wurde im Rahmen dieser Arbeit zur Probenermüdung genutzt. Bei den in-situ Messungen an der BL10 (s. Kap. 4.3.2 und Kap. 4.3.3) wurde die UFTM (engl. Abkürzung für Ultrasonic Fatigue Testing Machine) direkt auf dem Diffraktometer installiert. Mithilfe der UFTM wurde der Prüfbereich in der Mitte der Probe zyklisch beansprucht. Die UFTM selbst besteht aus zwei Komponenten, dem Piezoelektrischen Wandler und dem Horn, wobei der Wandler das vom Steuerelement eingehende elektrische Signal mittels 6 Piezokristallen in eine mechanische Vibration umwandelt und das Horn die Funk-

<sup>3</sup>Universität für Bodenkultur Wien.

tion eines Amplitudenverstärkers hat. Das Horn bildet zusammen mit der Probe ein mechanisches Vibrationssystem, dass bei 20 kHz Ermüdungsfrequenz an vier Knotenpunkten keine Spannung aufweist und an drei Knotenpunkten keine Verschiebung. In Abbildung 4.2 sind diese Knotenpunkte eingezeichnet, wobei die Punkte A, B, C und D Spannungsknotenpunkte sind und das Probenzentrum selbst keine Verschiebung, allerdings die maximale Spannungsamplitude aufweist. Aufgetragen sind die Verschiebung und die Spannung entlang der longitudinalen Achse. Mit Hilfe der Steuerelektronik wird die eingestellte Spannungsamplitude ohne Überlast innerhalb von 85 ms erreicht, und dann mit einer Genauigkeit von  $\pm 3$  MPa während des Pulses gehalten (s. Abb. 4.3). Die Steuerelektronik bricht die Messung ab, wenn ein Riss in der Probe entsteht, da die Testfrequenz (ca. 20 kHz) dann stark abnimmt [75]. Bei dieser UFTM wird die Lastamplitude über eine Wegregelung konstant gehalten. Dafür ist ein induktiver Wegaufnehmer (s. Abb. 4.8) am Horn platziert. Die Steuerelektronik regelt das Signal dann so, dass die maximale Wegänderung konstant ist. Zunächst wurde die Prüfan-

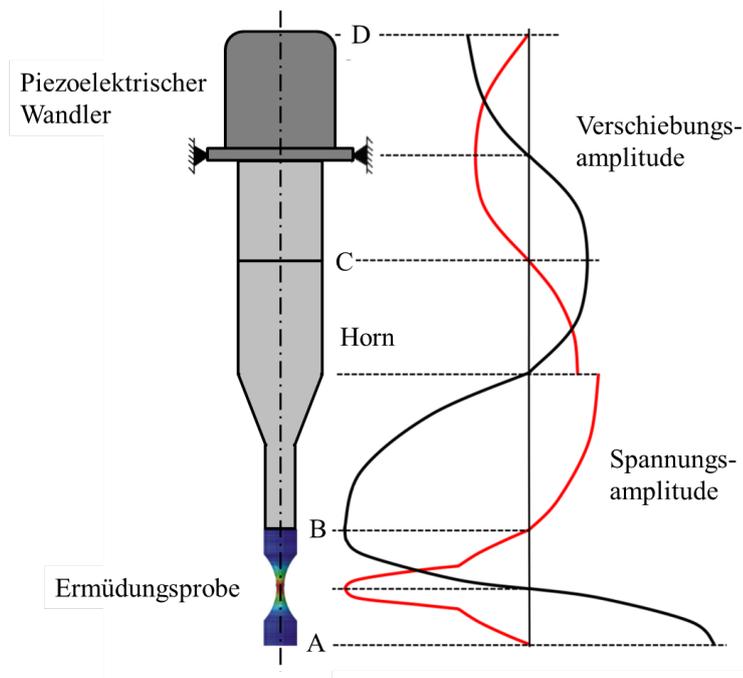


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung der Ultraschall-Ermüdungs-Anlage der BO-KU Wien und Verlauf der Spannungs- und Verschiebungsamplitude entlang der Probenlängsachse nach Wu et al. [75].

lage für die jeweilige Probe kalibriert. Auf der Probenrückseite befindet sich dafür ein Dehnmessstreifen, der die Dehnrates der Probe misst. Die Dehnrates wird über die elektrische Leistung und einen Regelkreis konstant gehalten. Mit Hilfe der Kalibrationsdaten kann dann unter Zuhilfenahme des Hookeschen Gesetzes die benötigte Stärke des Signals eingestellt werden, um die gewünschte Spannungsamplitude an der Probe zu erreichen.

Bei Dauerschwingversuchen gibt es drei verschiedene Beanspruchungsbereiche [76]:

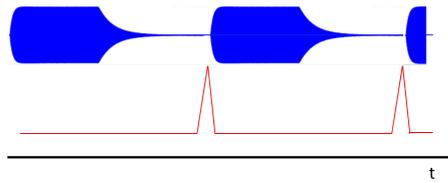


Abbildung 4.3: In blau ist der Puls schematisch skizziert, wie er sich über die Zeit  $t$  verhält. Innerhalb weniger ms wird die eingestellte Spannungsamplitude erreicht und dann konstant gehalten, solange der Puls andauert. Danach klingt die Spannungsamplitude langsam wieder ab. In rot ist das Puls-Pause-Schema, mit dem gearbeitet wurde um die Erwärmung der Probe so gering wie möglich zu halten, skizziert. [77]

- Den Druckschwellbereich, bei dem die mittlere Spannung  $\sigma_m$  größer oder gleich der Lastamplitude  $\sigma_a$  ist ( $\sigma_m \geq \sigma_a$ ), also die Unter- und Oberspannung  $\sigma_U$  und  $\sigma_O$  beide negativ sind und deshalb das Lastamplitudenverhältnis  $R = \frac{\sigma_U}{\sigma_O}$  zwischen  $0 \leq R < 1$  liegt.
- Den Wechselbereich in dem  $\sigma_m < \sigma_a$  ist, die minimale und maximale Spannung ein entgegengesetztes Vorzeichen haben und es gilt  $0 < R \leq -1$ .
- Den Zugschwellbereich, bei dem  $\sigma_m \geq \sigma_a$  ist, wie beim Druckschwellbereich, aber im Gegensatz dazu  $\sigma_U$  und  $\sigma_O$  beide positiv sind und so auch  $0 \leq R < 1$  gilt.

Ermüdet wurden die Proben alle mit dem Lastamplitudenverhältnis von  $R = -1$ . Dies bedeutet, dass die Beträge der Zug- und Druckspannung gleich groß sind, die Lastamplitude  $\sigma_a = \frac{\Delta\sigma}{2} = \frac{\sigma_O - \sigma_U}{2}$  beträgt und keine mittlere Spannung  $\sigma_m$  anliegt (s. Abb. 4.4). Um während der Ermüdung der Probe eine Erwärmung dieser zu verhindern,

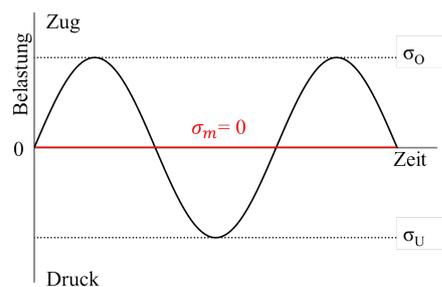


Abbildung 4.4: Darstellung zur Verdeutlichung des Lastverhältnisses  $R = -1$ .

wird die Probe mittels Druckluft gekühlt. Zusätzlich arbeitet die UFTM im Puls-Pause-Modus (Schema s. Abb. 4.3). Dabei wurde für die Ermüdung ein Puls von 100 ms und eine Pause von 900 ms gewählt, was einer effektiven Prüffrequenz von 2 kHz entspricht. Somit sind Zyklenzahlen von  $10^7$  Lastzyklen innerhalb von eineinhalb Stunden möglich. Das Wöhlerdiagramm des hier verwendeten Duplexstahls ist in Abbildung 4.5 gezeigt [4]. Die eingezeichneten Kreise zeigen, bei welchen Lastspielzahlen die Proben bei den jeweiligen Lastamplituden versagt haben. Die Kreise, die mit einem Pfeil und einer Zahl

gekennzeichnet sind, geben an, dass diese Probe bis zum Versuchsende bei  $10^9$  Zyklen nicht versagt hat. Diese Proben werden Durchläufer genannt. Die Zahlen geben an, wie viele Durchläufer es bei der jeweiligen Lastamplitude gab. Unterhalb von 350 MPa gab es bei diesen Versuchen nur noch Durchläufer. Das heißt, dass diese Proben bei Lastamplituden unterhalb von 350 MPa innerhalb der geprüften Lastzyklen dauerhaft sind und auch bei den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen kein Versagen der Proben unterhalb dieser Belastungsamplitude auftreten sollte.

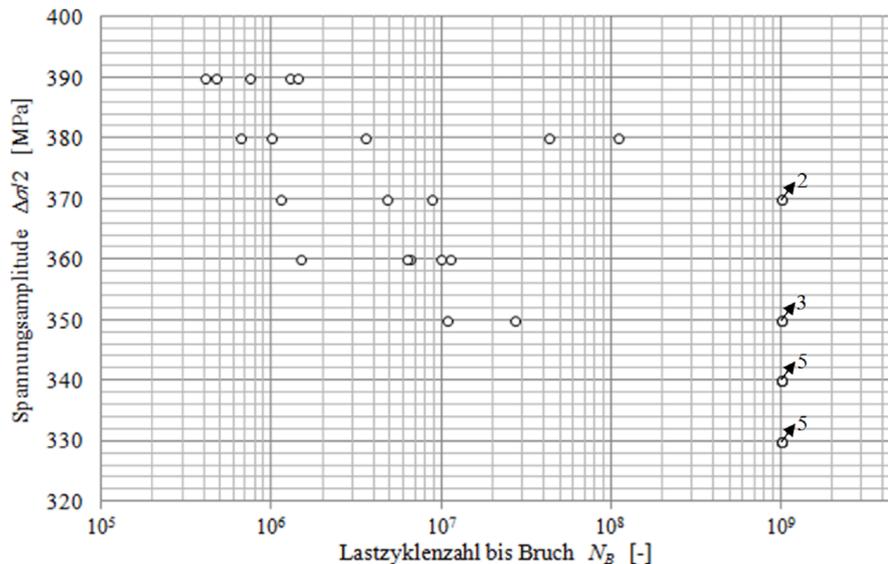


Abbildung 4.5: Wöhlerdiagramm des in dieser Arbeit verwendeten austenitisch-ferritischen Duplexstahls. Die Messungen wurden in Laboratmosphäre bei einer Prüffrequenz von 20 kHz an den wärmebehandelten und elektropolierten sanduhrförmigen Proben durchgeführt. Aus [4, 12].

### 4.3.2 Vertikales Setup

Das "Vertikale Setup" ist nach der Probenposition bei der Ermüdung benannt. Wie aus dem Namen schon hervorgeht steht die Probe bei der Ermüdung senkrecht. Dazu wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Aufbau entwickelt, der direkt am  $\omega$ -Kreis des Diffraktometers angebracht werden konnte, in welchem die Ultraschall-Ermüdungs-Anlage integriert ist. Dieser in-situ Aufbau garantiert, dass nach der Ermüdung der Probe exakt der gleiche Bereich der Probe wieder gemessen werden kann. Aufgrund der geringen Platzverhältnisse musste der Aufbau (s. Abb. 4.6) so klein wie möglich gehalten werden. Alle für diesen Aufbau nötigen Teile sind als Konstruktionszeichnungen im Anhang zu finden (s. Abb. B3 bis B10). Der Aufbau musste am  $\omega$ -Kreis des Diffraktometers gegenüber des  $\kappa$ -Arms angebracht werden, da der  $\kappa$ -Arm nicht für solche Lasten ausgelegt ist. Das Gewicht der gesamten Konstruktion mit den Motoren beträgt ca. 10 kg. Zusätzlich musste ein zusätzlicher Teilkreis am Diffraktometer angebracht werden, der den kompletten Aufbau um  $55^\circ$  in  $\omega$  verkippt hat. So wurde genug Raum geschaffen, dass die

Reflexe bei  $2\theta = 60^\circ$  (Detektormitte) mit dem Pilatus 100k mit einem Probe-Detektor Abstand von 249 mm beobachtet werden konnten. Desweiteren wurde der Aufbau nur auf den x- und z-Motor beschränkt. Somit hatte dieser Aufbau bis zur Probenmitte eine Höhe von  $50\text{ cm} \pm 1\text{ cm}$ , was eine Rotation um  $\omega$  um maximal  $42^\circ$  zwischen Ermüdungsposition und Messposition (s. Abb. 4.6) erlaubte. Der  $\omega$ -Scan um  $\omega = \pm 1^\circ$  wurde bei  $\omega_{Diff} = 15^\circ$  (s. Abb. 4.6 rechts) durchgeführt, was aufgrund des Teilkreises einem wahren  $\omega_{true} = 50^\circ$  entsprach. Ermüdet wurde die Probe in senkrechter Position, also bei  $\omega_{true} = 90^\circ$  (s. Abb. 4.6 links). Die Probe wurde bei den  $\omega$ -Scans um  $\omega = \pm 1^\circ$  in 50 Schritten um die Probenmitte gedreht. Dabei wurde bei jedem Schritt jeweils ein Bild mit der Belichtungszeit von 200s aufgenommen. Alle relevanten Parameter der Messung sind in Tabelle 4.4 im Vergleich mit den Parametern für das horizontale Setup dargestellt.

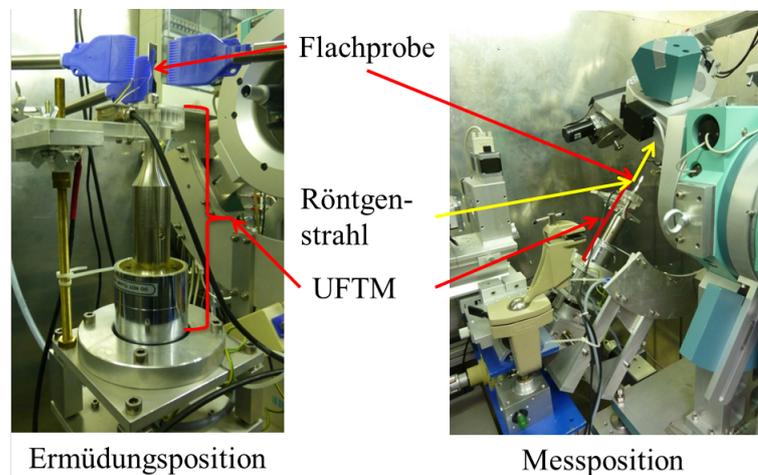


Abbildung 4.6: Foto des vertikalen in-situ Ermüdungsaufbaus, links Ermüdungsposition, rechts Messposition.

Mit dem vertikalen Setup wurden während einer Messzeit (September 2013) vier Proben untersucht. Dabei wurde zunächst ein  $\omega$ -Scan von der unermüdeten Probe durchgeführt und dann die Probe mit einer bestimmten Lastamplitude bis  $10^7$  Lastzyklen ermüdet und ein erneuter  $\omega$ -Scan durchgeführt. Die Lastamplitude mit der ermüdet wurde, wurde nach jedem  $\omega$ -Scan gesteigert. Eine Übersicht bei welchen Lastamplituden diverse Proben bis zu welcher Lastzyklenzahl ermüdet wurden gibt Tabelle 4.2/ Abbildung 4.7. Da während dieser Messzeit die Kühlung noch nicht ausreichte wurde der Ermüdungspuls auf 50 ms verkürzt und die Pause auf 950 ms verlängert. Dadurch ergab sich eine effektive Prüffrequenz von 1 kHz, weshalb die Ermüdung bis  $10^7$  Lastzyklen drei Stunden dauerte.

Probe 1 brach aufgrund eines Einschlusses schon nach  $4,285 \cdot 10^6$  Lastzyklen in zwei Teile. Bei der Probe 2 wurde der  $\omega$ -Scan nach Versagen der Probe leider nicht durchgeführt. Die letzte Messung wurde nach der Ermüdung bei 390 MPa durchgeführt. Der Riss dieser Probe konnte ohne optische Hilfsmittel gesehen werden. Bei Probe 4 wurde

$\frac{\Delta\sigma}{2}$ [MPa]	Probe 1	Probe 2	Probe 4
0	0	0	0
250	$4,285 \cdot 10^6$	$1 \cdot 10^7$	$1 \cdot 10^7$
270	-	$2 \cdot 10^7$	-
290	-	$3 \cdot 10^7$	$2 \cdot 10^7$
310	-	$4 \cdot 10^7$	-
330	-	$5 \cdot 10^7$	$3 \cdot 10^7$
350	-	$6 \cdot 10^7$	-
370	-	$7 \cdot 10^7$	$3,0568 \cdot 10^7$
390	-	$8 \cdot 10^7$	
410	-	$8,175 \cdot 10^7$	

Tabelle 4.2: Durchgeführte Belastungszyklen der einzelnen Proben bei den jeweiligen Lastamplituden mit dem vertikalen Setup.

die Lastamplitude in größeren Schritten gesteigert, da nur noch wenig Messzeit zur Verfügung stand. Diese Probe wurde nach Versagen der Probe ein weiteres Mal gemessen.

Das vertikale Setup hat diverse Vor- und Nachteile. Als Vorteile sind die Messung der Probe in Belastungsrichtung zu nennen und dass während der Ermüdung keine Probleme durch zusätzliche Schwingungen auftreten, da die Probe in senkrechter Position ermüdet wird. Als Nachteile dieses Setups kann die Rotation der Probe zwischen Ermüdungsposition und Messposition angesehen werden, da die Probe jeweils um  $40^\circ$  rotiert werden muss und so nicht mehr gewährleistet ist, dass nach der Ermüdung wieder exakt an derselben Position in  $\omega$  gemessen wird. Desweiteren ist aufgrund des geringen Platzes nur eine Detektorposition möglich. Außerdem ist bei den gemessenen Reflexen die Intensität so gering, dass eine lange Messzeit pro Bild nötig ist. Da die Anrisse der Probe meist an der Kante der Taillierung starten, welche an dieser Stelle 2 mm breit ist, ist die Wahrscheinlichkeit sehr gering diesen Anriss mit dem Röntgenstrahl zu beobachten, da dieser auf die Mitte der Probe eingestellt ist.

### 4.3.3 Horizontales Setup

Aufgrund der vielen Nachteile des vertikalen Setups wurde im Rahmen dieser Arbeit ein weiteres Setup entwickelt, welches diese Probleme umgeht. Die Konstruktionszeichnungen der einzelnen Komponenten sind im Anhang in den Abbildungen B11 bis B16 zu finden. Der komplette Aufbau ist in Abbildung 4.8 zu sehen. Wie der Name schon sagt, befindet sich die Probe mitsamt der UFTM in horizontaler Lage. Da der Platz zwischen Strahlposition und Wand nicht ausreichte, wurde dieser Aufbau so konstruiert, dass die UFTM sich teilweise im Diffraktometer befindet.

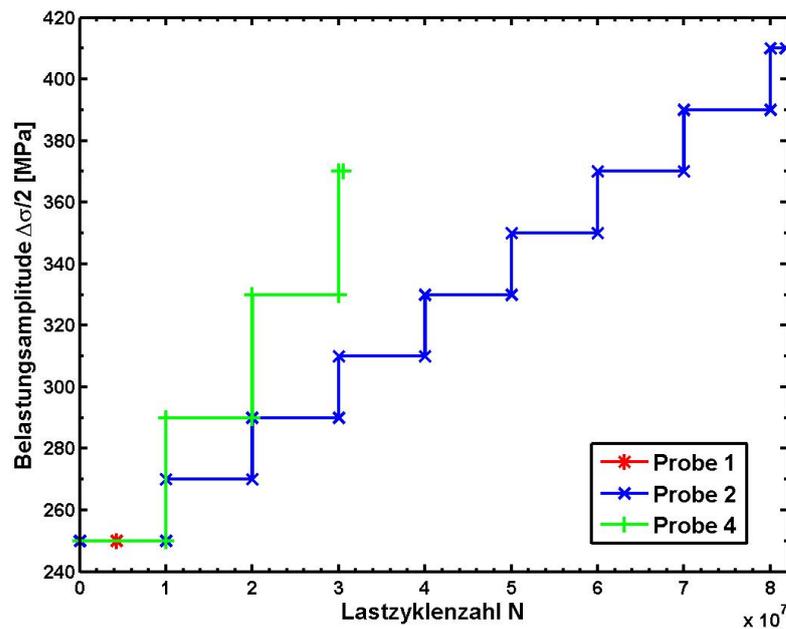


Abbildung 4.7: Durchgeführte Belastungszyklen der einzelnen Proben bei den jeweiligen Lastamplituden mit dem vertikalen Setup.

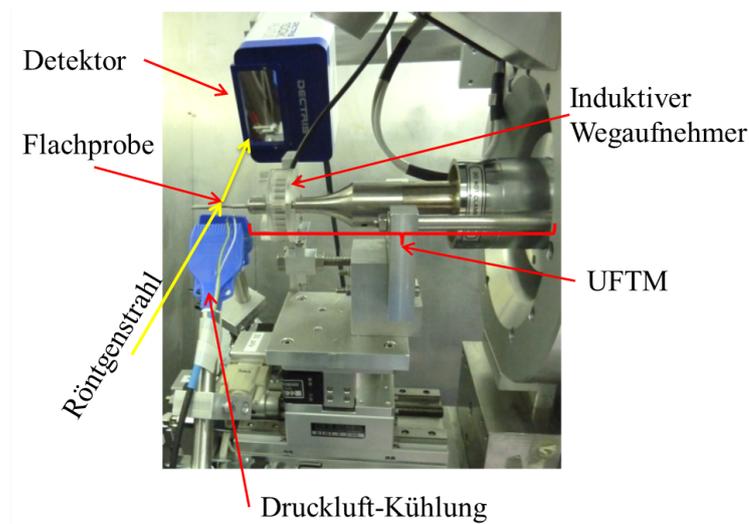


Abbildung 4.8: Foto des horizontalen in-situ Ermüdungsaufbaus.

Dieses Setup bietet den Vorteil, dass die Ermüdungsposition gleich der Messposition ist, die Probe also nur während des Scans selbst bewegt wird. Dies garantiert, dass die  $\omega$ -Positionen der Messung vor der Ermüdung mit der nach der Ermüdung übereinstimmt. Da die Probe beliebig um die Probenlängsachse rotiert werden kann, sind mit diesem Aufbau auch andere Reflexe bei kleineren  $2\theta$  Winkeln erreichbar. Da diese intensiver sind kann bei diesen Messungen die Messzeit pro Bild deutlich reduziert werden. Abhängig vom Strahlstrom wurde die Messzeit auf 25 – 40 s gesetzt. Ein weiterer Vorteil

bei kleinerem Kippwinkel ist, dass der Footprint des Strahls nun auf einer Breite von 0,5 mm die gesamte Probe überdeckt, es also wahrscheinlicher wird einen Anriss zu beobachten. Auch bei diesem Aufbau musste leider wieder auf einen y-Motor verzichtet werden. Der gesamte Aufbau war jedoch per Hand in y-Richtung verschiebbar und in x- und z-Richtung per Schrittmotor verfahrbar. Bei diesem Setup gab es allerdings Probleme mit der Verklebung der Proben, da vermutlich durch die Probenlage weitere Schwingungen in der Probe bei der Ermüdung angeregt wurden. Auch bei diesem

$\frac{\Delta\sigma}{2}$ [MPa]	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8
0	0	0	0	0
250	$1 \cdot 10^7$	$1,4218 \cdot 10^7$	$1 \cdot 10^7$	-
270	-	$2,4 \cdot 10^7$	-	-
280	$2 \cdot 10^7$	-	$2 \cdot 10^7$	-
290	-	$3,4 \cdot 10^7$	-	-
300	-	-	-	$1 \cdot 10^7$
310	$3 \cdot 10^7$	$4,4 \cdot 10^7$	$3 \cdot 10^7$	-
330	-	$5,4 \cdot 10^7$	-	$2 \cdot 10^7$
340	$3,56 \cdot 10^7$	-	$3,5807 \cdot 10^7$	-
350	-	$6,4152 \cdot 10^7$	-	-
360	-	-	-	$2,3450 \cdot 10^7$
370	-	$7,4 \cdot 10^7$	-	-
390	-	$7,4391 \cdot 10^7$	-	-

Tabelle 4.3: Durchgeführte Belastungszyklen der einzelnen Proben bei den jeweiligen Lastamplituden mit dem horizontalen Setup im Mai 2014.

Aufbau wurden die Proben nach der Charakterisierung der nicht ermüdeten Probe bis  $10^7$  Lastzyklen ermüdet. Die dabei benutzten Lastamplituden und Steigerungen können Tabelle 4.3 und Abbildung 4.9 entnommen werden. Die Ermüdung wurde, wie in Kapitel 4.3.1 beschrieben, bei einer effektiven Prüffrequenz von 2 kHz durchgeführt. Bei diesen Messungen befand sich der Pilatus 100k 159 mm von der Probe entfernt ( $2\theta = 34^\circ$ ). Die Probe wurde auf ein  $\omega$  zwischen  $18^\circ$  und  $24^\circ$  eingestellt, je nachdem in welchem Bereich genügend Reflexe zu sehen waren und dann um  $\omega = \pm 2^\circ$  in 100 Schritten um die Probenlängsachse gedreht. Probe 5 und Probe 7 erfuhren die gleichen Laststeigerungen und die UFTM stoppte in etwa bei der selben Lastzyklenzahl. Der Unterschied bei der Spannungsamplitude von 360 MPa betrug nur  $2 \cdot 10^5$  Lastzyklen. Probe 6 wurde im ersten Ermüdungsschritt etwas zu lange ermüdet, weshalb die erste Stufe bis  $1,4 \cdot 10^7$  Lastzyklen geht. Die weiteren Lastamplituden wurden bis jeweils  $10^7$  Lastzyklen ermüdet. Aufgrund der wenigen verbleibenden Messzeit, musste die Anfangsamplitude bei Probe 8 relativ hoch gewählt werden, damit bei einer weiteren Steigerung der Belastungsamplitude noch innerhalb der Messzeit mit einem Anriss zu rechnen war. Da diese Probe dann allerdings schon bei 360 MPa versagt hat, existieren bei dieser Probe nur vier  $\omega$ -Scans. Leider war diese Probe bei dieser Messzeit die einzige, die nach dem automatischen Stoppen der UFTM einen deutlichen Anriss auf

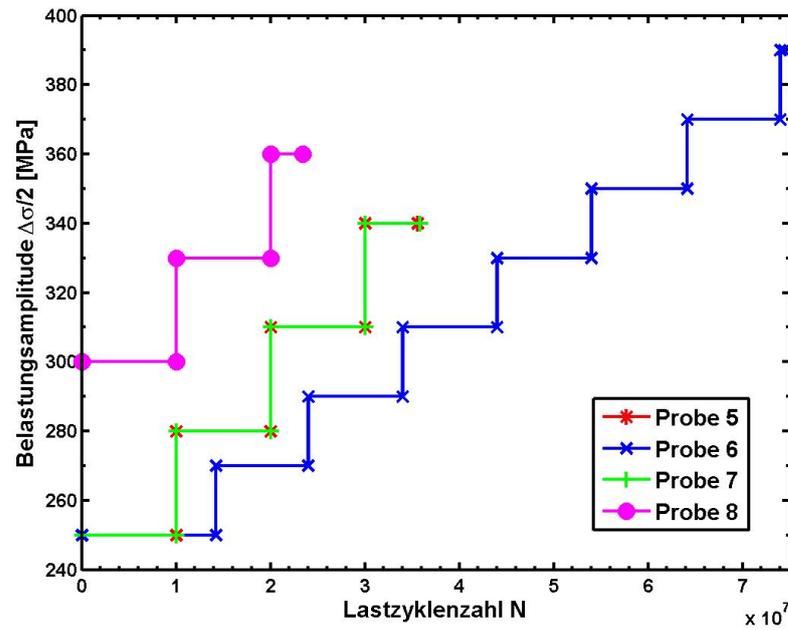


Abbildung 4.9: Durchgeführte Belastungszyklen der einzelnen Proben bei den jeweiligen Lastamplituden mit dem horizontalen Setup.

der Vorderseite der Probe zeigte. Alle Parameter der  $\omega$ -Scans, sowohl für das vertikale Setup, als auch das horizontale Setup sind in Tabelle 4.4 gegenübergestellt.

Parameter	vertikales Setup	horizontales Setup
Energie [keV]	15	15
Strahlgröße [ $\mu\text{m}^2$ ]	500 · 500	500 · 500
Distanz Probe-Detektor [mm]	249	159
Detektorposition $2\theta$	60°	34°
Probenposition $\omega$	50°	18° - 24°
Rockingwinkel $\Delta\omega$	$\pm 1^\circ$	$\pm 2^\circ$
Anzahl Schritte	50	100
Messzeit pro Schritt [s]	200	25 - 40

Tabelle 4.4: Vergleich der Parameter der  $\omega$ -Scans der beiden benutzten Setups.



## 5 Auswertung und Diskussion der Messergebnisse

In diesem Kapitel wird zunächst das Vorgehen bei der Auswertung der Diffraktionsbilder diskutiert. Danach wird auf mögliche Gründe für Positions-, Intensitäts- und Halbwertsbreitenänderungen in den Rockingkurven eingegangen. Anschließend werden verschiedene Beispiele für Rockingkurven von Austenit- und Ferritreflexen gezeigt und das Verhalten dieser diskutiert. Am Ende dieses Kapitels werden dann die Ergebnisse der Ermüdungsmessungen am austenitisch-ferritischen Duplexstahl bei unterschiedlichen Lastamplituden zusammengefasst und mit den Ergebnissen weiterer Arbeiten innerhalb des SPP1466 Projekts verglichen.

### 5.1 Vorgehen bei der Auswertung der Diffraktionsbilder

In diesem Unterkapitel wird das Vorgehen bei der Auswertung der Diffraktionsbilder beschrieben. Zunächst wurden alle Diffraktionsbilder eines  $\omega$ -Scans aufsummiert, um die Debye-Scherrer-Ringe durch azimuthale Integration mit Millerschen Indizes zu versehen und um einen interessanten Bereich um einen jeweiligen Braggreflex markieren zu können (s. Abb. 5.1). Mit Hilfe von *fit2d* [79] wird der Bereich um einen Braggreflex

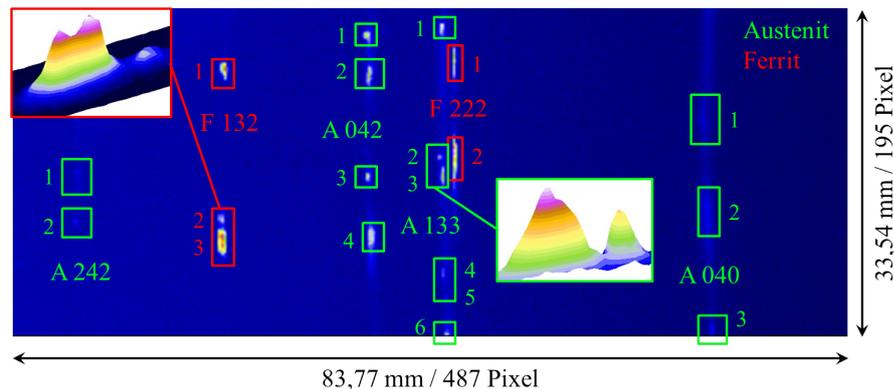


Abbildung 5.1: Aufsummiertes Diffraktionsbild eines  $\omega$ -Scans der Probe 2 nach 0 Belastungszyklen. Im Bild sind die auf Debye-Scherrer-Ringen angeordneten Intensitätsmaxima einzelner Körner zu sehen. Dabei sind die Austenit Reflexe in grün und die Ferrit Reflexe in rot markiert. Zur Unterscheidung während der Auswertung wurden die Reflexe auf den einzelnen Ringen durchnummeriert. Im Bild sind auch die dreidimensionalen Abbildungen zweier Reflexe zu sehen. Da es sich hier allerdings um ein aufsummiertes Bild handelt, ist es auch möglich, dass diese Reflexe eigentlich durch zwei Reflexe unterschiedlicher Körner zusammengesetzt sind, die im  $\omega$ -Scan jedoch klar getrennt sind. Nach [78].

markiert und mit einem in *fit2d* erstellten Makro wird dieser Bereich in jedem Diffraktionsbild eines Scans aufsummiert und gespeichert. Die Makros für die einzelnen Reflexe werden bei einer Probe für jede Belastungsstufe angewendet, so dass immer dieselben Pixel auf dem Detektor verwendet werden. Diesen Werten wird dann der entsprechende  $\Delta\omega$ -Wert zugeordnet. Die so erhaltenen Intensitäten werden auf die Eingangsintensität,

welche proportional zum Strahlstrom ist und mit einer Ionisationskammer gemessen wurde, normiert. Dann wird der Untergrund mit dem Programm *fityk* [80] korrigiert. Dieser wird, da es sich bei den betrachteten Ausschnitten von  $\Delta\omega$  jeweils maximal um  $2^\circ$ -Bereiche handelt, mit einer Gerade approximiert. Danach werden die Reflexkurven mit ein bis drei Gaußkurven angepasst. Ein Beispiel für die Anpassung mit zwei Gaußkurven ist in Abbildung 5.18 gezeigt. Die Anpassung wurde auch mit Lorentzfunktionen oder Pseudo-Voigt-Funktionen probiert, aber diese konvergierten während des Anpassungsvorganges nicht, bzw. die einmal gewonnenen Ergebnisse konnten bei einem erneuten Anpassungsversuch nicht wiederhergestellt werden. Aus der Anpassung mit einer Gaußfunktion in *fityk*

$$y_i = a_0 \exp \left[ -\ln(2) \left( \frac{x_i - a_1}{a_2} \right)^2 \right], \quad (52)$$

können die Höhe  $a_0$  der Reflexe, die Position  $a_1$  und die Halbwertsbreite  $\text{FWHM} = 2 \cdot a_2$  (FWHM, engl. für Full Width at Half Maximum) und deren Fehler durch die Anpassung abgelesen werden.

Danach können weitere Analysen durchgeführt werden. So kann z.B. die Fläche unterhalb der Kurven integriert werden, um die integrierte Intensität  $I_{int}$  zu erhalten, welche sowohl von der Höhe der Reflexe, als auch von der FWHM abhängt.

$$I_{int} = \frac{a_0}{a_2} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{\log(2)}} \quad (53)$$

Zur Bestimmung des Probe-Detektor-Abstandes wird jeweils ein Diffraktionsbild ohne Probe aufgenommen, bei denen der Detektor bei verschiedenen Winkeln  $2\theta$  (zwischen  $-3^\circ$  und  $4^\circ$  in Abständen von  $1^\circ$ ) vom direkten Strahl getroffen wird. Nun kann durch eine geometrische Betrachtung der Abstand zwischen Probe und Detektor  $l$  aus dem Winkel  $\Delta 2\theta$  zwischen dem Zentrum des Detektors ( $2\theta = 0^\circ$ ) und einem beliebigen anderen Messpunkt bestimmt werden. Dafür werden zunächst die Anzahl der Pixel  $p_x$  zwischen der Detektormitte und einem anderen Messpunkt (z.B. bei  $1^\circ$ ) in mm umgerechnet. Danach kann  $l$  für alle gemessenen Winkel über

$$l = p_x \cdot 0,172 \text{ mm} \cdot \tan(\Delta 2\theta) \quad (54)$$

berechnet werden. Anschließend wird für alle  $\Delta 2\theta$  der Mittelwert aller  $l$  gebildet. Dieser Abstand kann dann dazu verwendet werden jedem Detektorpixel einen Wert  $2\theta$  und  $\chi$  zuzuordnen. Dafür wird analog zu [81], zunächst das Detektorbild, welches ein Schnitt der Debye-Scherrer-Kegel mit der Detektorebene ist, in eine Ebene, welche senkrecht zum einfallenden Röntgenstrahl steht und den Detektor in seinem Zentrum schneidet, sich also im Abstand  $l' = l \cdot \cos(2\theta_{fix})$  befindet, projiziert (s. Abb. 5.2). Über die Anzahl der Pixel vom Mittelpunkt des Detektors zum oberen oder unteren Rand und den Abstand Probe-Detektor, können die maximal, bzw. minimal möglichen Winkel

$2\theta_{max/min}$  bestimmt werden, die der Detektor in einem Bild abbilden kann.

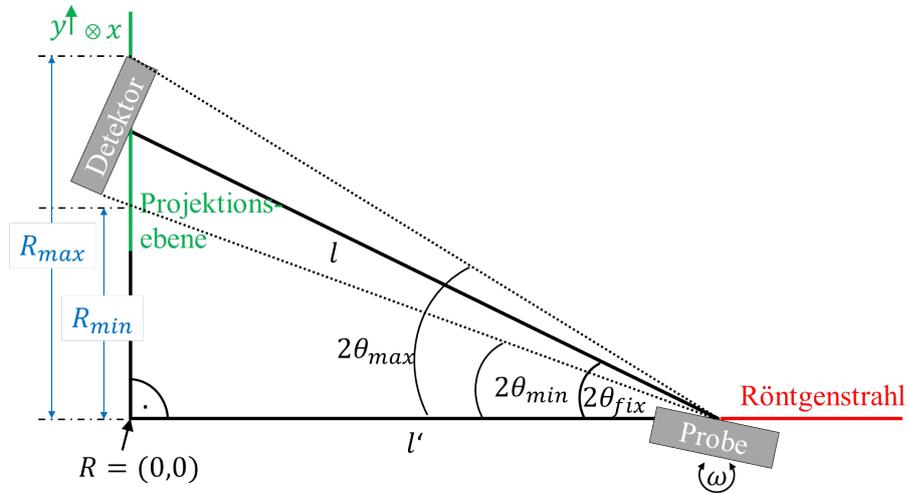


Abbildung 5.2: Erklärung der Lage der Projektionsebene.

Die Projektion zeigt Kreissegmente mit einem Radius  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ , mit den Koordinaten  $x, y$  innerhalb der Projektionsebene. Jeder Detektorpixel erhält dadurch einen zugehörigen Radius, aus dem wiederum der Winkel  $2\theta$  berechnet werden kann. Wird der Detektor, wie in dieser Arbeit, bei einem konstanten Winkel  $2\theta_{fix}$  gehalten, so kann der Winkel  $2\theta$  für jeden Detektorpixel über folgende Gleichung bestimmt werden.

$$2\theta = \arctan\left(\frac{r}{l \cdot \cos(2\theta_{fix})}\right) \quad (55)$$

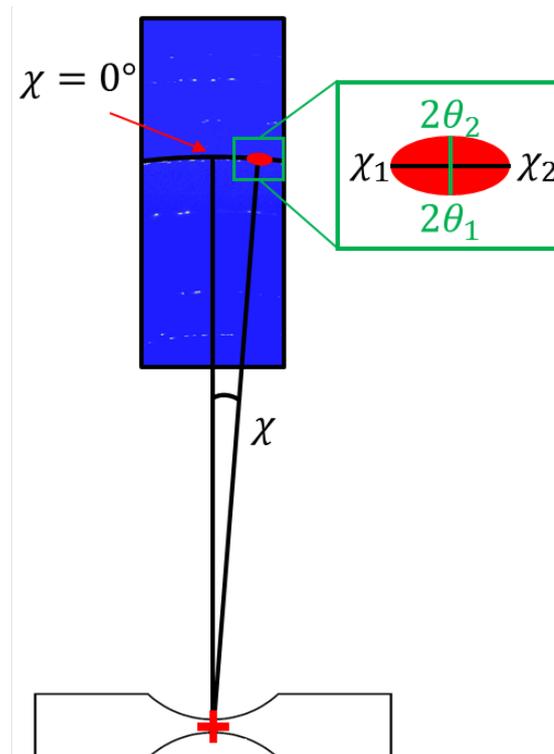
Der Winkel  $\chi$  lässt sich einfach über  $\chi = \arctan\left(\frac{y}{x}\right)$  für jeden Detektorpixel berechnen. Dadurch können zusätzlich zu den Änderungen in  $\omega$  auch Änderungen der Bragg-Reflexe in  $2\theta$  und  $\chi$  untersucht werden (s. Abb. 5.3).

Aus der Lage der Bragg-Reflexe in  $2\theta$  können über die Bragg'sche Gleichung die Gitterkonstanten für Ferrit  $a_F$  und Austenit  $a_A$  bestimmt werden.

## 5.2 Analyse der Rockingkurven

Die, wie im vorherigen Unterkapitel erhaltenen, Streukurven können sich von Ermüdungsintervall zu Ermüdungsintervall verändern. Die möglichen Änderungen der Kurven selbst sind in Abbildung 5.4 verdeutlicht. So können sich die Intensitäten ändern, die Breite (FWHM), aber auch die Positionen. Diese Änderungen kommen bei den untersuchten Proben meist in Kombination vor z.B. Abbildung 5.16 a).

In Tabelle 5.1 ist eine Übersicht über alle untersuchten Reflexe gegeben. In dieser Tabelle ist zu erkennen, dass bei allen sechs untersuchten Proben insgesamt 79 Reflexe, über alle Belastungsstufen, angepasst werden konnten, wobei davon 63 Austenit-Reflexe und

Abbildung 5.3: Erklärung der Winkel  $\omega$ ,  $\chi$ ,  $2\theta$  aus dem Diffraktionsbild

16 Ferrit-Reflexe waren. Positions-, Intensitätsänderungen und Verbreiterung zeigen sowohl Ferrit als auch Austenit Reflexe. Aufspaltungen der  $\omega$ -Kurven wurden allerdings nur bei Austenitreflexen gefunden. Insgesamt scheinen die Austenit Reflexe mehr von Veränderungen betroffen zu sein, als Ferrit Reflexe. Zudem fallen die Änderungen bei Ferrit meist deutlich kleiner aus, als bei Austenit, ausgenommen die Intensitätsänderungen. Dies ist für die Positionsänderungen im Bezug auf den Ausgangszustand in Abbildung 5.5 veranschaulicht. Die Untersuchungsergebnisse für die  $\chi$ -Abhängigkeiten

	total	Austenit	Ferrit
Anzahl Reflexe insgesamt	79	63	16
Positionsänderungen	38	32	6
Intensitätsänderungen	61	47	14
Aufspaltung	10	10	0
Verbreiterung	44	39	5

Tabelle 5.1: Übersicht der  $\omega$ -Scans der sechs untersuchten Proben.

der Braggreflexe von Probe 8 sind in Tabelle 5.2 veranschaulicht. Hier wurden nur diejenigen Reflexe untersucht, bei denen  $\chi$  zwischen  $\pm 3^\circ$  liegt, da in diesem Bereich der Kreisbogen des Debye-Scherrer-Rings kaum von einer Geraden abweicht, welche parallel zur x-Achse der Projektionsebene liegt. Für die Auswertung der  $\chi$ -Abhängigkeit wurde das Diffraktionsbild verwendet, bei dem der  $\omega$ -Scan sein Maximum hat. Dann wurden die Werte entlang einer zur x-Achse parallelen Geraden in der Projektionsebene

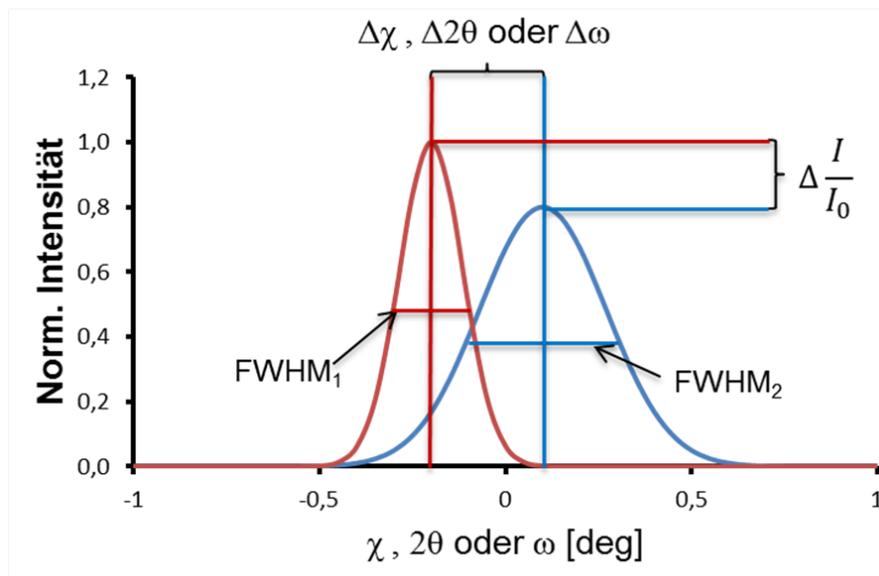


Abbildung 5.4: Mögliche Reflexänderungen in Position, FWHM oder Höhe.

verwendet, die durch die maximale normierte Intensität geht. In den  $\chi$ -Abhängigkeiten konnten nur Positions-, Intensitäts- und FWHM-Änderungen beobachtet werden, jedoch keine Reflexaufspaltungen. Für eine Auswertung der Diffraktionsbilder in  $2\theta$  ist

	total	Austenit	Ferrit
Anzahl Reflexe insgesamt	13	9	4
Positionsänderungen	10	8	2
Intensitätsänderungen	11	7	4
Aufspaltung	0	0	0
Änderung FWHM	8	5	3

Tabelle 5.2: Übersicht der Reflexe der Probe 8 in  $\chi$  für  $\chi$  zwischen  $\pm 3^\circ$ .

die Detektorauflösung zu gering, da ein Reflex aus nur maximal drei Messpunkten besteht. Die fehlende Detektorauflösung kann aber bei zukünftigen Messungen umgangen werden, da der Detektor mittlerweile bis zu  $l = 48$  cm (statt 16 cm) von der Probe entfernt angebracht werden kann. In  $\chi$ -Richtung beträgt die Detektorauflösung (wie in  $2\theta$ )  $0,062^\circ$ , aber die FWHM ist deutlich größer, was dazu führt, dass diese Reflexe aus deutlich mehr Messpunkten bestehen.

In den folgenden Abschnitten wird auf die einzelnen Veränderungen näher eingegangen und die Gründe für die jeweiligen Änderungen diskutiert. Danach werden anhand einiger Beispiele die Ergebnisse genauer diskutiert und interpretiert.

**Verbreiterung** Die Halbwertsbreite der Kurven hängt u.a. von der instrumentellen Auflösung, der Korngröße und Defekten innerhalb der Körner, welche aufgrund der Belastung entstehen, ab. Da sich die instrumentelle Auflösung aber nicht ändert, haben

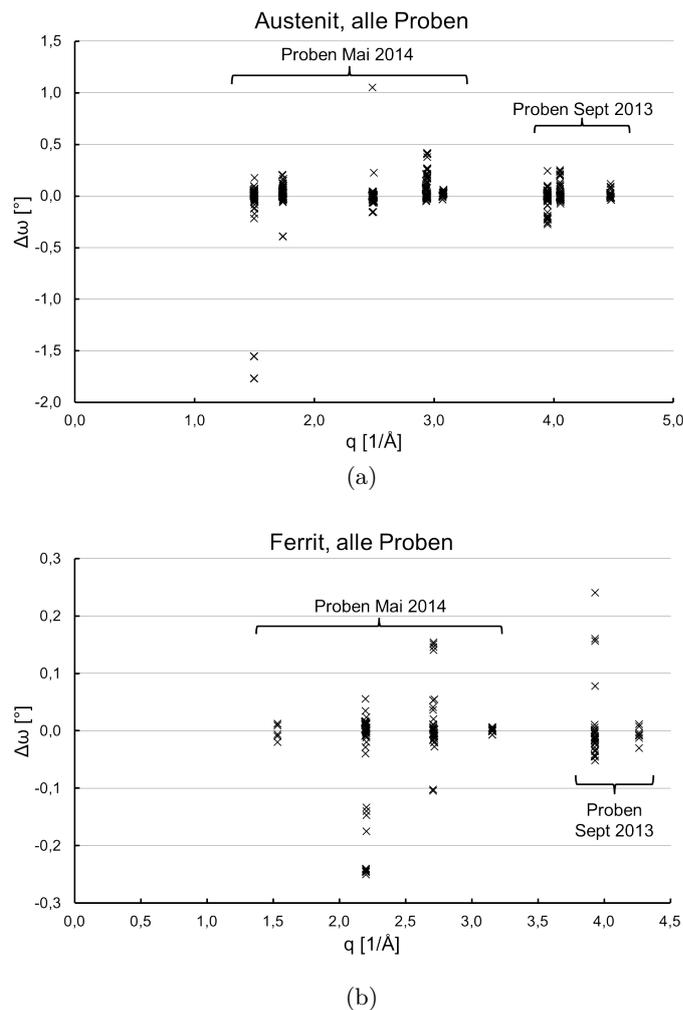


Abbildung 5.5: Positionsänderungen aller Gaußkurven der a) Austenit und b) Ferrit Rockingkurven in Abhängigkeit vom Wellenvektorübertrag  $q$ . Die Positionsänderungen der Austenitreflexe im Bezug auf die Position im Ausgangszustand sind deutlicher als die der Ferritreflexe.

die Änderungen der FWHM ihren Ursprung in Veränderungen in der Probe.

Die gemessenen Reflexe können sich auf verschiedene Arten verbreitern:

1. Eine Rockingkurve, die mit einer einzelnen Gaußkurve angepasst werden kann, kann im Laufe der Ermüdung ihre FWHM durch Entstehung von Versetzungen vergrößern.
2. Während der Ermüdung können Subkörner entstehen, die über eine Kleinwinkelkorngrenze voneinander getrennt sind. Eine vormals durch eine Anpassungskurve approximierte Rockingkurve muss nun durch zwei oder mehr Gaußkurven angepasst werden.
3. Verbreiterungen können durch Positionsänderungen schon vorhandener Subkör-

ner gegeneinander hervorgerufen werden, indem sich die Subkörner gegeneinander verdrehen und der Winkel der Kleinwinkelkorn Grenze sich also ändert.

4. Auch die Entstehung von Gleitbändern führt zu einer Verbreiterung der Kurven.

Die Verbreiterungen von Rockingkurven interpretieren Spieß und Ayers [22, 26] durch Versetzungen, die:

1. Netzebenen rotieren oder verdrehen, was auf die Mosaizität eines Kristalls hinweist,
2. das Gitter verzerrt wird, was zu einem Verzerrungsfeld führt und so zu einer Verteilung der Gitterabstände und
3. zu kleinen Kristallitgrößen führen.

Verbreiterungen der Kurven wurden sowohl in den  $\omega$ -Scans, als auch in  $\chi$  beobachtet. Wie groß FWHM von Rockingkurven sind, die nur unter dem Einfluss der Verzerrung, der Korngröße oder der Versetzungsdichte stehen, kann in Abbildung 5.6 abgelesen werden. Die Halbwertsbreiten der Rockingkurven wurden für unterschiedliche Diffraktionswinkel  $\theta_{hkl}$  der hier gemessenen Austenitreflexe A[111] (kleinster Diffraktionswinkel) und A[242] (größter Diffraktionswinkel) bei 15 keV und verschiedenen Burgersvektoren  $\vec{b}_{hkl}$  in Abhängigkeit der Verzerrung, der Kristallitgröße und der Versetzungsdichte mit den Gleichungen 31, 29 und 27 berechnet.

Anhand dieser Kurven (s. Abb. 5.6) ist zu sehen, dass bereits Verzerrungen von wenigen ‰ zu großen Änderungen in der FWHM führen können. Die eigentlichen Korngrößen der Austenit 33  $\mu\text{m}$  und Ferritkörner 46  $\mu\text{m}$  haben keinen Einfluss auf die FWHM, da bereits Kristallitgrößen ab 1  $\mu\text{m}$  kaum noch ins Gewicht fallen. Innerhalb der Gleitbänder können die Kristallitgrößen aber deutlich kleiner werden, so haben z.B. die persistenten Gleitbänder in Abbildung 2.14 einen Abstand von 100 nm und entlang des Risses können Bereiche mit noch kleineren Kristalliten entstehen. Laut Spieß [22] ist es mit der Röntgendiffraktion möglich Versetzungsdichten zwischen  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  und  $10^{10} \text{ cm}^{-2}$  zu bestimmen. Hier muss allerdings die Richtung des Burgersvektors bekannt sein um diese richtig zu bestimmen. Je nach Richtung dieses Vektors können die FWHM stark variieren.

**Aufspaltung** Die im vorherigen Unterkapitel genannten Gründe zur Reflexverbreiterung können im Falle der Subkörner und Gleitbänder so weit gehen, dass die einzelnen Gaußkurven, mit denen die Gesamtkurve angepasst wurde so weit auseinander liegen, dass es zur Aufspaltung des Gesamtreflexes kommt. Dies kann durch die Rotation von Gitterebenen durch Gleitbandbildung oder durch Kornrotationen erklärt werden. Beobachtet wurden Aufspaltungen nur bei Austenitreflexen und nicht bei Ferritreflexen (s. Tab. 5.1 und 5.2), es sei denn die Ferritreflexe bestanden schon von Anfang an aus

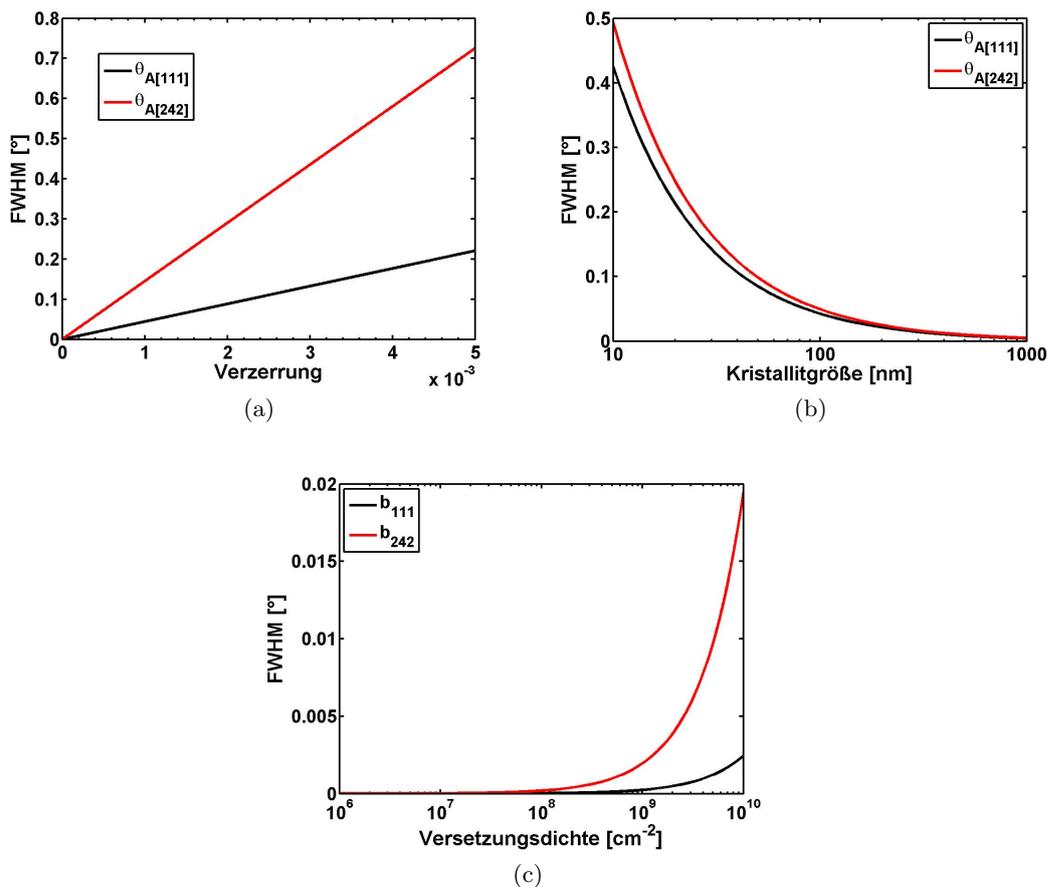


Abbildung 5.6: Einflüsse typischer Größen der Verzerrung a), der Kristallitgröße b) und der Versetzungsdichte c) auf die FWHM einer Rockingkurve.

zwei getrennten Reflexen, die sich dann aber im Laufe der Ermüdung nicht verändert haben.

Die Aufspaltung der Austenitreflexe kann als Maß für die Ermüdung der Körner gesehen werden. Dies wurde von Istomin et al. [9] durch Messungen an PETRA III in Hamburg bestätigt. Die Studie zeigt auf, dass die prozentuale Aufspaltung der Austenitreflexe mit fortschreitender Ermüdung zunimmt und an der Oberfläche in der Mitte der Probe, dort wo die von Mises Vergleichsspannung am höchsten ist, ihren maximalen Wert erreicht. Der hohe Anteil der aufgespaltenen Reflexe von bis zu 40% kann aber nicht durch Gleitbandbildung allein erklärt werden. SEM (Rasterelektronenmikroskop, engl. scanning electron microscope) Aufnahmen, die an der gleichen Probe durchgeführt wurden zeigten nur relativ wenige Austenitkörner mit Gleitbandbildung. Als weiterer Grund für die Aufspaltung wurde die Bildung von Versetzungen und damit die Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen genannt, die das Korn in Subkörner aufspalten, deren Orientierungen sich nur wenig voneinander unterscheiden.

**Intensitätsänderungen** Änderungen in der Intensität können durch eine Variation des Streuvolumens, also der Korngröße, auftreten. Wird dieses Volumen kleiner, so nimmt auch die Intensität ab. Dies kann z.B. durch die Bildung von Subkörnern geschehen. Die Intensität kann aber auch abnehmen, wenn das Korn, an dem gestreut wird nicht mehr perfekt ist, es also Versetzungen und Defekte besitzt. Andererseits kann durch Auslösen von Versetzungen die gestreute Intensität auch wieder zunehmen.

**Positionsänderungen** Positionsänderungen können unterschiedliche Ursachen haben. Verändert sich zum Beispiel die Position in  $2\theta$ , so hat sich die Gitterkonstante des Kristalls geändert. Dies kann zum Beispiel durch Eigenspannungen verursacht werden. Da die Auflösung in  $2\theta$  allerdings nicht ausreicht, können über mögliche Änderungen der Gitterkonstanten keine Aussagen gemacht werden. Jedoch konnten aus den Lagen der Reflexe in  $2\theta$  und Mittelung über alle beleuchteten Körner die Gitterkonstanten von Austenit und Ferrit berechnet werden. Die Gitterkonstante für die untersuchten Austenitkörner beträgt  $a_A = (3,612 \pm 0,019) \text{ \AA}$  und diejenige für Ferrit  $a_F = (2,880 \pm 0,011) \text{ \AA}$ . Im Rahmen des berechneten Fehlers stimmen diese Werte sehr gut mit den von Mcirdi [82] gemessenen Werten für diesen Duplexstahl,  $a_A = (3,6053 \pm 0,0002) \text{ \AA}$  und  $a_F = (2,8822 \pm 0,0001) \text{ \AA}$ , überein.

Positionsänderungen wurden sowohl in  $\omega$ , als auch in  $\chi$  beobachtet (s. Tab. 5.1 und 5.2). In den Abbildungen 5.15 a) und b) und 5.19 a) und b) sind sowohl Beispiele für die Positionsänderungen in  $\omega$ , als auch in  $\chi$  für Austenitkörner gezeigt und in den Abbildungen 5.5 a) und b) sind alle Positionsänderungen der Ferritreflexe, bzw. Austenitreflexe zusammengefasst. Änderungen in diesen Winkeln bedeuten, dass sich die Diffraktionsebenen um diese Winkel gedreht haben. Dies kann durch die Rotation des kompletten Kornes geschehen, aber auch durch die Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen durch Defekte/ Versetzungen innerhalb eines Kornes.

**Integrierte Intensität** Die integrierte Intensität ändert sich meist nicht so extrem wie die normierte Intensität oder die FWHM eines Reflexes und ist von beiden abhängig. Da der einfallende Strahl nie perfekt parallel ist (Divergenz) und die Körner nicht aus perfekten Einkristallen bestehen, sondern durch Versetzungsansammlungen oder Kleinwinkelkorngrenzen in Subkörner aufgespalten sind, ist es besser die integrierte Intensität zu analysieren, um eine Aussage über das Verhalten des gesamten Kornes machen zu können.

### 5.3 Auswertung und Diskussion anhand von exemplarischen Messungen

In diesem Unterkapitel werden Beispiele für die verschiedenen Änderungen gezeigt. In den meisten Fällen treten diese Änderungen jedoch selten in reiner Form auf und die

Beispiele wurden danach ausgewählt, welche Änderung am auffälligsten ist. Zur besseren Erkennbarkeit wurden die meisten Rockingkurven entlang der Intensitätsachse gegeneinander verschoben und in die Verläufe der integrierten Intensitäten wurden Linien eingezeichnet, die zur besseren Erkennbarkeit der Kurvenverläufe beitragen sollen. Sie geben dabei keinesfalls eine Theoriekurve wieder. Die Fehler aus den Anpassungen der Kurven sind meist nicht eingezeichnet, liegen aber im Normalfall unterhalb von 5%. Der Fehler in der Position für  $\omega$  kann durch die kleinstmögliche Schrittweite des Motors abgeschätzt werden und beträgt  $\sigma_\omega = 0,002^\circ$ . Die Fehler in  $2\theta$  und in  $\chi$  werden durch die Größe der Pixel und den Abstand zwischen Probe und Detektor abgeschätzt und betragen für die Messungen mit vertikaler Probenposition  $\sigma_{2\theta,v} = 0,04^\circ$  und für die Messungen in horizontaler Position  $\sigma_{2\theta,h} = 0,06^\circ$ . Da die Intensitäten der Rockingkurven jedoch immer über einen gewissen Bereich, der aus bis zu 30 Pixeln besteht, integriert wurden und nicht allein der Pixel mit der maximalen Intensität für die Lage der Reflexe untersucht wurde, kann in den Rockingkurven dieser Fehler vernachlässigt werden. Diese Fehler sind bei den Kurven in  $\chi$  zu berücksichtigen. Deshalb wurden die Fehler dort auch eingezeichnet. Die FWHM der Reflexe in  $\chi$  beträgt etwa  $0,5^\circ$  und somit waren die Reflexe in dieser Richtung auswertbar.

Bei der Anpassung der Rockingkurven wurden die Parameter FWHM, Reflexposition und Höhe solange variiert, bis das Bestimmtheitsmaß der Anpassung bei

$$R^2 \equiv 1 - \frac{\sum_i (y_i - f_i)^2}{\sum_i (y_i - \bar{y})^2} > 0,97 \quad (56)$$

lag und sich nicht weiter verbessern ließ. Dabei ist  $y_i$  der Wert an der Position  $i$ ,  $\bar{y}$  der Mittelwert aller  $y_i$  und  $f_i$  der Wert der Anpassungskurve an Position  $i$ .

Als mögliche Rockingkurven mit Änderung in der FWHM, Intensität oder Position wurden nur Rockingkurven in Betracht gezogen, deren Änderungen deutlich größer waren, als die zuvor beschriebenen Fehler.

Ein weiterer Aspekt, der in der Fehlerbetrachtung zu berücksichtigen ist, ist dass jede Probe aufgrund der unterschiedlichen Anordnungen der Körner einzigartig ist. So müssen innerhalb der Zone, in denen die von Mises Vergleichsspannung maximal ist, die Körner nur anders orientiert sein und schon führt die Ermüdung einer Probe nicht mehr zum Versagen der selbigen im beobachteten Bereich (s. Abb. 4.5), bzw. die Lastamplitude muss deutlich erhöht werden, um ein Versagen zu induzieren. Dies erklärt das Versagen der untersuchten Proben bei unterschiedlichen Lastamplituden.

### 5.3.1 Beispiele für Intensitätsänderungen

Wie schon in den Tabellen 5.1 und 5.2 gezeigt, sind die meisten Reflexe von Intensitätsänderungen betroffen. Diese können unterschiedlich ausgeprägt sein. Es gibt sowohl Reflexe, deren Intensität während der Versuchsreihen abnimmt als auch welche bei denen sie zunimmt. Diese Änderungen können kontinuierlich erfolgen oder plötzlich. In

diesem Unterkapitel werden nun einige Beispiele für Intensitätsänderungen sowohl für Austenit-, als auch für Ferrit-Reflexe gezeigt und diskutiert. In Abbildung 5.7 a) ist

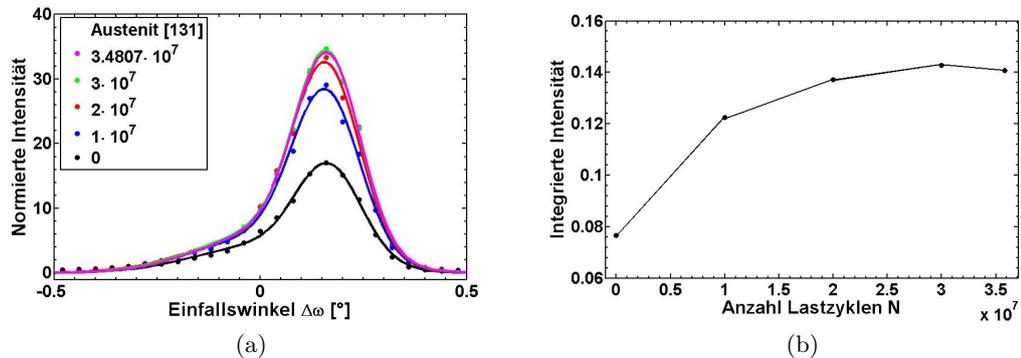


Abbildung 5.7: Zunahme der Intensität an einem Austenit [131] Reflex der Probe 7. a) Rockingkurve, b) Integrierte Intensität.

eine kontinuierliche Zunahme der Intensität der Rockingkurve eines Austenit [131] Reflexes der Probe 7 im Laufe der Ermüdung zu sehen. Gegen Ende der Ermüdung nähert sich dieses Wachstum jedoch einem maximalen Grenzwert an und bleibt dann für die letzten beiden Messungen nach  $3 \cdot 10^7$  und nach Versagen der Probe konstant. Dieses Annähern an einen Grenzwert ist auch bei der integrierten Intensität für diesen Reflex zu beobachten (s. Abbildung 5.7 b)). Die FWHM ändert sich im Vergleich zum Ausgangszustand kaum (maximal 3%). Dieses Verhalten kann z.B. durch eine schon im Ausgangszustand vorhandene Kleinwinkelkorngrenze erklärt werden, deren Kippwinkel während der Ermüdung kleiner wird und so das Streuvolumen erhöht. Die Drehung des Subkorns geschieht senkrecht zu  $\omega$  um den Winkel  $\chi$ .

In Abbildung 5.8 a) und b) sind verschiedene Austenit [022] Reflexe der Probe 5 gezeigt. Die normierten Intensitäten der Rockingkurven sind in Abhängigkeit vom Einfallswinkel  $\Delta\omega$  und der Anzahl der Lastzyklen aufgetragen. In beiden Abbildungen a) und b) sind jeweils zwei Reflexe zu sehen. Die beiden linken Reflexe werden jeweils als Reflex 1 bezeichnet und die beiden auf der rechten Seite als Reflex 2. Beide Rockingkurven haben gemein, dass im Laufe der Ermüdung die normierte Intensität von Reflex 1 abnimmt und Reflex 2 nahezu konstant bleibt. Dieses Verhalten wird auch in den integrierten Intensitäten der Reflexe wiedergespiegelt (s. Abb. 5.8 c) und d)). Die integrierte Intensität von Reflex 1 nimmt ab und die von Reflex 2 bleibt nahezu konstant. Bei genauerer Betrachtung gibt es aber einen Unterschied bei den beiden Reflexen. Wird jeweils Reflex 1 betrachtet, so fällt auf, dass der Austenit [022] Reflex in Abbildung 5.8 a) im unermüdeten Zustand und nach dem ersten Ermüdungsschritt gleich sind und danach der Reflex kontinuierlich kleiner wird. In Abbildung 5.8 b) wird der Reflex von Anfang an kleiner, bleibt dann aber bei den Messungen nach  $2 \cdot 10^7$  und  $3 \cdot 10^7$  Lastzyklen konstant und verschwindet nach dem Versagen der Probe fast vollständig. Die Abnahme der integrierten Intensität kann z.B. mit der Bildung von Gleitbändern erklärt werden, die die

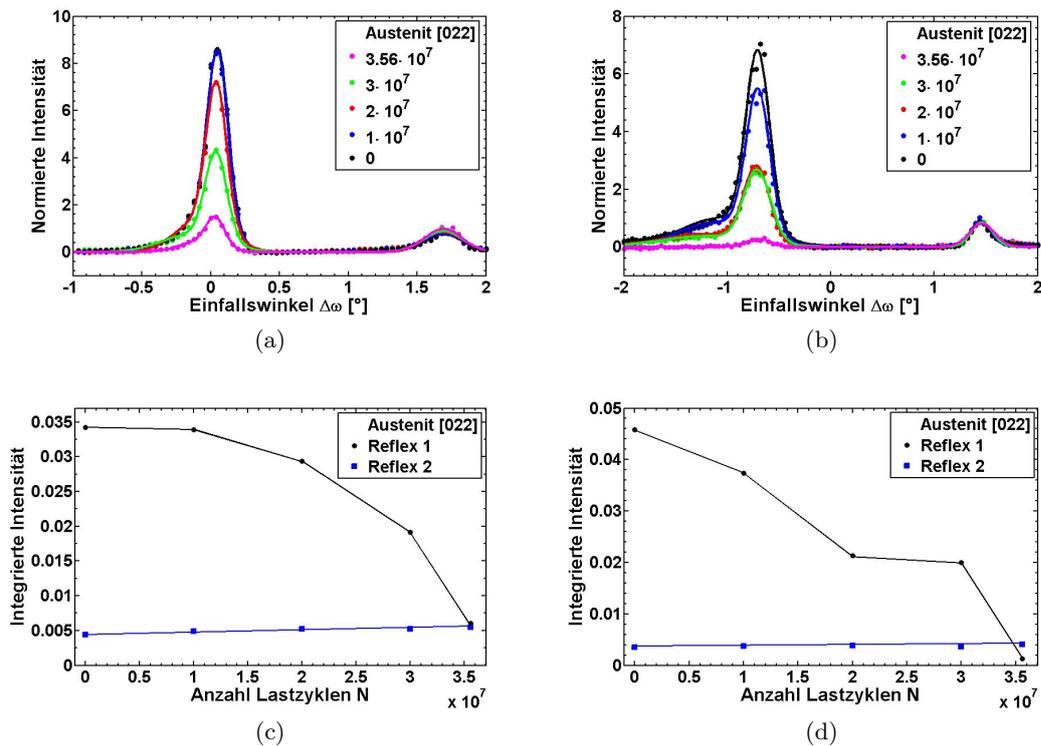
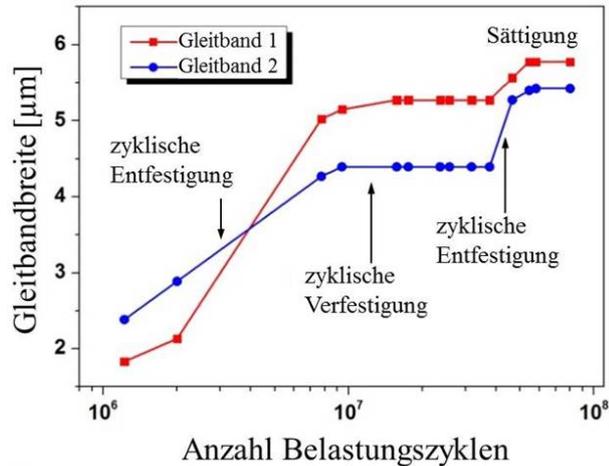


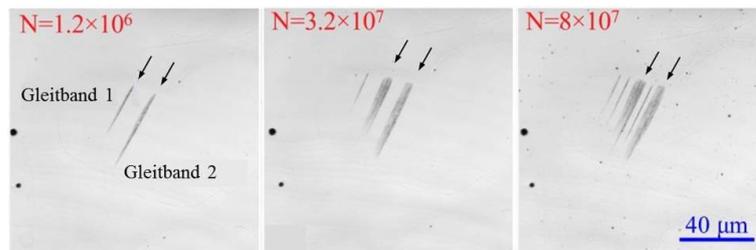
Abbildung 5.8: Die Abnahme der Intensität am Beispiel zweier Austenit [022] Reflexe der Probe 5. a) und b) Rockingkurven in Abhängigkeit vom Einfallswinkel und der Anzahl der Lastzyklen, c) und d) integrierte Intensität in Abhängigkeit von der Anzahl der Lastzyklen. Dabei gehören die Graphen a) und c) zu einem Austenit [022] Korn und b) und d) zu einem anderen A[022] Korn.

vorhandene Struktur zerstören oder soweit verändern, dass die dazugehörigen Reflexe nicht mehr im Messbereich liegen oder mit der Bildung von Subkörnern und damit mit der Rotation eines Teil des Korns, dessen Reflexe außerhalb des beobachteten Messbereichs liegen. Die Gleitbandbildung führt zu einer Entfestigung des Austenitkorns. Für ein Austenit [022] Korn, dessen Rockingkurve in Abbildung 5.8 a) gezeigt ist, würde dies bedeuten, dass sich kontinuierlich immer mehr Gleitbänder bilden, bis von der Struktur des Ausgangskorns kaum noch etwas vorhanden ist. Dieses Korn entfestigt also vom Ausgangszustand bis zum Versagen der Probe immer weiter. Der Reflex in Abbildung 5.8 b) zeigt zwischen  $2 \cdot 10^7$  und  $3 \cdot 10^7$  Lastzyklen ein konstantes Verhalten. Dies kann als vorübergehende Stagnation der Gleitbandbildung interpretiert werden und damit als Verfestigung des Korns. Dieses Korn zeigt also zunächst bis  $2 \cdot 10^7$  Lastzyklen eine Entfestigung, zwischen  $2 \cdot 10^7$  und  $3 \cdot 10^7$  Lastzyklen eine Verfestigung und danach eine erneute Entfestigung. Diese Entfestigung-Verfestigung-Entfestigung wurde auch von Fu [11] in Austenitkörnern beobachtet und ist in Abbildung 5.9 gezeigt. Nachdem die Gleitbänder entstanden sind nehmen sie in der Breite bis etwa  $9 \cdot 10^6$  Lastzyklen zu, dies ist der Bereich der zyklischen Entfestigung. Während der zyklischen Verfestigung verändert sich die Form der Gleitbänder bis etwa  $3,2 \cdot 10^7$  Lastzyklen nicht. Danach

gibt es eine weitere Phase der zyklischen Entfestigung in der die Breite der Gleitbänder weiter zunimmt. Ab etwa  $6 \cdot 10^7$  Lastzyklen verändern sich die Gleitbänder nicht mehr. Eine weitere Erklärung für die Intensitätsabnahme wäre das Auftreten von transgranu-



(a)



(b)

Abbildung 5.9: a) Breitenwachstum der in b) gezeigten Gleitbänder. In a) ist deutlich das Entfestigungs-Verfestigungs-Entfestigungs-Verhalten dieses beobachteten Austenitkorns zu erkennen. Nach [11].

laren Mikrorissen, die laut Fu [11] schon in einem sehr frühen Stadium der Ermüdung auftreten können und kontinuierlich wachsen. Bei dieser Interpretation würde das Korn durch Mikrorisse in zwei oder mehr Subkörner geteilt und diese könnten soweit rotieren, dass die Reflexe nicht mehr im beobachteten Messbereich liegen.

Intensitätsänderungen treten nicht nur als leichte Zu- oder Abnahme der Intensität eines Reflexes auf. Im Extremfall verschwinden Reflexe oder wachsen dort, wo vorher keiner war. Dies kann sogar von einer Messung zur anderen geschehen. Diese extremen Änderungen in der Intensität wurden nicht nur bei Austenitreflexen in den  $\omega$ -Rockingkurven beobachtet, sondern auch bei Ferritreflexen und werden im folgenden gezeigt. Die Rockingkurve eines Austenit [022] Reflexes der Probe 8 (s. Abb. 5.10 a)) zeigt 3 Reflexe, von denen der 2. Reflex immer kleiner wird und nach dem Versagen der Probe fast ganz verschwunden ist. Die anderen beiden Reflexe bleiben nahezu konstant und ändern sich nicht. Dies ist auch der Abbildung 5.10 b) zu entnehmen, die die integrierte Intensität in Abhängigkeit der Anzahl der Lastzyklen dieses Austenitkorns zeigt.

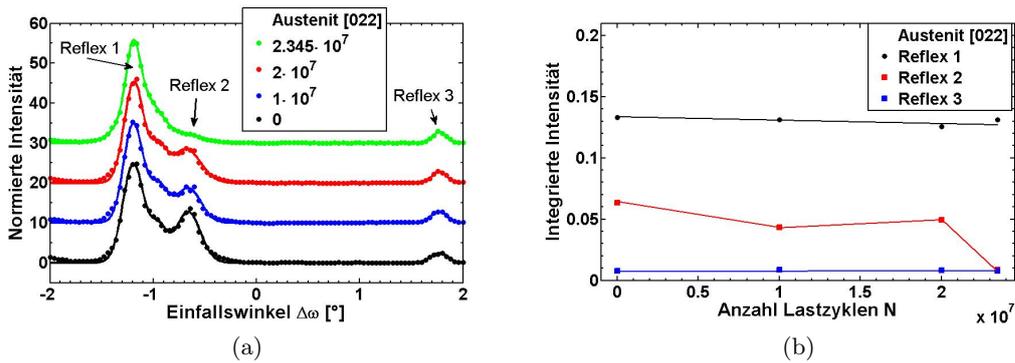


Abbildung 5.10: Verschwinden eines Reflexes am Beispiel von einem Austenit [022] Reflex der Probe 8. a) Rockingkurve, Reflex 2 wird kontinuierlich kleiner, dies zeigt auch die Integrierte Intensität in b). Während der Ermüdung ändert sich nur Reflex 2, die anderen beiden bleiben konstant.

Die integrierten Intensitäten des 1. und 3. Reflexes bleiben nahezu konstant und die des 2. Reflexes nimmt zunächst leicht ab, bleibt dann konstant, um nach dem Versagen der Probe nahezu ganz zu verschwinden. Interpretiert werden kann diese Rockingkurve durch ein Korn, welches aus mindestens 3 Subkörnern besteht, die durch Kleinwinkelkorngrenzen von maximal  $3^\circ$  in  $\omega$  getrennt sind und von denen nur ein Subkorn von der Ermüdung betroffen ist. Zunächst könnten sich in diesem Subkorn Gleitbänder bilden, was die erste Intensitätsabnahme erklärt, dann ein Stopp im Gleitbandwachstum und anschließend die Bildung von so vielen Gleitbändern, dass dieses Subkorn nur noch aus Gleitbändern besteht, deren Reflex außerhalb des beobachteten Winkelbereiches liegt. Auch hier kann wieder ein Entfestigung-Verfestigung-Entfestigung-Verhalten des Austenitkorns beobachtet werden. Ein Beispiel dafür, dass auch die Rockingkurven von

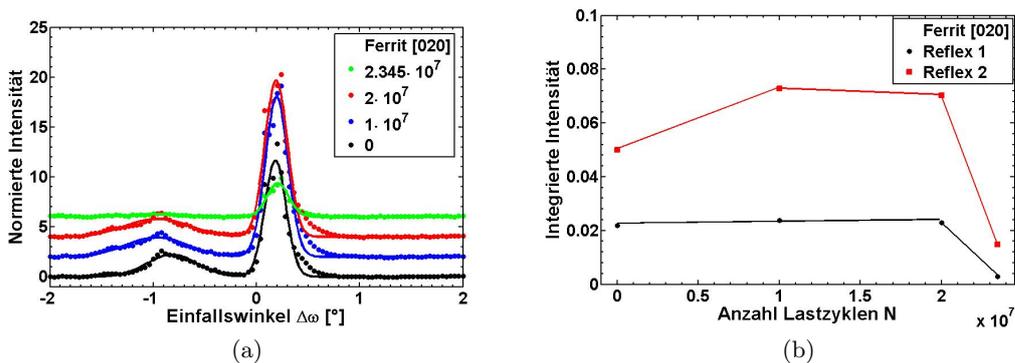


Abbildung 5.11: Intensitätsänderungen am Beispiel von Probe 8 an einem Ferrit [020] Reflex. a) Rockingkurve in Abhängigkeit vom Einfallswinkel und der Lastzyklenzahl. Der erste Reflex verändert zunächst die Position, wird breiter und verschwindet dann. Ein zweiter Reflex wächst zunächst, wird dann aber deutlich kleiner. b) zeigt den Verlauf der integrierten Intensität der beiden Reflexe.

Ferritreflexen große Änderungen erfahren können, ist in Abbildung 5.11 a) anhand eines

Ferrit [020] Reflexes der Probe 8 gezeigt. Diese Rockingkurve besteht aus zwei Reflexen, die sich unterschiedlich verhalten. Der linke von beiden wird zunächst breiter und die Intensität nimmt minimal ab. Dann bleibt seine Form konstant und er verschwindet nach dem Versagen der Probe komplett. Die Intensität des zweiten Reflexes nimmt zunächst zu, bleibt dann in etwa konstant und nimmt nach dem Versagen der Probe stark ab, verschwindet jedoch nicht. Dieses Verhalten spiegelt auch die integrierte Intensität, die in Abbildung 5.11 b) gegen die Anzahl der Lastzyklen aufgetragen ist, wieder. Die integrierte Intensität von Reflex 1 bleibt bis  $2 \cdot 10^7$  Lastzyklen konstant und verschwindet dann beinahe ganz. Diejenige von Reflex 2 steigt zunächst an, bleibt dann annähernd konstant und fällt zum Versagen der Probe rapide ab. Wie aus den Untersuchungen von Istomin et al. [9] bekannt ist, werden die Rockingkurven der Ferritkörner kaum durch die Ermüdung der Probe beeinflusst, bzw. es wurden kaum Ferritreflexe gefunden, die sich stark veränderten. Fu [11] hat jedoch in seiner Arbeit gezeigt, dass die Entfestigung-Verfestigung-Entfestigung in einem benachbarten Austenitkorn zu einer starken plastischen Verformung im Ferritkorn führen kann. Die plastischen Veränderungen, die ein Ferritkorn durch Gleitbänder im Austenitkorn und durch Versetzungsaufstau an der Phasengrenze erfährt, sind in Abbildung 2.14 b) gezeigt. Das hier diskutierte Ferritkorn besteht aus mindestens zwei Subkörnern, von denen das eine, welches den ersten Reflex hervorruft zunächst plastisch verformt wird, und deshalb die FWHM größer wird und gleichzeitig die Intensität abnimmt. Danach stoppt dieser Prozess vielleicht aufgrund der Verfestigung im Austenit. Bei erneutem Einsetzen der Entfestigung des Austenitkorns wird die plastische Verformung so groß, dass der Reflex beinahe komplett verschwindet.

Eine weitere Erklärung für das plötzliche Verschwinden des ersten Reflexes könnte ein Riss sein, der die Subkörner voneinander trennt und das Subkorn weit genug rotiert, dass es nicht mehr im beobachteten Messbereich liegt. Die Risskeime, die in Ferritkörnern beobachtet werden können, werden durch Gleitbänder im benachbarten Austenitkorn verursacht (s. Abb. 5.12) [4]. Wachsen die Risskeime weiter, so entsteht ein Riss, der zum Versagen der Probe führen kann. Das Anwachsen der Intensität zu Be-

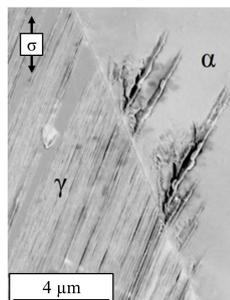


Abbildung 5.12: Risskeimbildung im Ferritkorn aufgrund von Gleitbändern im benachbarten Austenitkorn. Nach [4].

ginn könnte durch den Abbau von Eigenspannungen im Ferrit verursacht werden, was

auch von Fu [11] beobachtet wurde. Danach bleibt dieses Subkorn von der Ermüdung unbeeinflusst und könnte dann durch einen sich schnell ausbreitenden Riss in weitere Subkörner gespalten werden, deren Orientierungen soweit gedreht sind, dass die Reflexe nicht mehr im Messbereich liegen und nur noch ein kleiner Teil des ehemaligen Subkornes hat die ursprüngliche Orientierung. Der Bereich der plastischen Verformung könnte sich auch deutlich vergrößert haben und nun auch einen Großteil dieses Subkornes betragen.

Der Abbau von Eigenspannungen zu Beginn der Ermüdung konnte auch von Dönges et al. [12] experimentell in Ferrit- und in Austenitkörnern beobachtet werden und wurde auch durch Simulationen von Dönges [4] theoretisch nachgewiesen. In Abbildung

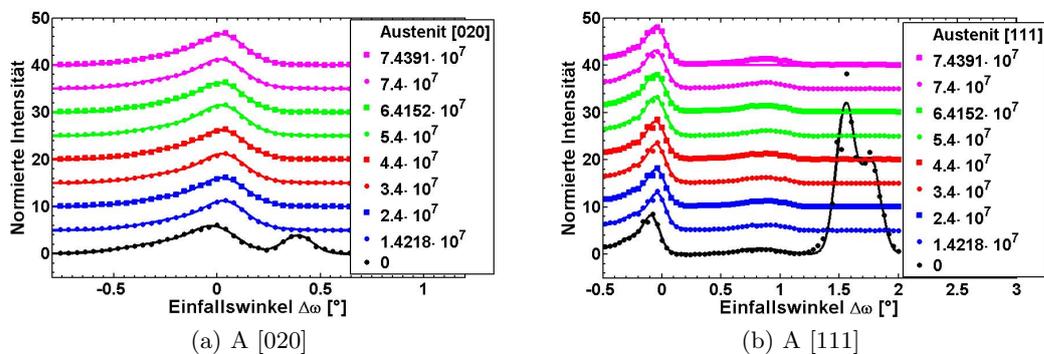


Abbildung 5.13: Plötzliches Verschwinden von Reflexen an Beispielen der Probe 6. a) Austenit [020] Reflex verschwindet nach einem Ermüdungszyklus, dieses Verhalten wurde auch an einem b) Austenit [111] Reflex derselben Probe beobachtet.

5.13 sind zwei Beispiele für das plötzliche Verschwinden eines Reflexes von einer Messung auf die andere gezeigt. Diese Beispiele sind ein Austenit [020] Reflex a) und ein Austenit [111] Reflex b), beide von der Probe 6. Beide Rockingkurven bestehen aus mehreren Reflexen, wobei jeweils der linke Reflex seine Form nicht ändert, nur die Position verschiebt sich jeweils zu höheren Einfallswinkeln. Dies könnte auf eine Rotation des Kornes hindeuten. Bei dem Austenit [111] Reflex gibt es noch einen mittleren Reflex, der sich nicht verändert. Auch die integrierte Intensität dieser Reflexe ändert sich nicht, weshalb sie hier nicht gezeigt wird. Es fällt auf, dass im Ausgangszustand jeweils ein Reflex vorhanden ist, der bereits nach den ersten  $1,4218 \cdot 10^7$  Lastzyklen bei 250 MPa verschwunden ist. Das Verschwinden des Reflexes kann z.B. auf eine Kornrotation durch Bildung eines intergranularen Mikrorisses zurückgeführt werden. Diese treten schon bei relativ geringen Lastspielzahlen auf [12] und entstehen laut Fu [11] plötzlich. Das dieser Riss in diesem frühen Stadium der Ermüdung noch nicht zum Probenversagen geführt hat kann daran liegen, dass er durch eine weitere Korn- oder Phasengrenze aufgehalten wurde, da der Winkel zwischen den möglichen Gleitebenen der benachbarten Körner zu groß war. Das intragranuläre Risse aufgehalten werden, wurde z.B. von Dönges [12] beobachtet. Abbildung 5.14 a) zeigt das Erscheinen und

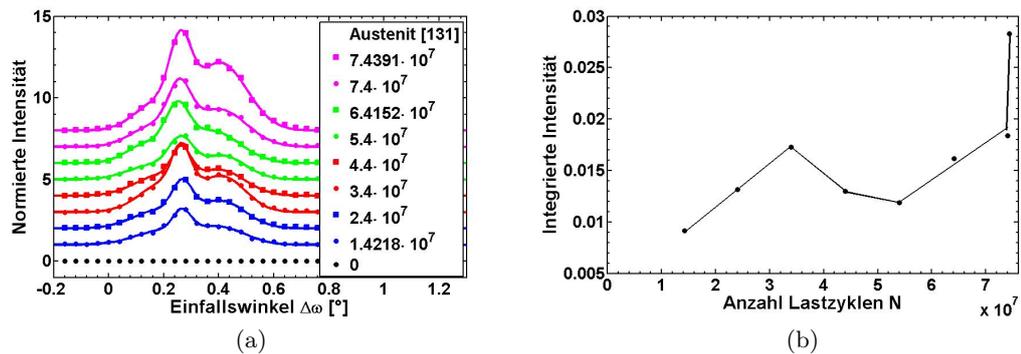


Abbildung 5.14: Probe 6 Austenit [131] Reflex. a) Kontinuierliches Wachstum eines Reflexes, wo vorher keiner war, b) zeigt die integrierte Intensität für den gesamten Reflex. Die eingezeichnete Linie ist nur als "guide to the eye" zu verstehen. Bemerkenswert ist der extreme Anstieg der integrierten Intensität zum Versagen der Probe.

das Wachstum eines Reflexes. An dieser Position wurde zu Beginn der Messreihe noch kein Reflex beobachtet. Der nach  $1,4218 \cdot 10^7$  Lastzyklen erschienene Austenit [131] Reflex der Probe 6 wächst nach dem Auftreten kontinuierlich bis zum Versagen der Probe weiter. Allerdings gibt es einen Sprung bei 34 Millionen Lastzyklen. Dieser hat dieselbe Reflexhöhe, wie der bei 64 Millionen. Die Reflexe dazwischen sind aber wieder auf dem Niveau von 24 Millionen Lastzyklen. Diese Rockingkurve wurde mit drei Gaußkurven angepasst, was darauf hindeutet, dass dieses Korn aus 3 Subkörnern besteht. Das gesamte Korn wurde bereits bei der niedrigen Lastamplitude von 250 MPa von der Ermüdung beeinflusst und der Reflex in den Messbereich gedreht. Danach erhöht sich der Anteil der reflektierten Intensität weiter. Dies könnte darauf hindeuten, dass das Korn Eigenspannungen abbaut indem Versetzungen ausgelöscht werden und so die Gitterstruktur des ganzen Kornes perfekter wird. Ab 34 Millionen Lastzyklen nimmt die Intensität durch erneute Bildung von Versetzungen oder Gleitbändern wieder ab. Ab 54 Millionen Lastzyklen nimmt die reflektierte Intensität wieder zu. Dies könnte durch erneuten Abbau der neu gebildeten Versetzungen erklärt werden. Die Zunahme der Intensität ist besonders groß zwischen 74 Millionen Lastzyklen und dem Versagen der Probe. Auch die integrierte Intensität (s. Abb. 5.14 b)) zeigt dieses Verhalten. Eine weitere Erklärung für das Wachstum könnte die Bildung von Gleitbändern sein. Bereits beim ersten Ermüdungsschritt entstehen die Gleitbänder und führen zu diesem aufgespaltenen Reflex. Diese nehmen in den nächsten Ermüdungsschritten weiter zu und der Austenit entfestigt. In der Verfestigungsphase des Austenits bilden sich keine neuen Gleitbänder, aber es kann sein, dass manche Bereiche dieser bereits gebildeten Gleitbänder wieder zurückgedreht werden. Danach werden weitere Gleitbänder gebildet und der Austenit entfestigt wieder. Besonders viele Gleitbänder werden kurz vor Versagen der Probe gebildet, was den deutlichen Anstieg der normierten als auch der integrierten Intensität erklärt.

### 5.3.2 Beispiele für Positionsänderungen

Abbildung 5.15 zeigt Beispiele für Rockingkurven, deren Positionen sich kontinuierlich über alle Belastungsschritte verändern. Im Fall des Austenit [131] scheint sich das Korn zunächst in eine Richtung zu drehen und dreht sich dann in den letzten drei Ermüdungsschritten wieder ein Stück zurück, erreicht allerdings die Ausgangsposition nicht mehr. Dieses Korn wurde also schon bei relativ geringen Belastungsspannungen von 250 MPa von der Ermüdung beeinflusst. Das Austenitkorn zum Austenitreflex A[222] wurde bei geringen Belastungsspannungen bis einschließlich 330 MPa nicht beeinflusst. Erst bei der für diese Probe zum Versagen führenden Spannung von 360 MPa wurde dieses Korn beeinflusst. Die Position verschiebt sich in  $\omega$  zu kleineren Winkeln. Für beide Reflexe bleibt die integrierte Intensität, bis auf kleine Schwankungen, über den gesamten Beobachtungszeitraum konstant und wird deshalb hier nicht weiter betrachtet.

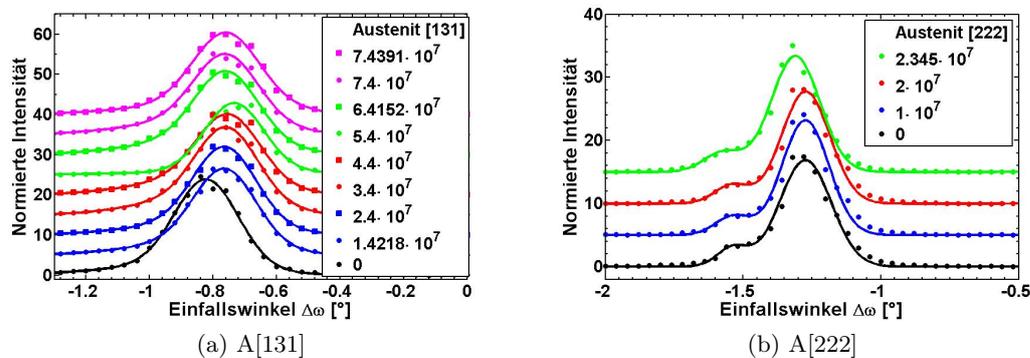


Abbildung 5.15: Positionsänderungen am Beispiel eines a) Austenit [131] Reflexes der Probe 6 und b) eines Austenit [222] Reflexes der Probe 8.

### 5.3.3 Beispiele für Kombinationen aus mehreren Änderungen

**Austenit [111] Reflex der Probe 8** In Abbildung 5.16 a) ist exemplarisch an einem Austenit [111] Reflex der Probe 8 die Änderung der  $\omega$ -Rockingkurve während der Ermüdung der Probe gezeigt. Die unterste Messung zeigt das Austenitkorn im unermüdeten Zustand und die oberste Messung nach der deutlichen Rissbildung auf der Oberfläche der Probe. An diesem Reflex treten Verbreiterung, Aufspaltung, Intensitäts- und Positionsänderungen auf. Alle Kurven sind mit jeweils zwei Gaußkurven angepasst worden. Die einzelnen Messungen sind zur besseren Erkennbarkeit entlang der Intensitätsachse gegeneinander verschoben worden. Es zeigt sich, dass sich die FWHM nicht erst kurz vor dem Versagen der Probe ändert, sondern bereits nach den ersten Ermüdungsschritten. Dies ist auch in Abbildung 5.16 b) zu sehen. Zunächst steigt die FWHM des Gesamtreflexes von etwa  $0,225^\circ$  bis  $0,3^\circ$  kurz vor Versagen der Probe an, um nach dem Versagen der Probe sprunghaft auf  $0,5^\circ$  zu steigen. Dieser rapide Anstieg der FWHM ist auch in der Rockingkurve am Aufspalten der Kurve zu erkennen. Dieses Verhalten

der FWHM könnte durch die Entstehung von Gleitbändern verursacht werden, da diese bereits sehr früh auf der Oberfläche von Proben beobachtet werden und die Anzahl der Gleitbänder im Laufe der Ermüdung weiter zunimmt bis es zum Versagen der Probe kommt [14]. Die Bildung der Gleitbänder im Laufe der Ermüdung wurde von Dönges simuliert [4]. Dass die Verbreiterung bereits bei den ersten Ermüdungsschritten einsetzt deutet darauf hin, dass der Rissinitiierungsort bzw. der Ort mit der größten Belastung der Probe vermutlich im vom Röntgenstrahl beleuchteten Bereich der Probe war und der Riss nicht erst im Laufe der Ermüdung in diesen Bereich hereingewachsen ist. Die

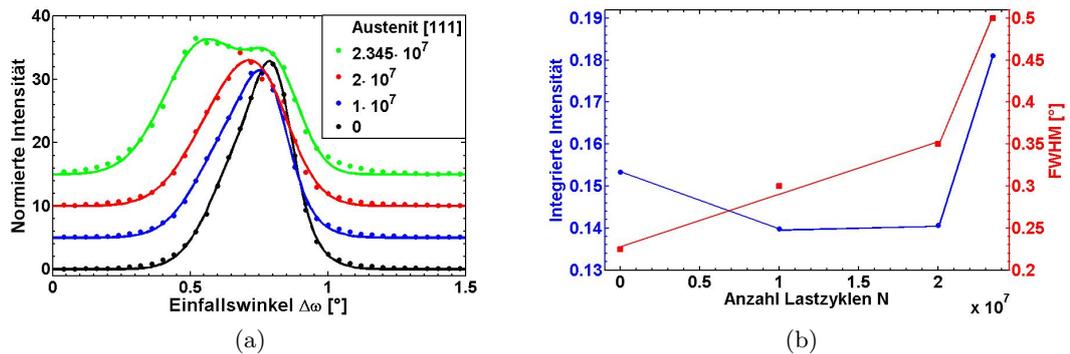


Abbildung 5.16: a) Verbreiterung, Aufspaltung, Positions- und Intensitätsänderung am Beispiel eines Austenit [111] Reflexes der Probe 8. Die einzelnen Kurven sind zur besseren Erkennbarkeit entlang der Intensitätsachse gegeneinander verschoben. b) FWHM (in rot) und Integrierte Intensität (in blau) des gesamten Austenit [111] Reflexes aus a) aufgetragen gegen die Anzahl der Lastzyklen. Die eingezeichneten Linien sollen nur als "guide to the eye" dienen.

Positionen der beiden Gaußkurven verändern sich unterschiedlich. Die linke der beiden Gaußkurven verschiebt sich zu kleineren Winkeln in  $\omega$ , wobei die Änderung zwischen dem Ausgangszustand und nach dem Versagen  $0,17^\circ$  beträgt. Die zweite Gaußkurve bleibt in etwa in ihrer ursprünglichen Position. Werden nun die beiden Gaußkurven als Reflexe von zwei Subkörnern interpretiert, die sich um den Winkel  $\theta = \Delta\omega$  voneinander unterscheiden, so kann durch die Änderung des Winkels die relative Versetzungsdichte berechnet werden. Diese bezieht sich immer auf den Ausgangszustand und ist in Abbildung 5.17 zu sehen. Zunächst bleibt die Versetzungsdichte nahezu konstant und steigt nur leicht an, um dann im letzten Ermüdungsschritt sprunghaft anzusteigen. Dies könnte zunächst auf die Gleitbandbildung zurückgeführt werden und im letzten Schritt vielleicht schon auf einen Riss hindeuten, der die beiden Subkörner des Kornes deutlich weiter verkippt hat. Risse mit einer nennenswerten Größe treten erst kurz vor Versagen der Probe auf [8, 35]. In Abbildung 5.16 b) ist die integrierte Intensität gegen die Anzahl der Lastzyklen aufgetragen. Diese nimmt zunächst ab, was als Zunahme von Versetzungen im Korn interpretiert werden könnte, da zunächst auch bei beiden Gaußkurven die Intensität abnimmt und die FWHM zunimmt. Anschließend bleibt die integrierte Intensität konstant und steigt zum Versagen der Probe wieder sprunghaft

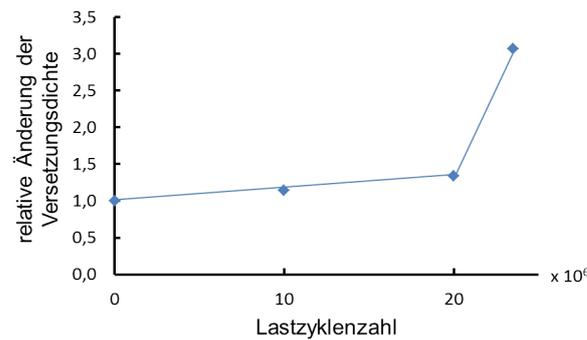


Abbildung 5.17: Relative Änderung der Versetzungsdichte im Austenit [111] Korn der Probe 8, in Abhängigkeit von der Anzahl der Lastzyklen. Die eingezeichnete Linie dient nur als "guide to the eye".

an. Auch dieses Verhalten kann durch eine höhere Gleitbanddichte erklärt werden oder bereits auf einen Riss hindeuten.

Wie bereits angedeutet wurde, sind alle Rockingkurven des A [111] Reflexes mit zwei Gaußkurven angepasst worden. Abbildung 5.18 zeigt die Anpassung mit zwei Gaußkurven für den nicht ermüdeten Zustand und nach dem Versagen der Probe. Hier wird die deutliche Änderung der Rockingkurve zwischen Ausgangszustand und Endzustand ersichtlich, da diese Kurven nicht gegeneinander verschoben wurden. Während der Ermüdung hat der 1. Reflex seine Position deutlich zu kleineren Werten in  $\omega$  verändert, während der 2. Reflex seine Position nicht geändert hat. Bei den Maxima der beiden

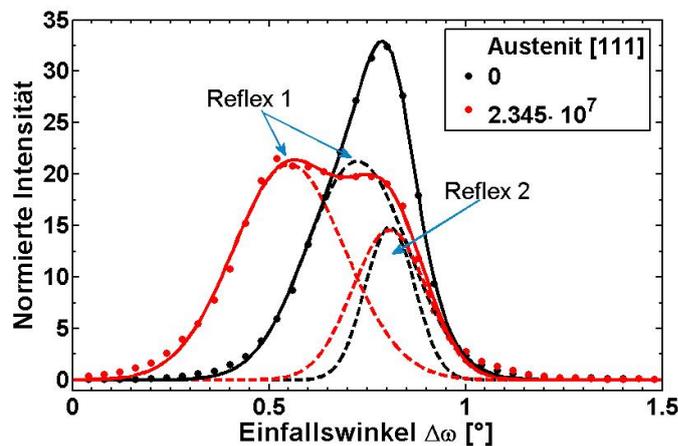


Abbildung 5.18: Vergleich des Ausgangszustandes und des Endzustandes der Rockingkurven eines Austenit [111] Reflexes von Probe 8. Zusätzlich zu den Anpassungskurven sind auch die Gaußkurven eingezeichnet.

Gaußkurven in  $\omega$  wurde jeweils die  $\chi$ -Abhängigkeit analysiert. In Abbildung 5.19 a) und b) sind die Messungen an den zwei Positionen aufgetragen. Dabei fällt auf, dass zunächst beide Reflexe ihre Position in  $\chi$  beibehalten und erst nach Versagen der Probe ändern. Hier scheint sich das gesamte Korn um  $\chi$  zu drehen. Außerdem fällt beim 1.

Reflex die Intensität ab. Beim 2. Reflex wird die Intensität schwächer und gleichzeitig wird die FWHM größer. Dies kann damit interpretiert werden, dass sich das erste Austenit [111] Subkorn nur dreht, seine Größe und Anzahl der Versetzungen beibehält und das andere Subkorn sich sowohl dreht, als auch seine Größe und / oder die Anzahl der Versetzungen ändert. Die Änderung der Position im Vergleich zum Ausgangszustand

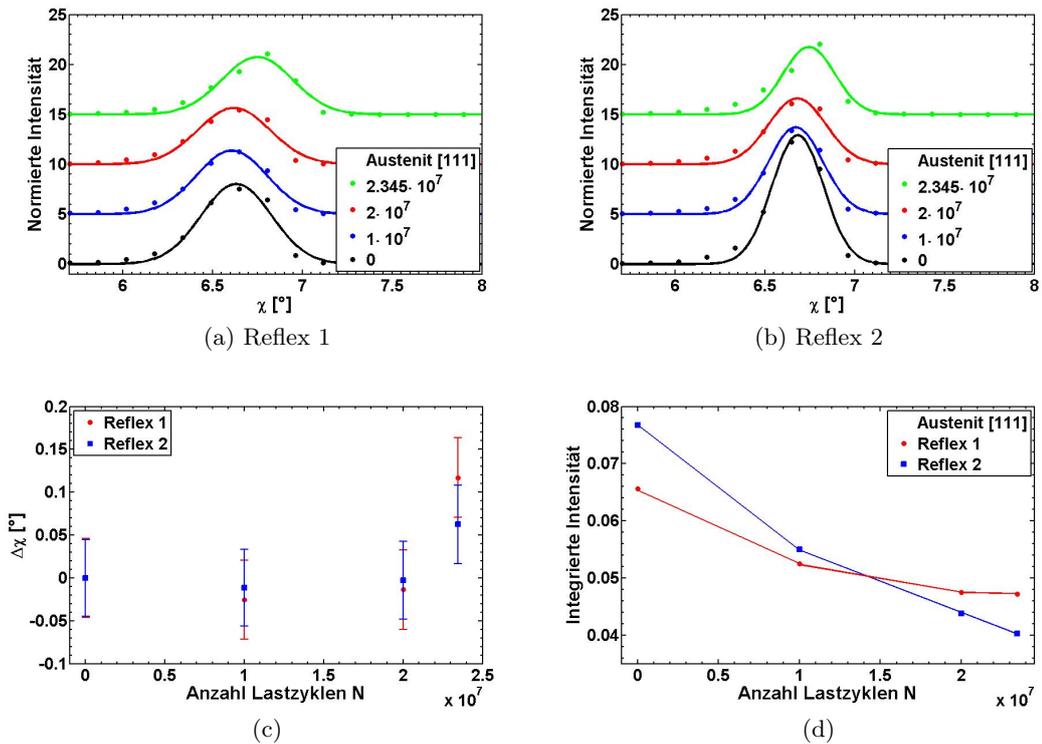


Abbildung 5.19: Die normierten Intensitäten in Abhängigkeit von  $\chi$  für a) Reflex 1 und b) Reflex 2 und deren Veränderung nach verschiedenen Belastungszyklen. c) zeigt die Positionsänderung der  $\chi$ -Kurven in Abhängigkeit der Anzahl der Lastzyklen und d) die Änderungen der integrierten Intensität gegen die Anzahl der Lastzyklen der beiden Reflexe aus a) und b).

in  $\Delta\chi$  ist in Abbildung 5.19 c) zu sehen. Dabei fällt die deutliche Änderung der Position um  $0,06^\circ$  bzw.  $0,12^\circ$  nach Versagen der Probe auf. Dieses Verhalten trat bei zwei der untersuchten sieben Austenitreflexe auf und bei einem von vier Ferritreflexen. Die integrierte Intensität der  $\chi$ -Kurven fällt bei beiden Reflexen ab (s. Abb. 5.19 d)).

**Austenit [042] Reflex der Probe 2** Abbildung 5.20 a) zeigt die Entwicklung einer Austenit [042] Rockingkurve der Probe 2 während der Ermüdung. Die Rockingkurve besteht aus zwei Reflexen, von denen der erste konstant bei  $\Delta\omega = -0,55^\circ$  liegt und der zweite seine Position in Bezug auf den ersten Reflex verändert. Auf den ersten Blick verändert sich der erste Reflex kaum und der zweite durchläuft verschiedene Veränderungen. Die Position, Intensität und auch die FWHM ändert sich im Laufe der Ermüdung. Nach den ersten zwei Ermüdungsschritten ist der zweite Reflex kaum

bzw. nur als Schulter des ersten Reflexes vorhanden. Nach 20 Millionen Lastzyklen ist der zweite Reflex gut ausgebildet und verschwindet nach 30 Millionen Lastzyklen wieder. Diese Rockingkurve ähnelt den ersten beiden Rockingkurven. Ab 40 Millionen Lastzyklen wächst der zweite Reflex wieder, bis er kurz vor dem Versagen der Probe sein Maximum erreicht. Diese Probe wurde leider nicht noch ein weiteres Mal nach dem Versagen der Probe vermessen.

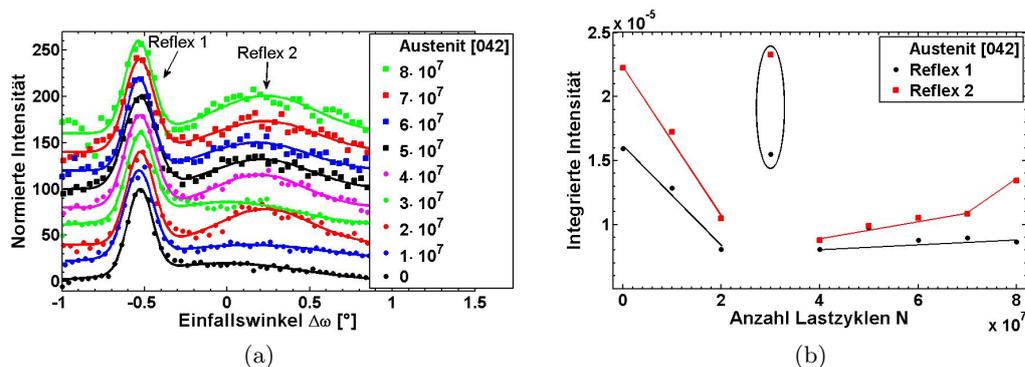


Abbildung 5.20: Probe 2 Austenit [042] Reflex a) Rockingkurve in Abhängigkeit vom Einfallswinkel  $\Delta\omega$  und der Anzahl der Lastzyklen. b) Integrierte Intensität in Abhängigkeit von den Lastzyklen für beide Reflexe. Die eingekreisten Punkte könnten von einem Messfehler herrühren, da die zugehörige Rockingkurve in a) auch von den anderen abweicht. Nach [78].

Die integrierte Intensität der beiden Reflexe ist in Abbildung 5.20 b) zu sehen. Anhand der integrierten Intensität ist zu erkennen, dass sich sowohl Reflex eins als auch zwei zunächst beide verändern. Die integrierte Intensität beider Reflexe nimmt bis 20 Millionen Lastzyklen ab. Bei 30 Millionen Lastzyklen weicht die integrierte Intensität bei beiden Reflexen stark von den anderen Messungen ab und auch die Rockingkurve sieht deutlich anders aus als die Rockingkurven davor und danach. Ab 40 Millionen Lastzyklen steigt die integrierte Intensität von Reflex eins nur minimal an. Die integrierte Intensität von Reflex zwei steigt bis 70 Millionen Zyklen leicht an und danach noch einmal deutlich. Dieses Korn scheint aus mindestens zwei Subkörnern zu bestehen, die so zum Strahl orientiert sind, dass die Braggbedingung erfüllt ist. Der erste Abfall der integrierten Intensität des ersten Reflexes kann auf die Zunahme von Versetzungen hindeuten und beim zweiten Reflex vielleicht auf die Abnahme von Versetzungen, da gleichzeitig die FWHM abnimmt und die Intensität zunimmt. Die Zunahme der Reflexhöhe bei gleichzeitiger Abnahme der FWHM kann aber auch durch den Abbau von, bereits im Ausgangszustand vorhandenen und durch die Produktion bedingte, Eigenspannungen erklärt werden. Versetzungen, die im Ausgangszustand vorhanden waren, löschen sich gegenseitig aus und das Korn wird perfekter. Dadurch steigt die Intensität an und die FWHM wird kleiner. Der Abbau von Eigenspannungen im Austenit wurde auch von Fu beobachtet [11]. Die Abweichung bei 30 Millionen Zyklen kann auf einen Messfehler hindeuten [78] oder beim ersten Reflex auf eine deutliche Abnahme der Ver-

setzungen und beim zweiten Reflex auf eine Zunahme von Versetzungen, da hier die FWHM wieder deutlich zunimmt und die Intensität abnimmt. Es könnte sich natürlich auch um ein Subkorn handeln, welches rotiert. Ab 40 Millionen Lastzyklen verändert sich das Subkorn, welches zum ersten Reflex gehört, kaum. Das zweite Subkorn könnte entweder durch ein weiteres Subkorn größer werden, oder es drehen sich durch Gleitbandbildung immer mehr Gitterebenen in diese Orientierung und führen so zu einer Zunahme der integrierten Intensität. Diese Zunahme durch Gleitbandbildung würde zu den Beobachtungen von Dönges [4] passen, da die Gleitbandbildung mit steigender Lastzyklenzahl zunimmt und die meisten Gleitbänder kurz vor dem Versagen der Probe gebildet werden. Diese Rockingkurve wurde bereits in [78] diskutiert.

**Austenit [133] Reflex Probe 2** Abbildung 5.21 a) zeigt die Entwicklung der Rockingkurve eines Austenit [133] Reflexes der Probe 2 im Laufe der Ermüdung der Probe. Die Rockingkurve besteht aus zwei Reflexen, die jeweils mit zwei Gaußkurven angepasst wurden. Diese Messungen sind jeweils auf das Maximum des zweiten Reflexes normiert, um die Änderungen, die der erste Reflex durchläuft, zu verdeutlichen. Die integrierten Intensitäten in Abbildung 5.21 b) beziehen sich auf diese Normierung.

Aufgrund dieser Normierung ist gut zu erkennen, dass sich der zweite Reflex in Form und Position kaum verändert. Lediglich die erste Gaußkurve des zweiten Reflexes variiert in der Intensität. Im Vergleich zum zweiten Reflex verändert sich der erste Reflex stark während der Ermüdung. Die Position, die FWHM und die Intensität ändern sich. Keine dieser Änderungen geschieht kontinuierlich, sondern immer plötzlich. So verschiebt der erste Reflex zunächst seine Position, dann bildet er eine Schulter aus, wird dann nach 30 Millionen Zyklen sehr breit, verschiebt wiederum seine Position und nimmt in der Intensität deutlich ab. Nach 40 Millionen Zyklen ist dieser Reflex mit beiden Gaußkurven wieder an der Position, die er nach 20 Millionen Zyklen hatte, jedoch deutlich schmaler und höher. Diese Form behält er mit kleinen Änderungen bis 60 Millionen Zyklen bei. Nach 70 Millionen Zyklen nimmt die Intensität dieses Reflexes wieder deutlich ab, um kurz vor dem Versagen der Probe ihr Maximum zu erreichen. Dieses Verhalten könnte vielleicht durch die Bildung und Auslöschung von Versetzungen erklärt werden. Bewegt sich eine Versetzung durch das Korn, verzerrt sie das Gitter und der Reflex wird breiter und niedriger. Ist die Versetzung bis an den Rand des Kornes gewandert, so ist das Gitter wieder perfekter und der Reflex wird schmaler und höher. Gleichzeitig können so auch ganze Gitter verkippen, also in Subkörner aufspalten, die durch eine Kleinwinkelkorngrenze getrennt sind. Durch die Veränderung der KWKG lassen sich die Positionsänderungen erklären. Natürlich könnten die Reflexe 1 und 2 auch von zwei völlig verschiedenen Körnern stammen, die zufällig die gleiche Orientierung in  $\chi$  und beinahe die gleiche Orientierung in  $\omega$  aufweisen. Die integrierte Intensität der beiden Reflexe ist in Abbildung 5.21 b) gezeigt. Hier wird nicht zwischen den einzelnen Gaußkurven unterschieden, sondern nur der Gesamtreflex gezeigt. Auch hier ist zu sehen, dass der zweite Reflex sich kaum verändert. Die integrierte Intensität nimmt,

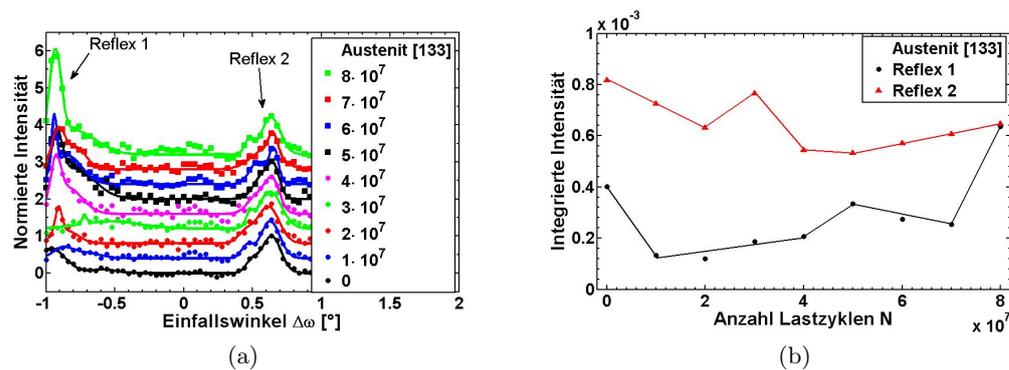


Abbildung 5.21: Probe 2 Austenit [133] Reflex. a) Rockingkurve, b) integrierte Intensität. Nach [8].

mit Ausnahme des Reflexes bei 30 Millionen Zyklen, bis 50 Millionen Lastzyklen ab und steigt danach wieder leicht an. Bei 30 Millionen Lastzyklen ist die zweite Gaußkurve im zweiten Reflex breiter und erklärt so den Anstieg in der integrierten Intensität. Die Abnahme könnte durch die Bildung von Versetzungen erklärt werden, die Zunahme bei 30 Millionen Lastzyklen durch das Auslösen von etlichen Versetzungen. Anschließend werden direkt wieder neue Versetzungen gebildet, die ab 60 Millionen Lastzyklen nach und nach wieder ausgelöscht werden. Die integrierte Intensität des ersten Reflexes zeigt deutliche Änderungen, wie auch die Rockingkurve. Zunächst nimmt die integrierte Intensität vom Ausgangszustand zum ersten Ermüdungszustand nach  $1 \cdot 10^7$  Lastzyklen ab, steigt dann bis  $5 \cdot 10^7$  Lastzyklen an, fällt danach bis  $7 \cdot 10^7$  Lastzyklen wieder ab und steigt danach nochmal rapide an. Der erste Abfall könnte mit der Bildung von Versetzungen erklärt werden. Danach bilden sich nach und nach Subkörner heraus, die durch eine Kleinwinkelkorngrenze, also Versetzungen, voneinander getrennt sind. Diese Subkörner könnten auch Gleitbänder sein. Zum Ende der Ermüdung wird der Bereich der Gleitbänder deutlich größer, was den rapiden Anstieg der integrierten Intensität erklären würde. Die hier gezeigten Änderungen wurden bereits in [8] diskutiert und dort mit Drehungen der Gitterebenen aufgrund von Gleitbandbildung oder Kornrotationen erklärt.

#### 5.4 Zusammenfassung der Ergebnisse für das SPP1466 Projekt

Viele Methoden in den Materialwissenschaften, die zur Untersuchung der Ermüdungsproben eingesetzt werden, wie EBSD oder Lichtmikroskopie, können nur die Probenoberfläche zerstörungsfrei untersuchen. Soll das Volumen der Probe untersucht werden, d.h. ob es dort Änderungen in den Körnern, wie Gleitbandbildung oder eine Rissbildung, gibt, so muss die Ermüdung der Probe an einem vorher bestimmten Punkt abgebrochen und Teile der Probe entfernt werden. Diese Proben können danach nicht weiter ermüdet werden. TEM zerstört die Probe schon bei der Untersuchung der Oberfläche. Um herauszufinden, ob auch im Volumen der Proben Veränderungen auftreten,

haben Istomin et al. [9] und Dönges et al. [12] austenitisch-ferritische Duplexstahlproben mit Hilfe der hochenergetischen Röntgenstrahlung an Petra III P07 bei 87 keV in Transmission untersucht. Dabei wurden sowohl bereits vorermüdete Proben untersucht, als auch die Probe in-situ auf dem Diffraktometer ermüdet. Mit einer Strahlgröße zwischen  $50\ \mu\text{m}$  und  $150\ \mu\text{m}$  wurde dabei die Probe abgerastert. Im ersten Experiment wurde eine bis  $10^9$  Lastzyklen bei 380 MPa vorermüdete Probe an verschiedenen Positionen in vertikaler und horizontaler Richtung vom Probenzentrum gemessen. Dabei zeigte sich, dass die prozentuale Aufspaltung der Austenitreflexe an der Oberfläche in der Probenmitte am höchsten ist, also auch die Ermüdungseffekte dort am stärksten sind. Dies konnte durch die berechnete von Mises Vergleichsspannung erklärt werden, die ihr Maximum auch an dieser Stelle besitzt. Dönges et al. [12] zeigten, dass einzelne Rockingkurven während der Ermüdung ihre FWHM verbreitern und konnten auch Änderungen der elastischen Normaldehnung beobachten, indem die Änderungen der Gitterkonstanten betrachtet wurden.

Aufgrund dieser Ergebnisse wurden oberflächensensitive XRD Messungen an der Strahllinie BL10 an DELTA bei 15 keV in Reflektion durchgeführt. Bei diesen Messungen konnten nicht nur Verbreiterungen von Reflexen beobachtet werden, sondern auch Positionsänderungen in  $\omega$  und  $\chi$ , Aufspaltung von Reflexen, Intensitätsänderungen und Änderungen in der integrierten Intensität.

In dieser Arbeit wurden Änderungen der FWHM, im Vergleich zum Ausgangszustand, schon bei sehr kleinen Lastamplituden und relativ geringen Lastspielzahlen von  $10^7$  Lastzyklen beobachtet und nicht erst kurz vor Versagen der Probe. Diese Änderungen korrelieren mit der Gleitbandbildung, die auch schon in sehr frühen Stadien der Ermüdung beobachtet werden und im Laufe der Ermüdung anwachsen. Die Änderungen in der FWHM und der Intensität sind kontinuierlich über die Ermüdung zu beobachten, aber kurz vor dem Versagen der Probe, bzw. nach Versagen der Probe sind diese Änderungen meist am größten. Auch dies kann mit der Gleitbandbildung erklärt werden, da die meisten Gleitbänder sich erst am Ende der Lebensdauer der Probe bilden [4, 12]. Die Verbreiterung der Reflexe kann durch die Zunahme von Versetzungen innerhalb der Körner erklärt werden. Die Versetzungen führen bei richtiger Anordnung zu Kleinwinkelkorngrenzen oder Änderung der Kleinwinkelkorngrenzen zwischen Subkörnern und damit zu Positionsänderungen in  $\omega$  und  $\chi$ . Dabei fallen die Positionsänderungen der Reflexe in  $\omega$  im Vergleich zum Ausgangszustand für Austenit  $\Delta\omega_{max} \approx 1,7^\circ$  deutlicher aus als für Ferrit  $\Delta\omega_{max} \approx 0,25^\circ$ . Die Änderungen in  $\chi$  fallen für beide Phasen etwa gleich aus, sind im Vergleich zu den Änderungen in  $\omega$  mit  $\Delta\chi_{max} \approx 0,2^\circ$  aber klein. Diese Positionsänderungen werden mit Gitterrotationen aufgrund von Gleitbandbildung oder Kornrotationen aufgrund der Änderung der Kleinwinkelkorngrenze erklärt. Die Unterscheidung zwischen Gitterrotationen aufgrund von Gleitbandbildung oder aufgrund von Kornrotationen war mit diesen Messungen allerdings nicht möglich. Die Unterscheidung wäre mit den Methoden, die von Pashniak et al. [13] und Abboud et

al. [83] gezeigt werden möglich. Dort wird der weiße Röntgenstrahl für die Messungen verwendet und ein energiedispersiver Detektor. In diesem Fall müssen die Proben noch nicht einmal mehr während der Messung gedreht werden, sondern ein einzelnes Bild genügt.

Bei einigen Austenitkörnern konnte anhand der Intensitätsänderungen und der integrierten Intensität das Entfestigungs-Verfestigungs-Entfestigungs-Verhalten von Austenit beobachtet werden, wie es auch Fu [11] beschreibt (s. Abb. 5.9).

In einigen wenigen Ferritkörnern wurden auch starke Veränderungen der Rockingkurvenform beobachtet. Diese können durch die plastischen Verformungen (s. Abb. 2.14 b)), die im Ferrit aufgrund der Gleitbandbildung im Austenit und des folgenden Versetzungsaufstaus an den Phasengrenzen hervorgerufen werden, erklärt werden. Eine weitere Möglichkeit zur Erklärung ist die Entstehung von Risskeimen im Ferritkorn, auch aufgrund der Gleitbandbildung im Austenitkorn (s. Abb. 5.12) und dem möglichen Weiterwachsen des Risses. Außerdem konnte in dieser Arbeit gezeigt werden,

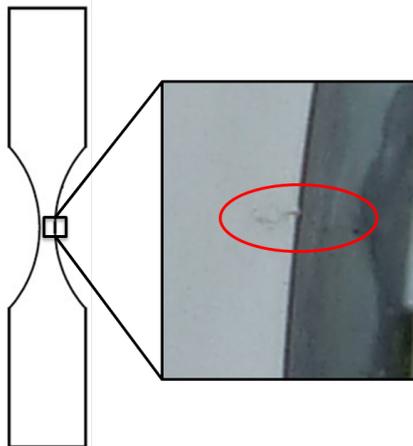


Abbildung 5.22: Deutlich sichtbarer Riss nach der Ermüdung und dessen Position auf der Probe.

dass die meisten Effekte in dem Bereich der Probe auftreten, die unmittelbar vom Ermüdungsriss betroffen ist. So zeigten die Proben, die in horizontaler Lage ermüdet wurden, und deren komplette Breite im Zentrum der Probe vom Röntgenstrahl getroffen wurde, deutlich mehr Effekte, als die Proben, die in vertikaler Position ermüdet wurden und von deren Breite im Zentrum der Probe nur ein Viertel der gesamten Breite beleuchtet wurde. Dies kann dadurch erklärt werden, dass sich in den Proben, die nachher einen deutlichen Riss zeigten, der Riss meist von der Probenkante ausging, wie es in Abbildung 5.22 dargestellt ist. Bei den horizontal ermüdeten Proben wird dieser Bereich erfasst und die Änderungen der Rockingkurven erfolgen kontinuierlich und es sind auch mehr beobachtete Körner betroffen. Bei den vertikal ermüdeten Proben wird dieser Randbereich nicht erfasst und die Rockingkurven ändern sich nur kaum und wenn dann nur bei wenigen Körnern. Wächst der Riss nun in Richtung Probenmitte, so verändern sich auch hier die Rockingkurven stärker. Dies erklärt, warum die größ-

ten Änderungen der Rockingkurven bei den vertikal ermüdeten Proben erst kurz vor Versagen der Probe beobachtet wurden.

Alles in allem kann gesagt werden, dass sowohl Austenit- als auch Ferritkörner von der Ermüdung der Probe betroffen sind, wobei die Änderungen in den Rockingkurven der Austenitkörner meist deutlicher ausfallen, als die der Ferritkörner und die Austenitkörner auch häufiger betroffen sind. Dies liegt an den unterschiedlichen Kristalltypen. Austenit besitzt ein fcc Gitter und hat so 12 Gleitsysteme, auf denen Versetzungen entlang der dichtest gepackten Ebenen wandern können. Der Ferrit besitzt dagegen ein bcc Gitter und 48 Gleitsysteme. Diese entsprechen jedoch nicht alle den dichtest gepackten Ebenen und deshalb können Versetzungen hier schlechter wandern. Außerdem ist der Austenit im Duplexstahl im Vergleich zum Ferrit weicher und kann so einfacher verformt werden.



## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Strahllinie BL10, die eine Kooperation der Bergischen Universität Wuppertal und der Universität Siegen ist, zu Ende aufgebaut, verkabelt, die einzelnen Komponenten angeschlossen und die Selbstprogrammierbare Steuerung für das Personeninterlock und die Vakuumsteuerung programmiert und getestet. Danach folgte die Inbetriebnahme der Strahllinie BL10 durch Abnahme durch den Strahlenschutz und den TÜV. Nachdem die BL10 die Abnahme erfolgreich bestanden hatte, wurden zunächst einige Testmessungen an der Strahllinie durchgeführt, wie z.B. die Intensität an der Probenposition durch die Hochschule Niederrhein [72] und Messungen an einer Quarzpulverprobe mit dem Szintillationszähler zur Überprüfung der Winkeleinstellungen des Detektorarms des Diffraktometers und mit einem 100k Pilatus 2D-Detektor. Zusätzlich zu diesen Messungen wurden von der Bergischen Universität Wuppertal XANES-Messungen an den L- und K-Kanten mehrerer verschiedener Proben durchgeführt [50]. All diese Messungen zeigen bereits das Potential, das diese Strahllinie hat. Lützenkirchen-Hecht et al. [50] kommen zu dem Schluss, dass die Strahllinie zwischen 4 keV und 16 keV Zugang zu den meisten K- und L-Kanten technologisch wichtiger Elemente gibt und an diesen Röntgenspektroskopie betrieben werden kann. Zusätzlich zu konventionellen Transmissions- und Fluoreszenzmessungen, können an dieser Strahllinie Röntgenabsorptionsspektroskopie bei streifendem Einfall (GIXAS), Röntgenreflektivitätsmessungen (XRR) und Röntgendiffraktionsmessungen (XRD) durchgeführt werden, bei denen das 4-Kreis-Goniometer eingesetzt wird. Es wurde gezeigt, dass an dieser Strahllinie Messungen mit einer guten Datenqualität möglich sind [50, 67, 84].

Um den Photonenfluss am Probenort weiter zu verbessern wurde eine fokussierende Kapillare gekauft, die den Fluss am Probenort nochmal um einen Faktor neun [65] verbessern soll. Diese wurde bis zum Abschluss dieser Arbeit noch nicht im Strahl einjustiert. Aufgrund des großen Justageturms, der einen großen Winkelbereich des Diffraktometers blockiert, wurde beschlossen zunächst einen kleineren Justageturm zu kaufen und damit dann die Kapillare einzujustieren.

Wünschenswert wäre es außerdem noch, wenn sich der Pilatus um  $90^\circ$  drehen ließe, damit ein größerer Out-of-Plane Bereich detektiert werden kann, bzw. bei XRD-Messungen ein größerer Bereich der Debye-Scherrer-Ringe erfasst werden kann.

Die Anschaffung eines kleinen motorisierten Goniometers, welches auf dem Kappaarm befestigt werden kann und welches die Bewegungen entlang der drei Raumrichtungen und der Rotation um die x- und y-Achse ermöglicht, wäre von Vorteil, da so auch unterschiedliche Teile der Proben vermessen werden können, ohne die Position aufwändig per Hand zu verändern.

Desweiteren wäre die Anschaffung eines Phi-Kreises für das jetzige Tisch-Goniometer zu empfehlen, da schon einige Nutzer das Fehlen dieser Rotation bemängelt haben.

Die in dieser Arbeit durchgeführten in-situ Ermüdungsmessungen an austenitisch-ferritischem Duplexstahl bei sehr hohen Lastspielzahlen mit steigender Lastamplitude wurden an der Strahllinie BL10 untersucht. Diese Messungen geschahen im Rahmen eines Projektes im SPP1466. Dazu wurden zunächst zwei unterschiedliche Aufbauten konstruiert, um die Probe samt Ermüdungsanlage am Diffraktometer zu befestigen. Damit kann garantiert werden, dass nach jedem Ermüdungsschritt dieselben Körner in der Probe untersucht werden und so deren Entwicklung beobachtet werden kann.

In vielkristallinen Werkstoffen muss laut Christ [19] zwischen inneren Körnern und Oberflächenkörnern unterschieden werden, da die Wahrscheinlichkeit zur Bildung von Gleitbändern in einem Oberflächenkorn größer ist, als in einem inneren Korn. Dies konnte durch die Messungen von Istomin et al. [9] bestätigt werden, da hier gezeigt werden konnte, dass die prozentuale Aufspaltung der Rockingkurven der Austenitreflexe an der Probenoberfläche am größten ist und diese mit der Gleitbandbildung korrelieren. Aufgrund dieser Messungen wurden in dieser Arbeit oberflächensensitive Messungen an der Strahllinie BL10 am DELTA durchgeführt und mehrere Effekte gefunden. So wurden in den Rockingkurven die Änderungen von Intensitäten, der Halbwertsbreiten, der Positionen und der integrierten Intensität für die Einfallswinkel  $\omega$  und  $\chi$  untersucht und diskutiert.

Es wurde beobachtet, dass sich die FWHM nicht erst kurz vor dem Riss verändert, sondern schon bei geringen Belastungen. Dies korreliert vermutlich mit der Gleitbandbildung, da diese auch schon früh beobachtet werden kann [4, 12]. Aber nicht nur in der FWHM wurden kontinuierliche Änderungen über die komplette Ermüdung beobachtet, sondern auch in der Intensität. Die größten Änderungen treten meist erst kurz vor oder nach dem Versagen der Probe auf. Auch dieses Verhalten kann mit der Bildung der Gleitbänder erklärt werden, da zum Versagen der Probe die Anzahl der Gleitbänder auch deutlich zunimmt [4, 12].

Das Aufspalten einzelner Reflexe und auch die Positionsänderungen von Reflexen im Rockingscan können dadurch erklärt werden, dass die Anzahl der Versetzungen zunimmt und sich damit die Kleinwinkelkorngrenzen zwischen Subkörnern ändern. Diese Kornrotationen können dann als Positionsänderungen in  $\omega$ , bzw.  $\chi$  beobachtet werden. Die Rotationen der Gitterebenen lagen bei den beobachteten Reflexen in  $\omega$  für Austenitreflexe bei maximal  $1,7^\circ$  und für Ferritreflexe bei maximal  $0,25^\circ$ . In  $\chi$  wurden maximal Winkeländerungen von  $0,2^\circ$  beobachtet.

Anhand von verschiedenen Austenitkörnern konnte auch das Entfestigungs-Verfestigungs-Entfestigungs-Verhalten des Austenits beobachtet werden, wie es auch durch Messungen der Gleitbandbreite von  $F_u$  beobachtet wurde [11].

Insgesamt waren mehr Austenitreflexe als Ferritreflexe von den Änderungen betroffen. Außerdem zeigen die Austenitreflexe größere Änderungen als die Ferritreflexe. Dies bedeutet, dass die Austenitkörner deutlich größere Änderungen während der Ermüdung erfahren als die Ferritkörner. Dies ist durch die unterschiedliche Härte der beiden Pha-

---

sen zu erklären.

Ob die Veränderungen der Rockingkurven auf die Rotation von Gitterebenen aufgrund von Gleitbandbildung und damit auf die Belastung zurückzuführen ist oder die Rotation aufgrund von Versetzungsbildung und damit durch Änderung einer KWKG, also einer Drehung eines Subkorns geschieht, kann mit diesen Messungen nicht zweifelsfrei gezeigt werden. Dies kann mit neuen Messmethoden, wie Abboud et al. [83] sie beschreibt, realisiert werden.

Weitere Methoden zur Unterscheidung des Korngrößeneinflusses und des Belastungseinflusses auf die Vergrößerung der FWHM beschreibt Ungár [85]. Der Korngrößeneinfluss ist abhängig von der Diffraktionsordnung, der Belastungseinfluss jedoch nicht. Um zusätzlich zu Korngröße, Versetzungen, Zwillingsbildung und Faltung herauszufinden um welche Art von Versetzung es sich handelt, schlägt er vor einen modifizierten Williamson-Hall-Plot und eine modifizierte Warren-Averbach-Methode anzuwenden. Diese Methoden gelten allerdings für  $2\theta$ -Scans. Da in dieser Arbeit die Detektorauflösung in  $2\theta$  nicht ausreichte, konnten diese Analysen mit den gewonnenen Daten nicht durchgeführt werden. Außerdem müsste für diese Methoden ein größerer Winkelbereich abgedeckt werden, als an der BL10 erschließbar wäre. Spaltet z.B. ein Austenit [020] Reflex nun aufgrund des Belastungseinflusses auf, so müssten die Austenit [040] und [060] Reflexe auch aufspalten. Um diese Aufspaltungen aber in den Daten sehen zu können, müsste zunächst der Prozess der Auswertung weiter automatisiert werden, da bei diesen Messungen deutlich mehr Reflexe ausgewertet werden müssten, als es bis jetzt der Fall war.

Weitere Fragen, die sich während dieser Arbeit ergeben haben, sind: "Gibt es Reflexe die bevorzugt aufspalten?" und "Gibt es eine Richtungsabhängigkeit der aufgespaltenen Reflexe zur Belastungsrichtung der Probe?". Zur Beantwortung der ersten Frage wurden zu wenig Reflexe untersucht. Denkbar wäre aber, dass die Elastizitätsmodule einen Einfluss auf die Reflexaufspaltung haben, da das Elastizitätsmodul beider Phasen in  $\langle 111 \rangle$  Richtung am größten und in  $\langle 100 \rangle$  Richtung minimal ist. Um eine mögliche Richtungsabhängigkeit der aufgespaltenen Reflexe zur Belastungsrichtung zu untersuchen, muss ein größerer Detektor verwendet werden, der die kompletten Debye-Scherrer-Ringe abbildet. In dieser Arbeit war der Detektorausschnitt nur sehr klein und die Projektion des Diffraktionsvektors der Körner lag entweder nur parallel zur Belastungsrichtung (vertikaler Aufbau) oder senkrecht dazu (horizontaler Aufbau). Zudem war die Anzahl der Reflexe zu gering. Auch hier müsste zur Auswertung der deutlich größeren Datensätze die komplette Auswerteprozedur automatisiert werden.

Zusätzlich zu den bisher in dieser Arbeit beschriebenen Messungen, soll im Rahmen des SPP1466 Projektes die Rissausbreitung im Volumen untersucht werden. Dazu wurde im Verlauf dieser Arbeit erfolgreich eine Messzeit an der ID11 an der ESRF eingeworben. An dieser Strahllinie wurden Phasen- (PCT) und Diffraktionskontrast (DCT) Tomographiemessungen, wie sie z.B. von [4, 7, 86] beschrieben werden, durchgeführt. Die

Auswertung dieser Messungen ist nicht mehr Gegenstand dieser Arbeit und momentan noch nicht beendet. In dieser Messzeit konnte die Ermüdungsanlage jedoch nicht auf das Diffraktometer montiert werden, da diese zu schwer ist. Deswegen und weil der Proben-träger der Miniaturproben sonst nur Rotationen der Probe im Strahl um  $60^\circ$  zugelassen hätte, musste die Probe für jede Tomographiemessung vom Probenträger abmontiert werden und mit einem weiteren Probenhalter im Strahl einjustiert werden. Um den Bereich eingrenzen zu können, in dem das Probenvolumen untersucht werden sollte, wurde die Oberfläche der Probe immer wieder nach Unterbrechung der Ermüdung mit einem Lichtmikroskop nach Gleitspuren und eventuellen Rissen abgesucht. Nach Feststellung eines Anrisses wurde dieser Bereich der Probe tomographisch untersucht und danach weiter ermüdet. Erste Ergebnisse des Volumenrisses sind in Abbildung 6.1 zu sehen. Oben in der Abbildung ist der Riss entlang der Probenoberfläche zu sehen, welche mit einem Mikroskop aufgenommen wurde. Die Zahlen am oberen Rand geben die Anzahl der Belastungszyklen in  $10^3$  Zyklen an. Die nummerierten  $\alpha$  und  $\gamma$  zeigen die unterschiedlichen Körner der Ferrit- bzw. Austenitphasen an. Die Belastungsrichtung der Probe ist mit  $\sigma$  angegeben. Außerdem zeigen die Koordinatensysteme die jeweils betrachteten Richtungen an. Unten links in der Abbildung ist eine Aufsicht des rekonstruierten Risses zu sehen. Die unterschiedlich gefärbten Linien geben wiederum die Anzahl der Belastungszyklen wieder und zeigen jeweils den Rissverlauf im Volumen nach dieser Zyklenzahl. Anhand der 3D Ansichten rechts unten wird einmal der Volumenriss gezeigt, wie er von der Probenoberfläche aus zu sehen ist und das untere Bild ist ein Schnitt entlang der gestrichelten Linie der Aufsicht. Diese Messung zeigt aber schon, wie wichtig es ist nicht nur die Rissausbreitung an der Probenoberfläche zu beobachten, sondern auch die Rissausbreitung im Volumen. Nur weil der Oberflächenriss zwischenzeitlich stoppt, heißt das noch lange nicht, dass der Riss im Volumen nicht weiterwächst.

Allerdings musste bei diesen Messungen die Belastungsamplitude relativ hoch gewählt werden, da sonst zu wenig Tomographiemessungen während der Messzeit möglich gewesen wären. Somit lagen die Zyklenzahlen leider nicht im VHCF Bereich. Zur Verbesserung dieser Messung und um wirkliche Rissausbreitung im VHCF Bereich untersuchen zu können müsste also der Probenträger verändert werden, so dass eine Rotation der Probe um  $360^\circ$  um die Probenachse möglich ist und die Ermüdungsanlage direkt auf dem Diffraktometer platziert werden kann, um die Probe nicht ständig neu einjustieren zu müssen. Auch wird ein Auflichtmikroskop benötigt um die Probenoberfläche direkt an der Messposition auf Gleitspuren und so mögliche Rissinitiierungsorte untersuchen zu können. Sind alle diese Anforderungen erfüllt, so sollte auch ein echtes VHCF Experiment während einer Messzeit durchführbar sein. Zusätzlich zu den PCT und DCT Messungen können, mittels 3DXRD [86], die Eigenspannungen kornaufgelöst gemessen werden. Die Eigenspannungen im untersuchten Duplexstahl wurden während dieses Projektes nur über mehrere Körner gemittelt gemessen [11]. Diese Messungen könnten die Simulationsergebnisse [4] weiter unterstützen und die Simulation vermutlich noch

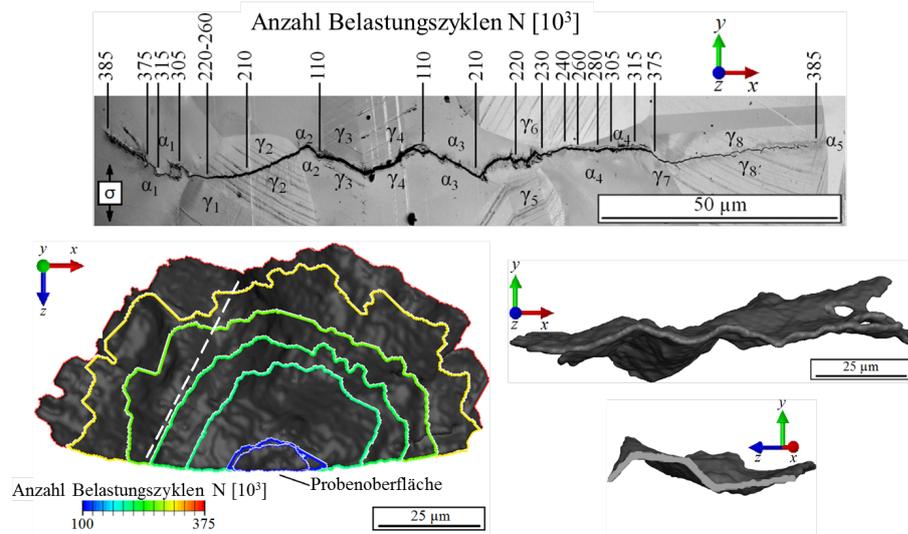


Abbildung 6.1: Rissausbreitung in 3D in einer Miniaturprobe gemessen an der ID11 an der ESRF. Nach [10].

weiter verbessern.



## A SPS Programme und Kabellisten

In diesem Abschnitt des Anhanges werden die Quellcodes und die dafür benötigten Symbollisten gezeigt. Der hier gezeigte Stand bezieht sich auf die letzten Änderungen, die an den SPS am 21.06.2011 durchgeführt wurden. Muss an diesen Programmen etwas geändert werden, so muss dies in Absprache mit dem Strahlenschutzbeauftragten von DELTA geschehen. Desweiteren sind hier noch die Kabellisten der Strahllinie und die Belegungen der Hauptrelaiskarte und der Relaisbox gezeigt und es gibt eine Liste mit bereits aufgetretenen Problemen und wie sie gelöst wurden. Einige der Probleme können immer mal wieder auftreten und sind deshalb zur Vermeidung von Messzeitausfall angehängt.

### A.1 Quellcode Steuerung Personenschutz

#### Organisationsbaustein OB1

```

U      'Hauptschlüssel'
U      'Not-Zu Frontplatte'
U      'Not-Zu Tür 1'

CALL  'Beamshutter'
CALL  'Suchprozedur'
BE

SPBN  AUS
AUS:  CALL  'Hauptschlüssel AUS'

```

#### Funktion FC1

```

// Zurücksetzen aller Ausgänge und Merker
// bei Hauptschlüssel AUS oder Not-Zu
// gedrückt

R      'Anzeige Injektion'
R      'Quittierung Status LED'
R      'Beamshutter AUF LED'
R      'Beamshutter ZU LED'
R      'Photonabsorber AUF LED'
R      'Photonabsorber ZU LED'
R      'Freigabe BS GRN'
R      'Freigabe BS ROT'
R      'Freigabe PA GRN'
R      'Freigabe PA ROT'
R      'Ventile AUF GRN'
R      'Ventile ZU ROT'
R      'Vakuum GRN'
R      'Vakuum ROT'
R      'Kühlwasser MC GRN'
R      'Kühlwasser MC ROT'
R      'Kühlwasser M1 GRN'
R      'Kühlwasser M1 ROT'
R      'Kühlwasser M2 GRN'
R      'Kühlwasser M2 ROT'
R      'Interlock gesetzt GRN'
R      'Interlock gesetzt ROT'
R      'Kontrollraum BS GRN'
R      'Kontrollraum BS ROT'
R      'Kontrollraum VAK GRN'
R      'Kontrollraum VAK ROT'
R      'Interlock SAW 0 GRN'
R      'Interlock SAW 0 ROT'
R      'Interlock SAW 1 ROT'
R      'Interlock SAW 1 GRN'
R      'FIM GRN'
R      'FIM ROT'
R      'Blitzlampe (innen)'

R      'Warnlampe Interlock 1'
R      'Warnlampe Sperrgebiet 1'
R      'Sprachmodul'
R      'Lichtschranken aktiv'
R      'Absuchtaster aktiv'
R      'Selbsthaltung aktiv'
R      'Absuchtaster LED'
R      'Blitzlampen (außen)'
S      'Türöffner 1'
R      'PA auffahren SAW 1'
R      'BS auffahren SAW 1'
R      'Beamline OK'
R      'Freigabe BS auffahren'
R      'Wasserwächter 1 GRN'
R      'Wasserwächter 1 ROT'
R      'Wasserwächter 3 GRN'
R      'Wasserwächter 3 ROT'
R      'Wasserwächter 2 GRN'
R      'Wasserwächter 2 ROT'

// Merker

R      'Freigabe Beamshutter'
R      'Ebene 1'
R      'Ebene 2'
R      'Ebene 3'
R      'Ebene 4'
R      'Ebene 5'
R      'Ebene 6'
R      'Interlock gesetzt'
R      'Merker Bake 1'
R      'Merker Bake 2'
R      'Absuchmerker'
R      'BS auffahren gestartet'
R      'BS zufahren gestartet'
R      'PA auffahren gestartet'

```

## A SPS PROGRAMME UND KABELLISTEN

```
R "PA zufahren gestartet"
R "Not-Zu Hütte aktiv"
R "Freigabe Photonabsorber"
```

```
R "BS Zeitlimit erreicht"
S "Blinken"
```

### Funktion FC2

```
//Beamline OK für Kontrollraum

U "Kühlwasser BS" //
deaktiviert solange PA Kühlung
DELTA
U "Kühlwasser AbsM"
U(
O "SSK offen"
O "PA ist zu"
)
= "Beamline OK" //
= 0 -> Beamdump

//Für die Öffnung des PA muß die BS
Freigabe nicht getestet werden, da auch
ohne Freigabe jedoch mit ausreichender
Kühlung des BS der PA geöffnet werden
darf.

U "Kühlwasser BS" //
Wasserwächter 1 kontrolliert auch
BS u. BPM
U "Kühlwasser AbsM"
U "PHAB_RELEASE" //
= 1 falls Ventile geöffnet, oder
V0 geöffnet und WBSH geschlossen.
UN "Injektion"
// UN "Kein Strahlbetrieb"
// = 1 falls Strahlbetrieb (kein beam
dump)
= "Freigabe Photonabsorber"

//PA auffahren

U "PA auffahren" //
Schließer
U "Freigabe Photonabsorber"
S "PA auffahren gestartet"
R "PA zufahren gestartet"

U "PA auffahren gestartet"
U "Freigabe Photonabsorber"
= "PA auffahren SAW 1"

//PA schließen

UN "PA zufahren" //
Öffner
ON "Freigabe Photonabsorber"
ON "Hauptschlüssel"
R "PA auffahren gestartet"
S "PA zufahren gestartet"

//Freigaben für den Beamshutter überprüfen

U "Kühlwasser KA" //
überwacht Sektion 2 (außer MC)
, Kippabsorber
U "Kühlwasser MC"
U "WBSH_RELEASE" //
von VCS für V1 - V3
U "Freigabe Hauptrelais"
U "Freigabe Interlock SAW 0"
U "Interlock gesetzt"
U "Freigabe Kontrollraum"
// U "PA ist auf" //
auskommentiert, da falls PA schließt ->
BS schließt, BS kann bei geschlossenem
PA aber offen bleiben

= "Freigabe Beamshutter"

//Erzeugt Signalspannung für Relais zur
Zuschaltung der Tasterspannung. Wird
nur geschaltet falls PA auf ist. 2.
Kontakt an Tastereingang für den
Selbsthaltungskreis

U(
O "PA ist auf" //
Falls nur diese Zeile: PA zu ->
BS bleibt geschlossen!
O "PA ist zu" //
BS kann auch bei geschlossenem PA
geöffnet werden
)
= "Freigabe BS auffahren"

//Beamshutter Auf Taster setzt Merker zum
Fahren des BS und startet den
Selbsthaltungsmechanismus im RK

U "BS auffahren"

//Freigabesignal -> Taster -> Marke wird
gesetzt

U "Freigabe Beamshutter"
S "BS auffahren gestartet"
R "BS zufahren gestartet"

//Merker gesetzt und Freigabe -> Signal für
Warnphase an SAW0 'BS auffahren SAW1'

U "BS auffahren gestartet"
U "Freigabe Beamshutter"
= "BS auffahren SAW 0"

//Fällt die Freigabe weg, oder der BS Zu
Taster wird gedrückt, oder der
Hauptschlüssel auf 0 gedreht, werden
die Shutter geschlossen

UN "Freigabe Beamshutter" //
überprüft auch Lage PA //
ON "BS zufahren" //
Öffner
ON "Hauptschlüssel"
O "BS Zeitlimit erreicht"
R "BS auffahren gestartet"
S "BS zufahren gestartet"
R "BS Status 20s" //
Zurücksetzen der Zeiten //
R "BS Verzögerung 15s"
R "BS Zeitlimit erreicht"

//Signal Selbsthaltung aktiv an die
Hauptrelaiskarte zur Aktivierung der
Fehlerüberwachungsfunktion der HRK

U "Freigabe Hauptrelais"
U "Interlock gesetzt"
= "Selbsthaltung aktiv"

//Türöffner werden deaktiviert während der
Öffnungsphase des BS bzw. solange er
bei Strahlbetrieb geöffnet ist

U "BS auffahren gestartet"
```

```

O(
UN  "BS ist zu"
UN  "Kein Strahlbetrieb"
)
R   "Türöffner 1"

//Falls die Freigaben wegfallen oder die '
BS zu' gedrückt wurde und der Shutter
geschlossen ist, werden die Türöffner
nach 5 s wieder aktiviert, falls
zwischenzeitlich keine weitere Öffnung
eingeleitet worden ist. Die
Deaktivierung der Türöffner während

U   "BS zufahren gestartet"
U   "BS ist zu"
UN  "Ebene 2"
UN  "Ebene 3"
UN  "Ebene 4"
UN  "Ebene 5"
UN  "Ebene 6"

//Startet die Zeitverzögerung bei VKE = 1
und bricht die Zeitschleife nicht ab,
falls VKE auf 0 fällt

L   S5T#5S
SV  "BS zu 5s"

//Zählt der Timer nicht, werden die Türen
freigegeben

UN  "BS zu 5s"
SPBN VOR3                               //
    Sprung falls VKE = 0

U   "BS ist zu"
UN  "BS auffahren gestartet"
UN  "Ebene 2"

UN  "Ebene 3"
UN  "Ebene 4"
UN  "Ebene 5"
UN  "Ebene 6"
S   "Türöffner 1"

VOR3: CLR

//Schalten der Lampen und LEDs

U   "Injektion"
O   "Lampentest"
=   "Anzeige Injektion"

U   "BS ist auf"                               //
    LED Frontplatte mit Lampentest
O   "Lampentest"
=   "Beamshutter AUF LED"

U   "BS ist zu"
O   "Lampentest"
=   "Beamshutter ZU LED"

U   "PA ist auf"
O   "Lampentest"
=   "Photonabsorber AUF LED"

U   "PA ist zu"
O   "Lampentest"
=   "Photonabsorber ZU LED"

U   "Freigabe Beamshutter"
O   "Lampentest"
=   "Freigabe BS GRN"

UN  "Freigabe Beamshutter"

O   "Lampentest"
=   "Freigabe BS ROT"

U   "Freigabe Photonabsorber"
O   "Lampentest"
=   "Freigabe PA GRN"

UN  "Freigabe Photonabsorber"
O   "Lampentest"
=   "Freigabe PA ROT"

U   "PHAB_RELEASE"
U   "WBSH_RELEASE"
U   "Freigabe Ventile"
O   "Lampentest"
=   "Ventile AUF GRN"

ON  "PHAB_RELEASE"
ON  "WBSH_RELEASE"
ON  "Freigabe Ventile"
O   "Lampentest"
=   "Ventile ZU ROT"

U   "Freigabe Vakuum"
O   "Lampentest"
=   "Vakuum GRN"

UN  "Freigabe Vakuum"
O   "Lampentest"
=   "Vakuum ROT"

U   "Kühlwasser MC"
O   "Lampentest"
=   "Kühlwasser MC GRN"
=   "Wasserwächter 2 GRN"

UN  "Kühlwasser MC"
O   "Lampentest"
=   "Kühlwasser MC ROT"
=   "Wasserwächter 2 ROT"

U   "Kühlwasser BS"
U   "Kühlwasser AbsM"
O   "Lampentest"
=   "Wasserwächter 1 GRN"
=   "Kühlwasser M1 GRN"

UN  "Kühlwasser BS"
ON  "Kühlwasser BS"
O   "Lampentest"
=   "Wasserwächter 1 ROT"
=   "Kühlwasser M1 ROT"

U   "Kühlwasser KA"
O   "Lampentest"
=   "Wasserwächter 3 GRN"
=   "Kühlwasser M2 GRN"

UN  "Kühlwasser KA"
O   "Lampentest"
=   "Wasserwächter 3 ROT"
=   "Kühlwasser M2 ROT"

U   "Freigabe Kontrollraum"
O   "Lampentest"
=   "Kontrollraum BS GRN"

UN  "Freigabe Kontrollraum"
O   "Lampentest"
=   "Kontrollraum BS ROT"

U   "Freigabe DELTA VAK"
O   "Lampentest"
=   "Kontrollraum VAK GRN"

UN  "Freigabe DELTA VAK"
O   "Lampentest"

```

## A SPS PROGRAMME UND KABELLISTEN

```

=      "Kontrollraum VAK ROT"
U      "Freigabe Interlock SAW 0"
O      "Lampentest"
=      "Interlock SAW 0 GRN"
UN     "Freigabe Interlock SAW 0"
O      "Lampentest"
=      "Interlock SAW 0 ROT"
// U    "FIM AN"
//      // deaktiviert solange es noch
//      keinen Frequent Injection Mode an DELTA
//      gibt
// O    "Lampentest"
// =    "FIM GRN"
// U    "FIM AUS"
// O    "Lampentest"
// =    "FIM ROT"
U      "Interlock gesetzt"
O      "Lampentest"
=      "Interlock gesetzt GRN"
UN     "Interlock gesetzt"
O      "Lampentest"
=      "Interlock gesetzt ROT"
// Falls der Beamshutter fährt, werden die
// Sperrgebietslampen und die Blitzlampen
// geschaltet
// gesetzter Merker (durch Tastersignal)
// startet die Warnzeit von 15 s
U      "BS auffahren gestartet"
// Startet den Timer bei VKE = 1 und bricht
// die Zeitschleife nicht ab, falls VKE
// auf 0 fällt
L      S5T#15S
SV     "BS Verzögerung 15s" //
//      sofortiges Setzen des Statusbits
U      "BS Verzögerung 15s"
SPBN   VOR1
// Sprachmodul und Blitzlampen warnen 15s
// lang
S      "Sprachmodul"
S      "Blitzlampe (innen)"
S      "Blitzlampen (außen)"
VOR1: CLR
=      "Kontrollraum VAK ROT" //nach 15s werden Sprachmodul und
//      Blitzlampen zurückgesetzt
UN     "BS Verzögerung 15s"
SPBN   VOR2
// Sprachmodul und Blitzlampen werden wieder
// abgestellt
R      "Sprachmodul"
R      "Blitzlampe (innen)"
R      "Blitzlampen (außen)"
U      "BS auffahren gestartet"
U      "Freigabe Beamshutter"
=      "BS auffahren SAW 1" //
//      BS öffnen, Spannung auf BS Spule
// Sollte der BS nach 20s nicht auf sein,
// wird er wieder geschlossen
U      "BS auffahren SAW 1"
// Startet den Timer bei VKE = 1 und bricht
// die Zeitschleife ab, falls VKE auf 0
// fällt
L      S5T#20S
SE     "BS Status 20s" //
//      Verzögertes Setzen des
//      Statusbits
// Verzögerte Einschaltung des VOR3 Blocks
U      "BS Status 20s"
SPBN   VOR2
UN     "BS ist auf"
=      "BS Zeitlimit erreicht" //
//      Gibt das Signal BS zufahren
VOR2: CLR
// Die Warnlampen im Sperrgebiet werden
// eingeschaltet, sobald einer der Shutter
// hochfährt. Während der Warnphase
// werden die Lampen noch nicht
// eingeschaltet, da der BS noch nicht
// physikalisch geöffnet wird.
UN     "Kein Strahlbetrieb"
UN     "BS ist zu"
=      "Warnlampe Sperrgebiet 1"

```

### Funktion FC3

```

// 1. Türen und Deckel geschlossen aber das
// Interlock noch nicht gesetzt
U      "Türkontakt 1"
UN     "Interlock gesetzt"
UN     "Ebene 2"
UN     "Ebene 3"
UN     "Ebene 4"
UN     "Ebene 5"
UN     "Ebene 6"
=      "Ebene 1"
// Merker für Absuchbaken werden
// zurückgesetzt
U      "Ebene 1"
R      "Merker Bake 1"
R      "Merker Bake 2"
// Quittierungs LED schalten (blinkt bei
// Ebene 1 und 5)
U(
U      "Blinken"
U(
O      "Ebene 1"
O      "Ebene 5"
O      "Ebene 6"
)
)

```

```

O      "Ebene 2"
O      "Ebene 3"
O      "Ebene 4"
O      "Lampentest"
=      "Quittierung Status LED"

// 2. Bei geschlossenen Türen und
//      geschlossenem Deckel quittieren

U      "Ebene 1"
U      "Türkontakt 1"
U      "Quittierung"
S      "Ebene 2"

// 3. Lichtschranke aktivieren,
//      Absuchtaster aktivieren und abfragen

U      "Ebene 2"
S      "Lichtschranken aktiv"
S      "Absuchtaster aktiv"
           //braune Leitung

// Setze Not-Aus-Leitung auf Blinksignal
//      beim Tater drücken

U      "Ebene 2"
U      "Blinken"
UN     "Türkontakt 1"
=      "Absuchmerker"

// Bake drücken

U      "Absuchtaster 1 Status"
U      "Ebene 2"
UN     "Türkontakt 1"
S      "Merker Bake 1"

U      "Absuchtaster 2 Status"
U      "Ebene 2"
UN     "Türkontakt 1"
S      "Merker Bake 2"

U      "Merker Bake 1"
U      "Merker Bake 2"
U      "Interlock Maschine"
UN     "Türkontakt 1"
S      "Ebene 3"

// Lichtschranke ist nur bei Suchprozedur
//      angeschaltet

UN     "Not-Zu Hütte aktiv"
UN     "Ebene 2"
R      "Lichtschranken aktiv"

// Zurücksetzen der vorherigen Ebene

U      "Ebene 3"
R      "Ebene 2"
R      "Merker Bake 1"
R      "Merker Bake 2"

UN     "Ebene 2"
R      "Absuchtaster aktiv"
           //braune Leitung

// Falls die Tür während der Suchprozedur
//      geschlossen wird, werden die Merker
//      zurückgesetzt!

U      "Türkontakt 1"
R      "Merker Bake 1"

R      "Merker Bake 2"
U      "Ebene 3"
U      "Ebene 3"
O      "Ebene 4"
U      "Ebene 3"
L      S5T#2S
SV     "Delay Not-Zu"

U      "Ebene 3"
UN     "Delay Not-Zu"
U(
UN     "Not-Zu Hütte Status"
U      "Not-Zu Hütte aktiv"
)
R      "Ebene 3"

// Ist die Ebene 3 erreicht, werden die Not
//      -Zu Taster in der Hütte aktiviert

U      "Ebene 3"
           //Dauerlicht und Not-Zu
           Scharfstellung
O      "Ebene 4"
O      "Ebene 5"
O      "Ebene 6"
O      "Interlock gesetzt"
=      "Not-Zu Hütte aktiv"

//Steuerung der Not-Aus-Leitung (gelbes
//      Kabel)

U      "Not-Zu Hütte aktiv"
O      "Absuchmerker"
=      "Absuchtaster LED"
           //gelbe Leitung

U      "Ebene 4"
R      "Ebene 3"

// Starte Timer für Lichtschrankendurchgang
//      und Tür schließen

U      "Ebene 3"
L      S5T#20S
SV     "Absuchzeit"

UN     "Absuchzeit"
R      "Ebene 3"
R      "Ebene 4"

// 4. Einen Lichtschrankendurchgang
//      registrieren

U      "Ebene 3"
UN     "Lichtschranke 1 Status"
           // Registriert
           Unterbrechung der Lichtschranke
UN     "Türkontakt 1"
S      "Ebene 4"

U      "Ebene 4"
UN     "Delay Not-Zu"
U(
UN     "Not-Zu Hütte Status"
U      "Not-Zu Hütte aktiv"
)
O      "Ebene 5"
R      "Ebene 4"

// 5. Tür der Hütte verschließen

U      "Ebene 4"
U      "Türkontakt 1"
S      "Ebene 5"

U      "Ebene 5"

```

## A SPS PROGRAMME UND KABELLISTEN

```
U(
UN  "Not-Zu Hütte Status"
U   "Not-Zu Hütte aktiv"
)
O   "Ebene 6"
R   "Ebene 5"

U   "Not-Zu Hütte aktiv"
S   "Interlock gesetzt"
R   "Interlock gesetzt ROT"
S   "Interlock gesetzt GRN"
S   "Warnlampe Interlock 1"

VOR1: CLR //
CLR setzt das Verknüpfungsergebnis (VKE
) auf null

U   "Interlock gesetzt" //
Ist der Quittierungstaster nach
10 s noch nicht gedrückt worden,
landet man wieder auf Ebene 1
O   "Ebene 3"
R   "Quittierungszeit 10s" //
Zurücksetzen der Quittierungszeit

// 6. Quittierung drücken (Zeitlimit 10 s)
und damit das Interlock setzen

U   "Ebene 5" //
Interlock setzen und Warnlampen
Interlock schalten
L   S5T#10S //
Sobald Ebene 5 erreicht ist,
startet das Zeitlimit für die
Quittierung
SV  "Quittierungszeit 10s"

U   "Quittierungszeit 10s"
U   "Not-Zu Hütte Status"
U   "Not-Zu Hütte aktiv"
UN  "Interlock gesetzt"
=   "Ebene 6"

U   "Quittierungszeit 10s"
U   ==0
SPBN VOR1 //
bedingter Sprung

U   "Quittierung"
U   "Türkontakt 1"
U   "Not-Zu Hütte Status"

// 7. Interlock zurücksetzen

U(
UN  "Not-Zu Hütte Status"
U   "Not-Zu Hütte aktiv"
)

ON  "Türkontakt 1"
ON  "Lichtschanke 1 Status"

R   "Interlock gesetzt"
R   "Interlock gesetzt GRN"
S   "Interlock gesetzt ROT"
R   "Warnlampe Interlock 1"
```

### Funktion FC4

```
// Bedingungen für einen Beamdump

// Wird üblicherweise nicht verwendet, da
ein Beamdump über das
Selbsthaltungssignal und die Shutter
Lagemelder vom Kontrollraum
durchgeführt wird!!!!

// falls keine Interlock gesetzt ist

UN  "Interlock gesetzt"
ON  "Freigabe Interlock SAW 0"
U(
UN  "BS ist zu"
ON  "PA ist zu"
)
R   "Beamline OK"

// falls das Interlock einer der Hütten
gesetzt ist

U   "Interlock gesetzt"
O   "Freigabe Interlock SAW 0"
U(
UN  "Not-Zu Frontplatte"
ON  "Not-Zu Hütte Status"
ON  "Not-Zu Tür 1"
ON  "Freigabe Hauptrelais"
)
U(
UN  "BS ist zu"
ON  "PA ist zu"
)
R   "Beamline OK"
```

## A.2 Quellcode Steuerung Ventile

### Organisationsbaustein OB1

```
//main switch ON function
U   "Hauptschlüssel"
SPBN EIN
CALL "WBSH_PHAB_CTRL"
CALL "GATE_VAL_CTRL_V0"
CALL "GATE_VAL_CTRL_V1"
CALL "GATE_VAL_CTRL_V2"
U   "Lampentest VCS"
SPB  EIN
CALL "LED_CTRL"

EIN: NOP 0

//when main switch is OFF, all outputs are
set to false
UN  "Hauptschlüssel"
SPBN AUS
CALL "ALL_LED-OFF_CTRL"
AUS: NOP 0

U   "Lampentest VCS"
SPBN LT1
CALL "LED_TEST_CTRL"
LT1: NOP 0

//In-Out testfunction
```

```

U      "Lampentest VCS"
SPBN  LT2

//call "IO-TEST"
LT2:  NOP  0

```

## Funktion FC1

```

//gate valve on/off switch
//interlocks the gate valve when beam is on
//flashing green release signal in case of
  gate valve and switch position mismatch
//gate valve defect detection

U      "V0 Schalter AUF"          //5
      sec time delay after switch on
L      S5T#5S
SI     "T_V0_ein"

UN     "V0 Schalter AUF"          //5
      sec time delay after switch off
L      S5T#5S
SI     "T_V0_aus"

UN     "T_V0_ein"                //
      gate valve and switch position
      mismatch
U      "V0 Schalter AUF"
UN     "V0 ist auf"
O(
UN     "V0 Schalter AUF"          //
      gate valve and switch position
      mismatch
UN     "T_V0_aus"
UN     "V0 ist zu"
)
=      "V0_MISMATCH"

U(
X      "V0 ist auf"              //
      can't be opened and closed at the
      same time
X      "V0 ist zu"
)
U(
X(
U      "V0 Befehl AUF"
U      "V0 ist auf"
)
X(
UN     "V0 Befehl AUF"
U      "V0 ist zu"
)
O      "T_V0_ein"
O      "T_V0_aus"

=      "NO_VALVE_FLT_V0"

//gate valve V0-release monitoring
U      "Hauptschlüssel"          //
      main switch must be on
U      "VAC_BEFORE_V0_OK"        //
      pressure before V0 must be ok
U      "M1 OK"                    //
      Vacuum in section between V0 and
      SSK is ok
U      "M2 OK"                    //
      Vacuum in section between SSK and
      BS is ok
U      "SSK offen"                //
      fast closing gate valve is open
U      "NO_VALVE_FLT_V0"          //
      no gate valve defect
UN     "TRIP_FLAG_V0"

=      "RELEASE V0"

//opens V0
U      "RELEASE V0"
UN     "V0_MISMATCH"              //
      gate valve and switch position
      mismatch
U      "V0 Schalter AUF"
S      "V0 Befehl AUF"

//closes V0
//in trip case
UN     "RELEASE V0"
R      "V0 Befehl AUF"
S      "TRIP_FLAG_V0"

//general case
UN     "V0 Schalter AUF"
U(
O      "PA ist zu"
O      "Kein Strahlbetrieb"
)
R      "V0 Befehl AUF"

//reset TRIP_FLAG_V0
UN     "V0 Befehl AUF"
UN     "V0 ist auf"
U      "V0 ist zu"
UN     "V0 Schalter AUF"
R      "TRIP_FLAG_V0"

```

## Funktion FC2

```

//check if all LEDs are ok
U      "Lampentest VCS"
=      "V0 AUF LED"
=      "V0 ZU LED"
=      "V0 Freigabe GRN"
=      "V0 Freigabe ROT"
=      "M1 GRN"
=      "M1 ROT"
=      "M2 GRN"
=      "M2 ROT"
=      "V1 AUF LED"
=      "V1 ZU LED"
=      "V1 Freigabe GRN"
=      "V1 Freigabe ROT"
=      "M3 GRN"
=      "M3 ROT"
=      "M4 GRN"

=      "M4 ROT"
=      "V2 AUF LED"
=      "V2 ZU LED"
=      "V2 Freigabe GRN"
=      "V2 Freigabe ROT"
=      "SSK AUF LED"
=      "SSK ZU LED"
=      "BS AUF LED"
=      "BS ZU LED"
=      "BS Freigabe GRN"
=      "BS Freigabe ROT"
=      "PA AUF LED"
=      "PA ZU LED"
=      "PA Freigabe GRN"
=      "PA Freigabe ROT"
=      "WW Kippabsorber GRN"
=      "WW Kippabsorber ROT"

```

```

= "WW BS GRN"
= "WW BS ROT"
= "WW MC GRN"
= "WW MC ROT"
= "Vakuum Freigabe GRN"
= "Vakuum Freigabe ROT"

```

### Funktion FC3

```

CLR
= "V0 AUF LED"
= "V0 ZU LED"
= "V0 Freigabe GRN"
= "V0 Freigabe ROT"
= "M1 GRN"
= "M1 ROT"
= "M2 GRN"
= "M2 ROT"
= "V1 AUF LED"
= "V1 ZU LED"
= "V1 Freigabe GRN"
= "V1 Freigabe ROT"
= "M3 GRN"
= "M3 ROT"
= "M4 GRN"
= "M4 ROT"
= "V2 AUF LED"
= "V2 ZU LED"
= "V2 Freigabe GRN"
= "V2 Freigabe ROT"
= "SSK AUF LED"
= "SSK ZU LED"
= "BS AUF LED"
= "BS ZU LED"
= "BS Freigabe GRN"
= "BS Freigabe ROT"
= "PA AUF LED"
= "PA ZU LED"
= "PA Freigabe GRN"
= "PA Freigabe ROT"
= "V0 Befehl AUF"
= "V1 Befehl AUF"
= "V2 Befehl AUF"
= "WW BS GRN"
= "WW BS ROT"
= "WW Kippabsorber GRN"
= "WW Kippabsorber ROT"
= "Vakuum Freigabe GRN"
= "Vakuum Freigabe ROT"
= "WW MC GRN"
= "WW MC ROT"

```

### Funktion FC4

```

// ***** BS *****
U "Freigabe BS"
= "BS Freigabe GRN"
UN "Freigabe BS"
= "BS Freigabe ROT"
U "BS ist auf"
O "Lampentest VCS"
= "BS AUF LED"
U "BS ist zu"
O "Lampentest VCS"
= "BS ZU LED"

// ***** PA *****
U "Freigabe PA"
= "PA Freigabe GRN"
UN "Freigabe PA"
= "PA Freigabe ROT"
U "PA ist auf"
= "PA AUF LED"
U "PA ist zu"
= "PA ZU LED"

// ***** V0 *****
//LED release
U "RELEASE V0"
UN "V0_MISMATCH"
UN "TRIP_FLAG_V0"
O(
U "RELEASE V0"
U "V0_MISMATCH"
U "Clock 1 Hz"
)
= "V0 Freigabe GRN"

UN "RELEASE V0"
UN "TRIP_FLAG_V0"
O
U "TRIP_FLAG_V0"
U "Clock 1 Hz"
= "V0 Freigabe ROT"

//LED open
U "V0 ist auf"
= "V0 AUF LED"

//LED closed
U "V0 ist zu"
= "V0 ZU LED"

// ***** Vakuum zw. V0 und SSK *****
U "M1 OK"
= "M1 GRN"
UN "M1 OK"
= "M1 ROT"

// ***** Vakuum zw. SSK und BS *****
U "M2 OK"
= "M2 GRN"
UN "M2 OK"
= "M2 ROT"

// ***** SSK *****
//LED open
U "SSK offen"
= "SSK AUF LED"

//LED closed
UN "SSK offen"
= "SSK ZU LED"

// ***** V1 *****
//LED release
U "RELEASE V1"
UN "V1_MISMATCH"
UN "TRIP_FLAG_V1"
O(
U "RELEASE V1"
U "V1_MISMATCH"
UN "TRIP_FLAG_V1"
U "Clock 1 Hz"
)
= "V1 Freigabe GRN"

UN "RELEASE V1"
UN "TRIP_FLAG_V1"
O
U "TRIP_FLAG_V1"
U "Clock 1 Hz"
= "V1 Freigabe ROT"

```

```

//LED open
U "V1 ist auf"
= "V1 AUF LED"
//LED closed
U "V1 ist zu"
= "V1 ZU LED"

// ***** Vakuum zw. V1 und V2 *****
U "M3 OK"
= "M3 GRN"
UN "M3 OK"
= "M3 ROT"

// ***** Vakuum zw. V2 und Berylliumfenster *****
U "M4 OK"
= "M4 GRN"
UN "M4 OK"
= "M4 ROT"

// ***** V2 *****
//LED release
U "RELEASE V2"
UN "V2_MISMATCH"
UN "TRIP_FLAG_V2"
O(
U "RELEASE V2"
U "V2_MISMATCH"
UN "TRIP_FLAG_V2"
U "Clock 1 Hz"
)
= "V2 Freigabe GRN"

UN "RELEASE V2"
UN "TRIP_FLAG_V2"
O
U "TRIP_FLAG_V2"
U "Clock 1 Hz"
= "V2 Freigabe ROT"

//LED open
U "V2 ist auf"
= "V2 AUF LED"
//LED closed
U "V2 ist zu"
= "V2 ZU LED"

//***** Wasserwächter Kippabsorber *****
U "Kühlwasser KA"
= "WW Kippabsorber GRN"
UN "Kühlwasser KA"
= "WW Kippabsorber ROT"

//***** Wasserwächter BS *****
U "Kühlwasser BS"
= "WW BS GRN"
UN "Kühlwasser BS"
= "WW BS ROT"

//***** Freigabe Vakuum LED *****
U "VAC_BEFORE_V0_OK"
U "M1 OK"
U "M2 OK"
U "M3 OK"
U "M4 OK"
= "Vakuum Freigabe GRN"

UN "VAC_BEFORE_V0_OK"
ON "M1 OK"
ON "M2 OK"
ON "M3 OK"
ON "M4 OK"
= "Vakuum Freigabe ROT"

//***** Wasserwächter Monochromator *****
U "Kühlwasser MC"
= "WW MC GRN"
UN "Kühlwasser MC"
= "WW MC ROT"

```

## Funktion FC5

```

//Testfunktion zur Ansteuerung und
Überprüfung aller In- und Outputs
//Initialisierung der Ausgänge:

UN "V0 Schalter AUF"
= "V0 Freigabe ROT"
= "M1 ROT"
= "M2 ROT"

U "V0 Schalter AUF"
= "V0 Freigabe GRN"
= "M1 GRN"
= "M2 GRN"
= "V0 Befehl AUF"

U "V0 ist auf"
= "V0 AUF LED"
U "V0 ist zu"
= "V0 ZU LED"

UN "V1 Schalter AUF"
= "V1 Freigabe ROT"

U "V1 Schalter AUF"
= "V1 Freigabe GRN"
= "V1 Befehl AUF"

U "V1 ist auf"
= "V1 AUF LED"
U "V1 ist zu"
= "V1 ZU LED"

U "V1 Schalter AUF"
L S5T#3S
SI "T_V1_ein"
U "T_V1_ein"
= "M3 GRN"

UN "V1 Schalter AUF"
L S5T#3S
SI "T_V1_aus"
U "T_V1_aus"
= "M3 ROT"

UN "V2 Schalter AUF"
= "V2 Freigabe ROT"

U "V2 Schalter AUF"
= "V2 Freigabe GRN"
= "V2 Befehl AUF"

U "V2 ist auf"
= "V2 AUF LED"
U "V2 ist zu"
= "V2 ZU LED"

U "V2 Schalter AUF"
L S5T#3S
SI "T_V2_ein"
U "T_V2_ein"
= "M4 GRN"

UN "V2 Schalter AUF"
L S5T#3S

```

```

SI  "T_V2_aus"
U   "T_V2_aus"
=   "M4 ROT"

U   "SSK offen"
=   "SSK AUF LED"
UN  "SSK offen"
=   "SSK ZU LED"

```

### Funktion FC6

```

//gate valve on/off switch
//interlocks the gate valve when beam is on
//flashing green release signal in case of
//gate valve and switch position mismatch
//gate valve defect detection

U   "V1 Schalter AUF" //2
    sec time delay after switch on
L   S5T#2S
SI  "T_V1_ein"

UN  "V1 Schalter AUF" //2
    sec time delay after switch off
L   S5T#2S
SI  "T_V1_aus"

UN  "T_V1_ein" //
    gate valve and switch position
    mismatch
U   "V1 Schalter AUF"
UN  "V1 ist auf"
O
UN  "V1 Schalter AUF" //
    gate valve and switch position
    mismatch
UN  "T_V1_aus"
UN  "V1 ist zu"
=   "V1_MISMATCH"

U(
X   "V1 ist auf" //
    can't be opened and closed at the
    same time
X   "V1 ist zu"
)
U(
X(
U   "V1 Befehl AUF"
U   "V1 ist auf"
)
X(
UN  "V1 Befehl AUF"
U   "V1 ist zu"
)
)
O   "T_V1_ein"
O   "T_V1_aus"

=   "NO_VALVE_FLT_V1"

//gate valve V1-Release monitoring
U   "Hauptschlüssel" //
    main switch must be on
U   "M1 OK" //
    vacuum between V0 and SSK must be
    ok
U   "M2 OK" //
    vacuum between SSK and BS must be
    ok
U   "M3 OK" //
    vacuum after V1 must be ok
U   "NO_VALVE_FLT_V1" //
    no gate valve defect
=   "RELEASE V1"

//opens V1
U   "RELEASE V1"
UN  "V1_MISMATCH" //
    switch and valve position
    mismatch
UN  "TRIP_FLAG_V1"
U   "V1 Schalter AUF"
S   "V1 Befehl AUF"

//closes V1
//in trip case
UN  "RELEASE V1"
R   "V1 Befehl AUF"
S   "TRIP_FLAG_V1"

//in general case
UN  "V1 Schalter AUF"
//
U(
//   O   "BS ist zu"
//   O   "PA ist zu"
//   O   "Kein Strahlbetrieb"
//   )
R   "V1 Befehl AUF"

//resets TRIP_FLAG_V1
UN  "V1 Befehl AUF"
UN  "V1 ist auf"
U   "V1 ist zu"
UN  "V1 Schalter AUF"
R   "TRIP_FLAG_V1"

```

### Funktion FC7

```

//gate valve on/off switch
//interlocks the gate valve when beam is on
//flashing green release signal in case of
//gate valve and switch position mismatch
//gate valve defect detection

U   "V2 Schalter AUF" //2
    sec time delay after switch on
L   S5T#2S
SI  "T_V2_ein"

UN  "V2 Schalter AUF" //2
    sec time delay after switch off
L   S5T#2S
SI  "T_V2_aus"

UN  "T_V2_ein" //
    gate valve and switch position
    mismatch
U   "V2 Schalter AUF"
UN  "V2 ist auf"
O
UN  "V2 Schalter AUF" //
    gate valve and switch position
    mismatch
UN  "T_V2_aus"
UN  "V2 ist zu"
=   "V2_MISMATCH"

U(
X   "V2 ist auf" //
    can't be opened and closed at the
    same time

```



oben gezählt) und Klemme Nummer 33 (s. Abb. A1). Die fünfte Spalte gibt an, mit welcher Klemme am Frontpanel die SPS verbunden ist und die sechste Spalte mit welchem Kabel die SPS mit der Strahllinie, bzw. mit welcher Klemme sie mit der anderen SPS verbunden ist. Außerdem ist hier noch aufgeführt, wenn an den Ausgängen nicht, wie gewohnt, 24 V Spannung anliegt, sondern 230 V.

Tabelle A1: Symbolliste der Ausgänge PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Frontpanel	Kabel
Anzeige Injektion	A 4.0	BOOL	L1K033	25a/26a	
Quittierung Status LED	A 4.1	BOOL	L1K034	23a/24a	
Beamshutter AUF LED	A 4.2	BOOL	L1K035	19a/20a	
Beamshutter ZU LED	A 4.3	BOOL	L1K036	15a/16a	
Kontrollraum VAK GRN	A 4.4	BOOL	L1K037	12c/4c	
Kühlwasser MC ROT	A 4.5	BOOL	L1K038	28a	
Photonabsorber AUF LED	A 4.6	BOOL	L1K039	11a/12a	
Photonabsorber ZU LED	A 4.7	BOOL	L1K040	7a/8a	
Freigabe BS GRN	A 5.0	BOOL	L1K041	31c	
Freigabe BS ROT	A 5.1	BOOL	L1K042	32c	
Kühlwasser MC GRN	A 5.2	BOOL	L1K043	31a	
Kühlwasser M2 ROT	A 5.3	BOOL	L1K044	32a	
Freigabe PA GRN	A 5.4	BOOL	L1K045	16c/2c	
Freigabe PA ROT	A 5.5	BOOL	L1K046	17c	
Ventile AUF GRN	A 5.6	BOOL	L1K047	19c/3c	
Ventile ZU ROT	A 5.7	BOOL	L1K048	20c	
Vakuum GRN	A 6.0	BOOL	L1K049	22c	
Vakuum ROT	A 6.1	BOOL	L1K050	23c	
Wasserwächter 1 GRN	A 6.2	BOOL	L1K051	25c	
Wasserwächter 1 ROT	A 6.3	BOOL	L1K052	26c	
Kühlwasser M1 GRN	A 6.4	BOOL	L1K053	28c	
Kühlwasser M1 ROT	A 6.5	BOOL	L1K054	29c	
Interlock gesetzt GRN	A 6.6	BOOL	L1K055	10c/2c	
Interlock gesetzt ROT	A 6.7	BOOL	L1K056	11c	
Kontrollraum BS GRN	A 7.0	BOOL	L1K057	13c	
Kontrollraum BS ROT	A 7.1	BOOL	L1K058	14c	
Kühlwasser M2 GRN	A 7.2	BOOL	L1K059	30c/5c	
Wasserwächter 2 ROT	A 7.3	BOOL	L1K060	27c/5c	
Wasserwächter 2 GRN	A 7.4	BOOL	L1K061	24c/5c	
Wasserwächter 3 ROT	A 7.5	BOOL	L1K062	21c/5c	
Wasserwächter 3 GRN	A 7.6	BOOL	L1K063	18c/5c	
Kontrollraum VAK ROT	A 7.7	BOOL	L1K064	15c/4c	

Tabelle A1: Symbolliste der Ausgänge PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Frontpanel	Kabel
Blitzlampe (innen)	A 8.0	BOOL	L1K065		42 blau, 230 V
Warnlampe Interlock 1	A 8.1	BOOL	L1K067		40 blau, 230 V
	A 8.2	BOOL	L1K068		230 V
Warnlampe Sperrgebiet 1	A 8.3	BOOL	L1K070		38 blau, 230 V
	A 8.4	BOOL	L1K071		230 V
	A 8.5	BOOL			230 V
	A 8.6	BOOL			230 V
	A 8.7	BOOL			230 V
Sprachmodul	A 12.0	BOOL	L4K201		
Lichtschranken aktiv	A 12.1	BOOL	L4K202		27 braun
Absuchtaster aktiv	A 12.2	BOOL	L4K203		28 braun
Selbsthaltung aktiv	A 12.3	BOOL	L4K204		
Absuchtaster LED	A 12.4	BOOL	L4K205		28 gelb
Blitzlampen (außen)	A 12.5	BOOL	L4K206		31 grün
Interlock SAW 0 ROT	A 12.6	BOOL	L4K207	9c/4c	33 grün
Türöffner 1	A 12.7	BOOL	L4K208		34 grün & braun
BS auffahren SAW 1	A 13.0	BOOL	L4K209		35 braun
Beamline OK	A 13.1	BOOL	L4K210		
PA auffahren SAW 1	A 13.2	BOOL	L4K211		
Freigabe BS auffahren	A 13.3	BOOL	L4K212		
Interlock SAW 0 GRN	A 13.4	BOOL	L4K213	8c/4c	
Interlock SAW 1 ROT	A 13.5	BOOL	L4K214	7c/4c	
Interlock SAW 1 GRN	A 13.6	BOOL	L4K215	6c/4c	
BS auffahren SAW 0	A 13.7	BOOL	L4K216		
	A 14.0	BOOL	L4K251		38 schwarz
FIM GRN	A 14.1	BOOL	L4K252		
	A 14.2	BOOL	L4K253		40 schwarz
FIM ROT	A 14.3	BOOL	L4K254		
	A 14.4	BOOL	L4K255		42 schwarz
	A 14.5	BOOL	L4K260		38 grün/gelb
	A 14.6	BOOL	L4K261		
	A 14.7	BOOL	L4K262		40 grün/gelb
	A 15.0	BOOL	L4K263		
	A 15.1	BOOL	L4K264		42 grün/gelb

Tabelle A2: Symbolliste der Eingänge PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Frontpanel	Kabel/Klemme
Quittierung	E 0.0	BOOL	L1K001	21a/22a	
BS auffahren	E 0.1	BOOL	L1K002	17a/18a	
BS zufahren	E 0.2	BOOL	L1K003	13a/14a	14 braun
	E 0.3	BOOL			
PA auffahren	E 0.5	BOOL	L1K006	9a/10a	
PA zufahren	E 0.6	BOOL	L1K007	5a/6a	
Not-Zu Frontplatte	E 0.7	BOOL	L1K008	1a/2a	
Hauptschlüssel	E 1.0	BOOL	L1K009	3a/4a	
Freigabe Kontrollraum	E 1.1	BOOL	L1K010		L2K084
Freigabe Kühlwasser BL	E 1.5	BOOL	L1K014		L2K090
BS ist auf	E 1.7	BOOL	L1K016		
BS ist zu	E 2.0	BOOL	L1K017		15 grün
PA ist auf	E 2.1	BOOL	L1K018		
PA ist zu	E 2.2	BOOL	L1K019		
Freigabe Wasserwächter	E 2.3	BOOL	L1K020		
Freigabe Hauptrelais	E 2.4	BOOL	L1K021		14 grün
Injektion	E 2.7	BOOL	L1K024		43 weiß/grün/braun
Freigabe Ventile	E 3.0	BOOL	L1K025		
Freigabe Vakuum	E 3.1	BOOL	L1K026		
Freigabe Kühlwasser MC	E 3.2	BOOL	L1K027		
Freigabe Interlock SAW 0	E 3.3	BOOL	L1K028		
Freigabe Interlock SAW 1	E 3.4	BOOL	L1K029		
Kühlwasser BS	E 3.5	BOOL	L1K030		
Kühlwasser KA	E 3.6	BOOL	L1K031		
SSK offen	E 3.7	BOOL	L1K032		
Lichtschanke 1 Status	E 12.0	BOOL	L4K185		27 grün
PHAB_RELEASE	E 12.1	BOOL	L4K186		
Absuchtaster 1 Status	E 12.2	BOOL	L4K187		10 koax
Interlock Maschine	E 12.3	BOOL	L4K188		
Not-Zu Hütte Status	E 12.4	BOOL	L4K189		28 weiß
Not-Zu Tür 1	E 12.5	BOOL	L4K190		23 grün
Absuchtaster 2 Status	E 12.6	BOOL	L4K191		
Türkontakt 1	E 12.7	BOOL	L4K192		25 grün
Kühlwasser AbsM	E 13.0	BOOL	L4K193		
Lampentest	E 13.1	BOOL	L4K194		
Freigabe DELTA VAK	E 13.2	BOOL	L4K195		
Freigabe SAW 1	E 13.3	BOOL	L4K196		

Tabelle A2: Symbolliste der Eingänge PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Frontpanel	Kabel/Klemme
Kein Strahlbetrieb	E 13.4	BOOL	L4K197		5 weiß
Kühlwasser MC	E 13.5	BOOL	L4K198		
WBSH_RELEASE	E 13.6	BOOL	L4K199		
	E 13.7	BOOL	L4K200		

Tabelle A3: Symbolliste der Merker, Timer und sonstigen Operanden der PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp
Freigabe Beamshutter	M 0.0	BOOL
Ebene 1	M 0.1	BOOL
Ebene 2	M 0.2	BOOL
Ebene 3	M 0.3	BOOL
Ebene 4	M 0.4	BOOL
Ebene 5	M 0.5	BOOL
Ebene 6	M 0.6	BOOL
Interlock gesetzt	M 0.7	BOOL
Merker Bake 1	M 1.0	BOOL
Merker Bake 2	M 1.1	BOOL
BS auffahren gestartet	M 1.2	BOOL
BS zufahren gestartet	M 1.3	BOOL
Not-Zu Hütte aktiv	M 1.4	BOOL
Freigabe Selbsthaltung	M 1.6	BOOL
Freigabe Photonabsorber	M 1.7	BOOL
BS Zeitlimit erreicht	M 2.0	BOOL
PA auffahren gestartet	M 2.1	BOOL
PA zufahren gestartet	M 2.2	BOOL
Absuchmerker	M 2.3	BOOL
Blinken	M 10.4	BOOL
Quittierungszeit 10s	T 1	TIMER
BS Verzögerung 15s	T 2	TIMER
BS Status 20s	T 3	TIMER
BS zu 5s	T 4	TIMER
Delay Not-Zu	T 5	TIMER
Absuchzeit	T 6	TIMER
PV	DB 1	DB 1
Hauptschlüssel AUS	FC 1	FC 1
Beamshutter	FC 2	FC 2

Tabelle A3: Symbolliste der Merker, Timer und sonstigen Operanden der PSS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp
Suchprozedur	FC 3	FC 3
Beamdump	FC 4	FC 4
Cycle Execution	OB 1	OB 1
VAT_1	VAT 1	
VAT1	VAT 2	

Nun folgen die Symbollisten für die Vakuum SPS. In der ersten Spalte ist der Name des Symbols aufgeführt, in der Zweiten der Operand, in der Dritten der Datentyp, in der Vierten die Klemme auf der Rückseite der SPS, in der Fünften der Anschluss ans Frontpanel, bzw. mit welchem Kabel die SPS mit der Strahllinie verbunden ist und in der sechsten Spalte wird die Funktion erläutert, bzw. an welchen Ausgängen 230 V anliegen.

Tabelle A4: Symbolliste der Ausgänge der VCS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Panel/Kabel	Funktion
V0 Befehl AUF	A 4.0	BOOL	L2K109	29 schwarz	öffnet V0
V1 Befehl AUF	A 4.1	BOOL	L2K110		öffnet V1
WBSH_RELEASE	A 4.2	BOOL	L2K111		Freigabe BS für PSS
PHAB_RELEASE	A 4.3	BOOL	L2K112		Freigabe PA für PSS
Freigabe Vakuum	A 4.4	BOOL	L2K113		Freigabe Vakuum für PSS
Freigabe Ventile	A 4.5	BOOL	L2K114		Freigabe Ventile für PSS
V2 Befehl AUF	A 4.6	BOOL	L2K115	36 grün	
M3 ROT	A 5.5	BOOL	L2K122	11c	UHV zw. V1 und V2
M3 GRN	A 5.6	BOOL	L2K123	10c	UHV zw. V1 und V2
V1 AUF LED	A 5.7	BOOL	L2K124	12c	
V1 Freigabe GRN	A 6.0	BOOL	L2K125	13c	
V1 Freigabe ROT	A 6.1	BOOL	L2K126	14c	
V1 ZU LED	A 6.2	BOOL	L2K127	7c	
BS AUF LED	A 6.3	BOOL	L2K128	15c	
BS Freigabe GRN	A 6.4	BOOL	L2K129	16c	
BS Freigabe ROT	A 6.5	BOOL	L2K130	17c	
BS ZU LED	A 6.6	BOOL	L2K131	8c	
M2 ROT	A 6.7	BOOL	L2K132	19c	UHV zw. SSK und BS
M2 GRN	A 7.0	BOOL	L2K133	18c	UHV zw. SSK und BS
WW BS ROT	A 7.1	BOOL	L2K134	21c	
WW BS GRN	A 7.2	BOOL	L2K135	20c	
SSK AUF LED	A 7.3	BOOL	L2K136	22c	

Tabelle A4: Symbolliste der Ausgänge der VCS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Panel/Kabel	Funktion
SSK ZU LED	.A 7.4	BOOL	L2K137	23c	
M1 ROT	.A 7.5	BOOL	L2K138	24c	UHV zw. V0 und SSK
M1 GRN	.A 7.6	BOOL	L2K139	25c	UHV zw. V0 und SSK
V0 AUF LED	.A 7.7	BOOL	L2K140	30c	
V0 Freigabe GRN	.A 8.0	BOOL	L2K141	27c	
V0 Freigabe ROT	.A 8.1	BOOL	L2K142	26c	
V0 ZU LED	.A 8.2	BOOL	L2K143	32c	
PA AUF LED	.A 8.3	BOOL	L2K144	31c	
PA Freigabe GRN	.A 8.4	BOOL	L2K145	29c	
PA Freigabe ROT	.A 8.5	BOOL	L2K146	28c	
PA ZU LED	.A 8.6	BOOL	L2K147	32a	
Vakuum Freigabe GRN	.A 9.1	BOOL	L2K150	3c	
Vakuum Freigabe ROT	.A 9.2	BOOL	L2K151	4c	
	.A 12.0	BOOL	L3K173		230 V Ausgang !!!
	.A 12.1	BOOL	L3K175		230 V Ausgang !!!
	.A 12.2	BOOL	L3K176		230 V Ausgang !!!
	.A 12.3	BOOL	L3K178		230 V Ausgang !!!
	.A 12.4	BOOL	L3K179		230 V Ausgang !!!
	.A 12.5	BOOL	L3K181		230 V Ausgang !!!
	.A 12.6	BOOL	L3K182		230 V Ausgang !!!
	.A 12.7	BOOL	L3K184		230 V Ausgang !!!
WW MC GRN	.A 16.4	BOOL	L4K237	5a	
WW MC ROT	.A 16.5	BOOL	L4K238	6a	
M4 GRN	.A 16.6	BOOL	L4K239	7a	UHV zw. V2 und Be-Fenster
M4 ROT	.A 16.7	BOOL	L4K240	8a	UHV zw. V2 und Be-Fenster
V2 Freigabe GRN	.A 17.0	BOOL	L4K241	9a	
V2 Freigabe ROT	.A 17.1	BOOL	L4K242	10a	
V2 AUF LED	.A 17.2	BOOL	L4K243	11a	
V2 ZU LED	.A 17.3	BOOL	L4K244	12a	
WW Kippabsorber GRN	.A 17.4	BOOL	L4K245	13a	
WW Kippabsorber ROT	.A 17.5	BOOL	L4K246	14a	

Tabelle A5: Symbolliste der Eingänge der VCS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Panel/Kabel
V0 ist auf	E 0.3	BOOL	L2K080	29 gelb
V0 ist zu	E 0.4	BOOL	L2K081	29 rosa

Tabelle A5: Symbolliste der Eingänge der VCS SPS.

Symbol	Operand	Datentyp	Klemme	Panel/Kabel
Kühlwasser MC	E 0.6	BOOL	L2K083	? weiß
Freigabe Kontrollraum	E 0.7	BOOL	L2K084	5 braun
M3 OK	E 1.0	BOOL	L2K085	
Kein Strahlbetrieb	E 1.1	BOOL	L2K086	5 weiß
Lampentest VCS	E 1.2	BOOL	L2K087	
Kühlwasser FE	E 1.3	BOOL	L2K088	? weiß
Kühlwasser KA	E 1.4	BOOL	L2K089	? weiß
BS ist auf	E 1.6	BOOL	L2K091	101 braun
BS ist zu	E 1.7	BOOL	L2K092	2 braun
PA ist auf	E 2.0	BOOL	L2K093	102 braun
PA ist zu	E 2.1	BOOL	L2K094	3 braun
VAC_BEFORE_V0_OK	E 2.2	BOOL	L2K095	30 weiß
M1 OK	E 2.3	BOOL	L2K096	
M2 OK	E 2.4	BOOL	L2K097	
M4 OK	E 2.5	BOOL	L2K098	
Not-Zu Frontplatte	E 2.6	BOOL	L2K099	
Hauptschlüssel	E 2.7	BOOL	L2K100	
V0 Schalter AUF	E 3.0	BOOL	L2K101	26a
V0 Schalter ZU	E 3.1	BOOL	L2K102	28a
V1 Schalter AUF	E 3.2	BOOL	L2K103	18a
V1 Schalter ZU	E 3.3	BOOL	L2K104	20a
SSK ist zu	E 3.6	BOOL	L2K107	
SSK offen	E 3.7	BOOL	L2K108	
V2 Schalter ZU	E 16.2	BOOL	L4K219	19a
V2 Schalter AUF	E 16.3	BOOL	L4K220	21a
Kühlwasser AbsM	E 16.4	BOOL	L4K221	
V2 ist zu	E 17.1	BOOL	L4K226	19 blau
V2 ist auf	E 17.2	BOOL	L4K227	19 gelb
V1 ist zu	E 17.3	BOOL	L4K228	20 blau
V1 ist auf	E 17.4	BOOL	L4K229	20 gelb

#### A.4 Kabelliste BL10

Abbildung A1 zeigt die Rückseite der SPSen am Steuerrack. Hier sind die Ein- und Ausgänge der VCS und PSS SPS zu finden. Es gibt insgesamt fünf Reihen mit Klemmen. Bei den oberen vier Reihen handelt es sich um die Klemmenreihen L1-4K1-264 mit Klemmen von 1 bis 264. Die blauen Kabel, die von oben in die Klemmen eingeschraubt

sind kommen oder führen zu den SPSen und unten sind die Anschlüsse zur Strahllinie BL10 zu finden. Auf diesem Bild sind die Bereiche mit den Ausgängen, welche 230 V führen markiert. Außerdem gibt es in der dritten Reihe von oben für beide SPSen Klemmen, die 24 V führen oder an denen geerdet (Masse) werden kann. In der vierten Reihe gibt es zusätzlich zu den 230 V Ausgängen der SPSen weitere Anschlüsse für 230 V und deren Masse. Die Verteilerklemmen (VKL) sind in der untersten Reihe. Das Relais rechts neben den VKL wird für die Steuerung des PA benötigt.

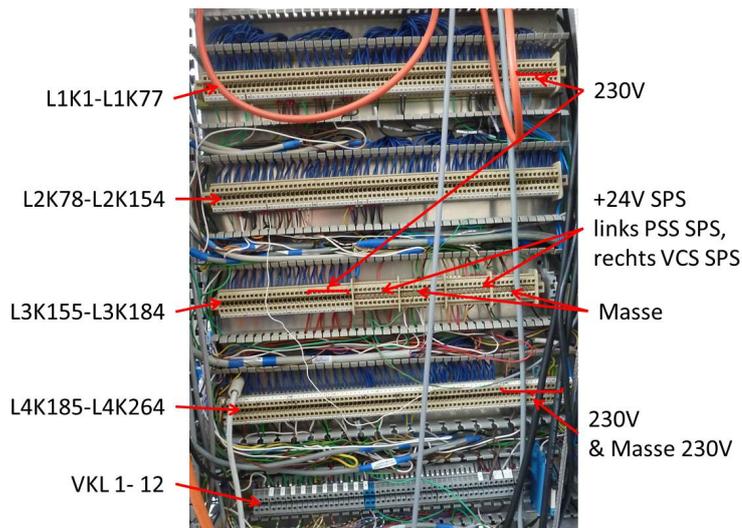


Abbildung A1: Rückseite des Steuerracks der BL10.

In der nachfolgenden Tabelle A6 sind die Kabel aufgeführt, die zur VCS und PSS Steuerung der Strahllinie BL10 benötigt werden. In der ersten Spalte steht, aus welchem Bereich der BL10 das Kabel kommt. Die zweite Spalte beschreibt die Funktion, die in der SPS mit diesem Kabel angesteuert wird. Die dritte Spalte gibt die Kabelnummer an und welche Farbe die benutzte Ader hat. Die Kabelnummer steht an jedem Kabelende. Zusätzlich zu der Nummer sind die Kabel aber auch mit ihrer Funktion beschriftet, wie z.B. "Lagemeldung Photonabsorber" oder "Steuerung V0". Steht bei der Kabelnummer nur ein "?", so ist die Nummer unbekannt oder wurde nicht vergeben. Diese Kabel sind dann aber zumindest mit ihrer Funktion beschriftet. Die vierte Spalte gibt an, ob das Kabel in einen der Relaiskästen im Steuerrack der BL10, am Mauerkasten im Ring oder zum Relaiskasten von SAW0/2 geführt wird. Zusätzlich ist entweder die Klemme K oder das Relais R angegeben, an den das Kabel angeschlossen ist. Die fünfte Spalte zeigt an, ob die Komponente zusätzlich zu einem der anderen Relaiskästen auch noch über den am Steuerrack der BL10 geführt wird, oder in einer der Verteilerklemmen (s. Abb. A1) steckt. Die letzte Spalte gibt an, an welcher Klemme (L...K...)/ Masse/ Stromversorgung das Kabel angeschlossen ist.

Woher	SPS	Kabel	RK BL10, RK Ring, RK SAW0/2	über	nach
Lagemeldung (Verteiler Mauerkasten)	SPS 24 V	1, braun	RK Ring K22		V+
	BS auf	101, braun	RK Ring K23		L1K16, L2K92
	BS zu	2, braun	RK Ring K24	VKL 10	L1K17, L2K93
	PA auf	102, braun	RK Ring K25		L1K18, L2K94
	PA zu	3, braun	RK Ring K26	VKL 11	L1K19, L2K95
Signale Maschine (Verteiler Mauerkasten)	24V Kontrollraum	4, braun	RK Ring K30; RK BL10: RK 5+ (R5) / RK Kontakt 8 (R4)	RK BL10: RK Kontakt 9 (R5)	L4K188
	Injektion	4, weiß	RK Ring K28; RK BL10: RK1+ (R1)	RK BL10: RK Kontakt 1 (R1), über VKL 0	L1K24
Signale Kontrollraum (Verteilung Kontrollraum)	Masse Kontrollraum	4, grün	RK Ring K29; RK BL10: R 1-/2-/5-		
	Kein Strahlbetrieb	5, weiß	RK BL10: RK 2+ (R2) wird galv. getr.	RK BL10: RK Kontakt 3 (R2)	L4K197, L2K86
	Freigabe BS	5, braun	RK BL10: RK 3+ (R3) wird galv. getr.	RK BL10: RK Kontakt 5 (R3)	L1K10, L2K84
	Masse (Freigabe BS)	5, grün	RK BL10: RK 3-		

Tabelle A6: Kabelliste BL10.

Woher	SPS	Kabel	RK BL10, RK Ring, RK SAW0/2	über	nach
Signale Kontrollraum (Verteilung Kontrollraum)	BL OK	6, braun	RK BL10: RK Kontakt 8 (R4)	RK BL10: RK 4+ (R4)	L4K210
	SH Status OK	7, koax	RK BL10: RK Kontakt 26 (R13)		
Signale Kontrollraum (Verteilung Kontrollraum)	Magnetschalter +	8, braun	RK BL10: RK 6 (R3)		
	Magnetschalter -	8, weiß	RK BL10: Masse SPS SAW1	VKL Masse	
Steuerung PA (Stecker Controller)	Kontaktst. Open	9, blau	RK BL10: RK Kontakt 13 (R7)		
	Kontaktst. Close	9, rot	RK BL10: RK Kontakt 14 (R7)		
	Kontaktst. Bezug	9, schwarz	RK BL10: RK Kontakt 13/14 (R7)		
	Remote Interlock	9, braun	RK BL10: RK Kontakt 21 (R11)		
	Remote Interlock	9, weiß	RK BL10: RK Kontakt 21 (R11)		
Abschtaster Experimentier Hütte	Abschtaster 1 Status	10, koax			L4K187

Woher	SPS	Kabel	RK BL10, RK Ring, RK SAW0/2	über	nach
SAW 1	BS SAW 1 ist zu	15, weiß	RK SAW0/2: R7+ (R10)	VKL 10	
		15, grün	RK SAW0/2: R7- (Masse)	VKL Masse	
SAW 1	BS auffahren an SAW 0	16, weiß	RK SAW0/2: R6+ (R9)	VKL 12	
		16, grün	RK SAW0/2: R6- (Masse)	VKL Masse	
SAW 0	Freigabe BS SAW 1	17, grün	RK SAW2: R 24V		V+
		17, weiß	RK SAW2: R 10 K26		L1K28
SAW 0	Freigabe HR SAW 0	18, braun	RK BL10: R8+; RK SAW0/2: rosa		
	Selbsthaltung SAW 0	18, weiß	RK BL10: R9+; RK SAW0/2: gelb		
		18, grün	RK BL10: R8/9-		
Ventil 2 Optik Hütte	Ventil 2 ZU	19, blau			L4K226
	Ventil 2 AUF	19, gelb			L4K227
Ventil 1 Optik Hütte	Ventil 1 ZU	19, rot			SPS 24V
	Ventil 1 AUF	20, blau			L4K228
Ventil 1 Optik Hütte		20, gelb			L4K229
		20, rot			SPS 24V

Woher	SPS	Kabel	RK BL10	über	nach	
Experimentier Hütte	Absuchtaster aktiv 1/2	28/?, braun			L4K203	
	Absuchtaster LED 1/2	28/?, gelb			L4K205	
	Not Zu Hütte Status 1/2	28/?, weiß		VKL 5	L4K189	
		28/?, grün			Masse	
Steuerung V0 (Anschlusskasten V0)	Remote Interlock Kontakt	29, braun				
	Remote Interlock Kontakt	29, weiß				
	24V für Lagekontakte	29, lila				
	24V für Kontaktsteuerung Relais 3	29, schwarz			L2K109	
	24V für Lageinfo AUF Relais 2	29, grün				
	Status AUF Relais 2	29, gelb			L2K80	
	24V für Lageinfo ZU Relais 1	29, grau				
	Status ZU Relais 1	29, rosa			L2K81	

A SPS PROGRAMME UND KABELLISTEN

Woher	SPS	Kabel	RK BL10	über	nach
Vakuumbefragung Maschine (Anschlusskasten V0)	DELTA Vakuum, Kontakt braun (24V SPS)	30, braun			
	DELTA Vakuum, Kontakt weiß	30, weiß			L4K195, L2K95
	V0 Steuerung, grün (Relaismasse)	30, grün			
	Blitzlampe (außen)	31, grün			L4K206
Experimentier Hütte		31, braun			Masse
	Türöffner	33, grün			L4K208
		33, weiß			Masse
		33, braun			V+
SAW 0	Interlock SAW 0 ROT	34, grün			L4K207
		34, braun			V+
		34, weiß			Masse
	Not-Zu Tür	23, grün		VKL 4	L4K190
Experimentier Hütte	Türkontakt	23, braun			24V SPS
		25, grün		VKL 3	L4K192
		25, braun			24V SPS
	Lichtschanke aktiv	27, braun			L4K202
	Lichtschanke Status	27, grün		VKL 6	L4K185
		27, weiß			Masse

Woher	SPS	Kabel	RK BL10	über	nach
Beamslutter (BS Spule V+)	BS auffahren SAW 1	35, braun		VKL 13	L4K209
		35, weiß			Masse
	Ventil 2 Befehl AUF	36, grün			L2K115
		36, braun			Masse
	Warnlampe	38, blau			L1K70
	Sperrgebiet				
		38, schwarz			230V
		38, grün-gelb			Masse 230V
		40, blau			L1K67
		40, schwarz			230V
Optik Hütte	Warnlampe Interlock	40, grün-gelb			Masse 230V
		42, blau			L1K65
		42, schwarz			230V
	Blitzlampe (innen)	42, grün-gelb			Masse 230V
		42, grün-gelb			L1K65
		Koax			230V
	Abschtaster 2 Status				Masse 230V
	M1 OK	?			L4K191
					L2K96
					24V SPS
TPG 1	M2 OK	?			L2K97
					24V SPS
					L2K97
					24V SPS

Woher	SPS	Kabel	RK BL10	über	nach
TPG 2	M3 OK	?			L2K85
	M4 OK	?			24V SPS
					L2K98
Wasserversorgung BS (Ring)	Kühlwasser BS	Wasser BS, weiß			24V SPS
					L2K88, L1K30
Wasserversorgung Optik Hütte	Kühlwasser KA	Wasser KA, weiß			L2K89, L1K31
Wasserversorgung Exp. Hütte	Kühlwasser MC	Wasser MC, weiß			L2K83, L4K198
Wasserversorgung AbsM (Ring)	Kühlwasser AbsM	Wasser AbsM, weiß			L4K221, L4K193
Wasserversorgung	Wasserversorgung BS/KA/MC/AbsM	Wasser BS/ KA/ MC/ AbsM, grün			24V SPS
Steuerung SSK	Schnellschlussklappe offen	?			L1K32
Optik Hütte	Ventil 1 Befehl AUF	?			L2K110

## A.5 Belegung Hauptrelaiskarte

In der folgenden Tabelle A7 ist die Belegung der Hauptrelaiskarte der Strahllinie BL10 aufgeführt. Die HRK ist zusammen mit der PSS SPS für die Überwachung des Interlocks zuständig und gibt erst die Freigabe, wenn an allen Relais 24 V Spannung anliegen, also alle grünen LEDs auf der Vorderseite leuchten. Die erste Spalte gibt den Ein- bzw. Ausgang an der Rückseite der HRK an. Die zweite Spalte gibt die Farbkodierung der angeschlossenen Kabel wieder. In der dritten Spalte sind die Nummerierungen der jeweils angesteuerten LEDs angegeben. Ist die Funktion aus der fünften Spalte erfüllt, liegen also 24 V an, so leuchtet die obere LED grün, falls nicht leuchtet die untere LED rot. Durchnummeriert wurden die LEDs von links nach rechts. Die direkt mit der SPS verbundenen Kontakte sind in Spalte vier mit den jeweiligen Klemmen der SPS aufgeführt.

Tabelle A7: Belegung der HRK.

Pin	Codierung	LED	Klemme SPS	Funktion
A01	schwarz-weiß	10		24 V
A02	rot-weiß	9		24 V
A03	braun-blau	8		Selbsthaltung SAW0
A04	braun-grün	7		Freigabe HRK SAW0
A05	braun-rosa	6	L4K185	Lichtschanke Status
A06	braun-gelb	5	L4K189	Not-Zu Hütte Status
A07	weiß-gelb	4	L4K190	Not-Zu Tür
A08	braun-schwarz	3	L4K192	Türkontakt
A09	blau-rot	2	L1K008	Not-Zu Frontplatte
A10	grün-weiß	1	L1K055	Interlock gesetzt GRN
B01	rosa-weiß	20		24 V
B02	grau-gelb	19		24 V
B03	rosa-gelb	18		24 V
B04	blau-gelb	17		24 V
B05	blau-grün	16		24 V
B06	rosa-grün	15		24 V
B07	rosa-grau	14		24 V
B08	grün-grau	13		24 V
B09	braun-grau	12		24 V
B10	braun-rot	11		24 V
C01	weiß			Masse
C02	blau-weiß		L1K021	Freigabe HRK
C03	grau-weiß	gelb	L1K009	Hauptschlüssel, bedingte 24 V
C04	grau		L4K204	Selbsthaltung aktiv / HRK Überwachung

Tabelle A7: Belegung der HRK.

Pin	Codierung	LED	Klemme SPS	Funktion
C05	lila			24 V
C06	grün			24 V
C07	rot			24 V
C08	schwarz			24 V
C09	blau			24 V
C10	braun			permanent 24 V, Netzteil

## A.6 Belegung Relaiskasten

Die Relais im Relaiskasten (RK) trennen galvanisch die Signale der SPS der Strahllinie von den Signalen vom Kontrollraum, des Ringes, bzw. des RK von SAW0. In Tabelle A8 sind die Relais mit den jeweiligen Klemmen, die jeweils zwei Anschlüsse besitzen und deren Funktion angegeben.

Tabelle A8: Belegung Relaiskasten.

Relais	Klemme	Anschluss	Funktion
R01	1	+	Injektion
		-	Masse Kontrollraum
	2	+	
		-	Masse Kontrollraum
R02	3	+	Kein Strahlbetrieb
		-	
	4	+	
		-	
R03	5	+	Freigabe BS
		-	Masse (Freigabe BS)
	6	+	Magnetschalter+ BS
		-	
R04	7	+	
		-	
	8	+	BL OK
		-	
R05	9	+	Interlock Maschine
		-	24V Kontrollraum
	10	+	
		-	
R06	11	+	

Tabelle A8: Belegung Relaiskasten.

Relais	Klemme	Anschluss	Funktion
		-	
	12	+	
		-	
R07	13	+	PA Kontaktsteuerung Open
		-	PA Kontaktsteuerung Bezug
	14	+	PA Kontaktsteuerung Close
		-	PA Kontaktsteuerung Bezug
R08	15	+	
		-	
	16	+	
		-	
R09	17	+	
		-	
	18	+	
		-	
R10	19	+	Freigabe HRK
		-	
	20	+	
		-	
R11	21	+	PA Remote Interlock
		-	PA Remote Interlock
	22	+	
		-	
R12	23	+	
		-	
	24	+	
		-	
R13	25	+	
		-	
	26	+	SH Status OK
		-	

## A.7 Probleme und mögliche Lösungen

Falls sich das Interlock nicht setzen lässt, sollte zunächst die Absuchprozedur wiederholt werden und die Absuchtaster länger gedrückt werden. Sollte sich das Interlock danach immer noch nicht setzen lassen, so sollten die Lichtschranke und der Reflektor

kontrolliert werden, ob nicht eine der beiden Komponenten verschoben wurde.

Wird das Interlock beim Öffnen des BS gebrochen, so sollte die Abdeckung der Lichtschranke kontrolliert werden, da die Blitzlampe in der Experimentierhütte die Lichtschranke auslösen kann.

Wenn die Vakuumanzeige springt, teilweise auch um mehrere Größenordnungen, so sollten nicht nur das TPG und das Kabel kontrolliert werden, sondern auch, ob ein Kurzschluss in der IKR vorliegt.

Niemals bei Änderung der Energie die Bewegung stoppen! Hier werden mehrere Motoren gleichzeitig bewegt.

## **B Konstruktionszeichnungen**

In diesem Teil des Anhanges sind alle Konstruktionszeichnungen gezeigt, die während dieser Arbeit entstanden sind. Die Bauteile wurden alle mit dem Programm Autodesk Inventor Professional 2014 - Studentenversion erstellt und in der Mechanischen Werkstatt der Physik der TU Dortmund gefertigt.

### **B.1 Halterungen für den Justageturm und die Kapillare**

Die Halterung für den Justageturm von Huber (s. Abb. 3.13 und B1) wird mit zwei Reitern am Ende des EXAFS-Tisches auf dem X95-Profil befestigt. Mit der Kapillarenhalterung, deren Konstruktionszeichnung in Abbildung B2 zu finden ist, ist die Kapillare 21 cm von der Probe, also dem Drehzentrum des Diffraktometers entfernt. Der Justageturm erlaubt dann die Einjustierung der Kapillare.



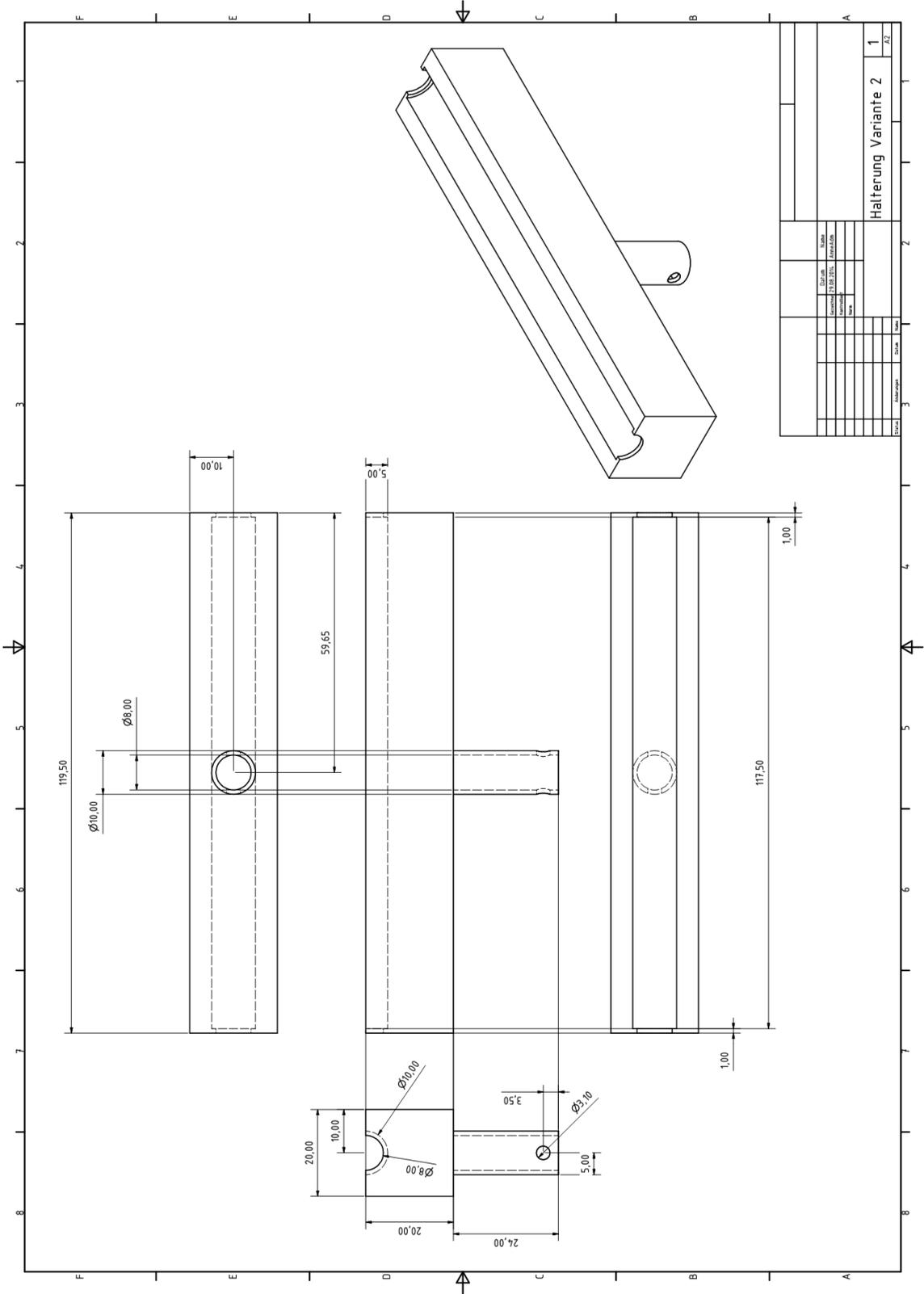


Abbildung B2: Konstruktionszeichnung der Kapillarenhalterung

## B.2 Vertikales Probensetup

In den Abbildungen B3 bis B10 sind die Konstruktionszeichnungen für das vertikale Setup gezeigt. Um dieses Setup aufzubauen, muss zunächst der am Diffraktometer befestigte Tisch (s. Abb. 3.14) abmontiert werden und die Platte von diesem Tisch von dem Metallblock, der direkt am Diffraktometer befestigt ist. An diesem Block wird nun der Teilkreis (s. Abb. B3) mit passenden Schrauben mit den Löchern, welche mit "A" bezeichnet sind befestigt. Die Löcher "X" sind dafür da, dass die Schrauben, mit denen der Metallblock am Diffraktometer befestigt wird, festgezogen werden können. Der vordere und hintere Winkel (s. Abb. B4 und B5) wird dann an den Positionen "B", bzw. "C" befestigt. Zur Stabilisierung der Winkel dient der Keil, der an den Positionen "D" am Winkel befestigt werden. Die Löcher "E" dienen zur Befestigung der Adapterplatte 1 (s. Abb. B6), auf der mit Hilfe der Löcher "F" und passenden Schrauben ein x- und z-Motor von Huber befestigt wird. Dieser wurde von der Strahllinie BL9 ausgeliehen. Die Löcher "E" auf der Adapterplatte 1 sind in y-Richtung länger, damit kleine Positionskorrekturen in y von Hand ausgeführt werden konnten, da es aufgrund des geringen Platzangebotes nicht möglich war einen weiteren Motor für Korrekturen in y-Richtung einzubauen. Für die Schraubenköpfe, mit denen der Motor befestigt wird, sind Aussparungen "F" entlang der Innenseiten der Winkel angebracht. Die Adapterplatte 2 (s. Abb. B7) wird durch die Löcher "G" mit dem z-Hub verbunden. An den vier Ecken "H" werden die Stützen (s. Abb. B8) mit langen Schrauben, die auch noch die Adapterplatte 3 (s. Abb. B9) halten, befestigt. An einer der vier Ecken kommt die breitere Stütze hin, durch die auch noch die Feingewindestange "I" verläuft, an der die Halterung für den Induktiven Wegaufnehmer (s. Abb. B10) befestigt wird. Durch die Feingewindestange, mit einer Länge von 35 cm, kann der Induktive Wegaufnehmer an die exakte Position verschoben werden. Auf den Stützen wird die Adapterplatte 3 befestigt. Oben sind die Stützen mit "J", bzw. "K" bezeichnet, die auch auf der Adapterplatte 3 wiederzufinden sind. Die Löcher "L" dienen zur Befestigung der Aktuatorhalterung der UFTM, welche aus Osnabrück mitgebracht wurde. Die Halterung für den Induktiven Wegaufnehmer muss zunächst an den Positionen "M" zusammengesetzt werden und dann wird die Plastikhalterung (wurde zur Verfügung gestellt) des Induktiven Wegaufnehmers daran befestigt. Die komplette Halterung wird mit "O" mit zwei Muttern an der Feingewindestange befestigt. Der gesamte Aufbau an der Strahllinie BL10 ist in Abbildung 4.6 zu sehen.

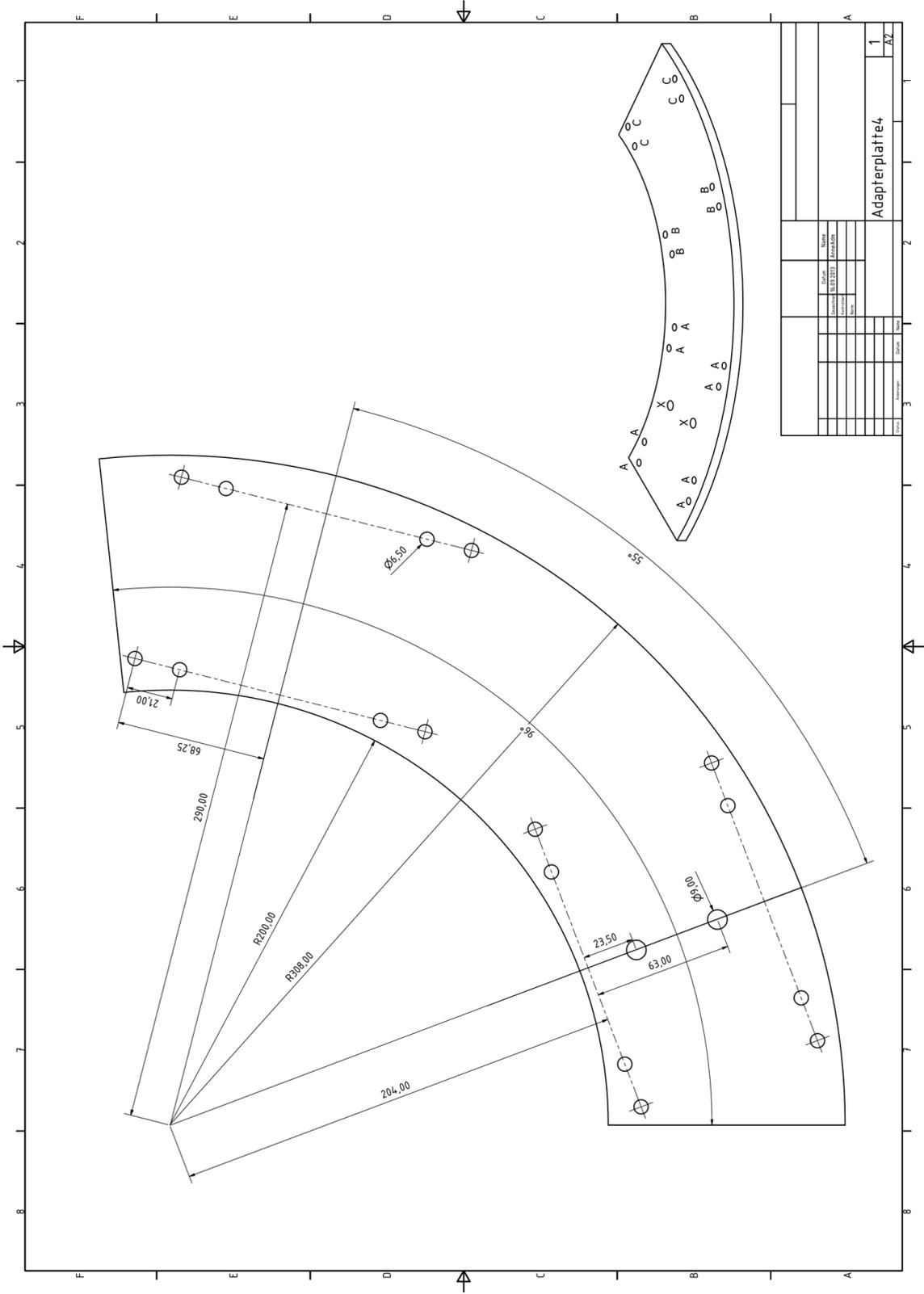


Abbildung B3: Konstruktionszeichnung vertikales Setup Teilkreis



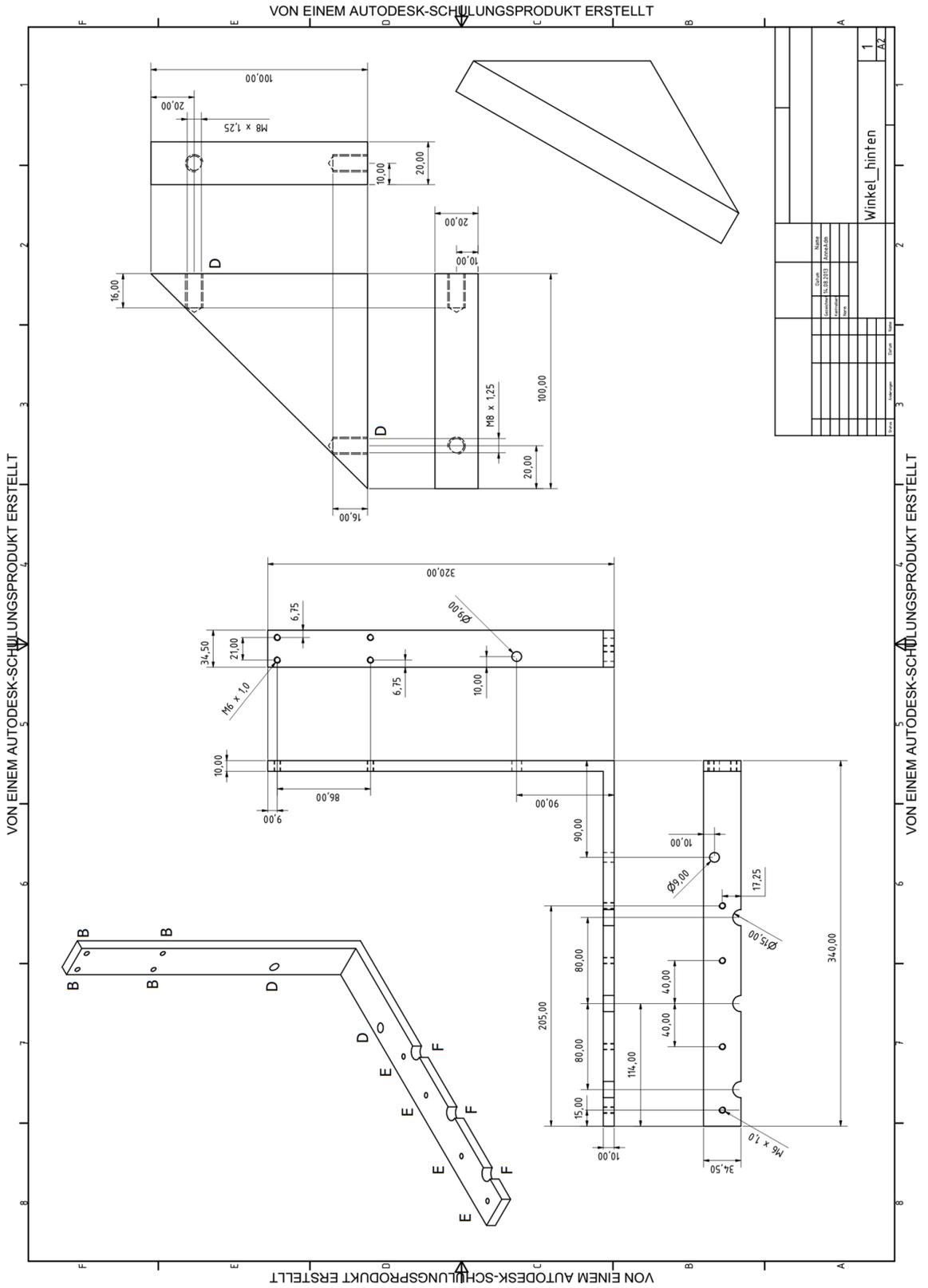


Abbildung B5: Konstruktionszeichnung vertikales Setup hinterer Winkel

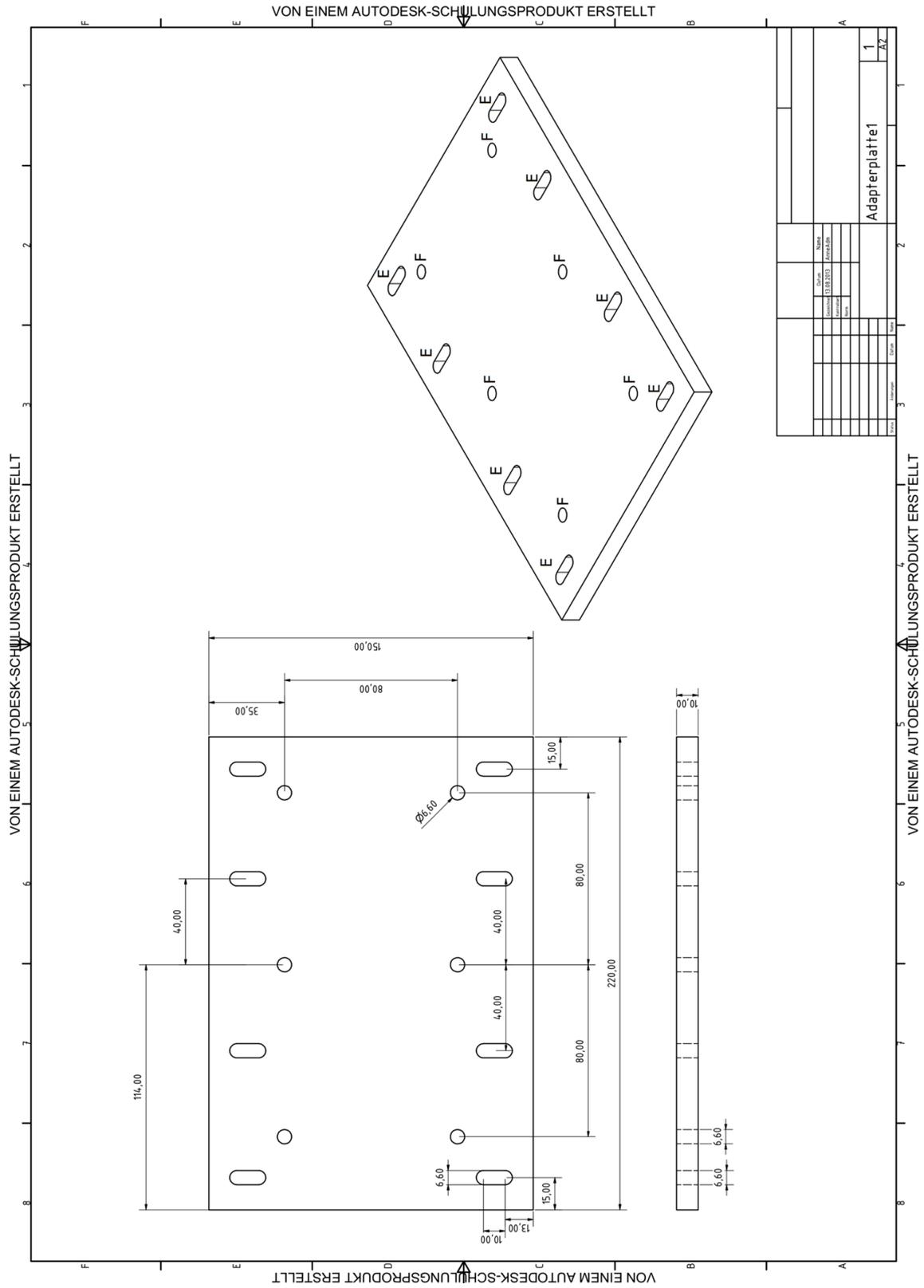


Abbildung B6: Konstruktionszeichnung vertikales Setup Adapterplatte 1

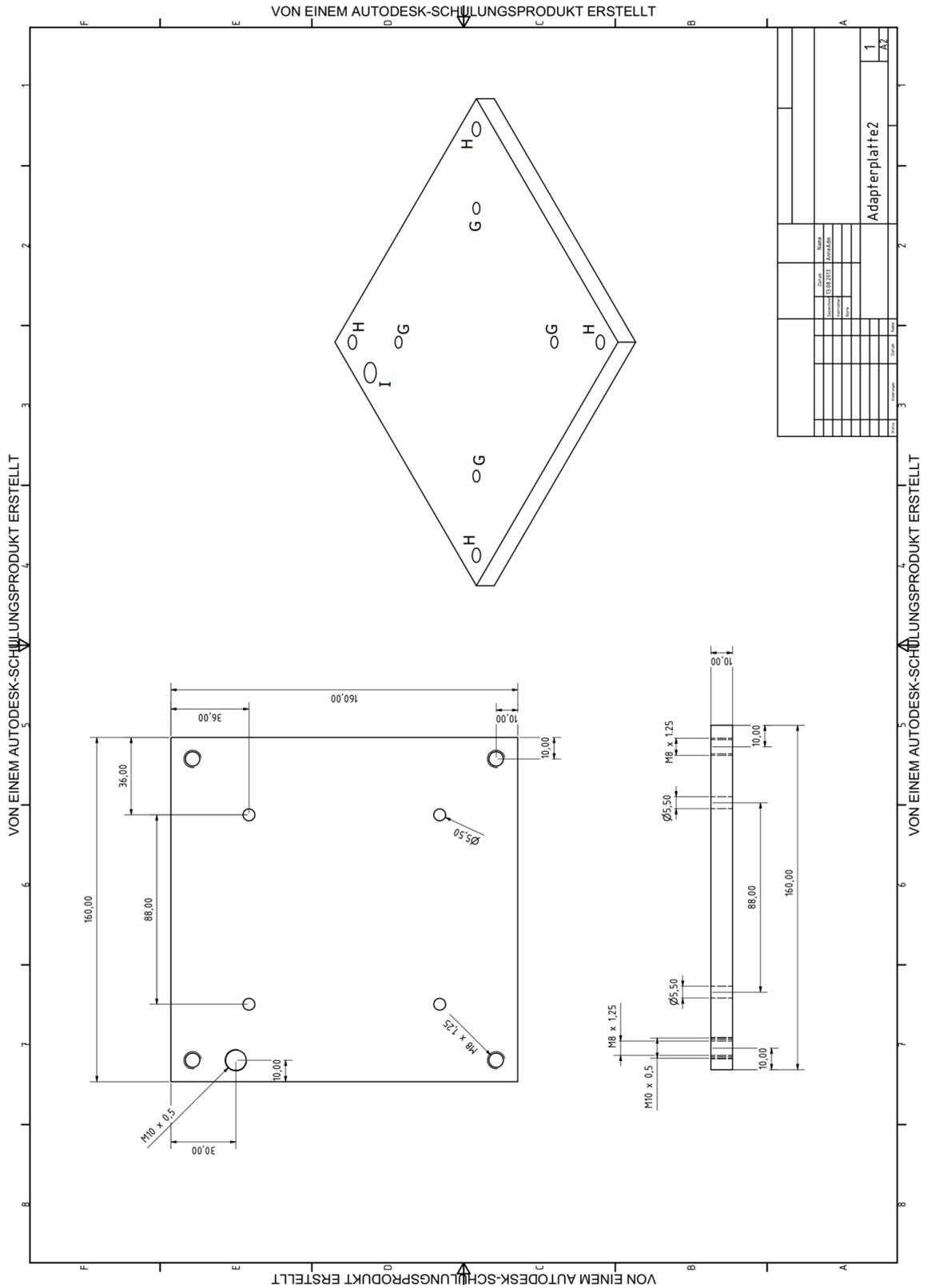


Abbildung B7: Konstruktionszeichnung vertikales Setup Adapterplatte 2





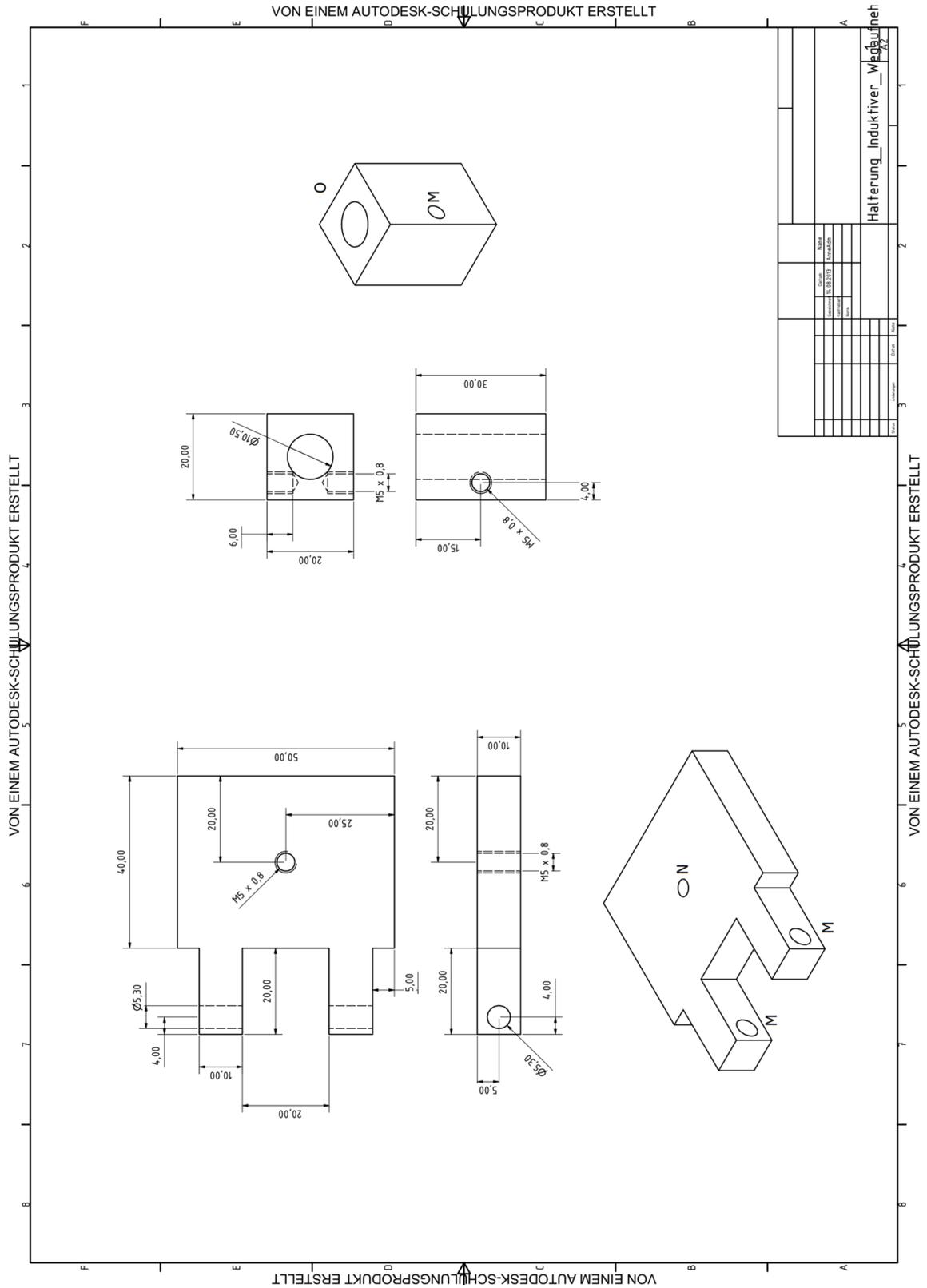


Abbildung B10: Konstruktionszeichnung Halterung Induktiver Wegaufnehmer

### B.3 Horizontales Probensetup

Die Abbildungen B11 bis B16 zeigen die Konstruktionszeichnungen für die benötigten Bauteile für das horizontale Setup. Für diesen Aufbau wird der Tisch, der direkt am Diffraktometer angebracht ist benötigt, jedoch umgedreht zu der Position, die in Abbildung 3.14 gezeigt ist. Auf den Tisch wird nun die Adapterplatte 1 (s. Abb. B11) mit den Löchern "A" und entsprechenden Schrauben an den in die Tischplatte eingefrästen Schlitzten befestigt. Die x-, z-Motorkombination von Huber, die von der Strahllinie BL9 ausgeliehen war, wird an den Positionen "B" mit der Adapterplatte 1 verbunden. Mit den Schlitzten, die in der Tischplatte angebracht sind ist es möglich den gesamten Aufbau in y-Richtung zu bewegen, da auch bei diesem Aufbau kein y-Motor montiert werden konnte. Dies wäre allerdings mit deutlich mehr Aufwand möglich, dafür müsste allerdings die Halterung für den Tisch verändert werden und um die Höhe des y-Motors verlängert werden. An den z-Hub wird die Adapterplatte 2 (s. Abb. B12) an den Positionen "C" befestigt. An den Positionen "D" wird die Basis (s. Abb. B13) für den übrigen Aufbau befestigt. An der Basis wird im Winkel an den Positionen "E" die Adapterplatte 3 (s. Abb. B14) befestigt. Die Feingewindestange, an der die Halterung für den induktiven Wegaufnehmer (B10) befestigt wird, wird in das Loch "G" eingeschraubt. Wie beim vertikalen Aufbau auch dient die Feingewindestange dazu, dass der Induktive Wegaufnehmer an der exakten Position positioniert werden kann und der Halter wird mit zwei Muttern fixiert. Mit den Gewindestangen werden die Adapterplatte 3 und die Aktuatorhalterung (s. Abb. B16) verbunden. Dabei werden die zwei langen Distanzhülsen an den Positionen "H", bzw. "J" und die kurze Distanzhülse an der Position "F", bzw. "I" (s. Abb. B15) zur weiteren Stabilisierung und als Abstandshalter für die Aktuatorhalterung verwendet. Alle für diesen Aufbau benötigten Schrauben und Muttern sind in Abbildung B15 aufgelistet.

Leider konnte aufgrund eines Messfehlers dieser Aufbau nicht wie geplant realisiert werden und musste mit kleinen Änderungen versehen werden. So musste die x-/z-Kombination anders herum eingebaut werden als geplant und somit stimmte die Probenposition nicht mehr mit der Strahlposition überein. Deshalb wurde die Basis umgedreht und nur mit den beiden Schrauben an der Adapterplatte 2 befestigt, die näher am  $\omega$ -Kreis des Diffraktometers liegen und es wurden nur die beiden langen Distanzhülsen verwendet, deren Stabilität aber für den Versuch ausreichte. Das so geänderte Setup ist in Abbildung 4.8 gezeigt.

# B KONSTRUKTIONSZEICHNUNGEN

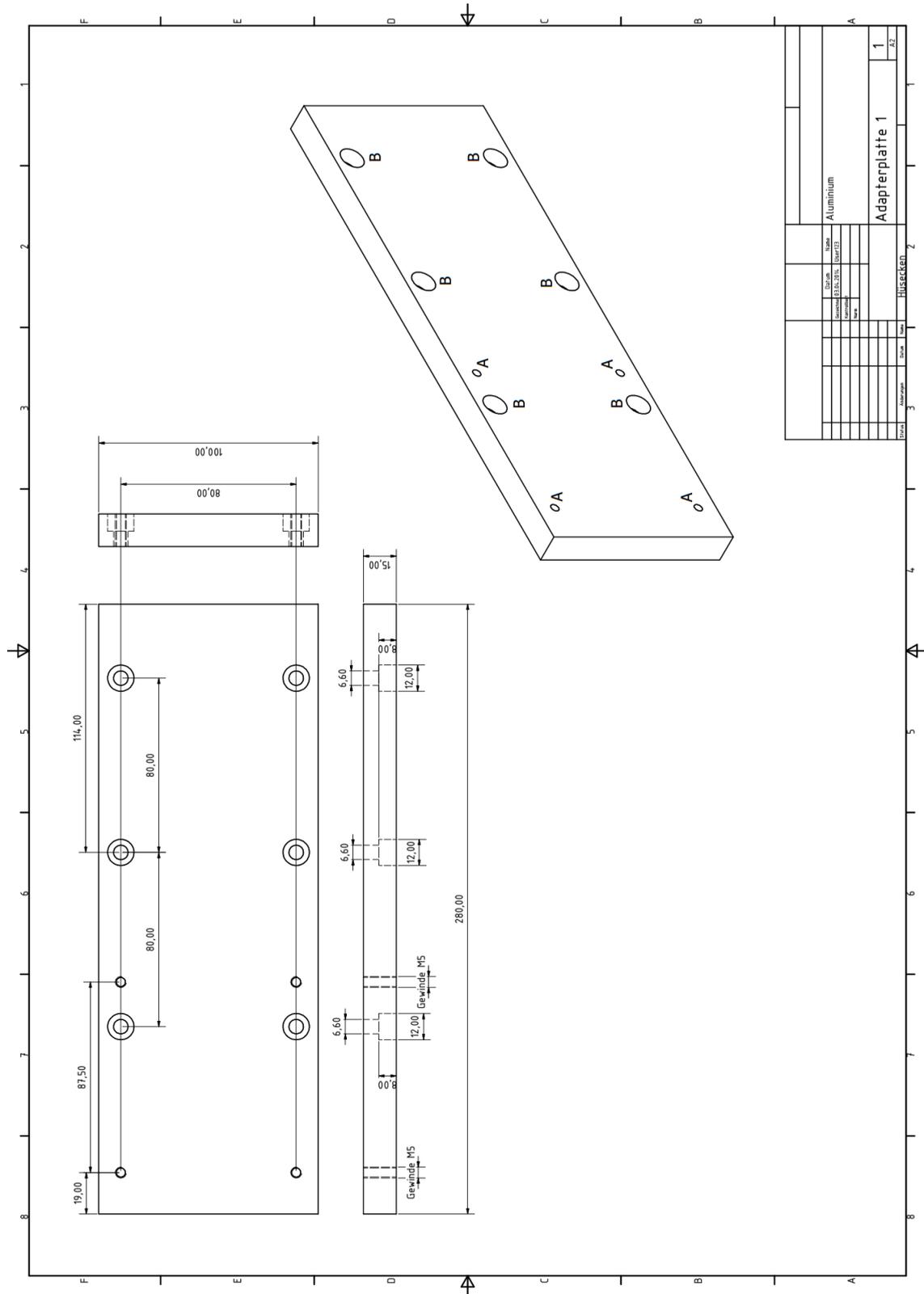


Abbildung B11: Konstruktionszeichnung horizontales Setup Adapterplatte 1.

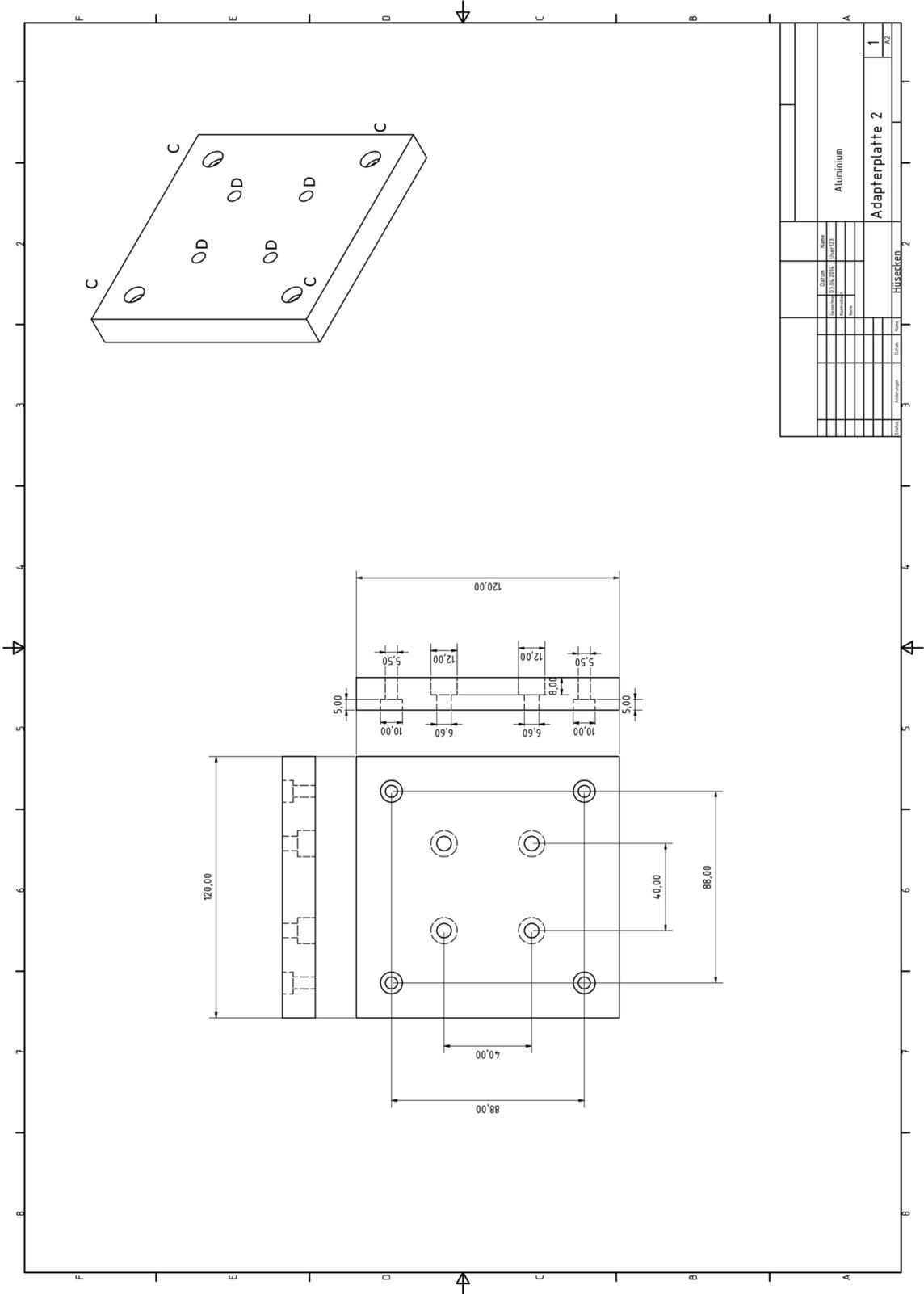


Abbildung B12: Konstruktionszeichnung horizontales Setup Adapterplatte 2.

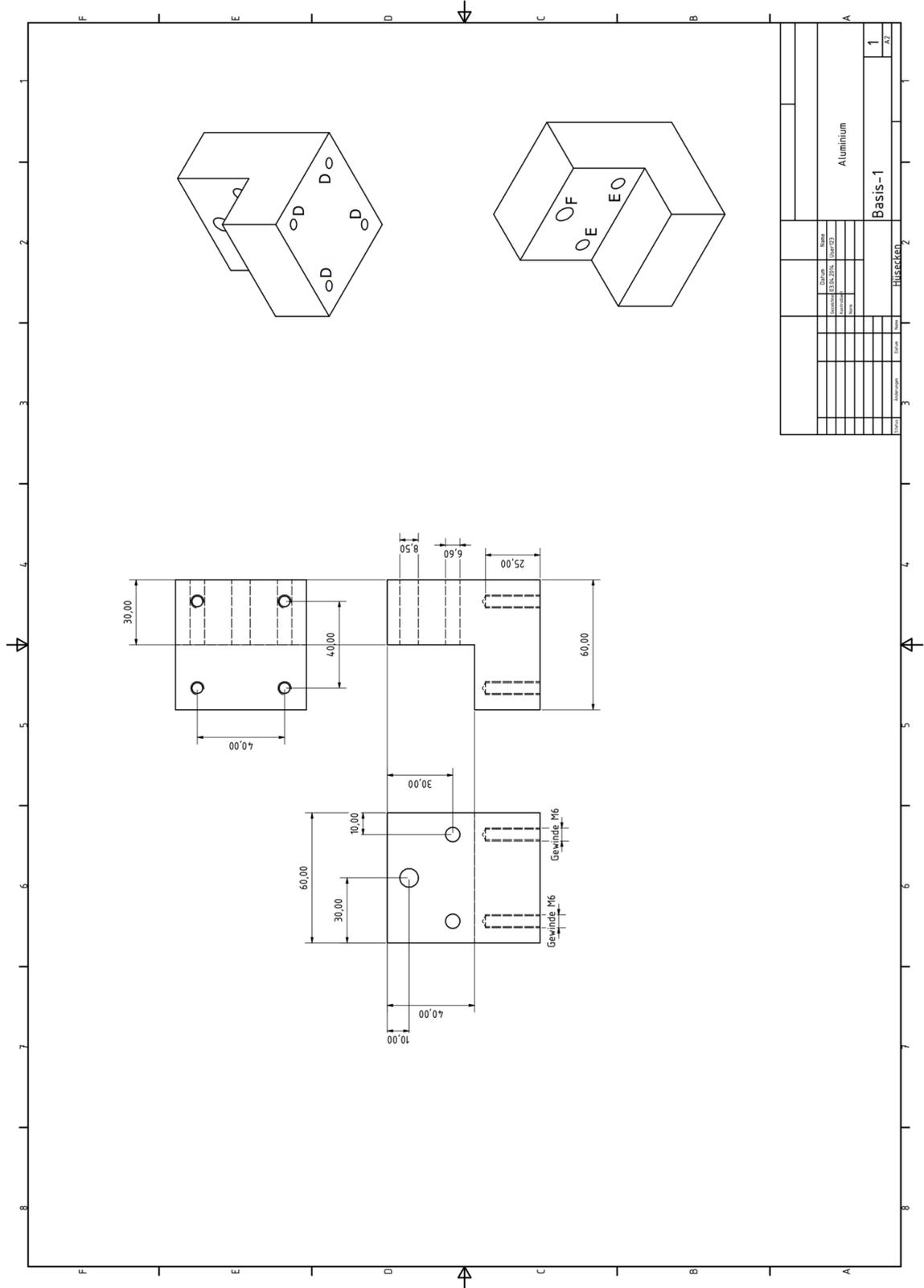


Abbildung B13: Konstruktionszeichnung horizontales Setup Basis.





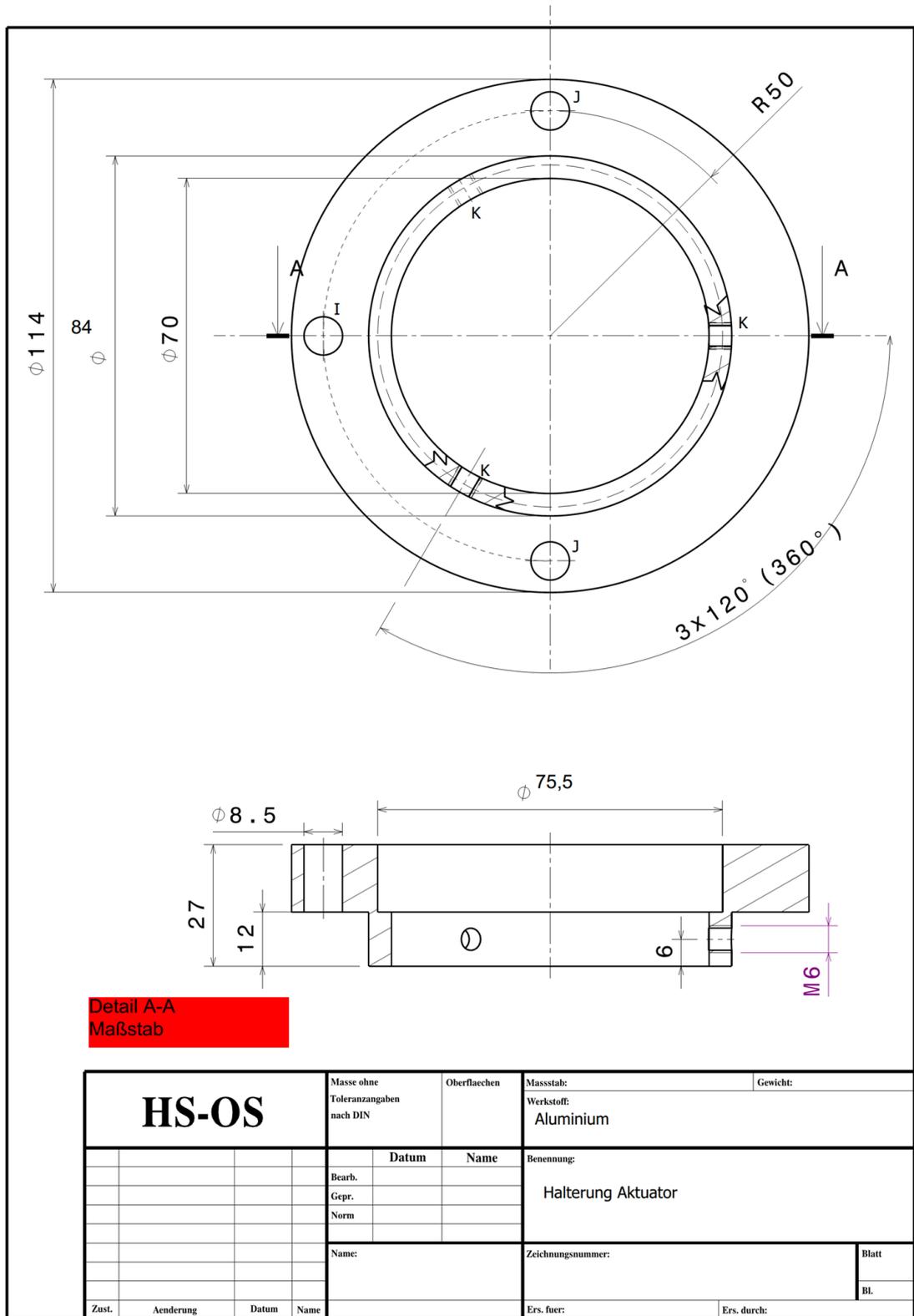


Abbildung B16: Konstruktionszeichnung horizontales Setup Halterung Aktuator. Nach [87].



## Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematischer Kristallaufbau . . . . .	6
2.2	Bravaisgitter bcc und fcc . . . . .	7
2.3	Einführung zu den Millerschen Indizes . . . . .	8
2.4	Schema Diffraktion an Duplexstahl . . . . .	12
2.5	Schema der $\sin^2 \Psi$ -Methode . . . . .	16
2.6	Schema Wöhlerkurve . . . . .	19
2.7	Aufgespaltener und Einzelreflex . . . . .	20
2.8	Ermüdungsschädigung entlang der Probe . . . . .	20
2.9	Stufen- und Schraubenversetzung . . . . .	23
2.10	Spannungskomponenten . . . . .	24
2.11	Mögliche Gleitebenen und -richtungen für fcc und bcc . . . . .	26
2.12	Schmid'sches Schubspannungsgesetz . . . . .	27
2.13	Skizze Kleinwinkelkorngrenze . . . . .	28
2.14	Erklärung persistente Gleitbänder . . . . .	29
2.15	Mechanismus Frank-Read-Quelle . . . . .	30
2.16	Ermüdungsphasen des Risswachstums . . . . .	30
2.17	Rissöffnungsarten der LEBM . . . . .	31
2.18	Schema Risswachstumsphasen . . . . .	31
2.19	Risslänge vs Anzahl Lastzyklen . . . . .	32
2.20	Schema Dreh- und Kippwinkel zweier benachbarter Körner . . . . .	32
2.21	Oberfläche einer Durchläuferprobe . . . . .	33
3.1	Schemazeichnung von DELTA . . . . .	35
3.2	Schematischer Aufbau der BL10 . . . . .	37
3.3	Frontend . . . . .	38
3.4	Strahlteiler und Photonabsorber . . . . .	39
3.5	Kollimator . . . . .	40
3.6	Fotos Optik Hütte . . . . .	42
3.7	Kippabsorber . . . . .	43
3.8	Sensoren in der Experimentierhütte und Magnetventil Ventil $V_2$ . . . . .	44
3.9	Schema Experimentierhütte BL10 und Beamstop . . . . .	47
3.10	Monochromator und Monochromatorkristall . . . . .	50
3.11	EXAFS Tisch . . . . .	51
3.12	Polykapillare . . . . .	51
3.13	Justageturm Polykapillare . . . . .	52
3.14	Diffraktometer . . . . .	53
3.15	Arbeitsplatz und Steuerrack für die Detektoren . . . . .	54
3.16	Motor- und Steuerrack . . . . .	55
3.17	Ventilsteuerungs Panel der Strahllinie BL10. . . . .	58
3.18	Frontplatte Personeninterlock . . . . .	59

3.19	Test der einzelnen Not-Aus-Funktionen an BL10. . . . .	61
3.20	Erster Strahl im Monochromator . . . . .	62
3.21	Strahlcharakterisierung mit dem Pilatus . . . . .	63
3.22	Erste Messungen, XANES und Diffraktion . . . . .	64
4.1	Geometrie der Flachprobe für die Ultraschallermüdung aus [4]. . . . .	67
4.2	Ultraschall Ermüdungsanlage . . . . .	68
4.3	Schema Puls Pause . . . . .	69
4.4	Lastverhältnis $R = -1$ . . . . .	69
4.5	Wöhlerdiagramm Duplexstahl . . . . .	70
4.6	Foto vertikales Setup . . . . .	71
4.7	Ermüdungsparameter vertikales Setup . . . . .	73
4.8	Foto horizontales Setup . . . . .	73
4.9	Ermüdungsparameter horizontales Setup . . . . .	75
5.1	Beispiel aufsummierte Diffraktionsbilder . . . . .	77
5.2	Erklärung der Lage der Projektionsebene. . . . .	79
5.3	Erklärung der Winkel $\omega$ , $\chi$ , $2\theta$ aus dem Diffraktionsbild . . . . .	80
5.4	Mögliche Reflexänderungen in Position, FWHM oder Höhe. . . . .	81
5.5	Positionsänderungen Austenit und Ferrit . . . . .	82
5.6	Einflüsse auf die FWHM . . . . .	84
5.7	Intensitätszunahme A[131] . . . . .	87
5.8	Intensitätsabnahme A[022] . . . . .	88
5.9	Gleitbandwachstum in Austenit . . . . .	89
5.10	Verschwinden eines A[022] Reflexes . . . . .	90
5.11	Deutliche Intensitätsänderungen an einem F[020] Reflex . . . . .	90
5.12	Risskeimbildung im Ferritkorn . . . . .	91
5.13	Plötzliches Verschwinden von Peaks bei A[020], A[111] . . . . .	92
5.14	Erscheinen und Wachstum eines A[131] Reflexes . . . . .	93
5.15	Positionsänderungen bei A[131] und A[222] . . . . .	94
5.16	Änderung eines Austenit [111] Reflexes während der Ermüdung . . . . .	95
5.17	Relative Versetzungsdichte A[111] . . . . .	96
5.18	Vergleich des Ausgangs- und Endzustandes der A [111] Kurven . . . . .	96
5.19	Diskussion der $\chi$ -Kurven von A [111] . . . . .	97
5.20	Entwicklung eines A[042] Reflexes . . . . .	98
5.21	Entwicklung der Rockingkurve eines A[133] Reflexes . . . . .	100
5.22	Sichtbarer Riss nach der Ermüdung . . . . .	102
6.1	Gemessene Rissausbreitung in 3D . . . . .	109
A1	Rückseite des Steuerracks der BL10. . . . .	129
B1	Konstruktionszeichnung Halterung Justageturm Kapillare . . . . .	142
B2	Konstruktionszeichnung der Kapillarenhalterung . . . . .	143
B3	Konstruktionszeichnung vertikales Setup Teilkreis . . . . .	145
B4	Konstruktionszeichnung vertikales Setup vorderer Winkel . . . . .	146

B5	Konstruktionszeichnung vertikales Setup hinterer Winkel . . . . .	147
B6	Konstruktionszeichnung vertikales Setup Adapterplatte 1 . . . . .	148
B7	Konstruktionszeichnung vertikales Setup Adapterplatte 2 . . . . .	149
B8	Konstruktionszeichnung vertikales Setup Stützen . . . . .	150
B9	Konstruktionszeichnung vertikales Setup Adapterplatte 3 . . . . .	151
B10	Konstruktionszeichnung Halterung Induktiver Wegaufnehmer . . . . .	152
B11	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Adapterplatte 1. . . . .	154
B12	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Adapterplatte 2. . . . .	155
B13	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Basis. . . . .	156
B14	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Adapterplatte 3. . . . .	157
B15	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Distanzhülsen und Zubehör. . . . .	158
B16	Konstruktionszeichnung horizontales Setup Halterung Aktuator. . . . .	159

## Tabellenverzeichnis

2.1	Gittervektoren fcc und bcc . . . . .	7
2.2	Elastische Konstanten für Austenit und Ferrit . . . . .	24
2.3	Mögliche Gleitsysteme für fcc und bcc . . . . .	26
3.1	Bestandteile SPS VCS . . . . .	56
3.2	Bestandteile SPS PSS . . . . .	56
3.3	In den SPS-Programmen benutzte Befehle . . . . .	57
3.4	Flussdichten am Probenort . . . . .	64
4.1	Chemische Zusammensetzung des verwendeten Duplexstahls . . . . .	65
4.2	Ermüdungsparameter vertikales Setup . . . . .	72
4.3	Ermüdungsparameter horizontales Setup . . . . .	74
4.4	Vergleich der Parameter der $\omega$ -Scans der beiden benutzten Setups. . . . .	75
5.1	Übersicht $\omega$ Rockingkurven . . . . .	80
5.2	Übersicht der untersuchten Reflexe in $\chi$ . . . . .	81
A1	Symbolliste der Ausgänge PSS SPS. . . . .	122
A1	Symbolliste der Ausgänge PSS SPS. . . . .	123
A2	Symbolliste der Eingänge PSS SPS. . . . .	124
A2	Symbolliste der Eingänge PSS SPS. . . . .	125
A3	Symbolliste der Merker, Timer und sonstigen Operanden der PSS SPS. . . . .	125
A3	Symbolliste der Merker, Timer und sonstigen Operanden der PSS SPS. . . . .	126
A4	Symbolliste der Ausgänge der VCS SPS. . . . .	126
A4	Symbolliste der Ausgänge der VCS SPS. . . . .	127
A5	Symbolliste der Eingänge der VCS SPS. . . . .	127
A5	Symbolliste der Eingänge der VCS SPS. . . . .	128
A6	Kabelliste BL10. . . . .	130
A7	Belegung der HRK. . . . .	137
A7	Belegung der HRK. . . . .	138

A8	Belegung Relaiskasten. . . . .	138
A8	Belegung Relaiskasten. . . . .	139

## Literatur

- [1] Wöhler, A.: Versuche über die Festigkeit der Eisenbahnwagenachsen, *Zeitschrift für Bauwesen*, **10** (1860), 160-161.
- [2] Bathias, C. und Pineau, A.: *Fatigue of Materials and Structures - Fundamentals*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, USA, 2009.
- [3] Krupp, U.: Mikrostrukturelle Aspekte der Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Werkstoffen. Habilitationsschrift, Universität Siegen, 2004.
- [4] Dönges, B.: Ermüdungsmechanismen eines Duplexstahls bei niedrigen Spannungsamplituden - Experimentelle Charakterisierung und modellmäßige Beschreibung des Einflusses der Mikrostruktur auf die Lebensdauer, laufende Dissertation, Universität Siegen, 2016.
- [5] [www.thyssenkrupp.at/files/rsh/Werkstoffdatenblaetter/Stabstahl-Edelstahl-Rostfrei/1.4462.pdf](http://www.thyssenkrupp.at/files/rsh/Werkstoffdatenblaetter/Stabstahl-Edelstahl-Rostfrei/1.4462.pdf), heruntergeladen 20.01.2016, 12:28.
- [6] [hempel-metals.com/de/14462-Duplex.htm](http://hempel-metals.com/de/14462-Duplex.htm), aufgerufen 20.01.2016, 12:29.
- [7] Giertler, A.; Söker, M.; Dönges, B.; Istomin, K.; Pietsch, U.; Fritzen, C.P.; Ludwig, W.; Christ, H.-J. und Krupp, U.: The significance of two-phase plasticity for the crack initiation process during very high cycle fatigue of duplex steel, *Proceedings 13th International Conference on Fracture*, Beijing, China (2013).
- [8] Söker, M.; Hüsecken, A.K.; Dönges, B.; Giertler, A.; Pietsch, U.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J. und Krupp, U.: High and Very High Cycle Fatigue Behaviour of an Austenitic-Ferritic Duplex Stainless Steel - Part 1: Experimental Investigation, *Proceedings 6th International Conference on VHCF*, Chengdu, China (2014).
- [9] Istomin, K.; Dönges, B.; Schell, N.; Christ, H.-J. und Pietsch, U.: Analysis of VHCF damage in a duplex stainless steel using hard X-ray diffraction techniques, *International Journal of Fatigue*, **66** (2014), 177-182.
- [10] Dönges, B.; Fu, H.; Giertler, A.; Hüsecken, A.K.; Istomin, K.; Söker, M.; Syha, M.; Waurischk, T.; Christ, H.-J.; Fritzen, C.-P.; Krupp, U.; Ludwig, W. und Pietsch, U.: Experimentelle und modellmäßige Bewertung der dreidimensionalen Auswirkung mikrostruktureller Barrieren während der Rissinitiierungsphase VHCF-beanspruchter Werkstoffe, Vortrag, SPP 1466 Berichtskolloquium, Fürth, Mai 2016.
- [11] Fu, H.: On the origin of crack initiation in duplex stainless steel during cyclic loading in the VHCF regime, laufende Dissertation, Universität Siegen, 2016.
- [12] Dönges, B.; Istomin, K.; Söker, M.; Schell, N.; Krupp, U.; Pietsch, U.; Fritzen, C.-P. und Christ, H.-J.: Experimental investigation and numerical description of the

- damage evolution in a duplex stainless steel subjected to VHCF-loading, *Materials Science & Engineering A*, **646** (2015), 8-18.
- [13] Pashniak, N.; Abboud, A.; Send, S.; Dönges, B.; Hüsecken, A.K.; Christ, H.-J. und Pietsch, U.: Application of Energy Dispersive PnCCD Detector in Material Science Using Hard X-Rays, *TMS2015 Supplemental Proceedings*, (2015), 1339-1344.
- [14] Söker, M.; Galster, M.; Krupp, U. und Dönges, B.: Ultrasonic fatigue testing in the scanning electron microscope, *Materials Testing*, **58**, Ausgabe 2 (2016), 97-101.
- [15] Als-Nielsen, J. und McMorrow, D.: *Elements of Modern X-ray Physics*. 2nd Edition, John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK, 2011.
- [16] Massa, W.: *Kristallstrukturbestimmung*. 6. überarbeitete Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009.
- [17] Warren, B.E.: *X-Ray Diffraction*. Dover Publications. Inc., New York, 1990.
- [18] Kopitzki, K. und Herzog, P.: *Einführung in die Festkörperphysik*. 5. Auflage, Teubner Verlag, Wiesbaden, 2004.
- [19] Christ, H.-J.: *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*. 2. Auflage, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2009.
- [20] Schwarzenbach, D.: *Crystallography*. John Wiley & Sons, Inc., Chichester, UK, 1996.
- [21] Gottstein, G.: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik - Physikalische Grundlagen*. 4. Auflage, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, 2014.
- [22] Spieß, L.; Teichert, G.; Schwarzer, R.; Behnken, H. und Genzel, Ch.: *Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*. 2. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009.
- [23] Steffen, A.: Untersuchung der Diamant-Metall-Grenzfläche in Diamantverbundwerkstoffen - Röntgendiffraktionsstudien mit Synchrotronstrahlung, Dissertation, Technische Universität Dortmund, 2013.
- [24] Schmacke, S.: Investigations of Polyethylene Materials by Means of X-ray Diffraction - Artificial Ageing of Polyethylene Gas Pipes, Dissertation, Technische Universität Dortmund, 2010.
- [25] Jackson, J.D.: *Classical Electrodynamics*. 3rd Edition, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, USA, 1999.
- [26] Ayers, J.E.: The measurement of threading dislocation densities in semiconductor crystals by X-ray diffraction, *Journal of Crystal Growth*, **135** (1994), 71-77.

- [27] Stokes, A.R. und Wilson, A.J.C.: The diffraction of X-rays by distorted crystal aggregates - I, *Proceedings of the Physical Society*, **56** (1944), 174-181.
- [28] Williamson, G.K. und Hall, W.H.: X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metallurgica*, **1** (1953), 22-31.
- [29] <http://pd.chem.ucl.ac.uk/pdnn/peaks/sizedet.htm>, Birkbeck College, University of London, aufgerufen 08.07.2016, 16:40.
- [30] Warren, B.E. und Averbach, B.L.: The Effect of Cold-Work Distortion on X-Ray Patterns, *Journal of Applied Physics*, **21** (1950), 595-599.
- [31] Warren, B.E. und Averbach, B.L.: The Separation of Cold-Work Distortion and Particle Size Broadening in X-Ray Patterns, *Journal of Applied Physics*, **23** (1952), 497.
- [32] Fitzpatrick, M.E.; Fry, A.T.; Holdway, P.; Kandil, F.A.; Shackleton, J. und Suominen, L.: *A national measurement good practice guide No. 52 - Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction - Issue 2*, National Physical Laboratory Teddington, Middlesex, UK, 2005.
- [33] Gräfen, H.: Lexikon der Werkstofftechnik. VDI Verlag, Berichtigter Nachdruck, Düsseldorf, 1993.
- [34] Dönges, B.; Syha, M.; Istomin, K.; Hu, P.; Giertler, A.; Pietsch, U.; Ludwig, W.; Krupp, U.; Fritzen, C.-P. und Christ, H.-J.: Cyclic deformation induced residual stress evolution in 3D-two-phase-microstructures obtained by advanced synchrotron tomography techniques, *Scripta Materialia*, submitted (2015).
- [35] Dönges, B.; Giertler, A.; Krupp, U.; Fritzen, C.-P. und Christ, H.-J.: Significance of crystallographic misorientation at phase boundaries for fatigue crack initiation in a duplex stainless steel during high and very high cycle fatigue loading, *Materials Science & Engineering A*, **589** (2014), 146-152.
- [36] Grimvall, G.: Thermophysical Properties of Materials. Elsevier Science B.V., Amsterdam, Niederlande, 1999.
- [37] Scharnweber, M.: Initiierung und Ausbreitung kurzer Ermüdungsrisse in ein- und zweiphasigem Edelstahl. Dissertation, Technische Universität Dresden, 2013.
- [38] Ledbetter, H.M.: Predicted single-crystal elastic constants of stainless-steel 316, *British Journal of Non-Destructive-Testing*, **23** (1981), 286-287.
- [39] Schulze, G.E.R.: Metallphysik. Springer-Verlag, Wien, 1974.
- [40] Krupp, U.; Giertler, A.; Söker, M.; Fu, H.; Dönges, B.; Christ, H.-J.; Hüsecken, A.; Pietsch, U.; Fritzen, C.-P. und Ludwig, W.: The behavior of short fatigue cracks

- during Very High Cycle Fatigue (VHCF) of duplex stainless steel, *Engineering Fracture Mechanics*, **145** (2015), 197-209.
- [41] Suresh, S.: Fatigue of Materials. 2. Auflage, Cambridge University Press, Cambridge, 1998.
- [42] Neuhäuser, H.; Arkan, O.B. und Potthoff, H.-H.: Dislocation multipoles and estimation of frictional stress in f.c.c. copper alloys, *Materials Science and Engineering*, **81** (1986), 201-209.
- [43] <http://www.techniklexikon.net/d/cottrell-lomer-versetzung/cottrell-lomer-versetzung.htm>, aufgerufen 17.05.2016, 14:04.
- [44] Man, J.; Obrtlík, K. und Polák, J.: Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part1. State of the art and history, *Philosophical Magazine*, **89** (2009), 1295-1336.
- [45] Essmann, U.; Gösele, U. und Mughrabi, H.: A model of extrusions and intrusions in fatigued metals. I. Point-defect production and the growth of extrusions, *Philosophical Magazine A*, **44** Nr. 2 (1981), 405-426.
- [46] Radaj, D. und Vormwald, M.: Ermüdungsfestigkeit-Grundlagen für Ingenieure. 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 2007.
- [47] Künkler, B.: Mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage unter Berücksichtigung der Mikrostruktur - Modellentwicklung, Verifikation und Anwendung, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2007.
- [48] Zhai, T.; Wilkinson, A.J. und Martin, J.W.: A Crystallographic Mechanism for Fatigue Crack Propagation through Grain Boundaries, *Acta Materialia*, **48** (2000), 4917-4927.
- [49] Schmidt, G.; Berges, U.; Dunkel, K.; Friedl, J.; Gasper, A.; Grewe, M.; Hartmann, P.; Heine, R.; Kasel, E.; Keil, B.; Schirmer, D.; Weis, T.; Wille, K. und Zimoch, D.: Status of the synchrotron light source DELTA, *Proceedings of EPAC 2002*, Paris, Frankreich (2002).
- [50] Lützenkirchen-Hecht, D.; Wagner, R.; Szillat, S.; Hüsecken, A.K.; Istomin, K.; Pietsch, U. und Frahm, R.: The multi-purpose hard X-ray beamline BL10 at the DELTA storage ring, *Journal of Synchrotron Radiation*, **21** (2014), 819-826.
- [51] Schirmer, D.: Entwurf und Auslegung eines supraleitenden asymmetrischen Multipol-Wigglers zur Erzeugung intensiver Röntgenstrahlung mit variabler Polarisation am 1.5 GeV Elektronenspeicherring DELTA, Dissertation, Universität Dortmund, 1994.

- 
- [52] Szillat, S.: Konstruktion, Aufbau und Inbetriebnahme eines Silizium-Monochromators für den Betrieb an der Beamline BL10 des DELTA, Diplomarbeit, Bergische Universität Wuppertal, 2008.
- [53] VAT Installations: Operating and Maintenance Instructions Series 79, DN63-200, Stand 27.11.1998.
- [54] Wagner, R., persönliche Kommunikation.
- [55] Lietz, D.: A New Deep X-Ray Lithography Beamline at DELTA - Setup and Performance - , Dissertation, Technische Universität Dortmund, 2011.
- [56] Aufzeichnungen zum WBS BL10 auf dem BUWNAS Server, BeantwortungFragen.pdf, Stand 27.09.2011.
- [57] [http://www.vatvalve.com/en/products/catalog/F/771\\_1\\_V](http://www.vatvalve.com/en/products/catalog/F/771_1_V), heruntergeladen 27.11.2015, 14:08.
- [58] Paulus, M., persönliche Kommunikation.
- [59] Pfeiffer Vacuum: Betriebsanleitung - Turbomolecular Drag Pumping Stations - TSH 071/TSU 071 - TSH 261/TSU 261 - TSH 521/TSU 521, 2003.
- [60] Pfeiffer Vacuum: Data sheet - Diaphragm pumps - MVP 055-3, 100-120/200-240 V, 50/60 Hz, Stand 07.12.2010.
- [61] Oerlikon Leybold Vacuum GmbH: Technische Daten - TURBOVAC 151 C, [https://leyboldproducts.oerlikon.com/pics/FileResources/Orig/TD\\_Technische-Daten/TD\\_85635\\_DE.pdf](https://leyboldproducts.oerlikon.com/pics/FileResources/Orig/TD_Technische-Daten/TD_85635_DE.pdf), heruntergeladen 12.01.2016, 13:13
- [62] [www.agilent.com/en-us/products/vacuum-technologies/high-vacuum-pumps/ion-pumps/vacion-plus-55](http://www.agilent.com/en-us/products/vacuum-technologies/high-vacuum-pumps/ion-pumps/vacion-plus-55), angesehen am 12.01.2016, 13:17.
- [63] [www.agilent.com/en-us/products/vacuum-technologies/high-vacuum-pumps/ion-pumps/vacion-plus-150](http://www.agilent.com/en-us/products/vacuum-technologies/high-vacuum-pumps/ion-pumps/vacion-plus-150), angesehen am 12.01.2016, 13:18.
- [64] [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/](http://henke.lbl.gov/optical_constants/), aufgerufen 14.01.2016, 16:02.
- [65] IFG, Datenblatt zur Kapillare 182mls01.
- [66] IFG, Konstruktionszeichnung zur Kapillare 182mls01.
- [67] Bieker, J.: Röntgenanalyse elektromechanischer Kopplungen in ferroelektrischen Kristallen, Masterarbeit, Technische Universität Dortmund, 2015.
- [68] Dectris: PILATUS 100K, pilatus\_100K.pdf, heruntergeladen 12.01.2016, 13:52.
- [69] <https://www.certif.com/content/spec/>, aufgerufen 12.08.2016, 15:54.

- [70] Siemens: Simatic - Programmieren mit STEP 7 V5.1 - Handbuch, Ausgabe 08/2000.
- [71] Siemens: Simatic - Anweisungsliste (AWL) für S7-300/400 - Referenzhandbuch, Ausgabe 03/2006.
- [72] Nöthling, N.: Mechanochemische Synthese von diastereomeren ternären organischen Festkörpern sowie deren Charakterisierung und Untersuchungen zur Photonenflussdichte an der BL10 der DELTA, Masterarbeit, Hochschule Niederrhein, Krefeld, 2015.
- [73] Düber, O.: Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in zweiphasigen metallischen Werkstoffen am Beispiel eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls, VDI-Verlag, Reihe 5, Nr. 730, Düsseldorf, 2007.
- [74] Johansson, J.: Residual stresses and fatigue in a duplex stainless steel, Dissertation, Universität Linköping, 1999.
- [75] Wu, T.Y.; Jago, G.; Bechet, J. und Bathias, C.: Accelerated Vibratory Fatigue Test by Ultrasonic Frequency at Cryogenic Temperature, *Engineering Fracture Mechanics*, **54** Nr. 6 (1996), 891-895.
- [76] <http://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Ermüdung>, aufgerufen 28.06.2016, 14:26.
- [77] Söker, M.; Hüsecken, A.K.; Dönges, B.; Giertler, A.; Pietsch, U.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J. und Krupp, U.: High and Very High Cycle Fatigue Behaviour of an Austenitic-Ferritic Duplex Stainless Steel - Experimental Investigation, Vortrag, 6th International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF6), Chengdu, China, Oktober 2014.
- [78] Hüsecken, A.K.; Söker, M.; Istomin, K.; Dönges, B.; Christ, H.-J.; Krupp, U. und Pietsch, U.: Influence of the number of fatigue cycles on the peak shape of X-ray rocking curves at duplex steel samples treated by VHCF, *Procedia Engineering* **74** (2014) 53-56.
- [79] Hammersley, A., ESRF, Version V12.077 von [www.esrf.eu/computing/scientific/FIT2D/](http://www.esrf.eu/computing/scientific/FIT2D/).
- [80] Wojdyr, M.: Fityk: a general-purpose peak fitting program, *J. Appl. Cryst.*, **43** (2010), 1126-1128.
- [81] Rüster, K.: Einfluss des Quenching & Partitioning-Prozesses auf den Austenitgehalt von Stählen mittels Röntgendiffraktion, Diplomarbeit, Technische Universität Dortmund, 2012.

- [82] Mcirdi, L.; Inal und Lebrun, J.L.: Analysis by X-ray diffraction of the mechanical behavior of austenitic and ferritic phases of a duplex stainless steel, *Advances in X-ray Analysis*, **42** (2000), 397-406.
- [83] Abboud, A.; Kirchlechner, C.; Send, S.; Micha, J.-S.; Ulrich, O.; Pashniak, N.; Strüder, L.; Keckes, J. und Pietsch, U.: A new method for polychromatic X-ray  $\mu$ Laue diffraction on a Cu pillar using an energy dispersive pn-junction charge-coupled device, *Review of Scientific Instruments*, **85**, 113901 (2014), 1-8.
- [84] Vogel, J., persönliche Kommunikation.
- [85] Ungár, T.: Strain Broadening Caused by Dislocations, *Denver X-ray Conference (DXC) on Applications of X-ray Analysis*, JCPDS-International Centre for Diffraction Data, 1997.
- [86] Ludwig, W.: Combined use of synchrotron radiation X-ray imaging and diffraction techniques for the characterization of polycrystalline materials, Habilitation, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon und Université Claude Bernard LYON I, 2011.
- [87] Söker, M., persönliche Kommunikation.



## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Bei Prof. Dr. Dr. h.c. Ullrich Pietsch und bei Prof. Dr. Metin Tolan möchte ich mich für die Aufnahme in ihre Arbeitsgruppen und die Möglichkeit diese Arbeit in Kooperation beider Arbeitsgruppen anzufertigen, bedanken.

Prof. Dr. Hans-Jürgen Christ möchte ich für die Aufnahme in das SPP1466 Projekt danken.

Für die Beratungen beim Aufbau der BL10, Diskussionen bei Problemen mit der BL10, etc. möchte ich Dr. Christian Sternemann und Dr. Michael Paulus danken. Auch für das Korrekturlesen und die hilfreichen Anmerkungen zu dieser Arbeit bin ich Michael Paulus sehr dankbar.

Die Fertigstellung und Inbetriebnahme der Strahllinie wäre ohne meine Kollegen Ralph Wagner, Dr. Konstantin Istomin, Stefan Balk, Dr. Ulf Berges und Jochem Friedl nicht möglich gewesen. Thorsten Witt hat mich bei schwierigen Schaltungen unterstützt.

Frau Kralemann und der Mechanischen Werkstatt möchte ich für die schnelle Anfertigung der Bauteile danken. Sie haben alle Bauteile, deren Konstruktionszeichnungen im Anhang zu finden sind, gefertigt.

Der DELTA Maschinengruppe möchte ich für die Bereitstellung der Synchrotronstrahlung danken. Ohne sie wären die Messungen an der BL10 gar nicht möglich gewesen.

Natürlich wären die Messungen auch nicht ohne die zahlreichen Helfer bei den Messzeiten möglich gewesen. Hier möchte ich Marcus Söker danken, nicht nur für die Hilfe, sondern auch für den Transport der UFTM. Benjamin Dönges danke ich für die Anfertigung der Flachproben und die Unterstützung. Irena Kiesel möchte ich danken, dass sie bei Personalknappheit an BL10 (bei eigener Messzeit an BL9) in diversen Nachtschichten eingesprungen ist und so einige Messungen erst ermöglicht hat. Außerdem möchte ich mich bei Prof. Dr. Wolfgang Ludwig, Benjamin Dönges, Hongwang Fu und Ali al Hassan für die Messzeit an der ESRF bedanken. Trotz schlafloser Nächte, Problemen mit der Strahllinie und langer Rückfahrt nach der Nachtschicht, war es doch eine erfolgreiche Messzeit.

Bedanken möchte ich mich auch für die gute Zusammenarbeit im SPP1466 Projekt bei Marcus Söker, Benjamin Dönges, Konstantin Istomin, Melanie Syha, Hongwang Fu, Tina Waurischk, Alexander Giertler, Prof. Dr. Ulrich Krupp, Prof. Dr. Wolfgang Ludwig und Prof. Dr. Hans-Jürgen Christ. Wir haben viele lustige Abende bei den Konferenzen und SPP Kolloquien verbracht und ergebnisreiche Diskussionen geführt. Die sehr interessante Chinarundreise vor der Konferenz VHCF6 mit Benjamin Dönges und Anton Kolyshkin werde ich nie vergessen.

Bei der Arbeitsgruppe Ela in Dortmund und der Arbeitsgruppe FKP in Siegen möchte ich mich für die vielen Unterhaltungen, die Hilfe, wenn sie benötigt wurde, und die Unterstützung bedanken. Besonders hervorzuheben sind hier mein Bürokollege Thorsten Brenner, mit dem ich viele lange Diskussionen über alle möglichen Themen hatte und der mir auch jederzeit geholfen hat, wenn ich Hilfe bei der BL10 brauchte. Meiner ehemaligen Bürokollegin Dr. Irena Kiesel möchte ich für die Diskussionen und die über die Arbeit hinausgehende Freundschaft und die gemeinsame Segelleidenschaft danken. Sie hat mich immer wieder motiviert weiterzumachen, wenn gerade sehr hohe Hürden zu überwinden waren.

Bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft möchte ich mich für die finanzielle Unterstützung bedanken. Gefördert wurde diese Arbeit durch die NRW-Forschungsschule "Forschung mit Synchrotronstrahlung in den Nano- und Biowissenschaften" und das Schwerpunktprogramm SPP1466 "Life<sup>∞</sup>: Unendliche Lebensdauer für zyklisch beanspruchte Hochleistungswerkstoffe".

Zum Ende möchte ich meiner Familie danken, die mich jederzeit unterstützt hat, sei es durch Ruhe beim Schreiben oder Aufbau, wenn gerade mal wieder gar nichts funktionierte. Meiner Schwester Birgit möchte ich für das Korrekturlesen der Arbeit danken.