

# **Registrierende Härtemessung an neutronenbestrahlten Materialien bei hohen Temperaturen**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
**Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)**

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des  
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)  
angenommene

## **Dissertation**

von

M.Sc. Alexander Valentin Brabänder

Tag der mündlichen Prüfung:	04. Dezember 2020
Hauptreferent:	Prof. Dr. Marc Kamlah
Korreferent:	Prof. Dr. Anton Möslang



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung - Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz (CC BY-SA 4.0):  
<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.de>

---

*Für Nina*



# Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit behandelt die Auswirkungen von neutroneninduzierten Defekten auf die mechanischen Eigenschaften von Strukturmaterialien zukünftiger Fusionsreaktoren. Für Ergebnisse unter anwendungsnahen Bedingungen werden neutronenbestrahlte *EUROFER97*-Stähle bei Temperaturen bis zu 450 °C untersucht. Die Proben entstammen dem Bestrahlungsprogramm *HFR IIB* und weisen eine Schädigung von nominell 16,3 *displacements per atom* auf. Für die mechanische Charakterisierung wird der Prototyp *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter* (KAHTI) verwendet. Diese weltweit einzigartige Anlage ermöglicht erstmalig registrierende Härtemessungen bei hohen Temperaturen und die Verwendung von radioaktiven Proben.

Für den KAHTI existiert keine Prüfvorschrift, daher wird im ersten Schritt dieser Arbeit die Versuchsführung sowie Auswertung evaluiert und eine Standardisierung entwickelt. Dabei tragen besonders die Korrektur des Nullpunktes und die Kalibration des Kraftsignals zu reproduzierbaren und repräsentativen Last-Eindringtiefenkurven bei. Dadurch weisen Messungen mit dem KAHTI bei hohen Temperaturen eine vergleichbar hohe Qualität auf wie etablierte Anlagen bei Raumtemperatur.

Anschließend werden mit dem KAHTI und der standardisierten Prüfvorschrift erstmals Härtewerte von bestrahltem *EUROFER97* bei hohen Temperaturen ermittelt. Die Ergebnisse zeigen in den untersuchten Proben eine neutroneninduzierte Verhärtung. Dabei tritt die höchste Verhärtung bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C auf, während bei einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C annähernd keine Zunahme der Härte zu beobachten

ist. Für alle Varianten und Bestrahlungszustände des *EUROFER97* nimmt die Härte mit zunehmender Temperatur ab.

Die ermittelten Härtewerte werden bekannten 0,2 %-Dehngrenzen des gleichen Materials im gleichen Bestrahlungszustand gegenübergestellt. Dadurch wird eine Korrelationsfunktion bestimmt, welche einen Vergleich der beiden Werte ermöglicht.

Weiter wird gezeigt, dass neutroneninduzierte Gitterdefekte und die daraus resultierende Verhärtung im Material durch eine Wärmebehandlung (550 °C/3 h) erholt werden können, wobei das neutroneninduzierte Helium eine vollständige Erholung limitiert.

Abschließend werden zwei weitere Anwendungsmöglichkeiten für den KAH-TI untersucht. Zum einen wird geprüft, ob es möglich ist, unter Verwendung künstlicher neuronaler Netze weitere Parameter im elastisch-plastischen Stoffgesetz aus Härtmessungen zu ermitteln. Zum anderen wird die einzigartige Kombination aus bestrahlten Proben und Härtmessungen bei hohen Temperaturen genutzt, um Ergebnisse von Finite-Elemente-Simulationen experimentell zu bestätigen.

# Abstract

The presented work investigates the influence of neutron-irradiation on the mechanical properties of structural materials for futur fusion reactors. Neutron-irradiated *EUROFER97*-steels are investigated at temperatures up to 450 °C in order to study the mechanical behaviour at application conditions. The used samples originate from the irradiation campaign *HFR IIb* where a damage dose of 16.3 *displacements per atom* was reached. Registering hardness measurements were performed with the in-house developed *Karlsruhe High Temperature Indenter* (KAHTI). This device enables micro- and macroindentation at elevated temperatures und the use of radioactive samples.

In the first part of this work, the KAHTI is evaluated in order to define a standardized testing procedure. The zero-point correction as well as the calibration of the force signal led to especially highly reproducible and representative hardness values. Due to these corrections, the results obtained by the KAHTI at elevated temperatures show a quality comparable to established devices at room temperature.

Subsequently, the device as well as the gained testing procedure was used for hardness measurements of neutron-irradiated *EUROFER97* at temperatures up to 450 °C. For the first time, hardness values of neutron-irradiated *EUROFER97* at elevated temperatures were observed. The results showed a neutron-induced hardening. The sample reached peak hardening with an irradiation temperature of 300 °C, while irradiation at 450 °C did not cause significant hardening compared to samples without neutron-irradiation. All investigated versions and irradiation conditions of *EUROFER97* show a de-

crease in hardness with increasing test temperature.

The measured hardness was compared to the yield stress values of similar samples. From this comparison, a correlation function of both values was derived.

Furthermore, a post-irradiation annealing (550 °C/3 h) was applied to irradiated *EUROFER97* leading to a significant decrease in defect density and thus in hardness. It is shown that neutron-induced Helium limits a complete recovery to a residual hardening.

The final part of the presented work shows two explorative studies on further application possibilities of the KAHTI beyond sole hardness values. The first study covers the possible use of artificial neuronal networks in order to derive more parameters of the elastic-plastic material theory from indentation experiments. In the second study, the unique combination of neutron-irradiated samples and indentation experiments at elevated temperatures is used to experimentally confirm the results of finite-element-simulations.



# Danksagung

Diese Dissertation entstand während meiner Zeit als Doktorand und wissenschaftlicher Mitarbeiter im Fusionsmateriallabor (FML) am Institut für Angewandte Materialien (IAM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). In meiner vierjährigen Forschung stand das mechanische Verhalten von Strukturmaterialien zukünftiger Fusionsreaktoren unter anwendungsnahe Bedingungen im Mittelpunkt. Die erzielten Ergebnisse beleuchten die Auswirkungen neutroneninduzierter Defekte auf makroskopische mechanische Materialeigenschaften und tragen damit zur Realisierung zukünftiger Fusionsreaktoren bei. Zudem konnte die verwendete Methode weiterentwickelt werden, sodass die Aussagekraft der erlangten Ergebnisse gesteigert wurde. Diese Forschung und deren Erfolg wären ohne eine Vielzahl von Personen nicht möglich gewesen. Diesen möchte ich an dieser Stelle meinen Dank ausdrücken.

An erster Stelle danke ich meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Marc Kamlah für die Annahme als Doktorand, die wissenschaftliche Betreuung und die Chance in diesem einzigartigen Gebiet forschen zu können. Zudem möchte ich Prof. Dr. rer. nat. Anton Möslang für die Übernahme des Korreferats danken.

Weiterer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Hans-Christian Schneider für seine Betreuung der Forschung im Fusionsmateriallabor und die Vielzahl an konstruktiven Diskussionen, welche zum Fortschritt dieser Arbeit beigetragen haben. Des Weiteren möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des FML bedanken, welche mich immer mit Rat und Tat unterstützt haben. Besonders möchte ich Herrn Maik Rietschel für die herausragende Präparation der

Proben und Herrn Sven Lautensack für die Aufnahmen am Rasterelektronenmikroskop danken. Weiterer Dank gilt Herrn Dr. Michael Klimenkov vom Institut für Angewandte Werkstoffphysik (AWP) für die Aufnahmen am Transmissionselektronenmikroskop. All diese Arbeiten erfordern innerhalb eines Kontrollbereichs und besonders in der Umgebung einer Heißen Zelle viel Geschickt und Erfahrung.

Meiner Familie möchte ich für die Ermutigung und Unterstützung während dieser und der Zeit meines Studiums danken. Zuletzt und zumeist danke ich Nina, der Frau an meiner Seite, die mit mir nach Karlsruhe gegangen ist, mich unterstützt hat und in dieser Zeit wahrscheinlich die meisten Entbeh- rungen auf sich genommen hat. Hierfür - herzlichen Dank!

Karlsruhe, im September 2020

*Alexander Valentin Brabänder*

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Kernfusion	5
2.2	Fusionsreaktor	8
2.3	Neutroneninduzierte Defekte in den Strukturmaterialien	10
2.4	Klassische Härtemessung	12
2.4.1	Härte nach Vickers	13
2.4.2	Härte nach Brinell	14
2.5	Registrierende Härtemessung	15
2.5.1	Martenshärte	17
2.5.2	Eindringmodul	18
2.5.3	Methode nach W. Oliver und G. Pharr	18
2.6	Künstliche neuronale Netze zur Identifikation mechanischer Parameter	20
2.7	Aufwölbung und Einsinken des Materials in der Umgebung des Härteeindrucks	23
2.8	Spröd-duktil-Übergangstemperatur	24
<b>3</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>27</b>
3.1	Methoden zur mechanischen Charakterisierung neutronenbestrahlter Materialien	27
3.2	Vorhandene mechanische Charakterisierungen von neutronenbestrahltem EUROFER97	30

<b>4</b>	<b>Methoden</b>	<b>33</b>
4.1	Karlsruher Hochtemperatur-Indenter	33
4.1.1	Prinzip der Wegmessung	33
4.1.2	Vakuumsystem und Kraftmessung	35
4.1.3	Heizung	36
4.1.4	Kühlung	37
4.1.5	Indenter	38
4.2	Referenzanlage Zwick Z2.5	39
4.3	Präparation der Proben	40
4.4	Topographische Vermessung der Härteeindrücke	41
4.5	Evaluierung der Messunsicherheit	43
<b>5</b>	<b>Materialien</b>	<b>47</b>
5.1	EUROFER97	48
5.2	EUROFER ODS	49
5.3	ADS-Legierungen	50
5.4	Bestrahlungsprogramm HFR Iib	51
<b>6</b>	<b>Evaluation des KAHTI</b>	<b>55</b>
6.1	Vorversuche: Definition der Verfahren zur Prüfung und Auswertung	55
6.1.1	Experimentelles Vorgehen	58
6.1.2	Ergebnisse und Diskussion	58
6.2	Nullpunktbestimmung des KAHTI	60
6.2.1	Eigener Ansatz	61
6.2.2	Ergebnisse und Diskussion	62
6.3	Einfluss des Kühlmitteldrucks auf die registrierende Härtemessung	63
6.3.1	Experimentelles Vorgehen	65
6.3.2	Ergebnisse und Diskussion	66
6.4	Vergleich des KAHTI mit der Referenzanlage Z2.5	69

---

6.4.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	70
6.4.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	70
6.5	Beurteilung aufgenommener Last-Eindringtiefenkurven . . .	72
6.5.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	74
6.5.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	75
6.6	Temperaturmessung an der Indenterspitze . . . . .	79
6.6.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	81
6.6.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	82
6.7	Einfluss der Versuchstemperatur auf das Hintergrundrauschen der Wegmessung . . . . .	84
6.7.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	86
6.7.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	86
6.8	Auswirkungen von Imperfektionen des Eindringkörpers auf Härtemessungen . . . . .	87
6.8.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	89
6.8.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	92
6.9	Tauglichkeit des KAHTI bei 650 °C am Beispiel Wolfram . .	94
6.9.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	95
6.9.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	96
<b>7</b>	<b>Mechanische Charakterisierung von EUROFER97 . . . .</b>	<b>101</b>
7.1	Härte nach Vickers von HFR IIb Proben . . . . .	102
7.1.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	102
7.1.2	Ergebnisse . . . . .	104
7.1.3	Diskussion . . . . .	106
7.2	Korrelation der Härte mit der 0,2 %-Dehngrenze für neutronenbestrahlten EUROFER97 . . . . .	110
7.2.1	Eigener Ansatz . . . . .	110
7.2.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	111
7.3	Ausheilwärmebehandlung von bestrahlten EUROFER97 Stählen . . . . .	113

7.3.1	Experimentelles Vorgehen . . . . .	115
7.3.2	Ergebnisse . . . . .	117
7.3.3	Diskussion . . . . .	121
<b>8</b>	<b>Untersuchungen weiterer Anwendungsmöglichkeiten des KAHTI . . . . .</b>	<b>127</b>
8.1	Verwendung von künstlichen neuronalen Netzen zur Para- meterbestimmung . . . . .	127
8.1.1	Verwendeter Ansatz . . . . .	128
8.1.2	Ergebnisse . . . . .	130
8.1.3	Diskussion . . . . .	133
8.2	Verwendung von HFR IIb-Proben zur Überprüfung von Finite-Elemente-Simulationen . . . . .	135
8.2.1	Eigener Ansatz . . . . .	137
8.2.2	Experimentelles Vorgehen . . . . .	139
8.2.3	Ergebnisse . . . . .	140
8.2.4	Diskussion . . . . .	141
8.2.5	Potentieller Nutzen für die Bestimmung der Spröd- duktil-Übergangstemperatur . . . . .	143
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung . . . . .</b>	<b>147</b>
<b>10</b>	<b>Ausblick . . . . .</b>	<b>153</b>
	<b>Literaturverzeichnis . . . . .</b>	<b>173</b>
<b>A</b>	<b>Anhang: Tabellen . . . . .</b>	<b>175</b>
<b>B</b>	<b>Anhang: Abbildungen . . . . .</b>	<b>185</b>
<b>C</b>	<b>Anhang: Protokolle . . . . .</b>	<b>193</b>
<b>D</b>	<b>Anhang: Verwendete Abkürzungen . . . . .</b>	<b>197</b>

**E Anhang: Verwendete Formelzeichen . . . . . 199**





# 1 Einleitung

Der weltweite Bedarf an Energie nimmt stetig zu. In den entwickelten Ländern wächst zudem das Bewusstsein für Umweltschutz und Nachhaltigkeit. Besonders in Deutschland wird die *Energiewende* vorangetrieben. Dabei soll die Gewinnung elektrischer Energie aus fossilen und nuklearen Brennstoffen sukzessiv durch *erneuerbare Energien* ersetzt werden. Eine solche Energiegewinnung aus Solar-, Wind- und Wasserkraft ist jedoch abhängig vom Standort, der Witterung und Jahreszeit. Daher ist es ein aktuelles und drängendes Thema, die benötigte Grundlast zu decken.

Eine solche Versorgung könnte durch Fusionskraftwerke gewährleistet werden. Diese sind unabhängig von äußeren Umwelteinflüssen und verursachen keinen langlebigen hochradioaktiven Abfall. Des Weiteren sind Wasser und Lithium die Grundstoffe des benötigten „Brennstoffs“, welche praktisch unerschöpflich und global verfügbar sind. Daher steigen das Interesse und die Anstrengungen für eine Realisierung und Nutzung eines Fusionskraftwerks stetig an. Dies zeigt sich unter anderem in der jährlichen Zunahme an wissenschaftlichen Veröffentlichungen in Abbildung 1.1. Hier ist die Anzahl von Suchergebnissen mit dem Schlagwort „nuclear fusion“ auf der Wissenschaftsplattform *ScienceDirect* gezeigt.

Die gewünschte Fusion zweier Wasserstoffisotope, die sonst nur in Sternen stattfindet, soll innerhalb eines Reaktors kontrolliert realisiert werden. Die im Reaktor auftretenden hohen Temperaturen und Neutronenstrahlung stellen eine große Herausforderung für die benötigten Materialien dar. Für die Realisierung solcher Reaktoren sind Strukturmaterialien, die diesen extremen Belastungen standhalten, zwingend erforderlich. So zeigt Abbildung

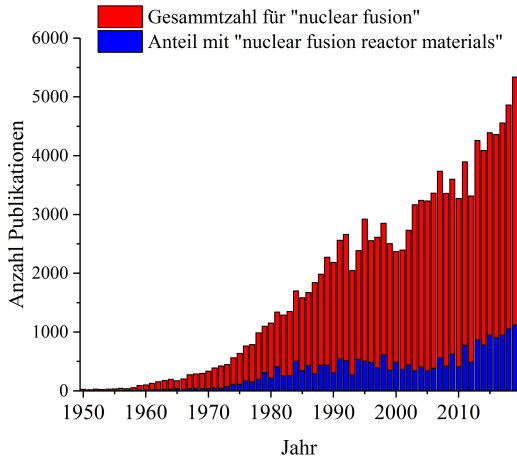


Abbildung 1.1: Jährliche Anzahl an Veröffentlichungen auf der Wissenschaftsplattform *ScienceDirect* mit dem Schlagwort „nuclear fusion“ (rot) mit den anteiligen Veröffentlichungen zu „nuclear fusion reactor materials“ (blau).

1.1 einen ähnlichen Trend für die Suchergebnisse mit dem Schlagwort „nuclear fusion reactor materials“.

Besonders die Neutronenstrahlung schädigt die Materialien auf atomarer Ebene und verändert so deren mechanische Eigenschaften. Um einen sicheren und effizienten Betrieb der Reaktoren zu gewährleisten, ist es daher unerlässlich, die Schädigungsmechanismen und ihre Auswirkungen auf die Materialien zu kennen.

Für repräsentative Untersuchungen dieser Materialschädigungen werden Proben innerhalb von Materialtestreaktoren den Neutronen einer Kernspaltungsquelle ausgesetzt. Solche Bestrahlungsprogramme sind zeit- und kostenintensiv. Um die dadurch begrenzt verfügbaren Proben möglichst effizient zu untersuchen, wurde am *Karlsruher Institut für Technologie* (KIT) im Verlauf von drei Forschungsarbeiten [1, 2, 3] das etablierte Verfahren der registrierenden Härtemessung für die Untersuchung von radioaktiven Pro-

---

ben bei hohen Temperaturen weiterentwickelt. Hierfür wird ein neues Prinzip der Wegmessung verwendet, wodurch diese Form der registrierenden Härtemessung weltweit einzigartig ist. Durch das geringe benötigte Probenvolumen der Härtemessung können z.B. Hälften geprüfter Kerbschlagbiegeproben weiter untersucht werden. Zusätzlich ist es möglich, mechanische Kennwerte über den Härtewert hinaus aus den aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven zu ermitteln.

Erste Untersuchungen mit dem *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter* (KAHTI) bestätigten die Ergebnisse herkömmlicher Untersuchungsmethoden [2, 3]. Damit wurde der KAHTI grundsätzlich als funktionsfähig und die durch ihn erlangten Ergebnisse als repräsentativ angesehen. Der KAHTI ist so konzipiert, dass die Versuchsführung sehr variabel gestaltet werden kann. Dadurch ergibt sich einerseits ein breiter Anwendungsbereich, andererseits kann sich dies negativ auf die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse auswirken. Für diese Arbeit ergeben sich somit drei zentrale Aufgabenfelder: Zunächst muss sowohl die Versuchsführung als auch die Auswertung der gewonnenen Daten evaluiert und optimiert werden. Ziel ist hierbei eine Standardisierung, welche reproduzierbare Ergebnisse mit einer hohen Qualität und Aussagekraft gewährleistet.

Ein weiteres Aufgabenfeld ist die mechanische Charakterisierung neutronenbestrahlter Strukturmaterialien bei hohen Temperaturen. Dabei steht die Härte im Vordergrund, da es in diesem Bereich bislang keine Untersuchungen gibt. Die ermittelten Ergebnisse sollen Aufschluss über das Materialverhalten unter einsatznahen Bedingungen geben. Zudem können allgemeingültige Zusammenhänge sowie Abhängigkeiten wichtiger mechanischer Parameter untereinander ermittelt werden.

Im Zuge der mechanischen Charakterisierung wird zudem überprüft, in wie weit eine Wärmebehandlung die neutroneninduzierten Defekte im Material ausheilen kann. Hierfür werden mit dem KAHTI die Hälften geprüfter Kerbschlagbiegeproben mit und ohne Wärmebehandlung untersucht. Die gezielte Auswahl von Material- und Bestrahlungszuständen trägt zusätzlich

zu einem besseren Verständnis der verschiedenen Arten von Defekten und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften bei.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Kernfusion

Als Kernfusion wird das Verschmelzen zweier Atomkerne zu einem neuen bezeichnet. Solche Reaktionen laufen in allen Sternen und somit auch in unserer Sonne ab. Auf der Erde finden solche Reaktionen natürlicherweise nicht statt. Ist bei einer Fusionsreaktion die Masse der Reaktionsprodukte geringer als die der Edukte, wird die Massendifferenz nach dem Gesetz von Einstein

$$E = mc^2 \quad (2.1)$$

in Energie umgewandelt.

Zwei Atomkerne verschmelzen nur miteinander, wenn diese unter geeigneten Bedingungen aufeinandertreffen. Hierfür muss die abstoßende Kraft der Kerne - die sogenannte *Coulomb-Barriere* - überwunden werden. Die Höhe der Coulomb-Barriere ist abhängig von der Kernladungszahl  $Z$  und der Reichweite der Kernkräfte  $a$  beider Fusionspartner gemäß [4]:

$$E_{kin} \geq \frac{Z_1 * Z_2 * e^2}{4\pi\epsilon_0(a_1 + a_2)}. \quad (2.2)$$

Aufgrund des Tunneleffekts ist eine Fusion auch bei geringeren Energien der Kerne möglich. Die Wahrscheinlichkeit unterhalb der Coulomb-Barrieren ist also nicht gleich null, nimmt jedoch mit abnehmender Energie der Kerne exponentiell ab. [4]

An Gleichung 2.2 wird klar, dass für eine Fusionsreaktion leichte Kerne

mit einer geringen Kernladungszahl geeignet sind. Neben der Überwindung der Coulomb-Barriere erhöht ein großer Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  die Wahrscheinlichkeit einer Reaktion. Solche leichten Kerne mit einem hohen Wirkungsquerschnitt sind die Wasserstoffisotope Deuterium und Tritium. Die prinzipiell möglichen Reaktionen mit der höchsten Energieabgabe sind



und



[4][5].

Die Wirkungsquerschnitte von Reaktion 2.3 und 2.5 sind in Abbildung 2.1 über die kinetische Energie aufgetragen. Hier zeigt sich, dass aufgrund des

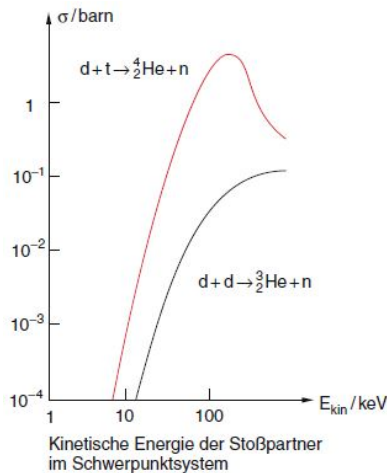


Abbildung 2.1: Wirkungsquerschnitts  $\sigma$  der Wasserstoffisotope Deuterium und Tritium in Abhängigkeit der kinetischen Energie. [4]

Wirkungsquerschnitts die Reaktion in Gleichung 2.5 die höchste Wahrscheinlichkeit besitzt. Sie wird schematisch in Abbildung 2.2 graphisch dargestellt. Bei dieser Fusionsreaktion besitzt das Neutron den Hauptanteil der Energie von 14 MeV, während das  $\alpha$ -Teilchen eine Energie von 3,6 MeV besitzt. [4]

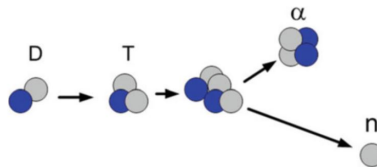


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Fusion von Tritium und Deuterium. [5]

Um die Coulomb-Barriere zu überwinden, müssen die Kerne unter extrem hohem Druck und Temperatur (= kinetische Energie) aufeinandertreffen. Der Beweis solch extreme Bedingungen auf der Erde zu realisieren, wurde erstmals 1952 mit der Zündung der Wasserstoffbombe „Ivy Mike“ durch die *Vereinigten Staaten von Amerika* (USA) erbracht [6]. In einer Wasserstoffbombe werden die benötigten Bedingungen von Druck und Temperatur durch die Zündung einer vorangehenden Kernspaltungsreaktion realisiert. Daraufhin findet die Fusionsreaktion schlagartig und unkontrolliert statt. [4, 7]

Fusionsreaktionen zu zünden und fortwährend zu kontrollieren ist das Ziel zukünftiger Fusionsreaktoren. Zurzeit wird dies in Forschungsanlagen wie dem *Joint European Torus* (JET) und in naher Zukunft auch dem *International Thermonuclear Experimental Reactor* (ITER) erprobt. Hier wird jedoch anstatt eines hohen Drucks ein Vakuum verwendet, was durch noch höhere Temperaturen (ca.  $10^9$  K) kompensiert wird [4].

## 2.2 Fusionsreaktor

Um eine Fusionsreaktion zu zünden, müssen die Atomkerne mit hoher Energie aufeinandertreffen (siehe Kapitel 2.1). Hierfür eignet sich der Zustand des Plasmas. Zum einen besteht im Plasma keine abstoßende Kraft der Elektronen und zum anderen besitzen die Atomkerne eine hohe kinetische Energie (= Temperatur). Da Plasma aus geladenen Teilchen besteht, kann es in magnetische Felder eingeschlossen werden. Innerhalb des magnetischen Einschlusses ist das Plasma im thermischen Gleichgewicht. Dies bedeutet, dass kinetische Energie nur durch elastische Stöße der Elektronen bzw. Ionen aufgenommen und abgegeben wird. Einige dieser Stöße zwischen den Ionen der Wasserstoffisotope führen zu der gewünschten Fusionsreaktion. Der Kontakt des Plasmas mit der Reaktorwand muss durch den Magnet einschluss auf ein Minimum reduziert werden. Da Plasma eine annähernd unendlich kleine Wärmekapazität besitzt, würde es im Kontakt mit fester Materie sofort kollabieren bzw. es ist eine hohe Menge an Energie nötig um es aufrecht zu erhalten. Darüber hinaus werden Materialien im Kontakt mit dem Plasma erodiert.[7, 8]

Die freigesetzten Neutronen der Fusionsreaktionen werden vom Magnetfeld nicht beeinflusst und verlassen es. Sie treffen auf die materielle Hülle, die sogenannte *erste Wand* des *Blankets* und die dahinterliegenden Strukturmaterialien. Dort geben sie ihre kinetische Energie durch Stoßprozesse in Form von thermischer Energie ab. Diese kann nun abgeführt und wie in einem herkömmlichen thermischen Kraftwerk in elektrische Energie umgewandelt werden. Darüber hinaus sollen die frei werdenden Neutronen genutzt werden, um das Wasserstoffisotop Tritium zu erbrüten. Jedoch wird durch die Wechselwirkung der Neutronen mit den Atomen der Reaktorstruktur auch eine Schädigung der Materialien selbst verursacht.[8]

Des Weiteren verringert die Anwesenheit unerwünschter Ionen die Wahrscheinlichkeit der gewünschten Stoßprozesse. Daher wird ein hohes Vakuum innerhalb des Reaktors benötigt.



Um die zuvor genannten Bedingungen zu schaffen, wurden unabhängig voneinander zwei verschiedene Reaktortypen entwickelt. Die USA entwickelten den *Stellarator*, die damalige Sowjet Union den *Tokamak*.

Der Tokamak (russische Abkürzung für übersetzt: „toroidale Kammer in Magnetspulen“) schließt das Plasma durch eine Anordnung von drei Magnetsystemen ein. Die äußeren (Toroidal-)Magnetspulen erzeugen ein ringförmiges Magnetfeld. Ein zweites, zeitlich veränderliches Magnetfeld wird von einer Transformatorspule erzeugt. Die Kombination beider Felder bewirkt einen in sich verdrillten Stromschlauch des Plasmas. Ein weiteres Feld wird von Vertikalspulen erzeugt. Dieses Feld fixiert die Lage des Stromflusses. Da der Stromfluss durch die Transformatorspule induziert wird, ist ein Betrieb nur gepulst möglich.

Bei einem Stellarator wird auf einen ringförmigen Strom verzichtet. Die Verdrillung des Plasmastroms wird durch eine komplexe Geometrie und Anordnung der äußeren Magnetspulen erreicht. Somit kommt der Stellarator ohne Transformatorspule aus, wodurch ein kontinuierlicher Betrieb möglich ist.

Im Reaktor *Wendelstein 7-X* ist das Stellaratorprinzip realisiert worden. Als Beispiel für einen Tokamakreaktor sind JET, ITER und DEMO zu nennen. In JET werden derzeit alle benötigten Systeme erprobt und Zündbedingungen realisiert. Mit ITER soll zum ersten Mal eine positive Energiebilanz in einem Testreaktor über einen längeren Zeitraum erreicht werden. Mit dem geplanten Reaktor *Demonstration power plant* (DEMO) soll es bereits möglich sein, elektrischen Strom in das Netz einzuspeisen. [8]

Unabhängig von dem verwendeten Typ des Reaktors sind die Materialien des Reaktorgefäßes hohen Temperaturen und einer Bestrahlung mit Neutronen ausgesetzt. In Abbildung 2.3 ist ein schematischer Querschnitt des geplanten Fusionsreaktors DEMO mit den verwendeten Materialien gezeigt. Die höchste Belastung durch Neutronenbestrahlung und Temperatur tritt im plasmazugewandten Blanket auf. Für diese Anwendung werden Wolframlegierungen in Betracht gezogen. Die hinter dem Blanket liegenden Struk-

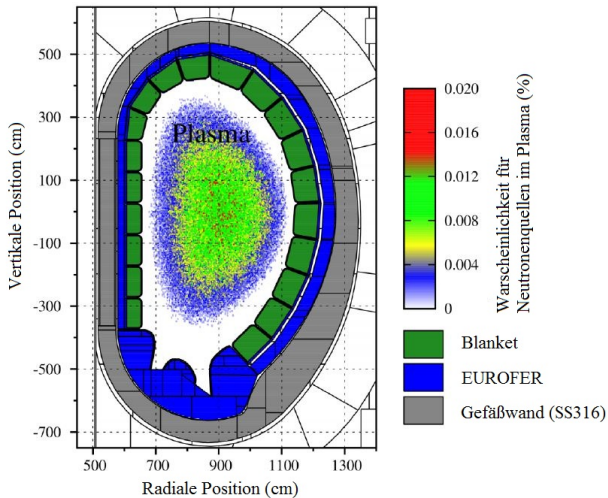


Abbildung 2.3: Querschnitt des zukünftigen Fusionsreaktors DEMO. Gezeigt wird der Aufbau des Reaktorgefäßes, welcher das Plasma umgibt. Nach [9]

turmaterialien bestehen aus *EUROFER97*, einem reduziert aktivierbaren ferritisch/martensitischen (RAFM) Stahl (vgl. Kapitel 5). Dieser Stahl bzw. dessen Versprödung durch eine Bestrahlung mit schnellen und thermischen Neutronen ist ein zentrales Untersuchungsziel dieser Arbeit.

## 2.3 Neutroneninduzierte Defekte in den Strukturmaterialien

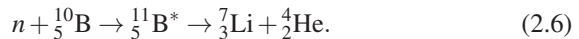
Die Strukturmaterialien tragen das Gewicht des Blankets und müssen den Kräften vom Magnetfeld und Vakuum standhalten können. Zusätzlich werden sie durch hohe Temperaturen und Bestrahlung mit Neutronen beansprucht. Besonders letzteres schädigt die Materialien auf atomarer Ebene. Neutronen haben eine ähnliche Masse wie Protonen, jedoch keine Ladung. Eine Coulomb-Barriere besteht somit nicht und Neutronen können schon bei geringen Energien mit Atomen wechselwirken. Eine solche Wechsel-

wirkung der Neutronen mit den Gitteratomen ist grundsätzlich auf zwei verschiedene Arten möglich:

1. **Elastische Streuung:** Durch einen elastischen Stoßprozess wird ein Atom aus seinem Gitterplatz geschlagen. Dieses sogenannte *primary knocked out atom* (PKA) hinterlässt eine Leerstelle und hat nun selbst genug kinetische Energie, um weitere Atome von ihren Gitterplätzen zu schlagen. Es findet eine verzweigte Kaskade von Stoßprozessen statt, wodurch Leerstellen und Zwischengitteratome im Gitter entstehen (*Frenkel-Paare*). Durch die Reibung der Stoßprozesse und durch eine Anregung von Elektronen dissipiert die kinetische Energie und wird in thermische Energie umgesetzt.[10, 11]
2. **Reaktive Streuung:** Bei der reaktiven Streuung trifft das Neutron ebenfalls den Kern. Die kinetische Energie des Neutrons und die freiwerdende Bindungsenergie bei einem Verbleib des Neutrons im Kern, versetzen den *Targetkern* in einen angeregten Zustand. Dieser Zustand ist instabil und der Targetkern zerfällt unter Aussendung von Teilchen. Dadurch verändert sich der Targetkern und es entsteht ein neuer Kern - der Kern *transmutiert*. [8, 12]

Zwischengitteratome und Leerstellen, die nicht miteinander rekombinieren, reichern sich zu Clustern an und bilden Poren, Versetzungsschleifen oder Legierungsentmischungen. Dies führt auch zu einem Wachstum von Ausscheidungen. Alle genannten Gitterfehler behindern die Bewegung von Versetzungen, wodurch das Material versprödet. Darüber hinaus führen diese Defekte zu einem Anschwellen des Materials.[10, 12, 13]

Durch die energetisch angeregten Transmutationsreaktionen entsteht unter anderem Helium. Eine bekannte und technisch relevante Reaktion nach diesem Prinzip ist die  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ -Reaktion:



In dem angeführten Beispiel besitzen die Reaktionsprodukte Lithium und Helium durch den Zerfall eine kinetische Energie und werden auf Zwischengitterplätze geschleudert. Auf dem Gitterplatz des Targetnuklids entsteht eine Leerstelle. Zudem führen Transmutationsreaktionen zu einer stöchiometrischen Änderung der Legierung. Dies kann zu Entmischungen und Zweiphasen führen. Diese Gitterfehler behindern ebenfalls die Bewegung von Versetzungen und tragen damit zur Versprödung des Materials bei.

Alle entstandenen Defekte können zusätzlich untereinander wechselwirken. So kann deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften oft nicht klar differenziert werden.[4, 12, 14, 15]

Als Maß für die neutroneninduzierte Schädigung ist es international üblich, die gemittelte Anzahl an stoßinduzierten Verschiebungen eines Gitteratoms zu verwenden. Die Einheit *displacements per atom* (dpa) wird theoretisch berechnet und bezieht den Fluss und die Energie der Neutronen, sowie die atomaren Eigenschaften des betrachteten Materials mit ein. [16]

Die Wahrscheinlichkeit für eine Transmutationsreaktion hängt von der Energie des Neutrons ab. Daher ist die Entstehungsrate von Helium stark abhängig vom Neutronenspektrum. Hierfür wird die Schädigung eines Neutronenspektrums in  $\frac{He}{dpa}$  spezifiziert. So verursacht das Spektrum einer herkömmlichen Spaltungsquelle in Stählen, eine in etwa 30 Mal geringere  $\frac{He}{dpa}$ -Rate als das einer Fusionsquelle. [17]

Die Bestimmung der Auswirkungen von neutroneninduzierten Gitterdefekten auf die mechanischen Eigenschaften von Strukturmaterialien ist ein zentrales Ziel dieser Arbeit und soll mittels der Härtemessung untersucht werden.

## 2.4 Klassische Härtemessung

Die Härte  $H$  eines Materials ist definiert als der Widerstand gegenüber dem Eindringen eines härteren Materials. Um diesen Widerstand zu messen, existieren unterschiedliche Verfahren. Sie unterscheiden sich hauptsächlich

durch die Form des Eindringkörpers. Die meist verwendeten Eindringkörper sind die *Vickers*– und *Berkovich*–Pyramiden sowie der *Rockwell*–Kegel oder die *Brinell*–Kugel mit variablen Radius. Sie bestehen aus möglichst harten Materialien wie Diamant, Keramiken oder Hartmetallen. Bei dem Eindringvorgang kann entweder die maximale Last oder die Eindringtiefe vorgegeben werden. Nach vollständiger Rücknahme der Last wird der resultierende Eindruck in der Probenoberfläche optisch vermessen. Über die Geometrie des Eindringkörpers kann auf die Kontaktfläche zwischen Probe und Eindringkörper geschlossen werden. Die Härte wird ausgedrückt durch das Verhältnis der maximal aufgebrauchten Last  $F_{max}$  zur resultierenden Fläche  $A_p$  des plastischen Eindrucks:

$$H = \frac{F_{max}}{A_p}. \quad (2.7)$$

### 2.4.1 Härte nach Vickers

Die Bestimmung der Härte nach Vickers ist eine der frühesten normierten Methoden zur Charakterisierung von Werkstoffen. Das Prüfverfahren ist in [18] genormt. Als Eindringkörper wird die namensgebende *Vickers-Pyramide* verwendet. Diese besitzt eine quadratische Grundfläche und einen Öffnungswinkel  $\alpha$  der gegenüberliegenden Flächen von  $136^\circ$ . Die Härte nach Vickers wird gemäß

$$HV = \frac{\text{Maximale Prüfkraft}(kgf)}{\text{Oberfläche des Eindrucks}(mm^2)} \quad (2.8)$$

berechnet.

Die Prüfkraft  $F$  ist historisch bedingt in *kilogramm-force* (*kgf*) angegeben. Die noch heute üblichen Bezeichnungen der Prüfverfahren leiten sich von der maximalen Prüfkraft in *kgf* ab. So steht der Ausdruck „*HV 5*“ beispiels-

weise für *Härteverfahren nach Vickers mit einer maximalen Prüfkraft von 5 kgf*. Mit der geometrischen Beziehung der Vickerspyramide ergibt sich

$$HV = \frac{1}{g_n} * \frac{F}{d^2 / (2 \sin(\frac{\alpha}{2}))} = \frac{2 * F * \sin(\alpha/2)}{g_n * d^2} \approx 0,1891 * \frac{F}{d^2}, \quad (2.9)$$

wobei durch den Bezug  $\frac{1}{g_n}$  auf die Konstante der Erdbeschleunigung, die heute übliche Einheit *Newton* eingesetzt werden kann.

Durch die Form der Vickerspyramide ist das Verhältnis von Eindringtiefe zu resultierender Diagonale des Eindrucks  $d$  konstant. Eindringkörper mit solchen Geometrien werden *selbstähnlich* genannt. Dadurch sind die ermittelten Härtewerte prinzipiell unabhängig von der Eindringtiefe bzw. Prüfkraft. Daher ist die Härte nach Vickers in Industrie und Forschung etabliert.

## 2.4.2 Härte nach Brinell

Zur Bestimmung der Härte nach Brinell wird ein sphärischer Eindringkörper verwendet. Das Verfahren ist aktuell in [19] genormt. Äquivalent zu Gleichung 2.7 ergibt sich

$$HB = \frac{1}{g_n} * \frac{2F}{\pi D^2 (1 - \sqrt{1 - d^2/D^2})} \quad (2.10)$$

für eine sphärische Geometrie.  $D$  beschreibt den Durchmesser der verwendeten Kugel und  $d$  den mittleren Durchmesser des resultierenden Eindrucks in der Ebene der Probenoberfläche. Der Vorfaktor  $\frac{1}{g_n}$  dient hier ebenfalls der Umrechnung von *Newton* in *kilogramm force*.

Sphärische Eindringkörper besitzen kein konstantes Verhältnis zwischen Eindringtiefe und resultierendem Durchmesser des Eindrucks. Solche Eindringkörper sind *nicht selbstähnlich*. Härtewerte nach Brinell können daher nur untereinander verglichen werden, wenn der Durchmesser der Kugel sowie Eindringtiefe oder Prüfkraft gleich sind.

## 2.5 Registrierende Härtemessung

Bei der registrierenden Härtemessung verfährt der Eindringkörper mechanisch, meist über eine Spindel, in die Probe. Die aufgebrachte Last sowie die resultierende Eindringtiefe werden dabei kontinuierlich aufgezeichnet. Die Bewegung des Eindringkörpers ist dabei entweder last- oder lagegeregelt. Die aufgenommene Last-Eindringtiefenkurve enthält zusätzliche Informationen über das elastisch-plastische Verhalten des Kontakts.

Die charakteristischen Werte einer Last-Eindringtiefenkurve sind die maximale Last  $F_{max}$ , die maximale Eindringtiefe  $h_{max}$ , die resultierende Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung  $h_r$ , die Steigung im Anfangsbereich der Entlastungskurve  $S$ , sowie der Schnittpunkt der verlängerten Entlastungsgerade mit der Abszisse  $h_e$ . In Abbildung 2.4 sind an einer beispielhaften Last-Eindringtiefenkurve die genannten Werte verdeutlicht.

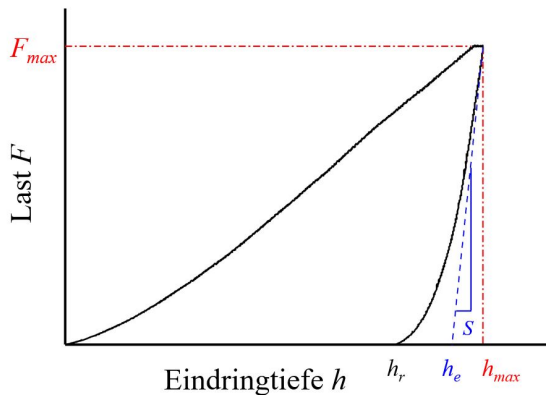


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer Last-Eindringtiefenkurve mit allen charakteristischen Parametern.

Unter Verwendung dieser Werte können zusätzliche mechanische Kennwerte wie Eindringmodul, Verfestigungskoeffizient sowie Informationen über das viskoelastische Verhalten bestimmt werden. Der Härtewert selbst wird

anstatt durch eine optische Vermessung des plastischen Eindrucks, über die resultierende Eindringtiefe und die Geometrie des Eindringkörpers bestimmt. Mit heutigen hochauflösenden Prüfanlagen ist es möglich, Versuche mit Eindringtiefen bis zu einer Größenordnung von Nanometern durchzuführen. Durch das geringe benötigte Volumen gilt das Prüfverfahren als quasi-zerstörungsfrei und ermöglicht es z.B., dünne Schichten oder einzelne Gefügebestandteile mechanisch zu charakterisieren.

Wegen dieser Vielseitigkeit wurde die registrierende Härtemessung seit Mitte des 20. Jahrhunderts zunehmend weiterentwickelt und an unterschiedliche Anwendungen angepasst. Dabei wurden einerseits enorme Fortschritte in der Technik der Prüfanlagen erzielt, wodurch Last-Eindringtiefenkurven mit hoher Präzision aufgenommen werden können. Andererseits wurden Modelle und Methoden entwickelt, um die mechanischen Eigenschaften aus der Last-Eindringtiefenkurve abzuleiten.

	Kraft $F$	Eindringtiefe $h$
Makrobereich	$2\text{ N} < F < 30\text{ kN}$	
Mikrobereich	$2\text{ N} > F$	$h > 0,2\ \mu\text{m}$
Nanobereich		$h < 0,2\ \mu\text{m}$

Tabelle 2.1: Unterteilung der Anwendungsbereiche für die registrierende Härtemessung gemäß [20].

Die instrumentierte Eindringprüfung wird gemäß der Tabelle 2.1 in die gezeigten Größenbereiche unterteilt. In der vorliegenden Arbeit werden Härtemessungen mit Kräften von 40 und 50 N angewendet, woraus Eindringtiefen zwischen 8 und 30  $\mu\text{m}$  resultieren. Die Messungen dieser Arbeit fallen somit in den Makrobereich. Dies hat den Vorteil, dass sich viele Gefügebestandteile in dem untersuchten Probenvolumen befinden. Die Ergebnisse sind somit repräsentativ für das mechanische Verhalten der gesamten Probe. Zudem ist der Einfluss von Imperfektionen des Eindringkörpers vernachläss-



sigbar. Dadurch entfällt eine Kalibrierung der wahren Flächenfunktion, wie es bei Eindringtiefen  $< 6 \mu m$  notwendig ist.[20]

Im Folgenden werden die analytischen Methoden vorgestellt, die in dieser Arbeit verwendet werden.

### 2.5.1 Martenshärte

Die Martenshärte  $MH$ , ist in [20] genormt. Der Gültigkeitsbereich ist auf die Geometrien des Vickers- und Berkovich-Eindringkörpers beschränkt. Im Unterschied zur klassischen Auswertung wird hier die Kontaktfläche  $A(h)$  des Eindrucks über die Geometrie des Eindringkörpers und die Eindringtiefe  $h$  bestimmt. Dadurch kann die Martenshärte kontinuierlich aus den Wertepaaren der Last-Eindringtiefenkurve bestimmt werden. Bevorzugt ist das Wertepaar bei maximaler Last und somit maximaler Eindringtiefe  $h_{max}$ . Ein weiterer bedeutender Vorteil der Härtemessung unter Last ist, dass dabei die elastische Verformung mitberücksichtigt wird. Dadurch entspricht die Methode nach Martens der in Kapitel 2.4 vorgestellten Definition der Härte. Somit ergibt sich die Martenshärte für die Geometrie einer Vickerspyramide zu

$$MH = \frac{F_{max}}{A(h_{max})} = \frac{F_{max}}{26,43 * h_{max}^2}. \quad (2.11)$$

D. Tabor beobachtete in [21], dass der Radius eines resultierenden Eindrucks größer ist als der des verwendeten Eindringkörpers. Analog zeigte er zusammen mit N. Stilwell in [22], dass der Winkel eines konischen Eindrucks größer ist, als der des zugehörigen Eindringkörpers. Daraus folgt, dass eine elastische Rückverformung zum Großteil in Eindringrichtung stattfindet. In der Oberflächenebene der Probe kommt es dagegen zu einer vergleichsweise geringen Rückverformung. Da die klassische Methode zur Bestimmung der Härte den optisch bestimmten Durchmesser in der Oberflächenebene verwendet, ist die Martenshärte für einen Vergleich von registrierender und klassischer Härteprüfung geeignet.

## 2.5.2 Eindringmodul

Die Bestimmung des Eindringmoduls aus der Last-Eindringtiefenkurve beruht auf der analytischen Lösung nach I. Sneddon [23], weiterentwickelt von J. Loubet et al. [24]. Derzeit ist die Berechnung in [20] genormt. Diese zeigt, dass eine Beziehung zwischen der Steigung der Entlastungsgerade  $S$  und dem elastischen Verhalten des Kontakts gemäß

$$S = \frac{dF}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} * \sqrt{A_p(h_c)} * E_r \quad (2.12)$$

besteht. Dabei ist das reduzierte Eindringmodul  $E_r$  das kombinierte Eindringmodul der Probe und des Eindringkörpers.  $A_p(h_c)$  bezeichnet die projizierte Kontaktfläche unter dem Eindringkörper. Dies gilt zu Beginn der Entlastung, da hier die Rückverformung rein elastisch und die Kontaktfläche konstant ist. In diesem Fall stellt der Eindringkörper mit der Probe einen Hertz'schen Kontakt dar.  $E_r$  setzt sich daher gemäß

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_p^2}{E_p} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2.13)$$

aus den Eindringmoduli der Probe  $E_p$  und des Indenters  $E_i$ , sowie den zugehörigen Poissonszahlen  $\nu_p$  und  $\nu_i$  zusammen [25].

Gleichung 2.13 wird weitläufig für zusammengesetzte Elastizitätsmoduli verwendet. Das Elastizitätsmodul ist gleichbedeutend mit dem Eindringmodul. Ein direkter Vergleich von absoluten Werte ist jedoch nicht zwingend gegeben. Kommt es z.B. zu einem Aufwölben oder Einsinken des Materials in nächster Nähe des Eindrucks, kann es zu erheblichen Abweichungen kommen (vgl. Kapitel 2.7).

## 2.5.3 Methode nach W. Oliver und G. Pharr

Wie im Vorangegangenen beschrieben, sind für die präzise Bestimmung von Materialkennwerten mittels der registrierenden Härtemessung geeignete

Analyseverfahren nötig. Für die korrekte Interpretation der aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven wurden daher unterschiedliche Methoden entwickelt, die auf mechanischen Modellen beruhen. Durch eine mathematische Annäherung können damit genauere und zusätzliche Daten ermittelt werden. Eine etablierte Methode wurde durch W. Oliver und G. Pharr in [26] entwickelt. Sie verfeinerten das Modell von M. Doener et al. [27] und entwickelten, äquivalent zu I. Sneddon [23], mit der Nomenklatur aus Abbildung 2.4 die Exponentialfunktion

$$F(h) = \alpha(h - h_r)^m \quad (2.14)$$

zur Beschreibung der Entlastungskurve. Dabei sind  $\alpha$  und  $m$  Konstanten, welche abhängig von der Form des Eindringkörpers und den Materialeigenschaften der Probe sind.

Die aufgenommene Last-Eindringtiefenkurve kann mittels dieser Ansatzfunktion über die Methode der kleinsten Quadrate angenähert werden, wodurch  $\alpha$ ,  $m$  und  $h_r$  genau bestimmt werden können. Des Weiteren ermöglicht es die ermittelte Funktion, die Steifigkeit  $S$  am Punkt  $F_{max}$  genau zu berechnen (siehe Gleichung 2.12). Der in Gleichung 2.14 beschriebene Zusammenhang basiert auf dem Modell der Hertz'schen Pressung. Dieser Annahme liegt ein rein elastischer Kontakt zugrunde. Daher ist eine allgemeine Gültigkeit für elastisch-plastisches Verhalten nicht zwingend gegeben.

Der Gültigkeitsbereich wurde daher umfangreich untersucht, wodurch Einsatzkriterien definiert werden konnten. In [28, 29] ist gezeigt, dass die Methode nur zuverlässig auf Kurven angewendet werden kann, die  $h_r/h_{max} < 0,7$  erfüllen. Die Arbeiten [30, 31, 32] schließen die Methode für alle Materialien mit einem Aufwölbungsverhalten aus, da die Kontaktfläche unterschätzt wird. In [33] wird  $R_{p0.2}/E > 0,05$  und ein Verfestigungskoeffizient  $< 0,5$  gefordert, da das Aufwölbungsverhalten ansonsten nicht vernachlässigt werden kann.

In dieser Arbeit soll das Kriterium  $h_r/h_{max} < 0,7$  verwendet werden, um

die Gültigkeit der Methode nach Oliver und Pharr für registrierende Härtemessungen an *EUROFER97* zu überprüfen. Dies ist auch im Hinblick auf die Verwendung künstlicher neuronaler Netze von Interesse, da die aufgenommenen Daten der Last-Eindringtiefenkurven zuvor durch eine geeignete Funktion ersetzt werden müssen (siehe Kapitel 8.1).

## 2.6 Künstliche neuronale Netze zur Identifikation mechanischer Parameter

Künstlich neuronale Netze (KNN) sind der Funktionsweise eines biologischen Gehirns nachempfunden. Dadurch ist es möglich, mehrere Informationen zu korrelieren, um komplexe Sachverhalte zu bewerten [34]. Ein KNN kann als variabler Operator angesehen werden, der mehrere Eingabedaten wertet und zu einer Ausgabeinformation verarbeitet. Dadurch ist es ein geeignetes Werkzeug, um *inverse* Probleme durch rechnergestützte Methoden der Mechanik zu lösen. Der Unterschied zwischen einem direkten und einem inversen Problem wird in Abbildung 2.5 schematisch verdeutlicht.

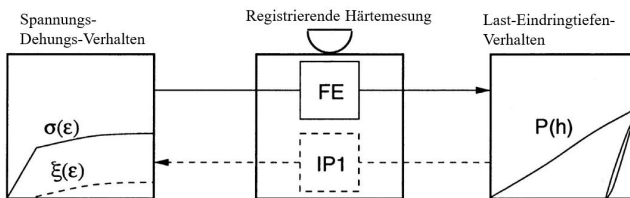


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung nach [35] der Lösung eines direkten Problems mittel Finite-Elemente (FE) bzw. eines inversen Problems (IP1) durch KNN.

Basierend auf den Arbeiten von Huber und Tsakmakis [36, 37, 38] stellen Huber und Tyulyukovskiy in [39] einen auf KNN basierenden Algorithmus vor. Dieser ermöglicht es, die Materialparameter eines Stoffgesetzes der Elastoplastizität anhand von Last-Eindringtiefenkurven zu bestimmen und

somit das inverse Problem zu lösen.

Ein KNN besteht aus einzelnen Neuronen mit lokalen Erinnerungen. Diese werden durch ein Training an bekannten Ein- und Ausgabedaten angepasst, wodurch es möglich ist unbekannte Ausgabedaten außerhalb des Trainings zu berechnen. Die Erinnerungen der in [39] verwendeten Neuronen wurden durch Finite-Element-Simulationen antrainiert. Dabei waren die Eingangsparameter Kenngrößen aus der registrierenden Härtemessung und die Ausgangsparameter Materialkonstanten im Stoffgesetz.

In [39] wird diskutiert, dass eine gleichzeitige Anpassung aller Materialparameter nicht sinnvoll ist. Daher werden einzelne Konstanten gruppiert und innerhalb ihrer Untergruppe durch ein Teilnetz berechnet. Die Teilnetze werden nacheinander angewendet und bauen auf den Ergebnissen der vorangegangenen auf. So setzt sich der in [39] beschriebene Algorithmus aus fünf Teilnetzen zusammen, welche entsprechend Abbildung 2.6 chronologisch angeordnet sind: Das *ZeroNet* führt zunächst eine Nullpunkt Korrektur durch, die den wahren Moment des ersten Kontakts bestimmt. Darauf folgt das *ENet*, welches das Elastizitätsmodul berechnet. Das *ViscNet* bestimmt Parameter der Viskoplastizität. Aus den Ausgabedaten der genannten Teilnetze werden im *SigmaNet* Wertepaare aus Spannung und Dehnung erstellt. Abschließend finden im *XiNet* Berechnungen der kinematischen Verfestigung statt.

Zu Beginn der Auswertung liest der Algorithmus die Daten ein, indem charakteristische diskrete Datenpunkte auf der Last-Eindringtiefenkurve gewählt werden. Diese Punkte sind die Grundlage für alle weiteren Interpolationen von Teilabschnitten der Kurve bzw. Berechnung von Ausgabedaten. Für die Verwendung des Algorithmus müssen die Last-Eindringtiefenkurven mit einem sphärischen Eindringkörper aufgenommen werden. Des Weiteren beinhaltet die Prüfvorschrift der Härtemessung einen Lastverlauf mit fünf Zyklen. Dabei besteht jeder Zyklus aus einer Belastungs-, Kriech- und Entlastungsphase. Die Maximallast der Kriechphasen nimmt über die Zyklen hinweg inkrementell zu und orientiert sich an dem Verhältnis der resul-

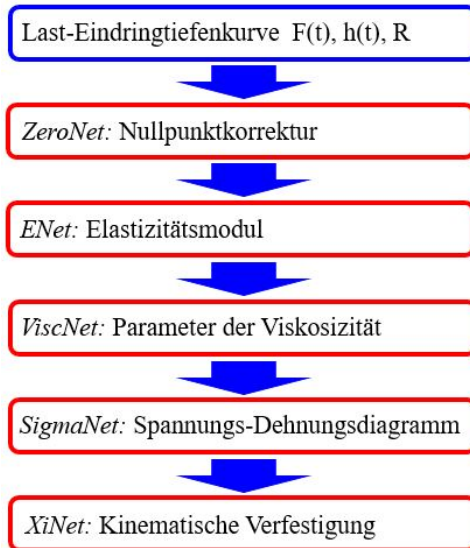


Abbildung 2.6: Schematische Anordnung nach [40] der Teilnetze innerhalb des Algorithmus.

tierenden Eindringtiefe zum Radius des Eindringkörpers. Im Hinblick auf die viskoplastischen Eigenschaften ist die Haltezeit der Maximallast für jeden Zyklus vorgegeben [41]. Für eine detaillierte Beschreibung des Algorithmus, der neuronalen Netze und deren Anwendung sei auf die Arbeiten [39, 41, 42] verwiesen.

In [43] ist gezeigt, dass der beschriebene Algorithmus an Proben aus *EU-ROFER97* mittels Last-Eindringtiefenkurven einer kommerziellen Härtemessanlage zuverlässig mechanische Parameter berechnet. Begleitend zu der vorliegenden Arbeit ist in [44] die Fragestellung untersucht, ob dieser Algorithmus auch auf Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI anwendbar ist um Werte in ähnlicher Qualität zu ermitteln. Das Vorgehen und die gewonnenen Erkenntnisse werden in Kapitel 8.1 der vorliegenden Arbeit zusammengefasst und interpretiert.



geringes Verfestigungsverhalten ein Aufwölben begünstigt. Die Kontaktgeometrie beeinflusst die Ausprägung des jeweiligen Verhaltens.

Die genannten Ursachen und deren Auswirkung wurden unter anderem von B. Taljat und G. Pharr in [45] mithilfe von Finite-Elemente-Simulationen untersucht. Als Maß für die Aufwölbung wird dabei das Verhältnis  $s$  zu  $h$  verwendet (vgl. Abbildung 2.7). Hier wird  $\frac{s}{h} > 0$  für eine Aufwölbung und  $\frac{s}{h} < 0$  für ein Einsinken definiert.

Für die Materialien der vorliegenden Arbeit tritt ausschließlich Aufwölbung auf. Dieses wird bei der Bestimmung der Härtewerte jedoch vernachlässigt. Zum einen ist dies durch die Größe der Härteeindrücke gerechtfertigt, bei der Oberflächeneffekte keinen Einfluss mehr auf die ermittelten Härtewerte zeigen (siehe Kapitel 6.1) und zum anderen sollen die erlangten Ergebnisse mit der Literatur verglichen werden. Dort werden für Makrohärtemessungen ebenfalls keine Korrekturen im Bezug auf eine Aufwölbung durchgeführt.

In Kapitel 8.2 der vorliegenden Arbeit wird die Kombination aus variabler Versuchstemperatur und neutronenbestrahltem *EUROFER97* verwendet, um Simulationsergebnisse aus [45] über das Aufwölbungsverhalten experimentell zu bestätigen.

## 2.8 Spröd-duktil-Übergangstemperatur

Plastisches Fließen von Materialien beruht auf der Bewegung von Versetzungen. Diese findet jedoch nur statt, wenn die angelegte Schubspannung groß genug ist, um die *Peierls-Spannung* zu überwinden. Ist die Peierls-Spannung größer als die Bruch-Spannung, so kommt es bei hinreichend hoher Belastung zu einem sogenannten *Sprödbbruch*. Hierbei versagt das Bauteil, bevor ein plastisches Fließen einsetzen kann. Durch zusätzliche thermische Energie können Versetzungen die Peierls-Spannung bereits bei geringeren Schub-Spannungen überwinden. Somit ist das zu überwindende Peierls-Potential temperaturabhängig. [46]

In kubisch-raumzentrierten Metallen und Legierungen zeigen Schrauben-



und Stufenversetzungen unterschiedliches Verhalten. Während sich Stufenversetzungen ungehindert über die Gleitebenen ausbreiten, zeigen Schraubenversetzungen eine komplexe Kernstruktur mit hohen Asymmetrien [47]. Diese implizieren eine besonders hohe Peierls-Spannung, woraus eine hohe Temperaturabhängigkeit des plastischen Fließens folgt [48].

In kubisch-raumzentrierten Metallen bestimmt die Bewegung von Schraubenversetzungen das makroskopische Fließen, daher kann in solchen Materialien ein scharfer, temperaturabhängiger Übergang von sprödem zu duktilem Verhalten beobachtet werden [49]. Diese Temperatur wird dementsprechend als Spröd-duktil-Übergangstemperatur (DBTT für engl. *Ductil-to-Brittle-Transition-Temperature*) bezeichnet.

Die DBTT ist keine Materialkonstante und hängt von vielen Einflussgrößen ab. So bewirken unter anderem Gitterdefekte und die Beanspruchungsgeschwindigkeit eine Erhöhung der Übergangstemperatur [50, 51]. Durch die neutroneninduzierten Defekte in den Strukturmaterialien können Werte weit über Raumtemperatur erlangt werden, auch wenn das unbestrahlte Material eine DBTT weit unter dem Gefrierpunkt besitzen sollte (siehe z.B. [52]).



## 3 Stand der Technik

Im Folgenden wird der Stand der Technik zusammengefasst, soweit er für die vorliegende Arbeit relevant ist. Hierfür sind einerseits die Methoden zur Charakterisierung neutronenbestrahlter Materialien und andererseits bereits vorhandene Untersuchungsergebnisse an neutronenbestrahltem *EURO-FER97* von Interesse.

### 3.1 Methoden zur mechanischen Charakterisierung neutronenbestrahlter Materialien

Die Untersuchung von neutroneninduzierten Schädigungen und deren Einfluss auf das mechanische Materialverhalten ist ein wichtiger Schritt bei der Realisierung zukünftiger Fusionsreaktoren.

Um die Materialeigenschaften unter anwendungsnahen Bedingungen zu ermitteln, werden unterschiedliche Ansätze verfolgt. Die meist etablierten sind die Bestrahlung von Proben mit Neutronen oder Ionen sowie numerische Simulationen. Die Vor- und Nachteile der genannten Ansätze sind in Tabelle A.1 gegenübergestellt. Es ist ersichtlich, dass Bestrahlungsexperimente mit Neutronen für repräsentative Ergebnisse zwingend notwendig sind. Zudem bilden sie die Grundlage der beiden weiteren Ansätze. Bei der mechanischen Charakterisierung neutronenbestrahlter Werkstoffe unter Einsatzbedingungen ist die Kombination aus Radioaktivität der aktivierten Proben und hohen Untersuchungstemperaturen eine große Herausforderung. Aufgrund der zeit- und kostenintensiven Bestrahlung von Proben in einem

begrenzten Volumen der Materialtestreaktoren, ist das zur Verfügung stehende Probenvolumen ebenfalls stark begrenzt. Um dies zu kompensieren, wurden herkömmliche Prüfverfahren bzw. die hierfür benötigten Proben *miniaturisiert*. Aufgrund des Größeneffekts führen jedoch miniaturisierte bruchmechanische Probengeometrien zu nicht konservativen Kennwerten. So verschiebt sich z.B. die DBTT durch miniaturisierte Proben zu niedrigeren Werten. Daher können Ergebnisse miniaturisierter Prüfmethode oft nicht mit denen der genormten Prüfverfahren gleichgesetzt werden. Die Konzipierung solcher miniaturisierten Prüfmethode sowie ein Rückschluss auf Kennwerte vergleichbar mit genormten Probengeometrien begründet ein eigenes Forschungsfeld der *Small Specimen Test Technologies* (SSTT). [53, 54, 55]

Die Härtemessung benötigt von allen genormten Prüfmethode das geringste Probenvolumen (siehe Kapitel 2.4 und 2.5). So sind selbst Bruchstücke miniaturisierter Kerbschlagbiegeproben ausreichend für weitere Untersuchungen. Üblicherweise begrenzt sich der Einsatz von Härtemessungen auf Raumtemperatur. Für einige Sonderanwendung existieren Anlagen, die Härteeindrücke bei hohen Temperaturen einbringen können. Die Auswertung erfolgt hierbei klassisch über die optische Vermessung der resultierenden Eindruckdiagonalen (siehe z.B. [56, 57]).

Für Untersuchungen von Oberflächen und dünnen Schichten wurden Nanoindenter entwickelt, welche registrierende Härtemessungen bei hohen Temperaturen ermöglichen. Das Interesse an dieser Anwendung hat in den letzten zwei Jahrzehnten stark zugenommen. Dementsprechend steigt die Zahl an kommerziell erhältlichen Anlagen sowie deren mögliche Versuchstemperaturen stetig an (siehe z.B. [58]). Um mechanische Eigenschaften von makroskopischen Strukturen zu bestimmen, ist die Nanoindentation jedoch ungeeignet, da das zu untersuchende Volumen auf die Größe von Gefügebestandteilen beschränkt ist.

So ist die Anwendung der registrierenden Härtemessung bei hohen Temperaturen im Mikro- und Makrobereich eine Nische, die sich auf Anwendun-

### 3.1 Methoden zur mechanischen Charakterisierung neutronenbestrahlter Materialien

	KAHTI [1, 2]	ABI [59, 60, 61]	HTITS [62]	HTIIS [63]	FIMEC [64]
Jahr	2013	1993	2017	2016	1998
Temperaturbereich [°C]	20-650	20-600	25-1200	0-650	-180-200
Lastbereich [N]	2-200	50-800	0,1-15	10 <sup>3</sup>	1-10 <sup>4</sup>
Eindringtiefenbereich [ $\mu\text{m}$ ]	<500	0-95	2-27	4*10 <sup>4</sup>	500
Indentermaterial	Diamant/ Saphir	WC/SiN	Saphir	Diamant	WC
Atmosphäre	Vakuum (10 <sup>-6</sup> mbar)		Luft	Vakuum (0,013 mbar)	Luft

Tabelle 3.1: Anlagen mit ähnlichen Einsatzbereichen wie der KAHTI: ABI = *Automated Ball Indentation*, HTITS = *High Temperature Indentation Test System*, HTIIS = *High Temperature Instrumented Indentation System*, FIMEC = *Flat-top Cylinder Indenter for Mechanical Characterization*.

gen mit begrenzt zur Verfügung stehendem Probenmaterial beschränkt, wie es bei neutronenbestrahlten Materialien der Fall ist. Dementsprechend liegt die Entwicklung und Verbreitung solcher Anlagen gegenüber der Nanoindentation zurück.

In [1] wurde gezeigt, dass mit der Anlage *Zwick Z2.5* qualitativ hochwertige Ergebnisse an Hälften bestrahlter miniaturisierter Kerbschlagbiegeproben erzielt werden können. In Anlehnung an diese Anlage wurden in [1, 2] die Anforderungen für den *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter* (KAHTI) definiert.

Tabelle 3.1 zeigt weitere Anlagen, welche einen ähnlichen Einsatzbereich wie der KAHTI besitzen. Bei den aufgeführten Anlagen handelt es sich um Forschungsanlagen. Kommerzielle erhältliche Anlage sind entweder nicht registrierend oder decken den geforderten Einsatzbereich nicht ab.

Gegenüber den Forschungsanlagen in Tabelle 3.1 weist der KAHTI entscheidende Vorteile auf. So können beispielsweise Härtemessungen bei Temperaturen von bis zu 650 °C an Stahl nur in einer inerten Atmosphäre durchgeführt werden um eine Oxidation zu verhindern. Zudem ist der Last- und Eindringtiefenbereich des KAHTI für die mechanische Charakterisierung von Hälften miniaturisierter Kerbschlagbiegeproben ausgelegt.

Dadurch ist der Größenbereich der Eindringtiefe optimal für die Untersuchung der in dieser Arbeit verwendeten Proben.

## **3.2 Vorhandene mechanische Charakterisierungen von neutronenbestrahltem EUROFER97**

Die wichtigsten Werte einer umfangreichen mechanischen Charakterisierung sind die 0,2 %-Dehngrenze  $R_{p0,2}$ , Zugfestigkeit  $R_m$ , Gleichmaßdehnung  $A_g$ , Spröd-duktil-Übergangstemperatur DBTT, Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$ , Wechselfestigkeit  $R_w$  sowie Werte der Warmfestigkeit (siehe u.a. [51]). Hierfür wurden die entsprechenden Probenformen aus den verschiedenen Varianten des *EUROFER97* in mehreren Programmen mit Neutronen bestrahlt (siehe z.B. [65, 66]). Eine Übersicht ausgewählter Bestrahlungsprogramme für niedrige, mittlere und hohe Schädigungsdosen ist in Tabelle 3.2 gezeigt. Die Ergebnisse der hier aufgeführten, sowie weiterer Bestrahlungsprogramme ermöglichen die mechanische Charakterisierung der untersuchten Materialien bei unterschiedlichen Bestrahlungszuständen. Zudem können die Ergebnisse interpoliert und somit die Änderung der mechanischen Eigenschaften für unterschiedliche Bestrahlungstemperaturen und Schädigungsdosen abgeschätzt werden (vgl. Abbildung 5.3).

Aus Tabelle 3.2 wird ersichtlich, dass eine hohe Menge an Proben benötigt wird um alle Kombinationen von Bestrahlungszustand und Modifikation des *EUROFER97* abzudecken. Die jeweilige Menge an Proben einer bestimmten Kombination ist jedoch stark limitiert. Für zusätzliche Untersuchungen wurden Härtemessungen an Bruchstücken geprüfter Proben durchgeführt [67, 68, 69]. Bislang sind diese Untersuchungen auf Raumtemperatur begrenzt.

Ein zentrales Ziel dieser Arbeit ist es, die Lücke der Härtewerte bei hohen Temperaturen zu schließen und die Ergebnisse mit denen der konventionellen mechanischen Tests zu korrelieren. Dadurch könnten diese in Zukunft

### 3.2 Vorhandene mechanische Charakterisierungen von neutronenbestrahltem EUROFER97

Programm	IRFUMA I, II, III	HFR II b	ARBOR1	ARBOR2
Jahr	2000-2002	2002-2004	2002	2003-2005
Ziel Dosis [dpa]	0,25-2,25	15	30	70
Reaktor	BR2	HFR	BOR-60	BOR-60
T <sub>irr</sub> [°C]	300	250-450	330	330
EUROFER97	Anl.	Anl., wb., ODS, ADS	Anl., ODS, ADS	Anl., ODS, ADS
Proben	Zug-, Kerschlagbiege-, Bruchmechanik-	Zug-, Kerschlagbiege-, Wechselast-	Zug-, Kerschlagbiege-, Wechselast-	Zug-, Kerschlagbiege-, Wechselast-
Quelle	[70]	[52, 71, 69]	[72, 73, 74, 75]	[72, 76, 77]

Tabelle 3.2: Übersicht ausgewählter Bestrahlungsprogramme, welche *EUROFER97* und dessen Modifikationen beinhalten: IRFUMA = *Irradiation of Fusion Materials*, HFR = *High Flux Reactor*, ARBOR = *Associated Reactor Irradiation in BOR-60*, BOR-60 = *Bystrij Opytnyj Reaktor (schneller Versuchsreaktor auf Russisch)*, BR2= *Belgian Reactor 2*, Anl. = *Anlieferzustand*, wb. = *wärmebehandelt*, ODS = *Oxide Dispersive Strengthened*, ADS = Bor-dotierter 9%Cr-RAFM Stahl, ursprünglich entwickelt für Untersuchungen im Zusammenhang mit *Accelerator Driven System*.

reduziert werden, wenn es möglich ist, deren Ergebnisse aus den Härtewerten abzuleiten. In Kapitel 7.2 der vorliegenden Arbeit wird dies durch die Korrelation der Härte mit der 0,2 %-Dehngrenze gezeigt.





## 4 Methoden

### 4.1 Karlsruher Hochtemperatur-Indenter

Der *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter* (KAHTI) wurde entwickelt, um registrierende Härtemessungen an radioaktiven Proben bei hohen Temperaturen durchzuführen. Neben der Adaption an hohe Temperaturen ist die Anlage für die fernhantierte Bedienung innerhalb einer Heißen Zelle ausgelegt. Der genaue Aufbau und die Funktionsweise des KAHTI ist in [1, 2, 3] detailliert beschrieben. Im Folgenden wird der Aufbau zum Stand der Arbeit [2] zusammengefasst und anhand von Abbildung 4.1 erläutert. Für die vorliegende Arbeit wichtige Aspekte und sich daraus ergebende Fragestellungen werden explizit dargestellt.

#### 4.1.1 Prinzip der Wegmessung

Die registrierende Härtemessung hat sich in den letzten Jahrzehnten als zuverlässiges Verfahren bei Raumtemperatur etabliert. Bei höheren Temperaturen kommt es während der Prüfung zu thermisch bedingter Ausdehnung einzelner Komponenten. Die Ausdehnung der Komponenten zwischen Wegmesssensor und Eindringkörper beeinflusst die Wegmessung, sodass ein Rückschluss auf die Eindringtiefe nicht mehr möglich ist. Zusätzlich ändern hohe Temperaturen die Steifigkeit der Komponenten. Da deren Erwärmung weder homogen noch zeitlich konstant ist, ändert sich die Maschinensteifigkeit sodass eine Kalibrierung nicht möglich ist. Beide Effekte beeinflussen die herkömmlichen Methoden zur kontinuierlichen Messung der Eindringtiefe. Um registrierende Härtemessungen bei hohen Temperaturen

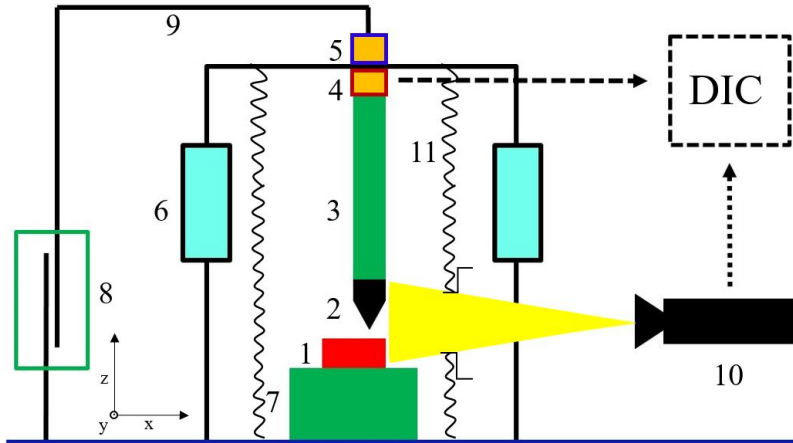


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung des KAHTI nach [78]: (1) Probe, (2) Indenter, (3) Indentersäule, (4) Kraftmessdose des Indenters, (5) Kraftmessdose der Traverse, (6) pneumatische Zylinder, (7) beweglicher Probenstisch, (8) Spindel, (9) Lastarm, (10) Kamera mit Fernfeldmikroskop, (11) Vakuumkammer.

zu ermöglichen, wurde im KAHTI das Prinzip der Wegmessung weiterentwickelt.

Bei diesem weiterentwickelten Prinzip in Abbildung 4.1 werden von der Probe (1) sowie dem Indenter (2) durch eine Kamera (10) separate Bilderserien aufgenommen. Dabei erhält jedes Bild einen Zeitstempel. Bei der digitalen Bildkorrelation (DIC für engl. *Digital Image Correlation*) werden Marker über das erste Bild gelegt. Diese orientieren sich an den Grauwerten ihrer nächsten Umgebung und verfolgen so ihre Position auf dem betrachteten Objekt. Dadurch kann eine Verschiebung des Objekts indirekt über die resultierende Bewegung der Marker berechnet werden.

Im KAHTI sind die betrachteten Objekte die Reflektionsflächen der Probe und des Indenters. Durch die Berechnung über mehrere Marker wird eine Auflösung erreicht, die um den Faktor zehn höher ist als die der Kamera selbst (siehe [2]). Die Auflösung der Wegmessung mittels DIC beträgt somit, abhängig von der Geschwindigkeit des Indenters und der Aufnahmerate

der Kamera, zwischen 25 und 200 nm.

Über den Zeitstempel ist es möglich die Relativbewegung zwischen Probe und Indenter zu ermitteln, welche der Eindringtiefe entspricht. Zudem wird über den Zeitstempel die Relativbewegung mit den Kraftwerten korreliert, welche an der Kraftmessdose des Indenters (4) vorliegen. So betrachtet das verwendete Prinzip ausschließlich die Bewegung zwischen Probe und Indenter. Das hat den gewünschten Vorteil, dass die thermisch beeinflussten Teile der Anlage und damit der Einfluss der Temperatur von der Messung ausgeschlossen sind. Aus diesem passiven Messprinzip folgt auch, dass registrierende Härtemessungen mit dem KAHTI in seiner derzeitigen Form ausschließlich kraftgeregelt durchgeführt werden können.

#### 4.1.2 Vakuumsystem und Kraftmessung

Die Härtemessungen im KAHTI werden im Vakuum durchgeführt. Dadurch soll eine Oxidation des Eindringkörpers und der Probe durch die hohen Versuchstemperaturen vermieden werden. Hierfür ist ausschließlich ein Vakuum geeignet, da Gase einen temperaturabhängigen Brechungsindex besitzen und so die optische Messung beeinflussen würden. Zusätzlich sorgt das Vakuum für eine bessere thermische Isolation, wodurch eine Erwärmung der angrenzenden Maschinenteile auf ein Minimum reduziert wird. Durch eine Turbopumpe mit einer vorgeschalteten Membranvakuumpumpe kann ein Vakuum bis zu  $2 * 10^{-6}$  mbar innerhalb der Vakuumkammer (11) realisiert werden.

Der Aufbau der Vakuumkammer ist ebenfalls in Abbildung 4.1 verdeutlicht. Die Kammer kann mittels einer Glocke über pneumatische Zylinder (6) geöffnet und geschlossen werden. Die Glocke selbst ist an einer vertikal beweglichen Traverse aufgehängt, welche über die äußere Kraftmessdose (5) und den Lastarm (9) mit der Spindel (8) der Prüfmaschine verbunden ist. Durch die bewegliche Traverse ist es möglich, die Indentersäule (3) innerhalb des Vakuums zu verfahren und so die Prüfkräfte auf den Eindringkörper

zu übertragen.

Der Atmosphärendruck übt gegenüber dem Vakuum im Inneren der Kammer eine Kraft aus. In der x- bzw. y-Ebene wird diese Kraft von den Bauteilen getragen. Entlang der z-Achse wirkt die Kraft jedoch auf die bewegliche Traverse und somit auf die Indentersäule. Diese Kraft wird über den Druck innerhalb der pneumatischen Zylinder kompensiert. Die Höhe des Drucks innerhalb der Zylinder kann entweder direkt vom Bediener vorgegeben werden (druckgeregelt) oder wird auf einen vorgegeben Kraftwert an der äußeren Kraftmessdose (5) geregelt (kraftgeregelt).

Die Messung der Kraft für die registrierende Härtemessung findet durch eine weitere Kraftmessdose (4) innerhalb der Vakuumglocke, zwischen der Indentersäule und der beweglichen Traverse statt. Dadurch ist die Kraftmessung der registrierenden Härtemessung von den Vakuumkräften entkoppelt. Die Auflösung der verwendeten Kraftmessdose beträgt 5 mN.

### 4.1.3 Heizung

Um die gewünschten Versuchstemperaturen von bis zu 650 °C homogen realisieren zu können, werden Probe und Indenter separat beheizt. Die Probe wird durch ein Heizelement unterhalb der Probenhalterung im Probentisch (7) geheizt. Durch ein Thermoelement (Typ K) im Probenanschlag wird die Temperatur gemessen. Die Probe wird mittels einer Spannvorrichtung gegen diesen Anschlag gedrückt und somit fixiert. Die eingestellte Temperatur wird auf diesen Messwert hin mittels einer *PID*-Regelung gesteuert.

Das Heizelement des Indenters befindet sich innerhalb der Indentersäule, sodass es sich im direkten Kontakt mit dem Indenterschaft befindet. Die Temperatur wird analog zur Probe durch ein Thermoelement (Typ K) gemessen und über eine *PID*-Regelung gesteuert. Der Messpunkt dieses Thermoelements befindet sich durch eine Bohrung kontaktiert innerhalb der Hülse, welche zur Befestigung des Eindringkörpers am Indenterschaft dient (siehe Abbildung 4.2). Diese Temperaturmessung sowie die Steuerung der Heiz-

elemente wurden in [2] validiert und verifiziert.

Um den Indenter innerhalb der Heißen Zelle mit einem Manipulator wechseln zu können, wurde im Verlauf der Arbeit [3] die Leitung des Thermoelements durch einen *push-pull* Stecker unterbrochen. So kann ein Thermoelement außerhalb der Heißen Zelle an einem Indenter befestigt werden und muss innerhalb der Zelle lediglich über den Stecker mit der Anlage verbunden werden. Diese Steckverbindung ist somit unerlässlich für die Funktionalität des KAHTI innerhalb einer Heißen Zelle.

Im Verlauf dieser Arbeit stellt sich heraus, dass diese Steckverbindung Einfluss auf die Temperaturmessung nimmt. In Kapitel 6.6 wird die Ursache identifiziert und behoben.

#### **4.1.4 Kühlung**

Um die umliegenden Teile der Anlage vor der auftretenden Wärme zu schützen und die Temperatur von Probe und Indenter zu stabilisieren, sind sowohl in der Indentersäule als auch im Probenstisch Kühlkanäle eingelassen. Diese werden von einer Kühlung außerhalb der Heißen Zelle gespeist. Als Kühlmedium wird Wasser mit einer Temperatur von ca. 20 °C verwendet.

Der Kühlmitteldruck und die daraus folgende Strömung des Kühlmediums verursachen Vibrationen innerhalb der Kühlkanäle. In der Indentersäule haben diese Vibration Einfluss auf die Kraft- und Wegmessung [3]. Das Ausmaß der Messschwankungen muss in Abhängigkeit des Kühldrucks quantifiziert werden, um die Versuchsführung zu standardisieren. Zudem bilden die Kühlmittelschläuche zur Speisung der Indentersäule einen Kraftnebenschluss zur Kraftmessdose. Dessen Auswirkungen wurden bereits in [2] untersucht. In Kapitel 6.3 der vorliegenden Arbeit werden die dort gewonnenen Erkenntnisse überprüft und ergänzt.

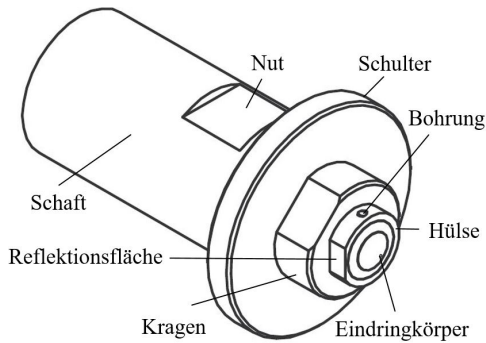


Abbildung 4.2: Darstellung des Indenters nach [2] mit den Bezeichnungen der Einzelteile.

### 4.1.5 Indenter

Der Indenter ist eigens für die Verwendung im KAHTI konzipiert. Im Folgenden wird der prinzipielle Aufbau nach [2] und [3] zusammengefasst und anhand von Abbildung 4.2 veranschaulicht.

Das Grundgerüst bildet der Schaft mit Schulter und Kragen. Das verwendete Material ist eine Legierung aus Titan, Zirkonium und Molybdän. Diese Legierung weist die benötigten thermischen, optischen und physikalischen Eigenschaften auf (siehe [2]). Der Schaft dient zur Befestigung mittels einer Schraube in der Indentersäule. Über die Nut wird der Indenter so ausgerichtet, dass die Reflektionsfläche in Richtung der Kamera zeigt. Der Schaft selbst besitzt eine zentrische Bohrung, sodass er formschlüssig auf der Heizpatrone sitzt. Die Kraft der Indentersäule wird über die Schulter auf den Eindringkörper übertragen. Zur Überwachung der Temperatur wird das Thermoelement in der seitlichen Bohrung über dem Eindringkörper positioniert und über eine Ringschelle am Kragen fixiert.

Der Eindringkörper wird in der Hülse befestigt. Bei einem Eindringkörper aus Diamant kann dieser, ähnlich einem Spannfutter, befestigt werden. Eindringkörper aus Saphir werden mittels eines Keramikklebers fixiert.

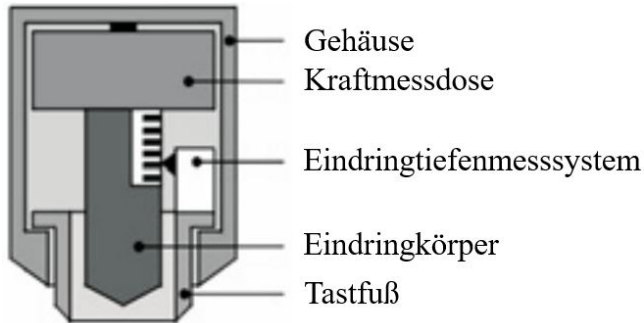


Abbildung 4.3: Schematische Darstellung nach [79] des Messkopfes der verwendeten Referenzanlage Zwick/Roell Z2.5.

## 4.2 Referenzanlage Zwick Z2.5

Um die Ergebnisse des KAHTI verifizieren zu können, werden Referenzmessungen benötigt. Der KAHTI basiert auf dem Modell Z2.5 der Firma Zwick/Roell und verwendet deren Rahmen, Spindel, Kraftmessdose sowie die Betriebssoftware *TestXpert II*. Daher wird ein solches Modell als Referenzanlage außerhalb des Kontrollbereichs verwendet.

Für die Messung der Eindringtiefe wird im kommerziellen Modell ein Messkopf verwendet, durch den eine Auflösung von 20 nm möglich ist. Der Aufbau des verwendeten Messkopfes ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Durch die Verwendung eines Tastfußes wird die Bewegung des Eindringkörpers in Relation zur Probenoberfläche gemessen. Somit hat lediglich der Eindringkörper Einfluss auf die Maschinensteifigkeit.

Die Aufnahme der Eindringtiefe und der Wechsel von lage- auf kraftgeleiteter Versuchsführung wird durch das Überschreiten einer Kraftschwelle definiert. Die Eindringtiefe bis zum Überschreiten der Kraftschwelle wird in der aufgenommenen Last-Wegsensorkurve daher nicht berücksichtigt. Über eine Interpolation der Betriebssoftware *TestXpert I* wird eine Nullpunktbestimmung durchgeführt. Damit wird die vernachlässigte Eindringtiefe bis

zum Erreichen der Kraftschwelle berücksichtigt. Die Prüfung wird beim Unterschreiten einer weiteren Kraftschwelle beendet.[79]

### 4.3 Präparation der Proben

Der KAHTI ist so konzipiert, dass Hälften geschlagener miniaturisierter Kerbschlagbiegeproben [80] mit den Maßen  $3*4*13,5 \text{ mm}^3$  untersucht werden können. Geringe Abweichungen dieser Maße sind zulässig, wobei die Höhe durch den Bildausschnitt der Kamera, die Länge durch den Proben-tisch und die Breite durch die Klemmvorrichtung limitiert sind.

Während der Prüfung muss die Probenoberfläche senkrecht zur Bewegungs-richtung des Eindringkörpers stehen. Da die Probe während der Messung auf dem Proben-tisch aufliegt, müssen die gegenüberliegenden Flächen plan-parallel sein. Die Probe wird über einen Stempel mittels einer Feder an den Probenanschlag gedrückt. Die benachbarten Flächen müssen daher ortho-gonal zueinanderstehen. Andernfalls richtet sich die Probe entsprechend der Reflektionsfläche am Probenanschlag aus. Dadurch entsteht ein Abstand der Probenunterseite zur Auflage des Proben-tischs, was zu einer Kippbewegung der Probe während der Härtemessung führt. In diesem Fall repräsentiert die Bewegung der Reflektionsfläche nicht die Bewegung der Probe unter dem Eindringkörper, wodurch die optische Wegmessung verfälscht wird.

Um den Messfehler der Eindringtiefe  $h$  unter 5% zu gewährleisten, ver-langt die DIN EN ISO 14577-1 [20] eine Oberflächenrauheit  $R_a$ , für die  $h > 20 * R_a$  gilt. In [2] wurde eine Endpolitur mit einer  $3 \mu\text{m}$  Körnung fest-gelegt. Dadurch wird bei *EUROFER97* ein  $R_a$ -Wert von  $0,02 \mu\text{m}$  erreicht (siehe C.1). Die minimal erreichten Eindringtiefen in dieser Arbeit betragen über  $5 \mu\text{m}$ . Damit ist die Forderung aus [20] erfüllt. Für kontrastreiche Bild-aufnahmen der Reflektionsfläche wurde in [2] eine Endpolitur mit  $9 \mu\text{m}$  für *EUROFER97* festgelegt.



## 4.4 Topographische Vermessung der Härteeindrücke

Die resultierenden Härteeindrücke sollen am Rasterelektronenmikroskop (REM) vermessen werden. Dadurch können Informationen aus der Last-Eindringtiefenkurve bestätigt, ersetzt oder ergänzt werden. Durch die Anwendung eines Vier-Quadranten Rückstreuelektronendetektors ist es möglich, die Topographie des Härteeindrucks zu vermessen. So ist es möglich, die Eindringtiefe sowie das Aufwölbungs- und Einsinkverhalten zu bestimmen. Zur Ermittlung der klassischen Härte können zudem die zweidimensionalen Aufnahmen am REM die eines Lichtmikroskops ersetzen. Des Weiteren ist es durch die Tiefenschärfe möglich, in den resultierenden Eindrücken Beschädigungen des Eindringkörpers zu erkennen.

In dieser Arbeit wird ein REM der Firma *Camscan*, Modell *CS44* verwendet. Die 3D-Bilder werden mit einer kalibrierten Software aus den Bildern der Rückstreuelektronen errechnet. Für deren Auswertung wird die Software *MicroShape1.5.8* der Firma *Point electronic* verwendet. Die Messunsicherheit beträgt gemäß der Herstellerangabe unter 2 %.

Im Folgenden ist anhand von Abbildung 4.4 das Vorgehen dargestellt, wie die aufgenommenen Daten interpretiert werden: Entlang der blauen Linie  $L$  in Abbildung 4.4 (a) werden die Daten des Höhenprofils in (b) ausgewählt. Durch die Befestigung der Probe innerhalb des REM kann der Elektronenstrahl von der Normalen der Probenoberfläche abweichen, wodurch eine Neigung im Höhenprofil entsteht. Um die Eindringtiefe  $h_r$  in Bezug auf die ursprüngliche Probenoberfläche zu bestimmen wird diese über zwei Punkte interpoliert. Hierfür wird die Höhe zweier Punkt  $O_1$  und  $O_2$  möglichst weit außerhalb des Eindrucks gemessen. Dabei besitzen beide Punkte den gleichen Abstand zum Mittelpunkt des Eindrucks. Die Eindrucktiefe ist die

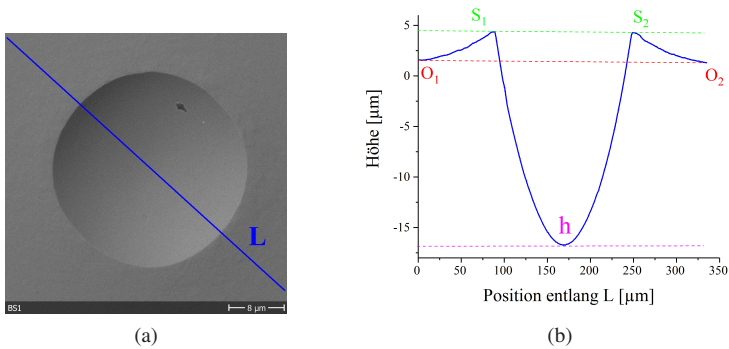


Abbildung 4.4: Exemplarische REM-Aufnahme eines Brinell-Härteeindrucks (a). Entlang der blauen Linie L in (a) wird das Höhenprofil bestimmt (b).

Differenz zwischen dem Höhenwert der Oberfläche und des Eindruckmittelpunkts:

$$h_r = \frac{\text{Höhe}(O_1) + \text{Höhe}(O_2)}{2} - \text{Höhe}(h) \quad (4.1)$$

Um den Einfluss von Messunsicherheiten zu verringern werden die Werte zweier Profillinien gemittelt.

Die Höhe der Aufwölbung  $s$  wird ebenfalls im Bezug auf die gemittelte Probenoberfläche bestimmt:

$$s = \frac{\text{Höhe}(s_1) + \text{Höhe}(s_2)}{2} - \frac{\text{Höhe}(O_1) + \text{Höhe}(O_2)}{2} \quad (4.2)$$

Hier werden ebenfalls die Werte zweier Profillinien gemittelt.

Die vorgestellte Auswertung beinhaltet bei einer Neigung zwar eine Verzerrung der Höhenwerte, die resultierenden Auswirkungen in der vorliegenden Arbeit sind jedoch geringer als die Messunsicherheit des REM und werden daher vernachlässigt.

## 4.5 Evaluierung der Messunsicherheit

Für die Beurteilung und Interpretation von Messergebnissen muss die Messunsicherheit bekannt sein. Da es für den KAHTI keine Prüfvorschrift gibt, werden im Folgenden mögliche Einflüsse auf die Messungen und der Umgang mit diesen diskutiert. Dabei wird die Methode zur Bestimmung der Messunsicherheit festgelegt. Die Überlegungen stützen sich dabei auf [81]. Für eine systematische Betrachtung aller Störgrößen werden diese zunächst in *zeitabhängig* und *zeitunabhängig* kategorisiert. Letzteres wird weiter in *systematische*, *zufällige* und *grobe* Störungen unterteilt.

Die zeitabhängigen Beiträge zur gesamten Messunsicherheit sind Temperaturgradienten sowie eine Drift in der Kraftmessung. Herrscht ein Temperaturgradient zwischen Eindringkörper und Probe, so wirkt sich dies durch die thermische Ausdehnung auf die Wegmessung aus. In [1] wurde gezeigt, dass sich dies vermeiden lässt, indem die Versuchstemperatur vor Beginn einer Härtemessung über eine Zeit von 20 Minuten konstant gehalten wird. Dadurch ist gewährleistet, dass die gemessene Temperatur in beiden Körpern homogen vorliegt. Ein unvermeidbarer Anteil ist durch die Ungenauigkeit der Thermoelemente gegeben. In dieser Arbeit werden Thermoelemente *Typ K* der Klasse 1 verwendet. Gemäß [82] beträgt deren maximale Abweichung  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der verwendeten Materialien verursachen dadurch einen maximalen Fehler in der Wegmessung, welcher in der Größenordnungen  $10^{-6}$  der Messgröße liegt. Somit kann eine Abweichung aufgrund dieser geringen Unsicherheit vernachlässigt werden (vgl. [2]).

Ein weiterer zeitabhängiger Einfluss ist die Drift der Kraftmessung. Die Ursache sowie eine mögliche Abhilfe ist in Kapitel 6.3 gezeigt. Zeitabhängige Größen haben somit einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Ergebnisse oder können durch geeignete Versuchsführung ausgeschlossen werden. Daher werden diese nicht weiter betrachtet.

Die Kategorie der *zeitunabhängigen* Einflüsse ist dagegen eine zentrale Fra-

gestellung dieser Arbeit. In Kapitel 6.5 ist gezeigt, wie sich Messungen mit *groben* Fehlern erkennen lassen. Die Ursachen hierfür können im Rahmen dieser Arbeit nicht behoben werden, daher sind solche Messungen von der Interpretation mechanischer Eigenschaften auszuschließen. Die *systematischen* Abweichungen, sowie Möglichkeiten für deren Korrektur sind in Kapitel 6.2 und 6.3 gezeigt. Lediglich die *zufälligen* Störungen können nicht vermieden werden. Deren Abschätzung ist sowohl durch eine statistische, als auch eine methodische Betrachtung möglich.

Die methodische Unsicherheit kann auch als Fortpflanzung der maximalen Schwankungen aller verwendeten Messgrößen betrachtet werden. Im Fokus stehen dabei die Kraft und Eindringtiefe. Letztere wird selbst aus einer Korrelation von Bildern und Zeitstempeln berechnet. So ergeben sich allgemeingültige Werte für den KAHTI.

In Kapitel 6.3 und 6.7 zeigt sich jedoch, dass reale Schwingungen in der Kraft- und besonders in der Wegmessung die theoretische Unschärfe überlagern. Da es nicht möglich ist, diese Schwingungen konstant zu halten, ist eine allgemeingültige Messunsicherheit nicht repräsentativ und wird in dieser Arbeit nicht verwendet.

Ein bedeutender Vorteil des KAHTI ist die hohe Anzahl an möglichen Messungen in dem zur Verfügung stehenden Probenvolumen. Damit ist es möglich, die Messunsicherheit jeder Versuchsreihe statistisch zu betrachten. Für eine möglichst gute Statistik in dieser Arbeit umfasst jede Versuchsreihe eine Anzahl  $n$  von 2 bis 7 verwertbaren Einzelmessungen. Das Messergebnis  $x$  wird folgendermaßen angegeben:

$$x = \bar{x} \pm \bar{s} * t. \quad (4.3)$$

Der Mittelwert  $\bar{x}$  ergibt sich aus

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (4.4)$$

Die verwendete Messunsicherheit soll sowohl die Größe des Messwertes, als auch die Anzahl aller Einzelmessungen mit deren Streuung berücksichtigen. Mit der Annahme, dass alle Messergebnisse binomialverteilt um einen Mittelwert sind, eignet sich das Vertrauensintervall von 95 % für eine aussagekräftige Angabe. Aus dieser kann direkt abgeleitet werden, dass bei unendlich vielen Messungen mindestens 95 % der Ergebnisse in dem angegebenen Intervall liegen. Dieses ergibt sich aus der Standardabweichung

$$\bar{s} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{k=1}^n (x_k - \bar{x})^2} \quad (4.5)$$

und dem zugehörigen t-Wert der *Student-t-Verteilung* in Tabelle A.2 mit  $m = n - 1$  Freiheitsgraden.



## 5 Materialien

Für einen sicheren und effizienten Betrieb der zukünftigen Fusionsreaktoren werden Materialien benötigt, welche den hohen Temperaturen und der Bestrahlung mit Neutronen standhalten (vgl. Kapitel 2.3). Neben den plasmazugewandten Materialien der ersten Wand, wie z.B. Wolframlegierungen, soll Stahl als Strukturmaterial zum Einsatz kommen. Zusätzlich zur benötigten mechanischen Stabilität, soll radioaktiver Abfall mit hohen Halbwertszeiten vermieden werden. Daher sind Legierungselemente unerwünscht, welche unter Neutronenbestrahlung radioaktive Isotope mit hohen Halbwertszeiten bilden. Dies schließt z.B. Nickel, Niob und Molybdän aus. Solche Elemente werden auf die technisch möglichen Grenzen limitiert. In Abbildung 5.1 ist die verkürzte Abklingzeit des *EUROFER97* gegenüber dem Reaktorstahl *SS316* gezeigt. Der *SS316* wird derzeit als nuklear lizenziertes Stahl im Testreaktor *ITER* verbaut, soll in künftigen Reaktoren jedoch durch sogenannte *reduziert aktivierbare* Materialien ersetzt werden. In herkömmlichen Stahlsorten für Hochtemperaturanwendungen werden die zuvor genannten Elemente verwendet, da diese den mechanischen Eigenschaften eine hohe Wärmebeständigkeit geben. Um deren Abwesenheit zu kompensieren, wird in den fusionsrelevanten Strukturmaterialien ein ferritisch/martensitisches Gefüge eingestellt.

In den vergangenen 50 Jahren wurden weltweit unterschiedliche *reduziert aktivierbare ferritisch/martensitische* (RAF) Stähle entwickelt, welche die zuvor genannten Anforderungen erfüllen. Die favorisierten Stähle mit geeigneten physikalischen Eigenschaften unterscheiden sich lediglich geringfügig in ihrer Zusammensetzung und ihrem Gefüge. Der Stahl *EURO-*

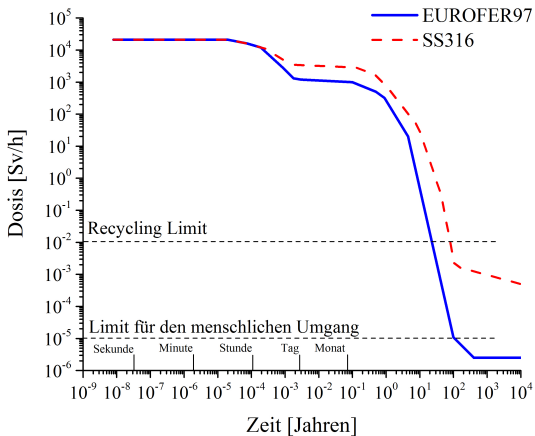


Abbildung 5.1: Darstellung von Daten aus [83] der berechneten Abklingzeit von *EUROFER97* und des Reaktorstahls *SS316* nach einer Aktivierung durch den zukünftigen Reaktor *DEMO* mit  $1 \frac{MWa}{m^2}$ .

*FER97* sowie dessen Varianten sind für den zukünftigen Fusionsreaktor *DEMO* vorgesehen und zentraler Gegenstand dieser Arbeit. Im Folgenden werden die in dieser Arbeit untersuchten Varianten aufgeführt und beschrieben.

## 5.1 EUROFER97

*EUROFER97* wird im industriellen Maßstab von der Firma *Böhler Edelstahl GmbH* (Österreich) hergestellt. Die Proben dieser Arbeit entstammen hauptsächlich der Charge 83697. Ein Vergleich der chemischen Zusammensetzung in Tabelle A.3 mit dem kommerziellen Reaktorstahl *SS316* zeigt neben den Hauptlegierungselementen von Chrom, Wolfram, Mangan, Vanadium und Tantal auch die Begrenzung der radiologisch unerwünschten Elemente wie Nickel, Molybdän, Niob, Kobalt und Bor. Letzteres bildet



zwar kein radioaktives Langzeitisotop, beinhaltet jedoch zu 20 % das Isotop Bor-10, welches unter einer Bestrahlung mit Neutronen leicht transmutiert, wodurch Helium entsteht (siehe Kapitel.2.3).

Die Vergütung (980 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h) wird vom Hersteller durchgeführt und stellt eine durchschnittliche Korngröße von 16  $\mu\text{m}$  ein [84]. Proben mit dieser Vergütung werden im Folgenden als *Anlieferungszustand* (*Anl.*) bezeichnet. Um den Einfluss einer höheren Austenitisierungstemperatur zu untersuchen, wurde in [52] eine Probenserie dieser Charge mit einer weiteren Vergütung (1040 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h) beaufschlagt. Dadurch stellt sich eine durchschnittliche Korngröße von 21,4  $\mu\text{m}$  ein. Proben mit dieser Vergütung werden im Folgenden als *wärmebehandelt* (*wb.*) bezeichnet. Um die Nachvollziehbarkeit des Probenursprungs zu wahren, wird die Probenbezeichnung von [52] beibehalten. So beginnen Bezeichnungen für Proben im Anlieferungszustand mit „YA“ und für die wärmebehandelten mit „YW“.

Für weitere Details über die Entwicklung von *EUROFER97* sei auf den Forschungsbericht von M. Schirra et al. [85] verwiesen.

## 5.2 EUROFER ODS

Konventionelle RAFM Stähle zeigen eine maximale Einsatztemperatur von 550 °C. Durch das Einbringen feiner Oxidpartikel kann diese bis auf mindestens 650 °C erhöht werden.[86]

In *EUROFER ODS* (für engl. *Oxide dispersion strengthened*) wird  $Y_2O_3$  verwendet, da Yttrium die Aktivierbarkeit nicht beeinflusst. Für die Untersuchung und Optimierung der mechanischen Eigenschaften existieren verschiedene Variationen dieser Modifikation. Sie unterscheiden sich in der Konzentration von Oxidpartikeln sowie im Herstellungsprozess. In dieser Arbeit wird die Variante mit 0,5 gew.%  $Y_2O_3$  untersucht.

Der pulvermetallurgische Herstellungsprozess beinhaltet eine Atomisie-

rung<sup>1</sup> der Legierung *EUROFER97*. Das resultierende Pulver wird anschließend mit den Oxidpartikeln gemahlen und durch heißisostatisches Pressen (HIP) zu Halbzeugen verdichtet und gesintert. Mit einer Größe von 4 bis 30 nm sind die Oxidpartikel wesentlich kleiner als die Körner mit 2 bis 8  $\mu\text{m}$  und daher in der Matrix eingebettet. Die chemische Zusammensetzung in Tabelle A.3 weicht nur geringfügig von der des *EUROFER97* ab. Jedoch stellt sich ein geringerer Kohlenstoffgehalt ein. Dies verursacht ein Gefüge mit einem höheren Anteil an Ferrit.[87]

Die Bezeichnung für *ODS*-Proben beginnt gemäß [52] mit „YH“.

### 5.3 ADS-Legierungen

Das Neutronenspektrum einer Spaltungsquelle unterscheidet sich von dem einer Fusionsquelle. Es wird erwartet, dass das Spektrum einer Fusionsquelle zu mehr Transmutationen führt und somit mehr Helium pro dpa entsteht. [88, 89, 90]

Für Untersuchungen mittels *Accelerator Driven System* (ADS) wurden RAFM-Legierungen mit unterschiedlichen Konzentrationen an Bor bzw. angereichertem Bor-10 dotiert. Durch die  $^{10}\text{B}(\alpha, n)^7\text{Li}$  Reaktion erreicht das Neutronenspektrum einer Kernspaltungsquelle in diesen Legierungen vergleichbare  $\frac{\text{He}}{\text{dpa}}$ -Raten, wie sie im Fusionsreaktor erwartet werden. Die resultierenden Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften sind somit repräsentativer für die Anwendung. Die Dotierung von *EUROFER97* mit Bor wird durch das Einschmelzen von *EUROFER97* mit Eisenborid erlangt [91]. Die zur Verfügung stehenden Legierungen besitzen 0,083 gew.% an natürlich vorkommenden Bor (ADS2) und 0,083 gew.% (ADS3) bzw. 0,112 gew.% (ADS4) des Isotops Bor-10. Natürlich vorkommendes Bor beinhaltet etwa 20 % an Bor-10.

---

<sup>1</sup> Atomisierung bezeichnet das Zerstäuben einer Schmelze mittels eines oder mehrerer Hochdruck-Wasserstrahlen. Dadurch ist es möglich, aus duktilen Materialien ein feines Pulver zu gewinnen.

Die Probenbezeichnungen beginnen gemäß [52] für ADS2 mit „YC“, für ADS3 mit „YD“ und für ADS4 mit „YE“.

## 5.4 Bestrahlungsprogramm HFR IIb

Um den Einfluss neutroneninduzierter Materialschädigungen bei hohen Temperaturen zu untersuchen, wurden im Rahmen verschiedener Programme die Materialien in Spaltungsreaktoren neutronenbestrahlt. Die Proben dieser Arbeit wurden im *High Flux Reactor* (HFR) in Petten (NL) im Zuge des Bestrahlungsprogramms *HFR Phase IIb* -auch *SPICE* genannt- bestrahlt. Ziel dabei war eine Schädigungsdosis im Material von 15 dpa bei Bestrahlungstemperaturen von 250 bis 450 °C. [52]

Während der Bestrahlung sind die Proben in Halterungen entlang einer zylindrischen Kapsel angebracht. Durch eine Natriumkühlung und positionsabhängige Unterschiede im Neutronenfluss stellen sich Zonen entlang der Kapsel mit unterschiedlichen Temperaturen ein. Die jeweilige Bestrahlungstemperatur ist damit über die Position in der Kapsel festgelegt. In Abbildung 5.2 wird der Neutronenfluss innerhalb der Kapsel sowie deren Temperaturzonen gezeigt.

Während einer Bestrahlungsdauer von 771 *full power days*, stellen sich positionsabhängige Schädigungsdosen ein. Der Neutronenfluss ist am höchsten in der Mitte der Kapsel und nimmt zu den Enden hin ab. In Tabelle 5.1 sind die erreichten Schädigungsdosen gezeigt. [52]

Abstand zur Kapselmitte (mm)	-158	-120	0	+60	+185
Schädigungsdosis (dpa)	14,6	16,2	18,1	17,2	13,4

Tabelle 5.1: Berechnete Schädigungsdosen abhängig von der Position innerhalb der Bestrahlungskapsel. [52]

Die neutroneninduzierten Änderungen der mechanischen Eigenschaften sollen in Abbildung 5.3 an dem Beispiel der 0,2 %-Dehngrenze gezeigt werden.

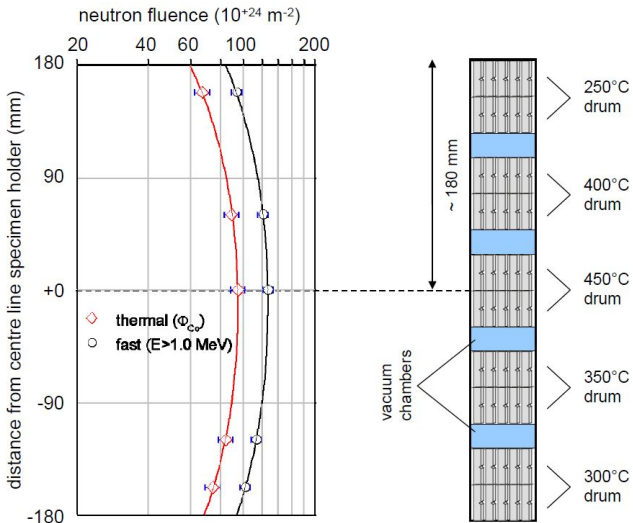


Abbildung 5.2: Ausrichtung der Bestrahlungskapsel (rechts) zum Neutronenfluss (links) im HFR. [52]

Diese nähert sich mit zunehmender Schädigungsdosis exponentiell einer Sättigung an, welche zwischen 15 und 20 dpa erreicht wird. Die Schädigungsdosen in Tabelle 5.1 befinden sich am Anfang des Sättigungsbereichs, wodurch sich die Unterschiede in der Schädigungsdosis lediglich geringfügig auf die Änderung der mechanischen Änderungen auswirken. Daher ist ein Vergleich der mechanischen Parameter, in Bezug auf die zugrundeliegende durchschnittliche Schädigungsdosis von 16,3 dpa, aller Proben aus [52] untereinander zulässig. Des Weiteren ist dadurch auch eine Vergleichbarkeit mit höheren Schädigungsdosen gegeben, wodurch die Ergebnisse auch repräsentativ für die Änderungen der mechanischen Eigenschaften in zukünftigen Fusionsreaktoren sind.

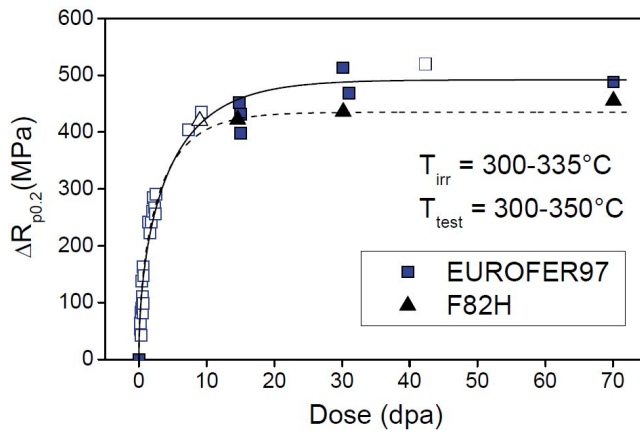


Abbildung 5.3: Die Änderung der 0,2 %-Dehngrenze in Abhängigkeit der Schädigungsdosis [77]. Dabei beruhen die geschlossenen Symbole auf Ergebnissen aus [67, 75] und die offenen Symbole auf Ergebnissen aus [92, 93, 94, 95, 76]. Die durchgezogene Linie ist durch die Methode der kleinsten Quadrate bestimmt.



## 6 Evaluation des KAHTI

Der *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter* (KAHTI) ist als Prototyp für einen speziellen Anwendungsbereich in der schwer zugänglichen Umgebung einer Heißen Zelle konzipiert. Die meisten verwendeten Systeme und Baugruppen im KAHTI sind einzeln betrachtet etabliert und werden vielseitig in Industrie und Forschung verwendet. Ihre Kombination im KAHTI, abgestimmt auf die Umgebung und das Einsatzgebiet, ist jedoch neu und in dieser Form weltweit einzigartig. Alle Systeme sind in ihrem Arbeitsbereich sehr variabel und dadurch äußerst anpassungsfähig für den Aufgabenbereich. Für reproduzierbare Messungen, die das mechanische Verhalten der Proben widerspiegeln, müssen die einzelnen Systeme in ihrer Kombination evaluiert werden. Dazu wird der gegenseitige Einfluss aufeinander untersucht und so weit wie möglich minimiert. Um methodische Fehler während der Versuchsführung und Auswertung zu vermeiden, werden alle nötigen *Operator-Maschine-Schnittstellen* definiert und standardisiert.

### 6.1 Vorversuche: Definition der Verfahren zur Prüfung und Auswertung

Für eine zuverlässige Evaluation und Verifizierung des KAHTI werden Referenzmessungen einer etablierten und kalibrierten Anlage benötigt. Die kommerziell erhältliche Z2.5 der Firma *Zwick/Roell* ist als Referenzanlage geeignet. Das verwendete Messprinzip ist in Kapitel 4.2 beschrieben.

Eine registrierende Härtemessung kann durch unterschiedliche Verfahren ausgewertet werden. Dadurch werden ergänzende Informationen über Ma-

terial und Methode gewonnen und die Aussagekraft der Ergebnisse erhöht. Zusätzlich ermöglicht der Einsatz mehrerer Verfahren eine gegenseitige Substitution. Dies ist besonders im Umgang mit radioaktiven Proben ein logistischer Vorteil, da jeder zusätzliche Schritt einen Transfer zwischen unterschiedlichen Heißen Zellen und gegebenenfalls eine Dekontamination der Probe erfordert. Beides bringt einen hohen zeitlichen und personellen Aufwand mit sich.

Um unterschiedliche Analyseverfahren untereinander ersetzen oder deren Ergebnisse miteinander vergleichen zu können, müssen die methodisch bedingten Abweichungen bekannt sein. Da diese teilweise abhängig von den untersuchten Materialien selbst sind, wird ein Vergleich der Analyseverfahren an *EUROFER97* durchgeführt. In dieser Arbeit sollen die folgenden Verfahren angewendet werden:

- 1 **Klassische Härtemessung:** Die Diagonalen  $d$  der resultierenden Härteeindrücke werden durch ein Lichtmikroskop (LM) vermessen. Darüber errechnet sich die Härte  $HV(d_{LM})$  nach Gleichung 2.9. Es ist das herkömmliche und meist etablierte Verfahren, welches entsprechend der Norm DIN ISO 6507 [18] eingesetzt wird. Die so erlangten Ergebnisse können daher mit den Literaturdaten verglichen werden. Um die hierfür zusätzlich benötigten Arbeitsschritte wie Schleusen, Dekontaminieren, Präparieren und Vermessen zu vermeiden, soll dieses Verfahren bei Experimenten mit dem KAHTI an radioaktiven Proben möglichst ersetzt werden.
- 2 **Registrierende Härtemessung:** Während einer kraftgeregelten Härtemessung wird eine Last-Eindringtiefenkurve aufgenommen. Aus dem enthaltenen Wertepaar der maximalen Last  $F_{max}$  und maximalen Eindringtiefe  $h_{max}$  wird die Martenshärte  $HM(h_{max})$  gemäß Kapitel 2.5.1 bestimmt. Mit dem KAHTI soll hauptsächlich dieses Verfahren angewendet werden. In [22] ist gezeigt, dass während der Entlastung eine Rückverformung hauptsächlich in Eindringrichtung stattfindet,



wohingegen die Verformung in der Oberflächenebene annähernd konstant bleibt. Daher wird erwartet, dass für *EUROFER97*-Proben die Martenshärte nach Gleichung 2.11 mit den Härtewerten des klassischen Verfahrens gleichgesetzt werden kann.

### 3 Vermessen der Eindrücke durch ein Rasterelektronenmikroskop:

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) ermöglicht es, die eingebrachten Eindrücke dreidimensional zu vermessen (vgl. Kapitel 4.4). Dadurch können die resultierende Eindringtiefe  $h_r(\text{REM})$  sowie das Aufwölbungs- und Einsinkverhalten untersucht werden. Darüber hinaus zeigt der resultierende Eindruck mögliche Beschädigungen am Eindringkörper. Die zweidimensionalen Aufnahmen der Härteeindrücke können zudem die des Lichtmikroskops für eine klassische Auswertung ersetzen.

Durch die gewonnenen Daten der beiden zuletzt genannten Auswerteverfahren soll zusätzlich überprüft werden, ob die  $h_r$ -Werte der aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven mit der dreidimensionalen Vermessung am REM übereinstimmen. Damit kann die Tiefeninformation der Last-Eindringtiefenkurve bestätigt oder das Ausmaß möglicher Abweichungen ermittelt werden.

Als ein weiterer Teilaspekt in diesem Kapitel soll untersucht werden, welche Maximallast optimal für die Vickershärtemessungen an *EUROFER97* ist. Dabei ist die optimale Maximallast ein Kompromiss zwischen einer möglichst kleinen Eindringtiefe um viele Härtemessungen in dem gegebenen Probenvolumen durchführen zu können, wobei die Indenterspitze bei geringen Lasten auch einen geringeren Verschleiß erfährt. Andererseits darf die Maximallast nicht zu klein gewählt werden, da mit abnehmender Eindringtiefe der relative Fehler methodisch bedingt zunimmt. Dies liegt an dem sogenannten "*Eindringtiefeneffekt*" (ISE für engl. *Indentation size effect*). Dessen Ursache im Mikro- und Makrobereich ist nicht abschließend geklärt, wird aber unter anderem in den Verfestigungseigenschaften des

untersuchten Materials, Reibungseffekten, Aufwölbungsverhalten oder einer Kaltverfestigung der zu prüfenden Oberfläche während der Präparation vermutet (siehe z.B. [96, 97, 98, 99]). Außerhalb dieses Bereichs sind die Härtewerte unabhängig von der verwendeten Maximallast und damit besser vergleichbar mit Literaturdaten. Bei ausreichend hohen Maximallasten, außerhalb des Bereichs des ISE, sind die Härtewerte zudem repräsentativer für das gesamte Material, da ausreichend viele Gefügeanteile in dem geprüften Volumen vorhanden und die zuvor genannten Einflüsse vernachlässigbar sind.

Anhand der Referenzmessungen soll zudem untersucht werden, ob die Methode nach W. Oliver und G. Pharr (siehe Kapitel 2.5.3) für Messungen an *EUROFER97* zulässig ist. Hierfür wird überprüft, ob die Last-Eindringtiefenkurven das Kriterium  $h_r/h_{max} < 0,7$  erfüllen.

### 6.1.1 Experimentelles Vorgehen

Eine Referenzprobe aus *EUROFER97 Anl.* wird gemäß Kapitel 4.3 präpariert. An dieser Probe erfolgen durch die Referenzanlage Z2.5 jeweils fünf Härtemessungen nach *HV 0.5*, *HV 2*, *HV 5* und *HV 10*. Die Be- und Entlastungsrate beträgt 1 N/s. Die Maximallast wird für 14 s gehalten. Jede Härtemessung wird durch die zuvor in diesem Kapitel beschriebenen Verfahren ausgewertet. Die Ergebnisse werden gemittelt und das zugehörige Vertrauensintervall nach Kapitel 4.5 bestimmt. Zusätzlich wird die Tiefe des resultierenden Eindrucks mit dem REM gemessen. Dieser Wert wird dem der Last-Eindringtiefenkurve gegenübergestellt.

### 6.1.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Härtewerte der jeweiligen Auswerteverfahren sind in Tabelle A.4 ausführlich aufgeführt. Für die Darstellung und Diskussion sind sie in Abbildung 6.1 über die verwendeten Maximallasten in aufgetragen.

Es ist zu erkennen, dass mit zunehmender Maximallast die ermittelten Här-

tewerte für alle verwendeten Auswerteverfahren abnehmen. Ab Messungen mit einer Maximallast von 5 kgf (= 49,03 N) gehen die Härtewerte aller Auswerteverfahren in ein Plateau über. Der Unterschied zwischen den *HV 10*- und *HV 5*-Werten beträgt lediglich  $\approx 5$  HV. Diese Abweichung liegt im Bereich des Vertrauensintervalls. Die Breite der Vertrauensintervalle nimmt mit zunehmender Maximallast ebenfalls ab.

Die in Tabelle A.4 gezeigten Werte der resultierenden Eindringtiefen  $h_r$  aus den REM-Aufnahmen stimmen für die *HV 0.5* und *HV 2*-Messungen mit den Werten der Last-Eindringtiefenkurven überein. Lediglich bei den *HV 5*- und *HV 10*-Messungen unterscheiden sich die Ergebnisse um 1,8 bzw. 1,9  $\mu\text{m}$ . Die Vertrauensintervalle aller Werte liegen unter 1  $\mu\text{m}$ . Das Verhältnis  $\frac{h_r}{h_{max}}$  liegt stets über dem Wert von 0,7.

Die Abnahme der Härtewerte mit zunehmender Maximallast entspricht dem zuvor erwähnten Eindringtiefeneffekt. Dieser Effekt zeigt sich ab einer Maximallast von 5 kgf (*HV 5*) für alle verwendeten Verfahren vernachlässigbar. Somit erfüllen Messungen nach *HV 5* an *EUROFER97* den angestrebten Kompromiss der optimalen Eindringtiefe und werden im weiteren Verlauf dieser Arbeit verwendet.

Die Ergebnisse zeigen zudem, dass alle Auswerteverfahren ab *HV 5* untereinander vergleichbar sind und können damit ersetzend oder ergänzend eingesetzt werden. Des Weiteren bestätigt sich, dass die Martenshärte der klassisch bestimmten Härte nach Vickers entspricht und damit ein direkter Vergleich zulässig ist. Im Folgenden wird daher nicht weiter zwischen der Bezeichnung *HM* und *HV* unterschieden.

Die Übereinstimmung der  $h_r$ -Werte aus den Last-Eindringtiefenkurven und den Aufnahmen des REM sowie die geringe Breite des Vertrauensintervalls bestätigen die gemessenen Eindringtiefen des KAHTI. Die  $h_r$ -Werte der *HV 5* und *HV 10*-Messungen werden durch das REM etwas höher als durch die Last-Eindringtiefenkurven bestimmt. Die Ursache hierfür kann nicht abschließend festgestellt und behoben werden. Die Abweichung selbst muss jedoch für folgende Untersuchungen berücksichtigt werden.

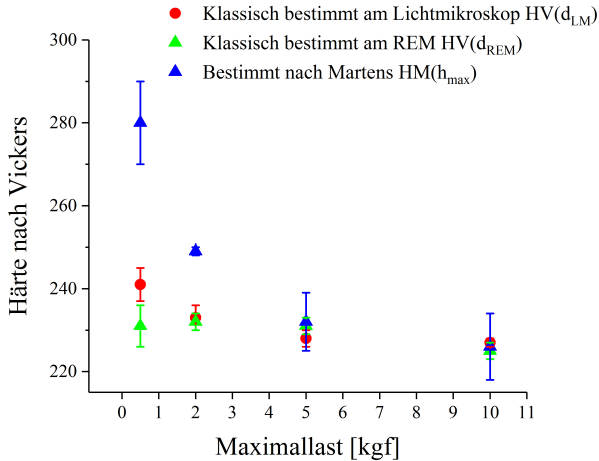


Abbildung 6.1: Härte nach Vickers der Referenzprobe aus *EUROFER97 Anl.* ermittelt durch die verschiedenen Auswerteverfahren, aufgetragen über die verwendeten Maximallasten.

Das Kriterium  $\frac{h_r}{h_{max}} < 0,7$  zur Verwendung der Methode nach W. Oliver und G. Pharr wird nicht erfüllt. Somit ist diese Methode für Messungen an *EUROFER97* ausgeschlossen.

## 6.2 Nullpunktbestimmung des KAHTI

Registrierende Härtemessungen mit dem KAHTI sind prinzipiell kraftgeregelt. Der Indenter fährt jedoch lagegeregelt an die Probenoberfläche an. Der Kontakt des Eindringkörpers mit der Probe wird durch das Überschreiten einer voreingestellten Kraftschwelle definiert. Ab diesem Zeitpunkt wechselt der KAHTI von Lage- auf Kraftregelung. Die Eindringtiefe wird zu diesem Zeitpunkt zu Null gesetzt. Die Eindringtiefe, welche bis zum Überschreiten dieser Kraftschwelle erreicht ist, wird somit vernachlässigt. Dieses Problem wurde bereits in [3] erkannt. Dort wurde gezeigt, dass die Eindringtiefe eines sphärischen Eindringkörpers ( $r = 200 \mu\text{m}$ ) bei einer Kraftschwelle von

0,8 N um bis zu  $0,6 \mu\text{m}$  unterschätzt wird. Um diesen Fehler zu korrigieren, wurde vorgeschlagen die vernachlässigte Eindringtiefe durch eine numerische Simulation zu bestimmen.

Numerische Simulationen sind aufwendig und können nur anhand von bekannten Materialparametern korrekte Berechnungen durchführen. Daher wird eine Methode benötigt, durch die eine Korrektur des Nullpunktes reproduzierbar und mit geringem Aufwand möglich ist.

### **6.2.1 Eigener Ansatz**

Der Ansatz zur Bestimmung des wahren Nullpunktes erfolgt über den ersten Anstieg der Kraft. Dies soll anhand der Abbildungen 6.2 und 6.3 erläutert werden.

Der KAHTI nimmt ab dem Zeitpunkt der manuell ausgelösten Aufzeichnung kontinuierlich Weg-, Zeit- und Lastdaten auf. Somit sind diese Daten bereits für die lagegeregelte Phase vor dem Überschreiten der Kraftschwelle verfügbar. In dieser Phase ist im Last-Zeit-Verlauf ein Hintergrundrauschen um den Lastwert von Null zu beobachten. Über eine lineare Ausgleichsgerade des Hintergrundrauschen ist es somit möglich, den ersten Anstieg der Kraft und somit den Zeitpunkt des ersten Kontakts zu bestimmen. Dieser Moment wird definiert durch den Kraftwert, der final das gemittelte Hintergrundrauschen übersteigt. In Abbildung 6.2 wird dies an einer Härtemessung nach Vickers verdeutlicht.

Der Zeitpunkt  $t$  des ersten Kontakts ist mit der Eindringtiefe  $h(t)$  verknüpft. Dadurch kann der vernachlässigte Anteil der Eindringtiefe aus dem Datensatz abgelesen werden. Die Last-Eindringtiefenkurve kann nun, wie in Abbildung 6.3 gezeigt, um den ermittelten Wert der vernachlässigten Eindringtiefe entlang der Abszisse verschoben werden.

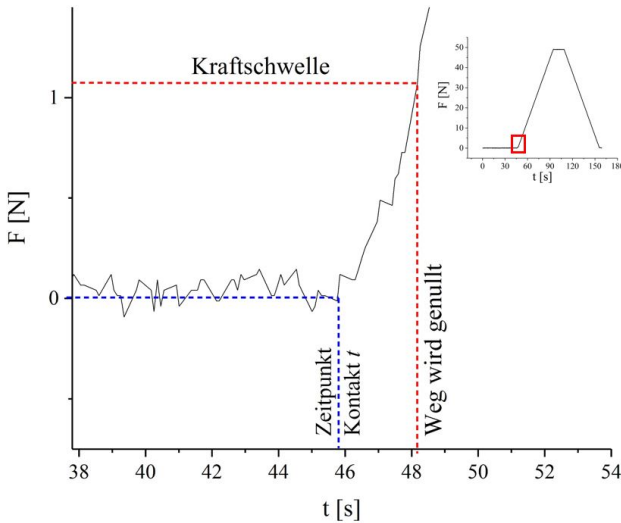


Abbildung 6.2: Der Last-Zeit-Verlauf einer Härtemessung nach Vickers am Beispiel einer unbestrahlten *EUROFER97 Anl.*-Probe bei Raumtemperatur. Nachdem das Kraftsignal das interpolierte Hintergrundrauschen (blaue Linie) übersteigt, vergehen mehr als zwei Sekunden, bis die Kraftschwelle erreicht wird (rote Linie).

## 6.2.2 Ergebnisse und Diskussion

An dem Beispiel in Abbildung 6.3 ist zu erkennen, dass die vernachlässigte Eindringtiefe bei Messungen mit einer Vickerspyramide noch größer ist als bei den Untersuchungen in [3] mit einem sphärischen Eindringkörper. Die vernachlässigte Eindringtiefe beträgt hier  $3,8 \mu\text{m}$  und somit ca. 18 % der gesamten Eindringtiefe. Bemerkenswert ist auch, dass für diesen Versuch eine Kraftschwelle von  $0,8 \text{ N}$  eingestellt wurde, die in Abbildungen 6.2 und 6.3 gezeigte real detektierte Kraftschwelle jedoch über  $1 \text{ N}$  liegt. Als Ursache für diese Verzögerung wird die Dauer der Weitergabe und Verarbeitung der Daten vermutet. Mit dem hier vorgestellten Ansatz ist die tatsächliche Höhe der Kraftschwelle jedoch nicht von Bedeutung. Daher wird diese Beobachtung nicht weiter untersucht.

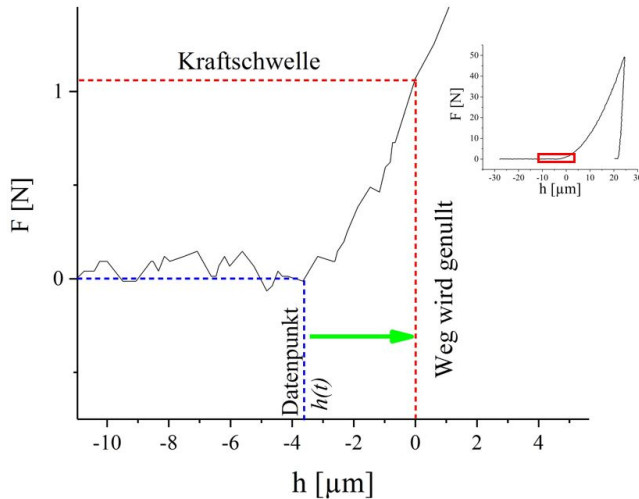


Abbildung 6.3: Verschiebung der Last-Eindringtiefenkurve um den Wert der Eindringtiefe  $h(t)$  (grüner Pfeil), welche durch die Kraftschwelle (rote Linie) vernachlässigt wird.

Das hier vorgestellte Verfahren ermöglicht mit geringem Aufwand eine präzise Nullpunkt Korrektur. Diese ist unerlässlich für eine repräsentative Auswertung der Last-Eindringtiefenkurven.

## 6.3 Einfluss des Kühlmitteldrucks auf die registrierende Härtemessung

Die in Kapitel 4.1.4 beschriebene Kühlung der Indentersäule hat aufgrund ihrer Anordnung einen direkten Einfluss auf die Kraftmessung. In [2] ist beschrieben, wie die Kühlmittelschläuche einen Kraftnebenschluss  $F_s$  zwischen der Indentersäule und der Quertraverse bilden. In Abbildung 6.4 ist dargestellt, wie ein Teil der Kraft  $F_I$ , die zwischen Eindringkörper und Probe wirkt, nicht vollständig auf die Kraftmessdose  $F_K$  wirkt, sondern es gilt  $F_I = F_K + F_s$ .

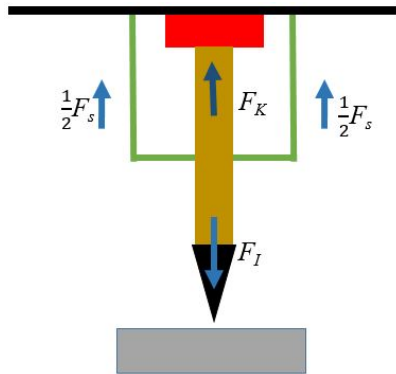


Abbildung 6.4: Die Anordnung der Kühlmittelschläuche (grün), des Indenters (schwarz) und der Kraftmessdose (rot) innerhalb des KAHTI. Die Pfeile zeigen den Kraftnebenschluss der Kühlmittelschläuche zu der Kraftmessdose.

In [2] wurde dieser Kraftnebenschluss mathematisch durch ein Modell von parallel angeordneten Federn beschrieben. Aus den Federraten der Schläuche und der Kraftmessdose ergibt das Verhältnis der gemessenen Kraft an der Kraftmessdose  $F_K$  zu der aufgebrachten Kraft an der Indenterspitze  $F_I$  den Korrekturfaktor  $\kappa = 1,038$ , sodass  $F_I = \kappa * F_K$  gilt. Dieser Faktor wurde in [2] weiterführend auf Härtemessungen mit eingeschalteter Kühlung angewendet und mit Referenzmessungen der Z2.5 verglichen. Dabei basieren die Härtewerte beider Messungen auf optischen Vermessungen der resultierenden Eindrücke. Die so gewonnenen Ergebnisse beider Methoden stimmen überein, wodurch der Korrekturfaktor als bestätigt und allgemein gültig angesehen wurde.

Des Weiteren wurde in [2] eine sprunghafte Abnahme der Kraft um 5,5 N während dem Einschalten der Kühlung beobachtet. Diese steigt nach einiger Zeit erneut um 2 N an. Eine zusätzliche Untersuchung des Kraftsignals zeigt ein Hintergrundrauschen, welches auf die Strömung des Kühlmediums zurückgeführt wurde. Um ein vorzeitiges Überschreiten der Kraftschwelle durch das Hintergrundrauschen zu vermeiden, wurde empfohlen diese auf



0,8 N anzuheben. Ein zugehöriger Druck der Kühlmittelspeisung ist in [2] nicht angegeben. Da dieser jedoch variabel ist, muss dessen Einfluss ebenfalls überprüft und gegebenenfalls standardisiert werden.

Der Durchfluss des Kühlmittels wird über den Eingangsdruck geregelt. Dieser ist variabel und wird vor jeder Versuchsreihe manuell über ein Kugelventil und ein Zeigermanometer eingestellt.

Für reproduzierbare Ergebnisse muss untersucht werden, ob sowohl die Federrate der Schläuche als auch das Hintergrundrauschen abhängig vom Druck des Kühlmediums sind. Zusätzlich ist die Dauer des erneuten Kraftanstiegs nach dem Einschalten der Kühlung von Interesse. Diese wird benötigt, um eine Überlagerung des Kraftanstiegs mit der Kraftmessung des eigentlichen Versuchs auszuschließen. Für eine optimierte Standardisierung der Versuchsführung und Auswertung sollen die genannten Auswirkungen der Kühlung untersucht und definiert werden.

### **6.3.1 Experimentelles Vorgehen**

Um die Ergebnisse mit denen aus Kapitel 6.1 und der Literatur vergleichen zu können, werden *HV 5*-Messungen mit dem KAHTI an *EUROFER97 Anl.* durchgeführt.

Für eine systematische Untersuchung werden drei Versuchsserien bei unterschiedlichem Kühlmitteldruck durchgeführt. Jede Serie umfasst vier registrierende Härtemessungen. Die Drücke der einzelnen Serien sind 0 bar, 0,4 bar und 0,8 bar. Das Kraftsignal wird während des Einschaltvorgangs der Kühlung aufgenommen. Durch einen Vergleich der nullpunktkorrigierten Last-Eindringtiefenkurven untereinander und zusätzlich mit Referenzmessungen der Z2.5, soll der Einfluss des Kühlmitteldrucks bestimmt werden. Ergänzend wird die resultierende Eindringtiefe am REM gemessen.

### 6.3.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Last-Eindringtiefenkurven innerhalb einer Versuchsserie sind deckungsgleich. Für eine übersichtliche Darstellung ist daher in Abbildung 6.5 aus jeder Serie lediglich eine Kurve dargestellt. Hier zeigt sich, dass auch die Kurven der unterschiedlichen Serien miteinander deckungsgleich sind. Verglichen mit der Referenzmessung zeigt sich jedoch eine höhere Steigung in den Be- und Entlastungskurven.

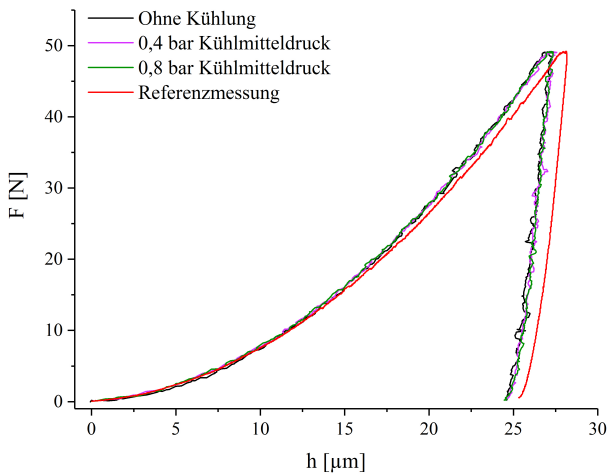


Abbildung 6.5: Last-Eindringtiefenkurven der HV 5-Messungen an *EUROFER97 Anl.* Gezeigt sind repräsentative Kurven der Versuchsreihen mit unterschiedlichen Kühlmitteldrücken. Als Vergleich ist eine Last-Eindringtiefenkurve der Referenzanlage Z2.5 dargestellt.

Die durchschnittlichen Werte für  $h_r$  aus den Last-Eindringtiefenkurven sowie der REM-Aufnahmen sind in Tabelle 6.1 gegenübergestellt. Die  $h_r$ -Wert der Härteeindrücke beider Anlagen werden durch das REM höher bestimmt als durch die zugehörigen Last-Eindringtiefenkurven. Jedoch zeigen sowohl die REM-Aufnahmen als auch die Last-Eindringtiefenkurven, geringere  $h_r$ -Wert in den Härteeindrücken des KAHTI.

Versuch	0 bar	0,4 bar	0,8 bar	Referenz Z2.5
$h_r$ ( $F$ - $h$ -Kurve) [ $\mu\text{m}$ ]	$24,42 \pm 0,93$	$24,27 \pm 0,57$	$24,24 \pm 0,3$	$26,9 \pm 0,9$
$h_r$ (REM) [ $\mu\text{m}$ ]	$26,8 \pm 0,17$	$26,5 \pm 0,14$	$26,3 \pm 0,03$	$28,7 \pm 0,4$

Tabelle 6.1: Durchschnittliche Werte der bleibenden Eindringtiefe  $h_r$ , gewonnen aus den topographischen Vermessungen am REM und den Last-Eindringtiefenkurven.

Die Kraftsignale während des Einschaltens der Kühlung sowie das Kraftsignal ohne Kühlung sind in Abbildung 6.6 über die Zeit aufgetragen. Durch den Druck von 0,4 bar fällt die gemessene Kraft zunächst um 5 N ab. Innerhalb der folgenden 20 Minuten steigt die Kraft erneut um 0,8 N an und bleibt konstant bei einer Kraftdifferenz von 4,2 N (nicht im Bild). Bei einem Kühlmitteldruck von 0,8 bar fällt die gemessene Kraft zunächst um 6,5 N, wobei anfänglich ein Anstieg zu beobachten ist. Anschließend steigt die Kraft um 0,4 N an. Hier ist ein konstanter Wert bereits nach 5 Minuten erreicht. Der anfängliche Anstieg sowie die Schwankungen sind auf das manuelle Einstellen des Drucks über die Kugelventile zurückzuführen.

Alle gezeigten Ergebnisse des KAHTI zeigen einen Einfluss des Kühlmitteldrucks auf die Kraftmessung. Dieser ist jedoch nach einer Zeit von 20 Minuten reproduzierbar. Somit können die Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI anhand der Referenzmessungen kalibriert werden.

Aus den niedrigeren  $h_r$ -Werten des KAHTI gegenüber denen der Referenzanlage folgt, dass die Kraftwerte  $F_I$  am KAHTI zu hoch bestimmt werden. Die Last-Eindringtiefenkurven in Abbildung 6.5 zeigen zudem, dass diese Abweichung der Kraftwerte unabhängig vom Kühlmitteldruck ist. Vereinfacht wird angenommen, dass sich die Kraftwerte des KAHTI  $F_{KAHTI}$  und der Referenzanlage  $F_{Ref}$  bei gleicher Eindringtiefe  $h$  durch einen konstanten Faktor  $\gamma$  unterscheiden. Dieser wird empirische aus

$$\gamma = \sum_{i=1}^4 \frac{1}{4} * \frac{F_{Ref}(h_i)}{F_{KAHTI}(h_i)} = 0,952 \quad (6.1)$$

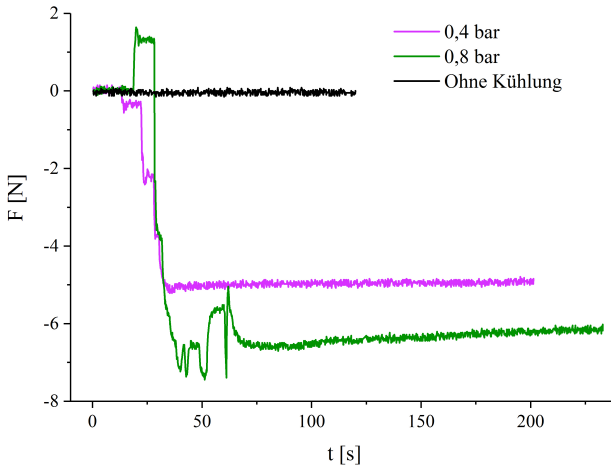


Abbildung 6.6: Gemessene Kraftverläufe während des Einschaltens der Kühlung mit 0,4 und 0,8 bar. Als Vergleich ein Kraftverlauf ohne Kühlung gezeigt.

unter Verwendung von vier repräsentativen Eindringtiefen ( $h_1 = 25,92$   $h_2 = 25,25$   $h_3 = 20,06$   $h_4 = 15,97$ ) bestimmt. Durch die Anwendung dieses Faktors auf die Kraftwerte wird die Steigung der Be- und Entlastungskurven der Referenzmessung angepasst. Die Kurven des KAHTI sind somit deckungsgleich mit denen der Referenzanlage und dadurch kalibriert. Der hier ermittelte Kalibrierfaktor  $\gamma = 0,952$  wirkt dem in [2] berechneten Faktor  $\kappa = 1,038$  entgegen und hebt ihn dadurch fast vollständig auf. Die Ursache für diese Überschätzung des Kalibrierfaktors in [2] wird in der für die Berechnung verwendeten Federrate der Schläuche vermutet. Diese entstammt den Herstellerangaben. Spannungen aufgrund der Einbausituation, sowie die Auswirkungen des Kühlmediums wurden nicht berücksichtigt. Der Faktor  $\kappa$  wird bei der Datenaufnahme durch *LabVIEW* automatisch auf die Werte der Kraftmessdose angewendet und ist somit in den Rohdaten enthalten. Daraus folgt, dass auf alle Last-Eindringtiefenkurven dieser Arbeit der Faktor  $\gamma$  angewendet werden muss. Für zukünftige Härtemessungen

kann in *LabVIEW* der Faktor  $\kappa$  angepasst werden.

Um einen weiteren methodischen Einfluss des Kühlmitteldrucks auf die Messungen auszuschließen, wird für alle folgenden Versuche in dieser Arbeit ein Druck von 0,4 bar festgelegt. Des Weiteren folgt aus den Beobachtungen eine Wartezeit von 20 Minuten nach dem Einschalten der Kühlung, bis zur ersten Härtemessung. Diese Zeit wird benötigt, damit sich das System stabilisiert. Die bleibende Differenz hat keinen Einfluss, da die Kraft beim Start jeder Messung zu Null gesetzt wird.

## **6.4 Vergleich des KAHTI mit der Referenzanlage Z2.5**

In diesem Kapitel sollen registrierenden Härtemessungen des KAHTI mit denen der Referenzanlage Z2.5 verglichen werden. Dadurch wird der Einfluss gezeigt, den die Korrekturen aus Kapitel 6.2 und 6.3 auf die Härtewerte haben.

In [2] wurde der KAHTI zunächst durch einen Vergleich von klassisch ermittelten Härtewerten verifiziert. Zudem wurde bei steigender Temperatur eine Zunahme der Eindringtiefe und eine konstante Steigung der Entlastungsgerade gezeigt. Da dieses Verhalten den vorangestellten Erwartungen entspricht, wurden die aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven als verifiziert angesehen.

Ein Vergleich der Werte, gewonnen aus den Last-Eindringtiefenkurven beider Anlagen, wurde in [2] jedoch nicht durchgeführt. Dies soll im Folgenden geschehen. Hierfür werden die in Kapitel 6.2 und 6.3 beschriebenen Korrekturen auf die Rohdaten des KAHTI angewendet. Die aus den korrigierten Last-Eindringtiefenkurven gewonnenen Härtewerte werden Messungen der Referenzanlage gegenübergestellt. Dieser Vergleich ermöglicht eine Verifizierung der registrierenden Härtemessung des KAHTI. Zusätzlich kann darüber der Einfluss beider Korrekturen auf die ermittelten Härtewerte gezeigt werden.

### 6.4.1 Experimentelles Vorgehen

Mit dem KAHTI werden Härtemessungen an *EUROFER97 Anl.* bei Raumtemperatur durchgeführt. Um systematische Abweichungen festzustellen, werden Härteeindrücke mit einer Vickers-Pyramide und unterschiedlichen Maximallasten in die Probe eingebracht. Diese entsprechen den Verfahren *HV 0.5*, *HV 2* und *HV 5*. Die verwendete Probe wird gemäß Kapitel 4.3 präpariert. Be- und Entlastungsrate während der Härtemessung betragen 1 N/s. Die Maximallasten werden für 14 s gehalten. Für jede Maximallast werden fünf Messungen durchgeführt. Die aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven werden zunächst gemäß Kapitel 6.2 nullpunktkorrigiert. Anschließend erfolgt die Korrektur des Kraftwerts gemäß Kapitel 6.3. Für jeden Korrekturschritt wird die Härte gemäß Gleichung 2.11 nach Martens bestimmt. Für eine Verifizierung werden die ermittelten Werte mit denen der Referenzanlage aus Kapitel 6.1 verglichen.

### 6.4.2 Ergebnisse und Diskussion

Die ermittelten Härtewerte sind in Tabelle A.5 aufgeführt und in Abbildung 6.7 über die verwendeten Maximallasten aufgetragen. Wie bereits in Kapitel 6.1 gezeigt, nehmen die Härtewerte mit zunehmender Maximallast ab. Die Härtewerte aus den Rohdaten des KAHTI, welche den in [2] ermittelten Faktor  $\kappa$  bereits enthalten, liegen zwischen 132 und 79 HV über den Werten der Referenzanlage. Durch die Nullpunktkorrektur nehmen die Werte des KAHTI ab und nähern sich so entscheidend denen der Referenzanlage an. An den Vertrauensintervallen ist zudem eine Abnahme der Streuung zu erkennen. Nach der zusätzlichen Korrektur der Kraftwerte um den Faktor  $\gamma$  verringern sich die mit Gleichung 2.11 berechneten Werte zusätzlich und nähern sich denen der Referenzanlage weiter an. So unterscheiden sich die *HV 5*-Werte aus den vollständig korrigierten Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI von denen der Referenzanlage um 9 HV. Dabei zeigen die Ergebnisse des KAHTI mit einem Vertrauensintervall von 3 HV eine geringere

Streuung, als die Ergebnisse der Referenzanlage mit einem Vertrauensintervall von 12 HV.

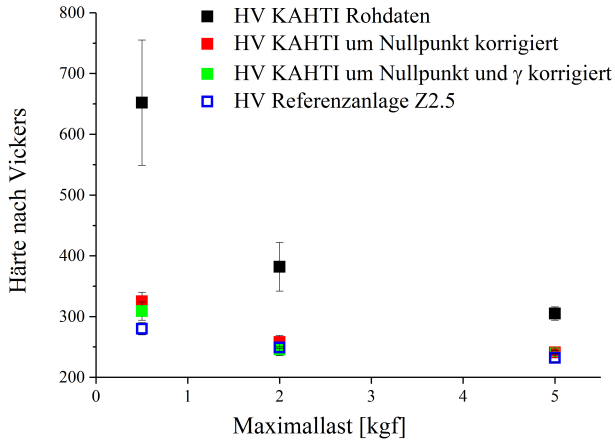


Abbildung 6.7: Ermittelte Härtewerte an *EUROFER97 Anl.*, aufgetragen über die verwendete Maximallast. Gezeigt sind die Ergebnisse der Rohdaten sowie der schrittweise korrigierten Daten. Als Referenz sind Härtewerte der Z2.5 dargestellt.

Die gezeigten Ergebnisse bestätigen die in Kapitel 6.2 und 6.3 vorgeschlagenen Korrekturen als geeignet, um repräsentative Härtewerte aus den Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI abzuleiten. Neben einer Annäherung der ermittelten Härte an die Referenzwerte, bewirken die Korrekturen eine verbesserte Reproduzierbarkeit, wodurch sich die Breite des Vertrauensintervalls verringert. Ab HV 2-Messungen ist die registrierende Härtemessung mit dem KAHTI qualitativ gleichwertig mit denen der Referenzanlage. Dadurch ist es nun möglich, registrierende Härtemessungen des KAHTI mit etablierten Anlagen und Literaturdaten zu vergleichen.

## 6.5 Beurteilung aufgenommener Last-Eindringtiefenkurven

Die Wegaufnahme des KAHTI ermöglicht es, registrierende Härtemessungen bei hohen Temperaturen durchzuführen. Jedoch führt das verwendete optische Prinzip bei einem ungewollten Kippen der Probe während der Messung dazu, dass die Bewegung der aufgenommenen Reflektionsfläche nicht der Bewegung der Probe unter dem Eindringkörper entspricht. Eine repräsentative Aussage der Last-Eindringtiefenkurve über das elastisch-plastische Materialverhalten ist damit nicht mehr gegeben. Mit dem Ziel einer standardisierten Auswertung soll ein Kriterium bestimmt werden, mit dem es möglich ist, die Qualität aufgenommener Last-Eindringtiefenkurven abzuschätzen. So können fehlerbehaftete Messungen identifiziert und von einer Auswertung ausgeschlossen werden.

Die Problematik einer ungewollten Probenbewegung wurde bereits in [3] angesprochen und in zwei generelle Erscheinungstypen unterteilt: Eine einmalige Probenbewegung während der ersten Härteprüfung wurde als *Setzeffekt* bezeichnet. In diesem Fall liegt die Probe nicht plan auf dem Probentisch. Durch die Belastung während der Härtemessung kommt es zu einer Verschiebung, bis eine feste Position erreicht ist. Ein solcher Setzeffekt ist hauptsächlich auf den Einbauvorgang der Probe zurückzuführen.

Des Weiteren ist es möglich, dass die Federkraft der Probenhalterung die Probe während der Entlastung zurück in die Ausgangsposition drückt. Die Bewegung ist damit reversibel und tritt bei jeder Härtemessung der betroffenen Probe auf. Solche Bewegungen sind teilweise sehr gering und damit nicht offensichtlich zu erkennen. Ein solches Verhalten wird durch Unebenheiten oder fehlende Orthogonalität der Probenoberflächen begünstigt.

Um beide Effekte zu vermeiden, wurde in [3] äußerste Sorgfalt bei der Präparation, dem Transport und Einbau der Probe empfohlen. Darüber hinaus soll jede Last-Eindringtiefenkurve im Hinblick auf diese Effekte kritisch betrachtet und offensichtlich beeinflusste Last-Eindringtiefenkurven von der



Auswertung ausgeschlossen werden.

In [2] fand eine Plausibilitätsprüfung der registrierenden Härtemessung anhand der Entlastungskurve statt. Diese enthält in der Steigung des Anfangsbereichs den Eindringmodul. Ebenso wie der Elastizitätsmodul ist dieser lediglich von den Atombindungen abhängig [50]. Durch eine Zunahme der Gitterschwingungen (=Temperatur) vergrößern sich die Atomabstände, wodurch die Atombindungen abnehmen. Makroskopisch nimmt dadurch der Elastizitätsmodul mit zunehmender Temperatur annähernd linear ab [46]. Gitterdefekte wie z.B Frenkel-Paare oder Versetzungen beeinflussen die Atombindungen jedoch nicht. Daher wird angenommen, dass der Eindringmodul auch unabhängig von neutroneninduzierten Defekten und damit vom Bestrahlungs- bzw. Schädigungszustand ist. Diese Annahme begrenzt sich jedoch auf die geringe Menge an neutroneninduziertem Helium in *EUROFER97*. Bei den neutronenbestrahlten ADS-Legierungen ist anzunehmen, dass der hohe Gehalt an resultierendem Helium bzw. dessen Auswirkungen auf die metallischen Bindungen im Gitter nicht vernachlässigbar ist.

Da Eindring- und Elastizitätsmodul auf der gleichen physikalischen Ursache beruhen können sie gleichgesetzt werden, wenn kein signifikantes Einsinken oder Aufwölben in der Umgebung des Eindrucks auftritt. Da für die folgende Untersuchung ein relativer Vergleich angestrebt ist, wird das Aufwölungsverhalten des *EUROFER97* vernachlässigt. Für die Temperaturabhängigkeit des Eindringmoduls  $E_{it}(T)$  kann somit die Gleichung

$$E(T) = E(0K) * (1 - 0,5 * \frac{T}{T_m}) \quad (6.2)$$

[100] verwendet werden, welche für den Elastizitätsmodul  $E(T)$  formuliert ist. Diese gilt für Temperaturen in Kelvin und ist auf einen Bereich bis zur halben Schmelztemperatur des betrachteten Materials begrenzt. Bei höheren Temperaturen ist dieser linearer Zusammenhang nicht mehr gegeben. Dabei ist die Schmelztemperatur von *EUROFER97*  $T_m = 1450 \text{ °C} = 1723 \text{ K}$  [101]. Durch die oben beschriebenen Zusammenhänge zeigt sich der ermittelte

Probe	$T_{irr}$ [°C]	$T_{test}$ [°C]	Anzahl betrachteter Experimenten
A8	Unbestrahlt	20	4
YA03	250	20	3
		250	3
YA07	300	20	3
		300	3
YA17	350	20	2
		350	3

Tabelle 6.2: Ausgewählte Härtemessungen aus Kapitel 7.1.

Eindringmodul als geeignetes Beurteilungskriterium für die Qualität aufgenommener Last-Eindringtiefenkurven. Im Folgenden wird das entsprechende Kriterium definiert und es sollen sowohl das Potential als auch die Grenzen dieses Kriteriums untersucht werden. Hierfür wird an ausgewählten Messungen die Abweichung des Eindringmoduls mit der Abweichung der Härte verglichen. Aus den so gewonnenen Erkenntnissen sollen Grenzen für die Verwertbarkeit der Last-Eindringtiefenkurven abgeleitet werden.

### 6.5.1 Experimentelles Vorgehen

Die zuvor beschriebene Korrelation zwischen korrekt ermittelten Eindringmoduli und Härtewerten wird an ausgewählten *HV 5*-Messungen aus Kapitel 7.1 untersucht. Für eine möglichst allgemeingültige Aussage eignen sich Proben, die den relevanten Härtebereich abdecken. Um einen methodischen Einfluss auszuschließen, sind die Untersuchungen auf Messungen beschränkt, die mit einer Diamantspitze durchgeführt wurden. Alle verwendeten Proben, Testtemperaturen, sowie die Anzahl der jeweiligen Härtemessungen sind in Tabelle 6.2 aufgelistet.

Aus jeder Last-Eindringtiefenkurve wird gemäß Kapitel 2.5.2 der Eindringmodul bestimmt. Für die Ausgleichsgerade werden die oberen 40 % der Entlastungskurve verwendet. Diese wird durch die Software *OriginPro*, unter Verwendung der *Methode der kleinsten Quadrate* berechnet und deren Steigung  $S$  bestimmt. Als projizierte Kontaktfläche  $A_p(h_c)$  wird unter Vernachlässigung vom Aufwölbungsverhalten, die Fläche bei maximaler Eindringtiefe  $A_p(h_{max})$  verwendet. Dabei gilt für die Geometrie einer Vickers-Pyramide  $A_p(h) = 24,5 * h^2$ . Für den Eindringkörper aus Diamant wird gemäß [102]  $\nu_i = 0,2$  und  $E_i = 1000 \text{ GPa}$  eingesetzt. Für metallische Werkstoffe gilt allgemein  $\nu_p = 0,3$ .

Die prozentuale Abweichung  $\Delta E_{it}$  der Eindringmoduli  $E_{it}(F - h)$  aus den Messungen in Tabelle 6.2 von deren temperaturabhängigen Erwartungswerten  $E_{it}(T)$  werden über

$$\Delta E_{it}[\%] = \frac{|E_{it}(T) - E_{it}(F - h)|}{E_{it}(T)} * 100 \quad (6.3)$$

berechnet.

Als Referenzwert für die Ergebnisse der registrierenden Härtemessung wird jedes Experiment zusätzlich klassisch, durch die Vermessung der Eindruckdiagonalen am REM ausgewertet. Die prozentuale Abweichung  $\Delta HV 5$  von den Werten der klassischen Härtemessung gemäß

$$\Delta HV 5[\%] = \frac{|HV(REM) - HV(F - h)|}{HV(REM)} * 100, \quad (6.4)$$

soll einen Rückschluss auf die Qualität der registrierenden Härtemessungen ermöglichen.

## 6.5.2 Ergebnisse und Diskussion

Alle ermittelten Ergebnisse sind in Tabelle A.6 aufgeführt. Hier zeigt sich die Last-Eindringtiefenkurve des zweiten Versuchs an Probe A8 als ideal, da

sich die Härtewerte beider Methoden nicht unterscheiden. Daher wird der zugehörige Eindringmodul von 165 GPa ebenfalls als ideal angenommen. Daraus errechnet sich der Eindringmodul am absoluten Nullpunkt  $E_{it}(0K)$  in Gleichung 6.2 zu 180 GPa. Mit diesem Wert werden die Erwartungswerte für alle Versuchstemperaturen berechnet.

In Abbildung 6.8 sind die Abweichungen der registrierenden von der klassischen Härtemessungen über den Abweichungen der Eindringmoduli von den temperaturabhängigen Erwartungswerten aufgetragen. Es zeigt sich, dass hohe  $\Delta HV$ -Werte immer mit hohen  $\Delta E_{it}$ -Werten einhergehen. Umgekehrt ist dieser Zusammenhang jedoch nicht gegeben. So gehen hohe  $\Delta E_{it}$ -Werte nicht zwingend mit hohen  $\Delta HV$ -Werten einher.

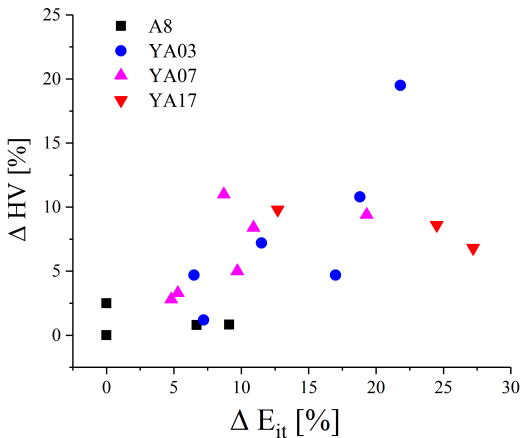


Abbildung 6.8: Abweichungen der registrierenden von der klassischen Härtemessung, aufgetragen über die Abweichung der einzelnen Eindringmoduli von deren temperaturabhängigen Erwartungswerten.

Daraus lässt sich ableiten, dass sich der Eindringmodul als hinreichende Beurteilungsgrundlage für die Qualität von Last-Eindringtiefenkurven eignet. Somit kann aus den dargestellten Ergebnissen ein konkretes Beurteilungs-

kriterium abgeleitet werden: Eine maximal tolerierbare Abweichung des Eindringmoduls vom Erwartungswert gibt einen Hinweis auf nicht tolerierbare hohe Abweichungen der registrierenden von der klassischen Härtemessung.

Für die Beurteilung von Einzelmessungen wird für diese Arbeit das Kriterium wie folgt definiert: Es wird eine maximale Abweichung der registrierenden Härteprüfung gegenüber der klassischen unter 5 % gefordert. Um dies abzusichern darf der ermittelte Eindringmodul gemäß Abbildung 6.8 höchstens 7 % vom Erwartungswert abweichen. Wird dieses Kriterium nicht erfüllt, kann eine Abweichung des Härtewertes über der geforderten Grenze nicht mehr ausgeschlossen werden. In diesem Fall muss die Härte klassisch durch eine Vermessung des resultierenden Eindrucks bestimmt werden. Weiterhin müssen offensichtlich fehlerbehaftete Last-Eindringtiefenkurven im Vorhinein von der Auswertung ausgeschlossen werden.

In der vorliegenden Untersuchung wird dieses Kriterium hauptsächlich von unbestrahlten Proben erfüllt, während Messungen an bestrahlten Proben meist über der geforderten Abweichung liegen. Die hohe Anzahl an Last-Eindringtiefenkurven, die nicht den geforderten Qualitätskriterien entsprechen, wird zum einen der Probenpräparation und zum anderen der Probenhalterung des KAHTI zugeschrieben. Während die unbestrahlte Probe auf herkömmliche Weise präpariert wird, findet die Präparation der bestrahlten Proben innerhalb einer Heißen Zelle über *Master-Salve-Manipulatoren* statt. Dadurch ist die Präzision der Präparation beeinträchtigt und eine Orthogonalität bzw. Planparallelität der Probenoberflächen ist nicht gegeben. Im Zusammenspiel mit der Probenhalterung kommt es zu den zuvor beschriebenen Bewegungen der Probe. Eine Abhilfe hierfür besteht in einer Umrüstung der Probenhalterung: Wird die fixierende Klemmkraft über eine Schraube anstatt einer Feder aufgebracht, können sich ungewollte Probenbewegungen trotz fehlender Orthogonalität bzw. Planparallelität auf den Setzeffekt reduzieren lassen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird eine solche Umrüstung nicht durchgeführt, da dies innerhalb der Heißen Zelle

mit einem hohen zeitlichen Aufwand verbunden ist und nicht zur Beantwortung der zentralen Fragestellungen beiträgt.

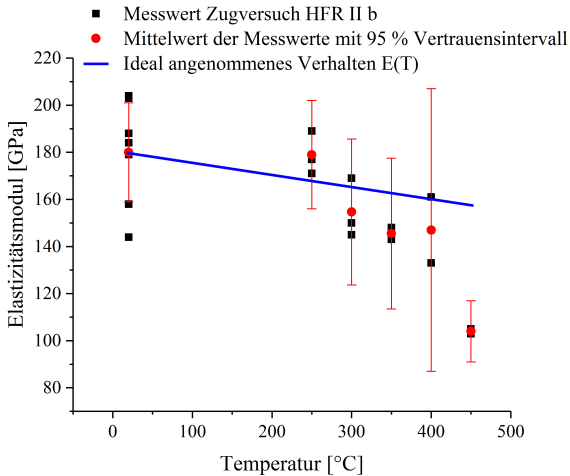


Abbildung 6.9: Elastizitätsmoduli von *EUROFER97 Anl.* aus dem Bestrahlungsprogramm HFR IIb, aufgetragen über die Prüftemperatur. Zusätzlich sind die resultierenden Mittelwerte mit den zugehörigen Vertrauensintervallen eingezeichnet. Dem gegenübergestellt ist das ideal angenommene Verhalten  $E(T)$ . Die Werte der Elastizitätsmoduli wurden aus Zugversuchsdaten zu der Arbeit [103] bestimmt.

Das hier gezeigte Verfahren und daraus abgeleitete Beurteilungskriterium ist auf den Temperaturbereich bis 400 °C beschränkt. Bei höheren Temperaturen weicht das elastische Verhalten des *EUROFER97* zunehmend von Gleichung 6.2 ab. Dies wird in Abbildung 6.9 verdeutlicht. Hier sind aus dem Zugversuch bestimmte Elastizitätsmoduli über die zugehörige Prüftemperatur aufgetragen. Die Werte weisen zwar eine hohe Streuung auf, lassen aber innerhalb des Vertrauensintervalls und bis zu einer Temperatur von 400 °C den erwarteten linearen Verlauf erkennen. Bei höheren Temperaturen ist dies nicht mehr gegeben, wodurch sich auch der Anwendungs-

bereich des hier vorgestellten Beurteilungsverfahrens auf Temperaturen bis 400 °C begrenzt.

## 6.6 Temperaturmessung an der Indenterspitze

Die in Kapitel 4.1.3 vorgestellte Temperaturmessung der Probe und des Indenters wurde in [2] und [3] verifiziert. Die Temperatur des Indenters wird in einer Bohrung im Indenterschaft, direkt oberhalb des Eindringkörpers gemessen. Das Thermoelement wird durch eine Ringschelle am Indenterkragen fixiert (siehe Kapitel 4.1.5). Die Thermoelementleitung ist durch eine Steckverbindung unterbrochen. So kann bei einem Wechsel des Indenters das Thermoelement außerhalb der Heißen Zelle befestigt werden und muss innerhalb der Heißen Zelle lediglich über die Steckverbindung mit der Messleitung verbunden werden. Diese Steckverbindung ist somit unerlässlich für die Nutzung des KAHTI innerhalb der Heißen Zelle.

Die verwendeten Stecker der Firma *LEMO* besitzen vergoldete Kontakte, welche über Lötstellen mit den Messleitungen verbunden sind. Aufgrund des thermoelektrischen Effekts sind an den Kontaktpunkten von Lot, Gold und Messleitung thermoelektrische Spannungen möglich. Durch die Kontaktreihenfolge innerhalb des Steckers sind die Thermospannungen der beiden Steckerenden entgegengesetzt. Bei einer homogenen Temperaturverteilung innerhalb des Steckers tritt also keine störende Nettospannung auf. In [3] wurde gezeigt, dass sich die Steckverbindung bei einer Prüftemperatur von 550 °C lediglich auf 85 °C erwärmt. Weiterhin wurde angenommen, dass diese Erwärmung gleichmäßig an beiden Steckerenden stattfindet. Ein Einfluss der Steckverbindung auf die Temperaturmessung wurde daher ausgeschlossen.

Im Laufe der vorliegenden Arbeit werden jedoch Unregelmäßigkeiten in der Temperaturmessung des Indenters festgestellt. So verläuft die gemessene Temperatur während des Abkühlvorgangs nicht plausibel.

In Abbildung 6.13 ist ein Kühlverlauf des Indenters gezeigt, dessen Thermo-

elementleitung durch eine *LEMO*-Steckverbindung unterbrochen ist. Zum Vergleich ist der Temperaturverlauf der Probe dargestellt, deren Thermoelement keine Steckverbindung in der Leitung besitzt. Es ist zu sehen, dass die gemessene Indentertemperatur unterhalb des Gefrierpunktes und somit weit unterhalb der Temperatur des Kühlmediums ( $\approx 17\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) fällt. Da ein solcher Temperaturverlauf physikalisch ausgeschlossen ist, muss die Temperaturmessung fehlerbehaftet sein.

Diese Beobachtung tritt unregelmäßig auf, weshalb die Steckverbindung als Fehlerquelle vermutet wird. Durch die benötigte Beweglichkeit des Steckers variiert dessen Position innerhalb der Vakuumkammer unkontrolliert durch jedes Öffnen bzw. Schließen der Vakuumglocke. Ein Kontakt der Steckverbindung mit der kühlen Wand der Vakuumkammer oder dem erwärmten Probentisch könnte so zu inhomogenen Erwärmungen und damit zu einer Nettospannung innerhalb des Steckers führen. Diese Störspannung überlagert die Thermospannung der Messspitze und führt somit zu fehlerhaften Temperaturwerten.

Da eine Steckverbindung an sich, ebenso wie die Beweglichkeit der Thermoelementleitung unumgänglich ist, wird eine Alternative zu der verbauten Steckverbindung gesucht. Um den thermoelektrischen Effekt innerhalb der Steckverbindung zu vermeiden, müssen die Kontakte aus dem gleichen Material wie die jeweilige Thermoelementleitung bestehen. Hierfür eignet sich eine Steckverbindung der Firma *OMEGA* mit der Handelsbezeichnung *SHX*. Die Leitungen werden mittels Schrauben an den Kontakten der Steckverbindung befestigt, welche ebenfalls aus den zugehörigen Thermoelementmaterialien bestehen. Abbildung 6.10 zeigt die beiden Messketten zur Temperaturmessung des Indenters. Am rechten Ende befinden sich die Messspitzen mit den Ringschellen zur Befestigung. Links befinden sich die Verbindungen zur Ausgleichsleitung am Flansch der Vakuumkammer.

Im Folgenden soll der vorhandene Stecker eindeutig als Fehlerquelle identifiziert und die Zuverlässigkeit des *OMEGA*-Steckers überprüft werden.



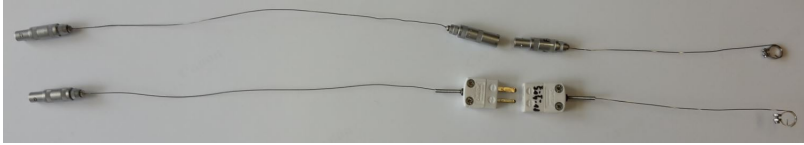


Abbildung 6.10: Verwendete Messketten zur Temperaturmessung des Indenters mit einer *LEMO*-Steckverbindung (oben) und der *OMEGA*-Steckverbindung (unten).

### 6.6.1 Experimentelles Vorgehen

Die im KAHTI eingesetzte Messkette und die gleiche Messkette mit der beschriebenen *OMEGA*-Steckverbindung werden durch den in Abbildung 6.11 dargestellten Versuchsaufbau überprüft.



Abbildung 6.11: Versuchsaufbau zur Überprüfung der Steckverbindungen auf Wärmeempfindlichkeit.

Die Messspitze der jeweiligen Messkette ist in einem Wasserbad mit einer konstanten Temperatur von  $19\text{ }^{\circ}\text{C}$  befestigt (1). Um die Erwärmung der Steckverbindungen zu simulieren, werden diese nun in ein weiteres Wasserbad mit einer Temperatur von ca.  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  getaucht (2). Um einen direkten

Kontakt der Steckverbindungen mit dem Wasser zu vermeiden, sind diese Wasserdicht in einem Schrumpfschlauch verpackt (3). Um eine einseitige bzw. homogene Erwärmung zu simuliert, werden die Stecker einseitig bzw. vollständig eingetaucht. Die gemessene Temperatur der gesamten Messkette wird an der Verbindung zur Ausgleichsleitung (4) durch ein Multimeter (5) ausgelesen. Nach dem Eintauchen wird die gemessene Temperatur über einen Zeitraum von 15 Minuten beobachtet.

## 6.6.2 Ergebnisse und Diskussion

Die gemessene Temperatur beider Messketten ist in Abbildung 6.12 über die Zeit aufgetragen. Der Zeitpunkt  $t = 0$  ist der Moment, in dem die Steckverbindungen eingetaucht werden. Es zeigt sich für beide Messketten kein Einfluss auf die Temperaturmessung durch ein vollständiges Eintauchen der Stecker. Werden die Stecker jedoch einseitig eingetaucht, fällt an der Messkette mit dem *LEMO*-Stecker die gemessene Temperatur deutlich ab. Nach einem erneuten Anstieg nimmt die Temperatur einen konstanten Wert unterhalb des realen an. Im Gegensatz dazu zeigt die Messkette mit dem *OMEGA*-Stecker eine konstante und korrekte Temperatur an.

Das Ergebnis bestätigt die in [3] getroffene Annahme, dass ein homogenes Erwärmen des herkömmlichen Steckers keinen Einfluss auf die Messung hat. Die anfängliche Schwankung ist auf eine ungleichmäßige Wärmeübertragung innerhalb des Schrumpfschlauchs zurück zu führen. Der rasche Abfall und erneute Anstieg der Temperatur sind auf den Wärmegradienten innerhalb des *LEMO*-Steckers zurück zu führen. Dieser ist kurz nach dem Eintauchen am höchsten und nimmt durch die thermische Leitung innerhalb des Steckers ab. Da sich das andere Ende an Luft befindet, stellt sich ein konstanter Gradient ein. Somit bleibt die Abweichung zwischen gemessener und realer Temperatur ebenfalls konstant. Damit ist bewiesen, dass ein Temperaturgradient innerhalb des herkömmlichen Steckers die Temperaturmessung beeinflusst. Darüber hinaus bestätigt sich, dass ein Austausch der

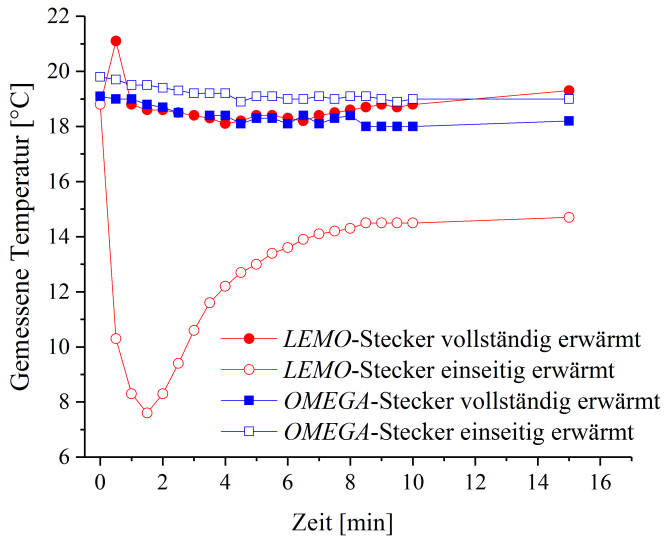


Abbildung 6.12: Verlauf der gemessenen Temperatur beider Messketten. Die Temperatur der Messkette mit dem *LEMO*-Stecker ist in Rot gezeigt. Die des *OMEGA*-Steckers in Blau. Die Messungen mit einseitiger Erwärmung sind durch leere Symbole, die mit homogener Erwärmung mit vollen Symbolen gekennzeichnet.

Steckverbindung fehlerhafte Temperaturmessungen vermeidet.

Eine Intervention<sup>1</sup> zum Austausch der Messkette ist dadurch gerechtfertigt und wird durchgeführt. Um weiteren temperaturbedingten Problemen vorzubeugen, ist das Gehäuse des *OMEGA*-Steckers aus Aluminiumoxid gefertigt. Zusätzlich wird zum Vergießen der Thermoelemente ein Glaslot anstelle eines Epoxidharzes verwendet, da sich letzteres unter hohen Temperaturen zersetzt oder enthaltene Weichmacher ausdampfen.

Nach dem erfolgreichen Austausch des Steckers wird die Temperaturmes-

<sup>1</sup> Intervention bezeichnet das Begehen des Innenraums einer Heißen Zelle. Aus Gründen der Sicherheit und Logistik ist dies mit einem erheblichen zeitlichen und personellen Aufwand verbunden.

sung des Indenters erneut überprüft. Die Anlage wird über eine Stunde bei 350 °C gehalten. Der darauf folgende Abkühlvorgang wird aufgezeichnet und in Abbildung 6.13 dem vorherigen Temperaturverlauf gegenübergestellt. Die gemessene Temperatur verhält sich plausibel.

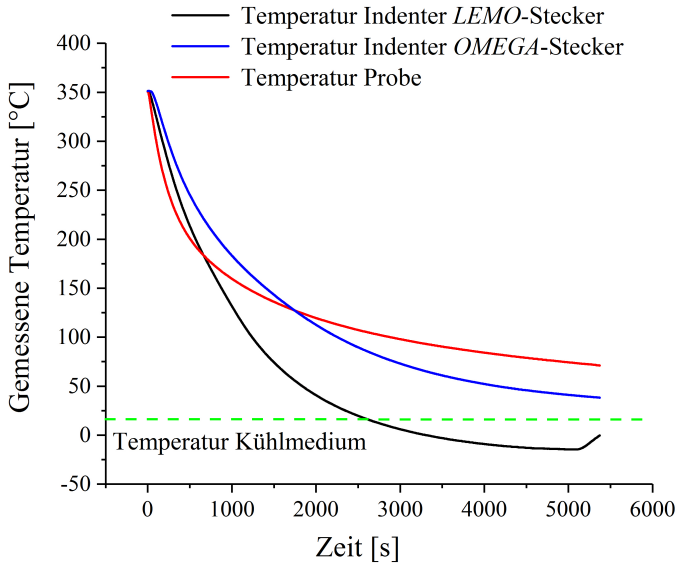


Abbildung 6.13: Temperaturverlauf des Indenters während dem Abkühlen von 350 °C auf Raumtemperatur, gemessen mit den unterschiedlichen Messketten. Als Referenz ist eine Abkühlkurve der Probe gezeigt.

## 6.7 Einfluss der Versuchstemperatur auf das Hintergrundrauschen der Wegmessung

Im Verlauf der vorliegenden Arbeit zeigt sich ein erhöhtes Hintergrundrauschen der Wegmessung bei erhöhten Versuchstemperaturen. In Abbildung 6.14 sind beispielhaft drei Last-Eindringtiefenkurven der Probe YA28 bei

unterschiedlichen Versuchstemperaturen gezeigt. Aus den drei Kurven ist ersichtlich, dass die Zunahme des Hintergrundrauschens entlang der Abszisse erfolgt. Daraus folgt, dass die Wegaufnahme von der Temperatur beeinflusst wird. Als Ursache wird vermutet, dass sich die gesamte Maschine trotz der Kühlung erwärmt. Eine solche Erwärmung verursacht in der Außenumgebung des Schauglases eine Änderung des Brechungsindex der Luft. Da der Brechungsindex von Gasen stark temperaturabhängig ist und Probe und Indenter durch das Schauglas über ein Fernfeldmikroskop betrachtet werden, kann dies einen hohen Einfluss auf die optische Wegmessung haben. Diese Vermutung soll im Folgenden überprüft und eine Abhilfe erarbeitet werden.

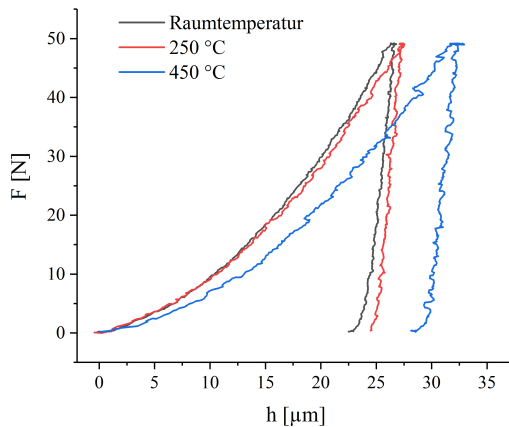


Abbildung 6.14: Drei beispielhafte Last-Eindringtiefenkurven von Härteprüfungen an der Probe YA28. Eine Zunahme des Hintergrundrauschens mit erhöhter Versuchstemperatur ist erkennbar.

### 6.7.1 Experimentelles Vorgehen

Um die vorangegangene Vermutung eines Hitzezflimmerns zu bestätigen, soll das Rauschen in der Wegmessung mit der Temperatur am Schauglas korreliert werden.

Für eine Quantifizierung des Rauschens wird nur die Bewegung der Probe betrachtet. Dies repräsentiert am besten ein temperaturbedingtes Rauschen, da hier im Vergleich zur Indentersäule der Kühlmittelfluss einen geringeren Anteil zum Hintergrundrauschen beiträgt. Die gemessene Bewegung wird über die Zeit aufgetragen. Mittels des Programms *OriginPro 2017* wird die Streubreite der Bewegung im Sinne einer Standardabweichung von der Ausgleichsgerade berechnet.

Die Temperatur wird durch ein Thermoelement (Typ K) am Schauglas gemessen. Indenter und Probe werden auf 650 °C geheizt und bei dieser Temperatur gehalten. Wie zuvor beschrieben nimmt dadurch die Temperatur am Schauglas über die Zeit zu.

Die Bewegung der Probe wird bei Temperaturen des Schauglases von 20,6 °C, 23,6 °C, 26,3 °C, 30,4 °C und 31,7 °C eine Minute lang aufgenommen.

### 6.7.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Wegmessungen der Probe bei unterschiedlichen Temperaturen des Schauglases sind in Abbildung B.1 (a) - (e) über die Zeit aufgetragen. Mit zunehmender Temperatur ist eine Zunahme der Streubreite zu erkennen. Dies ist in Abbildung 6.15 verdeutlicht. Hier sind die Streubreiten der einzelnen Messungen über die jeweilige Temperatur des Schauglases aufgetragen.

Der Zusammenhang zwischen Streubreite und Temperatur bestätigt die Vermutung, dass es durch die Erwärmung des Schauglases zu einem Hitzezflimmern kommt.

Eine Möglichkeit zur Abhilfe ist eine Kühlung des Schauglases. Hierfür eignet sich ein Gebläse, welches direkt auf das Schauglas gerichtet wird. Dadurch ist ein Temperatúrausgleich zur Umgebung gewährleistet. Zudem

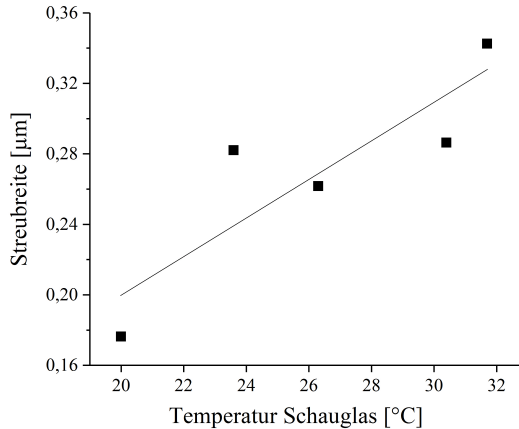


Abbildung 6.15: Streubreite der Wegmessung um eine Ausgleichsgerade, aufgetragen über die Temperatur am Schauglas.

kann ein Gebläse sehr variabel in der Heißen Zelle installiert werden und beeinflusst kein anderes System des KAHTI.

Wie zu Anfang dieses Kapitels erwähnt, fiel das beschriebene Hintergrundrauschen über den Verlauf der vorliegenden Arbeit hinweg auf. Die hier dargestellten Untersuchungen, welche die Vermutung eines Hitzeflimmerns bestätigen, liegen erst zum Ende der experimentellen Phase vor. Daher wird die vorgeschlagene Abhilfe in der vorliegenden Arbeit selbst nicht angewendet und damit auch nicht abschließend bewiesen.

## 6.8 Auswirkungen von Imperfektionen des Eindringkörpers auf Härtemessungen

Diamant zeigt als thermodynamisch metastabile Modifikation des Kohlenstoffs bei erhöhten Temperaturen zunehmend Oxidation und Diffusion. Letzteres begünstigt besonders bei Härteprüfungen an eisenhaltigen Pro-

ben den Verschleiß der Indenterspitze. Basierend auf den Erkenntnissen aus [104] wird in dieser Arbeit die maximale Prüftemperatur für Eindringkörper aus Diamant auf 350 °C begrenzt.

Für höhere Temperaturen wurde in [2] der Einsatz von Saphir vorgeschlagen. Dieser ist bei hohen Temperaturen beständiger gegenüber Diffusion und Oxidation, jedoch empfindlicher gegenüber mechanischen Belastungen. In [3] wurde gezeigt, wie ein sphärischer Eindringkörper mit einem Radius von 200  $\mu\text{m}$  bei Prüfungen an *EUROFER97* mit 40 N bereits deutliche Beschädigungen erfährt. Um repräsentative Härtewerte bei höheren Temperaturen mittels Saphir zu erzielen, ist es nötig das Ausmaß der Beschädigungen sowie deren Einfluss auf die Härtemessungen zu bestimmen. Darüber hinaus soll untersucht werden, wie die Auswirkungen der entstandenen Imperfektionen kompensiert werden können.

Bei registrierenden Härtemessungen im Bereich von Nanometern ist der Umgang mit Imperfektionen Routine. In dieser Größenordnung haben bereits die fertigungsbedingten Abweichungen der realen Geometrie vom Ideal einen so erheblichen Einfluss, dass die Flächenfunktion für jeden Eindringkörper bestimmt werden muss. Für die Makroindentation wird dies in [20] lediglich für Eindringtiefen unter 6  $\mu\text{m}$  gefordert, da primär der Spitzenbereich betroffen ist und der Einfluss mit zunehmender Eindringtiefe abnimmt.

Die Flächenfunktion kann direkt oder indirekt bestimmt werden. Eine direkte Bestimmung erfolgt über ein Rasterkraftmikroskop (AFM für engl. *Atomic force microscope*) oder ein REM. Indirekt ist es möglich, die Flächenfunktion an einer Probe mit bekannter Härte über die Last-Eindringtiefenkurve zu bestimmen.

Im Folgenden soll die mechanische Beständigkeit von Vickerspyramiden aus Saphir untersucht werden. Geometrisch bedingt erfahren sowohl die Spitze als auch die Kanten während einer Härteprüfung Spannungskonzentrationen. Daher sind besonders an diesen Stellen Beschädigungen zu erwarten. Zunächst soll überprüft werden, ob sich alle Spannungskonzentrationen



durch eine einmalige Beschädigung abbauen und die so entstandene Form weitere Spannungsüberhöhungen vermeidet. Damit wäre die Imperfektion über den Verlauf weiterer Härteprüfungen konstant. Darüber hinaus soll gezeigt werden, dass es mittels der wahren Flächenfunktion möglich ist, auch mit Imperfektionen am Eindringkörper repräsentative Härtewerte zu ermitteln.

### 6.8.1 Experimentelles Vorgehen

Für die oben genannten Untersuchungsziele wird ein bereits beschädigter Eindringkörper aus Saphir verwendet. Dieser wird im Folgenden als Eindringkörper  $\textcircled{A}$  bezeichnet. Abbildung 6.16 zeigt einen Eindruck des Eindringkörpers  $\textcircled{A}$  in *EUROFER97*. Dieser Eindruck bildet die Oberfläche des Eindringkörpers ab. Daher ist es möglich, die Flächenfunktion des Eindringkörpers über eine dreidimensionale Vermessung des Eindrucks am REM abzuschätzen.

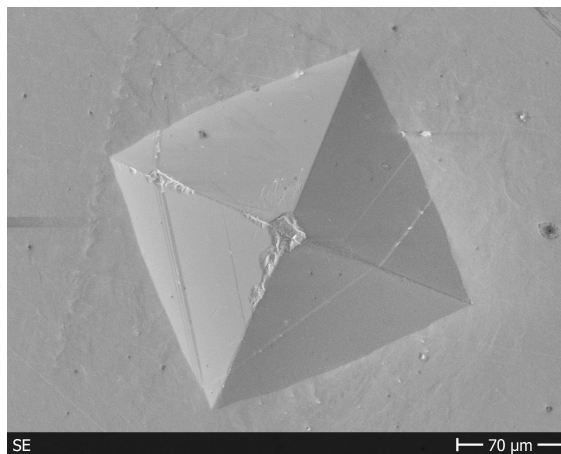


Abbildung 6.16: Oberfläche des verwendeten Eindringkörpers  $\textcircled{A}$  aus Saphir abgebildet durch einen Härteeindruck in *EUROFER97*.

Die wahre Flächenfunktion wird gemäß Abbildung 6.17 angenähert: Die

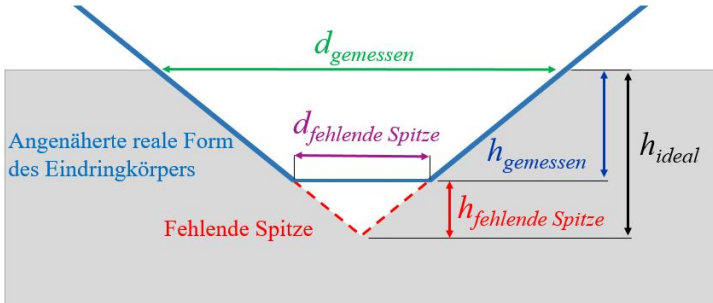


Abbildung 6.17: Schematische Darstellung des beschädigten Eindringkörpers aus Saphir.

Beschädigung der Spitze ist in nächster Näherung eine symmetrisch positionierte Ebene mit einer Flächennormalen entlang der Eindringrichtung. Die Auswirkungen der beschädigten Kanten sowie die Linien entlang der Mantelflächen auf die Flächenfunktion werden vernachlässigt. Vereinfacht ergibt sich so eine ideale Vickerspyramide, deren Spitze planparallel zur Grundfläche abgetragen ist. Die wahre Flächenfunktion in Abhängigkeit der gemessenen Eindringtiefe  $h$  ergibt sich somit zu

$$\begin{aligned}
 A_{\text{real}}(h_{\text{gemessen}}) &= \underbrace{A(h_{\text{gemessen}} + h_{\text{fehlende Spitze}})}_{A(h_{\text{ideal}})} \\
 &+ \underbrace{A(\text{Plateau}) - A(\text{fehlende Spitze})}_{\text{konstanter Flächenbeitrag}}.
 \end{aligned} \tag{6.5}$$

Für die klassische Auswertung über die Eindruckdiagonale  $d$  ergibt sich die wahre Flächenfunktion als

$$A_{\text{real}}(d_{\text{gemessen}}) = A(d_{\text{gemessen}}) + \underbrace{A(\text{Plateau}) - A(d_{\text{fehlende Spitze}})}_{\text{konstanter Flächenbeitrag}}. \tag{6.6}$$

Für beiden Gleichungen gilt  $d_{\text{plateau}} = d_{\text{fehlende Spitze}}$  gemäß der Darstellung in Abbildung 6.17.

Probe	$T_{irr}$ [°C]	$T_{test}$ [°C]	Experimente mit Saphir	Experimente mit Diamant
A9	Unbestrahlt	20	3	0
A17	Unbestrahlt	20	0	5
YA23	400	20	3	4
		250	4	3
YA28	450	20	3	4
		250	3	3

Tabelle 6.3: Versuchsmatrix zu den Untersuchungen der Imperfektion des Eindringkörpers  $\textcircled{A}$  aus Saphir.

Mit dem Eindringkörper  $\textcircled{A}$  werden *HV 5*-Prüfungen an bestrahlten und unbestrahlten *EUROFER97 Anl.*-Proben durchgeführt. Diese werden gemäß Kapitel 4.3 präpariert. Die Be- und Entlastungsrate beträgt 1 N/s, die Maximallast wird 14 Sekunden lang gehalten. Für einen Vergleich mit Referenzwerten werden alle Versuche mit einem unbeschädigtem Eindringkörper aus Diamant wiederholt. In Tabelle 6.3 sind die verwendeten Proben, sowie deren Bestrahlungszustände und Prüftemperaturen in einer Versuchsmatrix aufgelistet. Im Anschluss wird der Eindringkörper über dessen Eindrücke erneut vermessen, um die Konstanz der Flächenfunktion über alle Versuche hinweg zu bestätigen.

Da die registrierende Härtemessung anfälliger für störende Einflüsse ist, erfolgt die Berechnung der Härte klassisch. Hierfür wird die Diagonale  $d$  aus den REM-Aufnahmen bestimmt und die wahre Fläche über Gleichung 6.6 angenähert.

Um zu prüfen, ob es aufgrund der Spannungsüberhöhungen zwangsläufig zu einer Beschädigung kommt und ob dessen Verlauf reproduzierbar ist, werden weitere *HV 5*-Messungen mit einem unbeschädigten Eindringkörper  $\textcircled{B}$  an der Probe YA28 durchgeführt. Die Beurteilung des Schädigungsverlaufs erfolgt ebenfalls durch dreidimensionale Aufnahmen der resultierenden Eindrücke am REM.

## 6.8.2 Ergebnisse und Diskussion

Mit der beschriebenen Annäherung der Imperfektion anhand der REM-Aufnahme in Abbildung 6.16, wird eine quadratische Ebene mit einer Diagonalen von  $30,38 \mu\text{m}$  und einem Flächeninhalt von  $461,5 \mu\text{m}^2$  bestimmt. Aus der geometrischen Beziehung  $d = 7 * h$  der Vickerspyramide folgt, dass die Höhe der abgebrochenen Spitze  $4,34 \mu\text{m}$  beträgt. Die Vermessungen der weiteren Eindrücke des Eindringkörpers  $\textcircled{A}$  zeigen keine Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand. Der konstante Flächenbeitrag der Beschädigung zur angenäherten Flächenfunktion in Gleichung 6.5 und 6.6, beträgt durch die Beziehungen in Abbildung 6.17 und die allgemeine Flächenfunktion  $A(h) = 26,43 * h^2$  der Vickerspyramide somit

$$\begin{aligned}
 \text{Konstanter Flächenbeitrag} &= A(\text{Plateau}) - A(\text{fehlende Spitze}) \\
 &= \frac{1}{2} * d_{\text{Plateau}}^2 - 26,43 * h_{\text{fehlende Spitze}}^2 \quad (6.7) \\
 &= 0,5 * d_{\text{Plateau}}^2 - 0,539 * d_{\text{Plateau}}^2 \\
 &= -36,3 \mu\text{m}^2.
 \end{aligned}$$

Der Einfluss des konstanten Flächenbeitrags auf die absoluten Härtewerte ist relativ zur gesamten Fläche des Eindrucks und beträgt für die hier gezeigten Messungen unter  $0,5 \%$ .

Die ermittelten Härtewerte sind in Tabelle 6.4 aufgelistet. Hier zeigt sich, dass die korrigierten Härtewerte des Eindringkörpers  $\textcircled{A}$  im Rahmen des  $95 \%$ -Vertrauensintervalls mit den Referenzwerten übereinstimmen. Härtewerte ermittelt über den Eindringkörper aus Saphir sind tendenziell geringer, mit Ausnahme der Messung an Probe YA23 bei  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Abbildung B.2 zeigt den ersten Härteeindruck des Eindringkörpers  $\textcircled{B}$ . Hier ist eine deutliche Beschädigung zu erkennen, welche während der ersten Härteprüfung entstanden ist. Diese nimmt während zwei weiterer Härteprüfungen nicht weiter zu. Verglichen mit dem Eindringkörper  $\textcircled{A}$  unterscheidet sich jedoch der Schädigungsverlauf. Die Spannungsüberhöhungen verursa-

Probe	YA23		YA28		A9	A17
Spitzenmaterial	Diamant	Saphir	Diamant	Saphir	Saphir	Diamant
$T_{test} = 20^{\circ}\text{C}$	227±1	226±3	221±2	217±6	219±3	223±4
$T_{test} = 250^{\circ}\text{C}$	185±4	191±4	183±3	181±3		

Tabelle 6.4: Ermittelte Härte­werte für verschiedene *EUROFER97*-Proben durch den Eindringkörper  $\text{\textcircled{A}}$  mittels der wahren Flächenfunktion. Als Referenz sind die Härte­werte gemessen mit einem idealen Eindringkörper aus Diamant mit aufgeführt.

chen einen Bruch entlang einer Kante. Damit ändert sich die Flächenfunktion in abhängig von der Eindringtiefe.

Der ermittelte konstante Flächenbeitrag der Beschädigung am Eindringkörper  $\text{\textcircled{A}}$  ist für die hier gezeigten Eindringtiefen gering im Vergleich zu der Gesamtfläche. Die dadurch entstehenden Abweichungen bewegen sich innerhalb des ermittelten Vertrauensintervalls. Die annähernde Übereinstimmung der Härte­werte mit den Referenzwerten in Tabelle 6.4 zeigt, dass es trotz der Beschädigung des Eindringkörpers  $\text{\textcircled{A}}$  möglich ist, repräsentative Ergebnisse zu erzielen. Zudem bestätigen sich die für den Eindringkörper  $\text{\textcircled{A}}$  bestimmte Flächenfunktion sowie die zu Grunde liegenden Annäherungen dahingehend, dass die Werte der korrigierten Flächenfunktion näher an den Referenzwerten liegen, als es mit der Flächenfunktion des idealen Eindringkörpers der Fall wäre. Die korrigierten Härte­werte liegen jedoch weiterhin unter den Referenzwerten. Die Ursache hierfür wird in der vernachlässigten Beschädigung entlang der Kante vermutet.

Die Ergebnisse zeigen, dass Vickerspyramiden aus Saphir durch Härtemessungen an *EUROFER97* Beschädigungen erfahren. Durch die entstandene Form werden jedoch weitere Spannungsüberhöhungen vermieden und die Schädigungen der hier betrachteten Eindringkörper schreiten während weiterer Messungen nicht voran. Ausmaß und Form der Beschädigung sind jedoch willkürlich. Um einer unkontrollierten Schädigung vorzubeugen erscheint es für zukünftige Härtemessungen mit Pyramidengeometrien ziel-

führend, die Spitze planparallel zur Grundfläche um  $5\ \mu\text{m}$  gezielt abzutragen. Die Auswirkungen auf die wahre Flächenfunktion sind bei hohen Eindringtiefen vernachlässigbar, können bei geringen Eindringtiefe aber auch über Gleichung 6.5 oder 6.6 angenähert werden.

Eine weitere Möglichkeit zu Ermittlung korrekter Härtewerte bei Temperaturen über  $350\ ^\circ\text{C}$  mit dem KAHTI, ist die Verwendung eines Materials welches den mechanischen Belastungen standhält. So wurde z.B. in [61] ein sphärischer Eindringkörper ( $r = 380\ \mu\text{m}$ ) aus Siliziumnitrid verwendet. Damit war es möglich, Messungen bei Temperaturen bis zu  $700\ ^\circ\text{C}$  durchzuführen.

## 6.9 Tauglichkeit des KAHTI bei $650\ ^\circ\text{C}$ am Beispiel Wolfram

Der KAHTI wurde für Versuchstemperaturen bis zu  $650\ ^\circ\text{C}$  konzipiert. Die registrierende Härtemessung soll im Folgenden an der genannten Einsatzgrenze überprüft werden, um die Methode der Wegmessung über den gesamten Temperaturbereich als repräsentativ für die Eindringtiefe zu bestätigen.

Durch [2] wurde gezeigt, dass die klassisch ermittelte Härte nach Brinell bis zu  $650\ ^\circ\text{C}$  kongruent zur Zugfestigkeit aus [105] verläuft. Zudem änderte sich die Gestalt der Last-Eindringtiefenkurven mit zunehmender Temperatur gemäß den Erwartungen. Somit wurden die Ergebnisse als plausibel und die Tauglichkeit der Anlage als bewiesen angesehen.

Des Weiteren wurden in der Arbeit [3] Härtewerte nach *Meyer* und *Martens* bei Temperaturen bis  $400\ ^\circ\text{C}$  einander gegenübergestellt. Hier zeigte sich eine gute Übereinstimmung der ermittelten Werte. Zudem war auch hier die temperaturabhängige Gestaltsänderung der Last-Eindringtiefenkurven bis  $600\ ^\circ\text{C}$  ein Indiz für eine korrekte Messung. Durch diese ermittelten Ergebnisse wurde die Tauglichkeit der Anlage ebenfalls als bestätigt angesehen. Für eine vollständige Beurteilung der registrierenden Härtemessung wird

jedoch eine direkte Überprüfung der Eindringtiefe bei 650 °C benötigt. Zudem soll untersucht werden, ob sich Beschädigungen des Eindringkörpers aus Saphir vermeiden lassen, indem eine Geometrie mit geringeren Spannungskonzentrationen gewählt wird (vgl. Kapitel 6.8). Im Folgenden sollen die offenen Fragestellungen durch topographische Vermessungen der resultierenden Eindrücke untersucht werden. Für die Untersuchungen bei 650 °C wird Wolfram verwendet, da es eine hohe Warmfestigkeit besitzt.

### 6.9.1 Experimentelles Vorgehen

Die Probe aus Wolfram wird mittels Drahterosion aus einem kommerziellen Halbzeug gefertigt. Dieses Trennverfahren gewährleistet, dass die Probenoberflächen möglichst orthogonal bzw. planparallel sind. Die Maße der Probe betragen  $4 \times 3 \times 13 \text{ mm}^3$  und entsprechen somit einer halben miniaturisierten Kerbschlagbiegeprobe. Die Oberflächen werden gemäß dem Kapitel 4.3 geschliffen und poliert.

Der verwendete Eindringkörper besteht aus Saphir. Um die auftretenden Spannungskonzentrationen so weit wie möglich zu minimieren, wird eine sphärische Geometrie mit dem größten zur Verfügung stehenden Radius von  $250 \mu\text{m}$  verwendet. Der Indenter ist neu und kommt für diese Versuchsreihe das erste Mal zum Einsatz. Während des Einbaus ist der Eindringkörper durch einen Plastikschauch geschützt um sicherzustellen, dass er zu Beginn der Versuchsreihe unbeschädigt ist.

Der KAHTI wird auf 650 °C erhitzt und 20 Minuten lang bei dieser Temperatur gehalten, damit sich die Anlage thermisch stabilisiert. Um dem Setzeffekt vorzubeugen, wird die Probe vor den Härtemessungen mit dem Eindringkörper mittig mit 100 N belastet. Zudem ist in Anlehnung an Kapitel 6.8 zu erwarten, dass sich so mögliche Spannungsüberhöhungen über eine einmalige Beschädigung abbauen. Dadurch sollen die folgenden Härtemessungen frei von unerwünschten Probenbewegungen und mit einer konstanten Flächenfunktion des Eindringkörpers erfolgen.

Die registrierenden Härtemessungen erfolgen mit einer Maximallast von 40 N. Diese wird mit einer Belastungsrate von 1 N/s angefahren und für 14 s gehalten. Es werden acht Härtemessungen durchgeführt. Die Korrektur der Last-Eindringtiefenkurven erfolgt gemäß den Erkenntnissen aus Kapitel 6.2 und 6.3. Anschließend werden alle resultierenden Eindrücke topographisch am REM vermessen. Dies ist lediglich bei Raumtemperatur möglich. Ein Einfluss der thermischen Ausdehnung auf die Dimension der Eindrücke wird vernachlässigt, da Wolfram einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von  $4,5 \cdot 10^{-6} \frac{1}{K}$  [102] (S.285) besitzt und sich somit für den Temperaturunterschied von  $\Delta T = 630 K$  eine relative Längenänderung von  $\approx 0,3 \%$  ergibt.

## 6.9.2 Ergebnisse und Diskussion

Der mittige Eindruck, resultierend aus einer Maximallast von 100 N, ist in Abbildung 6.18 gezeigt. Hier ist das Höhenprofil farblich verdeutlicht. Es sind deutliche Beschädigungen zu erkennen. Diese bleiben jedoch nicht konstant, sondern nehmen über die acht nachfolgenden Härtemessungen stetig zu. So unterscheidet sich das Profil des letzten Eindrucks der Versuchsreihe von dem des ersten in Abbildung 6.19. Der vollständige Schädigungsverlauf ist in den Abbildungen B.3 (a)-(h) dargestellt.

Die zugehörigen Last-Eindringtiefenkurven in den Abbildungen B.4 (a)-(h) zeigen teilweise deutliche Unregelmäßigkeiten. So zeigt lediglich die erste Last-Eindringtiefenkurve eine starke Zunahme der Eindringtiefe unter Maximallast, wohingegen diese in den folgenden Versuchen wesentlich geringer ist. Des Weiteren sind die Belastungskurven der Versuche 2 und 3 konvex gekrümmt oder in Versuch 5 ist eine abnehmende Eindringtiefe bei zunehmender Last festzustellen. Die genannten Beobachtungen weisen auf grobe Fehler hin und sind daher von der Auswertung auszuschließen. Somit werden lediglich die Versuche 4, 6, 7 und 8 betrachtet.

Die resultierenden Eindringtiefen der Versuche ohne grobe Fehler sind in



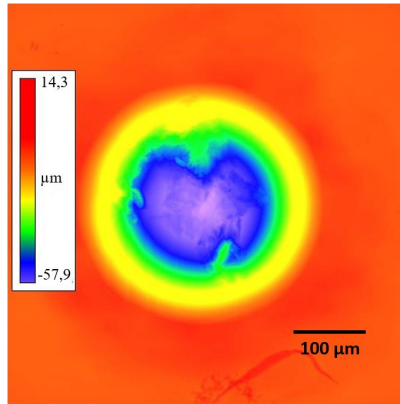


Abbildung 6.18: Höhenprofil des resultierenden Eindrucks in Wolfram mit einer Maximallast von 100 N.

Tabelle 6.5 aufgelistet. Hier zeigt sich in Versuch 4 eine maximale Abweichung des Wertes aus der Last-Eindringtiefenkurve gegenüber dem Wert der REM-Aufnahme von  $0,1 \mu\text{m}$ . In den drei weiteren Versuchen liegen die Abweichungen der Werten unter  $0,04 \mu\text{m}$ .

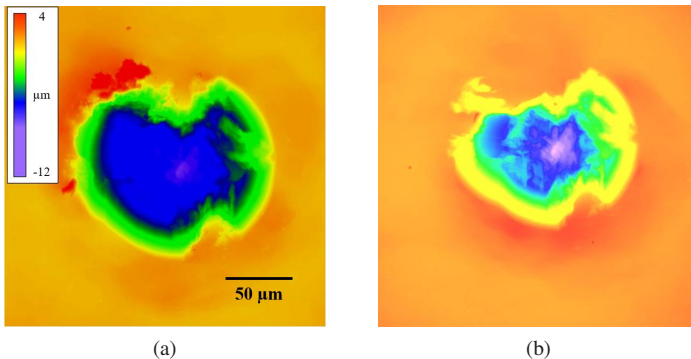


Abbildung 6.19: Höhenprofile des ersten (a) und letzten (b) Härteeindrucks in Wolfram bei 650 °C.

Versuch	$h_r(\text{REM})[\mu\text{m}]$	$h_r(F-h)[\mu\text{m}]$
4	10,81	10,91
6	10,69	10,7
7	10,73	10,7
8	10,73	10,49

Tabelle 6.5:  $h_r$ -Werte ermittelt aus der Last-Eindringtiefenkurven ( $F-h$ ) und topographischen Vermessungen des REM.

Der resultierende Eindruck durch eine Maximallast von 100 N sowie die darauf folgenden zeigen, dass es auch bei sphärischen Eindringkörpern aus Saphir mit einem Radius von  $250 \mu\text{m}$  zu Beschädigungen kommt. Die Ursache wird in Spannungskonzentrationen an Korngrenzen und fertigungsbedingten Imperfektionen vermutet. Daher muss für folgende Versuche entweder ein Material gewählt werden, welches den Beanspruchungen standhält oder die Beanspruchung muss über die Geometrie weiter reduziert werden, indem der Radius gesteigert wird. Dies bestätigt die Erkenntnisse aus Kapitel 6.8.

Die Unregelmäßigkeiten im Anfangsbereich der Belastungskurven können dem Fortschreiten der Beschädigung oder ungewollten Bewegungen der Probe zugeschrieben werden. Dies lässt sich nicht kontrollieren oder kompensieren. Die überschätzten resultierenden Eindringtiefen der Last-Eindringtiefenkurven in Versuch 2 und 3 lassen sich auf die nicht reproduzierbare Zunahme der Eindringtiefe unter Maximallast zurückführen. Da für Wolfram bei dieser Temperatur kein Kriechen zu erwarten ist (siehe z.B. [102] S.210) wird die Ursache für diese Beobachtung in einem Messfehler vermutet.

Für die Last-Eindringtiefenkurven ohne offensichtliche Unregelmäßigkeiten stimmen die ermittelten Eindringtiefen mit denen des REM überein. Dies verifiziert grundsätzlich die Tiefeninformation aus aufgenommenen

Last-Eindringtiefenkurven bei hohen Temperaturen. Damit ist die registrierende Härtemessung mittels des KAHTI auch für die Einsatzgrenze von 650 °C prinzipiell bestätigt. Die Verwendung eines Eindringkörpers aus Saphir sowie die vermeidlichen Bewegungen der Probe sind jedoch kritische Faktoren, die bei Härtemessungen berücksichtigt werden müssen.



## 7 Mechanische Charakterisierung von EUROFER97

Ein zentrales Ziel der vorliegenden Arbeit ist die mechanische Charakterisierung neutronenbestrahlter RAFM-Stähle bei fusionsrelevanten Temperaturen. Der KAHTI ist so konzipiert, dass es möglich ist Hälften bereits geschlagener Kerbschlagbiegeproben zu untersuchen. Im *Fusionsmateriallabor* des *Karlsruher Institut für Technologie* werden mechanische Charakterisierungen für die europäischen Bestrahlungsprogramme durchgeführt. So auch die Kerbschlagbiegeversuche des Bestrahlungsprogramms HFR IIB. Daher steht für die folgenden Untersuchungen eine unüblich große Menge an neutronenbestrahlten Proben zur Verfügung. Dies ermöglicht systematische Untersuchungen über den Härtewert hinaus. Zudem gibt die hohe Anzahl an möglichen Experimenten den Ergebnissen eine statistische Sicherheit.

Im Folgenden werden zunächst die für hohe Temperaturen unbekanntem Härtewerte neutronenbestrahlter RAFM-Stählen gemessen. Ein Vergleich der Härtewerte nach Vickers mit bekannten Werten der 0,2 %-Dehngrenze zeigt die Korrelation zwischen beiden Festigkeitswerten für bestrahlten *EUROFER97*. Darüber hinaus wird die Auswirkung einer Wärmebehandlung auf die neutroneninduzierten Defekte und die mechanischen Eigenschaften bestrahlter Proben untersucht und beurteilt.

## 7.1 Härte nach Vickers von HFR IIb Proben

Die Härte eines Materials ist ein wichtiger Parameter für die Beurteilung seiner Festigkeit. Mit dem KAHTI ist es möglich, die Härte auch bei hohen Temperaturen zu messen. Bislang wurden Härtewerte neutronenbestrahlter RAFM-Proben bei Raumtemperatur bestimmt (siehe z.B.[68, 67, 69]). Dies soll auf anwendungsrelevante Temperaturen ausgeweitet werden.

Ziel ist eine breite Datenbasis über das mechanische Verhalten verschiedener RAFM-Stähle des Bestrahlungsprogramms HFR IIb in Abhängigkeit des Materials, sowie der Bestrahlungs- und Prüftemperatur. Die Prüftemperatur soll den Bereich von Raumtemperatur bis zur jeweiligen Bestrahlungstemperatur abdecken.

Die so gewonnenen Ergebnisse geben Aufschluss über das Materialverhalten während des Betriebs, Stillstands sowie des Hoch- und Herunterfahrens zukünftiger Fusionsreaktoren. Die ermittelten Härtewerte bei Raumtemperatur dienen zudem einem Vergleich mit den Literaturwerten. Des Weiteren soll untersucht werden, ob sich verschiedene Materialien mechanisch ähnlich verhalten. Dadurch können Aussagen verallgemeinert werden bzw. Erkenntnisse lassen sich auf weitere Materialien ausweiten.

Die Datenbasis ist grundlegend für ein besseres Verständnis des Materialverhaltens und kann außerhalb dieser Arbeit genutzt werden, um z.B. Simulationsmodelle zu stützen oder deren Ergebnisse zu verifizieren.

### 7.1.1 Experimentelles Vorgehen

Für die Untersuchungen werden Hälften geschlagener Kerbschlagbiegeproben aus dem Bestrahlungsprogramm HFR IIb mit einer Schädigungsdosis von nominell 16,3 dpa verwendet. Die untersuchten Proben sowie deren Bestrahlungstemperaturen sind in Tabelle 7.1 aufgeführt.

In [68] wurde gezeigt, dass es bei einer Temperatur von 500 °C zu einer deutlichen Erholung der Härte kommt. Daher wird bei der Auswahl der Proben darauf geachtet, dass die Prüftemperatur während des Kerbschlagbie-

Material	EUROFER97 Anlieferungszustand					EUROFER97 Wärmebehandelt			EUROFER97 ODS		F82H-mod.
	250	300	350	400	450	250	350	450	250	350	
$T_{irr}$ [°C]	250	300	350	400	450	250	350	450	250	350	300
Probe	YA03	YA07	YA17	YA23	YA28	YW02	YW06	YW13	YH01	YH06	YF05

Tabelle 7.1: Verfügbare Proben und deren Bestrahlungstemperaturen aus dem Bestrahlungsprogramm HFR IIb. Die Probenbezeichnungen sind aus [52] übernommen.

geversuchs nicht größer war, als die jeweilige Bestrahlungstemperatur. Mit Ausnahme der Probe YH06 mit einer Prüftemperatur von 450 °C ist dies für alle Proben gegeben.

Die Präparation der Proben erfolgt gemäß dem Kapitel 4.3. Für repräsentative Werte werden die Härtemessung entsprechenden dem Kapitel 6.1 nach HV 5 durchgeführt. Die Korrektur der Rohdaten sowie die Auswertung erfolgen gemäß den Erkenntnissen aus Kapitel 6.2 und 6.3. Für Versuche mit einer ungenügenden Qualität der Last-Eindringtiefenkurve erfolgt die Auswertung klassisch über eine Vermessung des resultierenden Eindrucks. Hierfür wird das REM gewählt, da die Tiefenschärfe es zusätzlich ermöglicht, etwaige Beschädigungen des Eindringkörpers zu erkennen.

Die Versuchstemperaturen für jede Probe sind Raum- und die jeweilige Bestrahlungstemperatur. Für eine bessere Auflösung des Härteverlaufs über den Temperaturbereich wird die Härte zusätzlich bei 250 °C gemessen. Jede Messung wird zwei- bis siebenmal wiederholt, abhängig von der Probenpräparation und Unregelmäßigkeiten während der Härtemessung. Für Versuchstemperaturen bis 350 °C wird ein Eindringkörper aus Diamant verwendet. Bei höheren Temperaturen erfolgt die Härtemessung mit dem Eindringkörper  $\text{\textcircled{A}}$  aus Saphir (siehe Kapitel 6.8). Für einen Vergleich der Ergebnisse mit Literaturdaten werden HV 0.1 und HV 2-Werte aus [67] und [68] verwendet.

## 7.1.2 Ergebnisse

Die geforderten Qualitätskriterien aus Kapitel 6.5 erfüllen nur wenige Last-Eindringtiefenkurven. Daher werden alle Versuche durch REM-Aufnahmen ausgewertet. Diese zeigen für alle Härteeindrücke keinen Verschleiß oder zunehmende Beschädigungen der Eindringkörper.

Die ermittelten Härtewerte der Proben und die zur Verfügung stehenden Literaturwerte sind in den Tabelle A.7 bis A.10 detailliert aufgeführt. Hier zeigt sich eine Übereinstimmung aller Ergebnisse mit den  $HV\ 2$ -Werten aus [68]. Die  $HV\ 0,1$ -Werte aus [67] weichen teilweise bis zu 10 % von den hier gemessenen Härtewerten ab.

Ein Vergleich der RAFM-Stähle untereinander findet in Bezug auf *EUROFER97* im Anlieferzustand statt, da diesem die höchste technische Relevanz zugeschrieben wird (vgl. [85, 106]) und daher für diesen Vergütungszustand die meisten Bestrahlungszustände verfügbar sind. In Abbildungen 7.1 und 7.2 sind die einzelnen Stähle dem *EUROFER97 Anl.* im jeweils gleichen Zustand gegenüber gestellt.

Abbildung 7.1 zeigt die Härte der unbestrahlten Stähle *EUROFER97 Anl.*, *wb.* und *ODS*. Hier ist zu erkennen, dass der *EUROFER97* im wärmebehandelten Zustand eine in etwa 22 HV geringere Härte zeigt als im Anlieferzustand. Dies gilt unabhängig von der Prüftemperatur. Die untersuchte pulvermetallurgische *ODS*-Variante zeigt die höchsten Härtewerte über den beobachteten Temperaturbereich. Jedoch ist die temperaturabhängige Abnahme der Härte mit  $0,21 \frac{HV}{K}$  hier ebenfalls am höchsten. Der wärmebehandelte Zustand zeigt mit einer Abnahme von  $0,16 \frac{HV}{K}$ , gegenüber dem Anlieferzustand mit  $0,17 \frac{HV}{K}$  die beste Wärmebeständigkeit dieser drei Varianten.

In Abbildung 7.2 sind die Härtewerte der Stähle *F82H-mod.* und *EUROFER97 Anl.* nach Bestrahlung bei 300 °C einander gegenübergestellt. Hier ist eine geringere Härte des *F82H-mod.* zu erkennen. Diese nimmt von Raumtemperatur bis 250 °C linear angenähert mit  $0,38 \frac{HV}{K}$  stärker ab, als der *EUROFER97 Anl.* mit  $0,16 \frac{HV}{K}$ . Bei höheren Temperaturen bleibt der



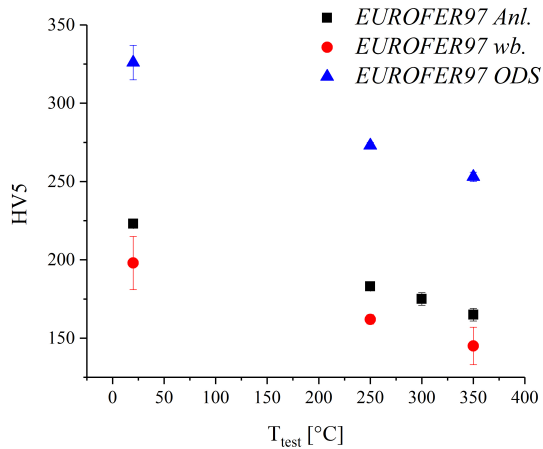


Abbildung 7.1: *EUROFER97 Anl.*, *wb.* und *ODS* im unbestrahlten Zustand.

Gradient für *EUROFER97 Anl.* konstant, während er für *F82H-mod.* zunimmt.

Die Härtewerte des *EUROFER97 Anl.* für verschiedene Bestrahlungs- und Prüftemperaturen (Tabelle A.7) sind in Abbildung 7.3 veranschaulicht. Aufgrund der klassischen Auswertung liegen die 95 %-Vertrauensintervalle mit wenigen Ausnahmen unter 5 HV. Gegenüber dem unbestrahlten Zustand zeigt sich durch die Bestrahlung bei 250 °C eine Zunahme der Härte um 44 %. Die Bestrahlung bei 300 °C verursacht eine Steigerung der Härte um 49 %, hier ist das Maximum in der Verhärtung zu beobachten. Darüber liegende Bestrahlungstemperaturen zeigen einen rückläufigen Trend und die Verhärtung nimmt mit zunehmender Bestrahlungstemperatur ab. Bei der höchsten Bestrahlungstemperatur von 450 °C ist die Härte, im Rahmen des Vertrauensintervalls, gleich dem unbestrahlten Zustand.

Die Temperaturabhängigkeit der Härte ist über den geprüften Temperaturbereich für alle Bestrahlungstemperaturen ähnlich. Die Härte nimmt allgemein linear mit zunehmender Temperatur ab. Die Abnahme beträgt dabei

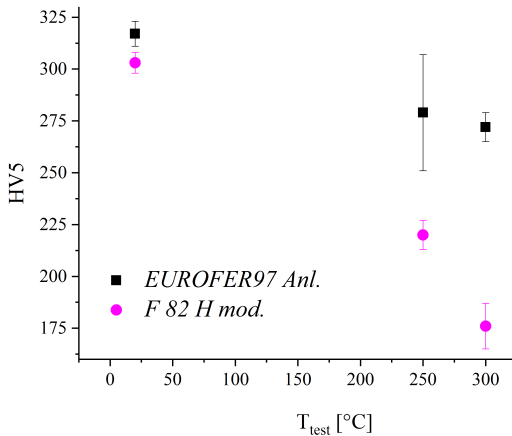


Abbildung 7.2: *F82H-mod.* und *EUROFER97 Anl.* nach einer Bestrahlung mit 16,3 dpa bei 300 °C.

zwischen  $0,13 \frac{HV}{K}$ , für die Probe bestrahlt bei 350 °C und  $0,21 \frac{HV}{K}$  für die Probe mit einer Bestrahlungstemperatur von 250 °C.

### 7.1.3 Diskussion

Die Ursache der oft mangelhaften Qualität der Last-Eindringtiefenkurven ist in Kapitel 6.5 diskutiert und wird hauptsächlich der Probenpräparation sowie der Probenhalterung des KAHTI zugeschrieben. Der Vergleich zwischen den gemessenen *HV 5*-Werten und den *HV 2*-Werten der Literatur bestätigt die einzelnen Messungen des KAHTI sowie das verwendete Vorgehen. Die teilweise hohen Unterschiede zu den *HV 0,1*-Werten können dem Eindringtiefeneffekt zugeordnet werden (vgl. Kapitel 6.1). Dies wird durch eine Gegenüberstellung der Härtewerte mit den verwendeten Maximallasten in Abbildung 7.4 ersichtlich. So zeigen härtere Proben bzw. geringere Eindringtiefen eine höhere Ausprägung dieses Effekts.

Des Weiteren bestätigen die Ergebnisse aus [67] die Messungen bei hohen

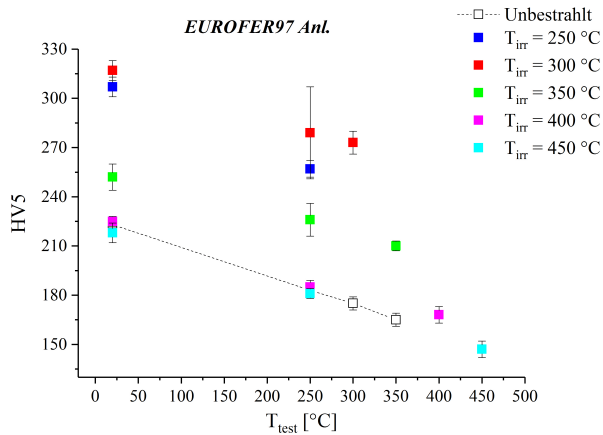


Abbildung 7.3: Härte nach Vickers für *EUROFER97 Anl.* in Abhängigkeit von der Bestrahlungs- und Prüftemperatur. Die Werte der unbestrahlten Referenzprobe sind teilweise durch Werte bestrahlter Proben verdeckt und werden durch die gestrichelte Linie verdeutlicht.

Temperaturen: Die dort gezeigten Festigkeitswerte  $R_{p0.2}$  und  $R_m$  gleichartiger Proben weisen ebenfalls die hier beobachtete Abhängigkeit von Bestrahlungs- und Versuchstemperatur auf. Dadurch zeigen sich die erlangten Ergebnisse als repräsentativ für das mechanische Materialverhalten sowohl bei Raumtemperatur als auch bei höheren Temperaturen.

Die unterschiedliche Härte der Materialien ist auf deren Grundzustand und damit auf das Gefüge zurückzuführen. So beträgt die Korngröße des *EUROFER97 wb.*  $21,4\ \mu\text{m}$  und ist damit größer als die des *EUROFER97 Anl.* mit  $16\ \mu\text{m}$ . Die geringere Härte des wärmebehandelten Zustands folgt somit aus der *Hall-Petch-Beziehung*, wie es bereits in [107] gezeigt wurde. Dieser Unterschied verschwindet für die bei  $250\text{ °C}$  und  $350\text{ °C}$  bestrahlten Proben fast vollständig, wodurch auf einen hohen Einfluss der neutroneninduzierten Defekte auf die Härte geschlossen werden kann. Die geringere Härte des *F82H-mod.* kann einerseits ebenfalls auf dessen Korngröße von  $55\ \mu\text{m}$  zurückgeführt werden [108, 109]. Zum anderen weicht die chemi-

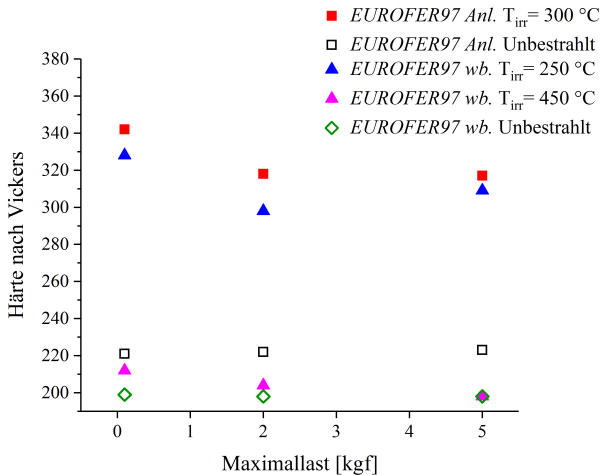


Abbildung 7.4: Ermittelte  $HV5$ -Werte verglichen mit  $HV2$  und  $HV0.1$ -Werten der Literatur [67, 68].

sche Zusammensetzung des *F82H-mod.* von der des *EUROFER97* ab. So ist z.B. weniger Tantal enthalten, welches dazu neigt Ausscheidungen zu bilden [110].

Die an *EUROFER ODS* gemessene Härte ist erwartungsgemäß höher als die der übrigen Legierungen und stützt die Erkenntnisse aus [87]. Dort ist anhand der Zugfestigkeit gezeigt, dass die Oxidpartikel festigkeitssteigernd wirken. Jedoch weist diese Variante eine höhere Temperaturabhängigkeit der Härte auf. In [87] wird dies durch die ferritische Matrix begründet, die sich durch die Kohlenstoffverarmung während des Herstellungsprozesses ergibt. Durch die hohe Ausgangsfestigkeit des *EUROFER97 ODS* liegen dessen Härtewerte in dem betrachteten Temperaturbereich jedoch stets über denen des *EUROFER97 Anl.*

Die gemessene Zunahme der Härte lässt auf eine maximale Versprödung bzw. Schädigung bei einer Bestrahlungstemperatur von  $300\text{ °C}$  schließen. Bei höheren Temperaturen scheint die Rekombinationsrate der Defekte ste-

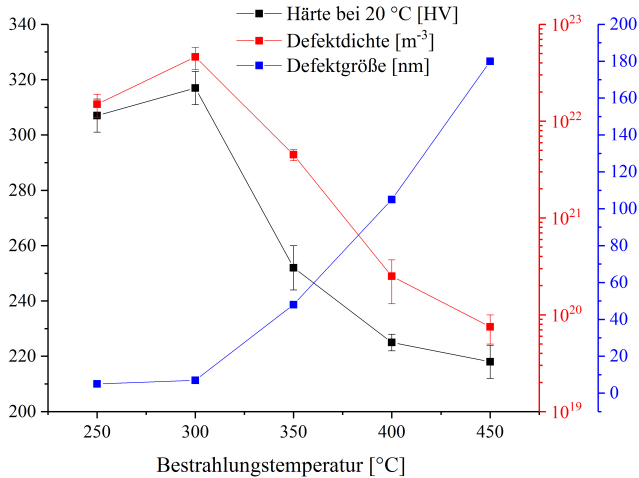


Abbildung 7.5: Härte von neutronenbestrahltem *EUROFER97* bei Raumtemperatur. Zum Vergleich sind die Dichten und durchschnittliche Größen der Defekte gemäß [111] gezeigt.

tig zuzunehmen, bis sie bei 450 °C annähernd gleich der Entstehungsrate ist. Diese Annahme wird durch die Untersuchungen von Größe und Dichte neutroneninduzierter Defekte in *EUROFER97*, abhängig von der Bestrahlungstemperatur in [111] gestützt. Zur Veranschaulichung sind diese in Abbildung 7.5 den hier gemessenen Härtewerten bei Raumtemperatur gegenübergestellt. Dabei ist ersichtlich, dass die logarithmische Defektdichte sowie die Härte bei zunehmender Bestrahlungstemperatur abnehmen. Die durchschnittliche Defektgröße nimmt jedoch zu. Durch den *Orowan-Mechanismus* stellen größere Defekte energetisch kleinere Hindernisse für Versetzungen in einem spezifischen Defektvolumen dar, wodurch eine Abnahme der Härte zusätzlich begünstigt wird.

## 7.2 Korrelation der Härte mit der 0,2 %-Dehngrenze für neutronenbestrahlten EUROFER97

Durch den KAHTI steht eine neue Methode zur mechanischen Charakterisierung bei hohen Temperaturen zur Verfügung. Um Ergebnisse etablierter Methoden mit Härtewerte des KAHTI vergleichen und ersetzen zu können, muss deren Korrelation bekannt sein. Die meist etablierte Methode zur Bestimmung elastisch-plastischen Verhaltens ist der Zugversuch. Dessen Festigkeitswerte sind maßgeblich für die Auslegung von Bauteilen. Dabei ist einer der wichtigsten Kennwerte die 0,2 %-Dehngrenze  $R_{p0,2}$ . In dieser Arbeit soll daher die Härte nach Vickers mit diesem Wert korreliert werden.

$R_{p0,2}$ -Werte aus bekannten Härtewerten abzuleiten ist seit 1929 bekannt [112]. Beide Werte drücken einen Widerstand gegen plastische Verformung aus. Der Zusammenhang selbst ist abhängig vom betrachteten Material. Dieser ist für annähernd alle metallischen Werkstoffe in Form von Tabellen oder Umformungsfaktoren verfügbar und soll zukünftig auch für neutronenbestrahlten *EUROFER97* bei Temperaturen bis 450 °C zur Verfügung stehen.

### 7.2.1 Eigener Ansatz

Für einen repräsentativen Vergleich werden Ergebnisse benötigt, die an gleichartige Proben gewonnen wurden. Hierfür eignen sich die Ergebnisse aus [71] und aus Kapitel 7.1 dieser Arbeit. Diese wurden an *EUROFER97 Anl.*-Proben gewonnen, welche dem Bestrahlungsprogramm HFR I Ib entstammen. Passend zu den  $R_{p0,2}$ -Werten aus [71] werden die zugehörigen Härtewerte aus Kapitel 7.1 gewählt, für die  $T_{test} = T_{irr}$  gilt.

Eine Gegenüberstellung der Härte und der 0,2 %-Dehngrenze soll zunächst zeigen, dass ein linearer Zusammenhang zwischen den beiden Parametern auch für bestrahlte Proben bei hohen Temperaturen gilt. Anschließend werden die  $R_{p0,2}$ -Werte über die Härtewerte nach Vickers aufgetragen. Mittels

der Methode der kleinsten Quadrate wird durch die Software *OriginPro 2017* die Ausgleichsgerade über alle Punkte berechnet. Die Geradengleichung gibt innerhalb des betrachteten Bereichs die Funktion an, mit der eine Umrechnung von *HV 5*-Werten in  $R_{p0,2}$ -Werte möglich ist.

## 7.2.2 Ergebnisse und Diskussion

Der bestrahlungs- bzw. prüf temperat urabhängige Verlauf beider Kennwerte ist in Abbildung 7.6 gezeigt. Beide Werte steigen durch die Bestrahlung mit Neutronen an und zeigen ein Maximum bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C. Bei höheren Bestrahlungstemperaturen fallen beide Werte ab. Der Verlauf beider Kennwerte kann somit als deckungsgleich beschrieben werden. Bei den unbestrahlten Referenzproben fällt die Härte, durch die hier verwendeten Skalen, mit zunehmender Prüf temperat ur jedoch stärker ab als die  $R_{p0,2}$ -Werte. Daher muss für den unbestrahlten Zustand eine andere Korrelation gelten, wodurch diese Werte von der angestrebten Korrelation für bestrahlten *EUROFER97* ausgeschlossen werden.

Bei der direkten Korrelation der  $R_{p0,2}$ - und Härte werte in Abbildung 7.7, ist im Rahmen der Messunsicherheit ein linearer Verlauf zu beobachten. Die ermittelte Geradengleichung der Ausgleichsgerade lautet:

$$R_{p0,2}(x) = 4,22 \frac{MPa}{HV} * x - 214 MPa. \quad (7.1)$$

Dabei wird die Härte in der Einheit *HV* für die Variable *x* eingesetzt.

Gleichung 7.1 basiert auf empirisch ermittelten Werten. Ihre Gültigkeit ist daher auf den betrachteten Bereich von  $147 HV < x < 273 HV$  beschränkt. Dies ist jedoch für zukünftige Untersuchungen an *EUROFER97* ausreichend. Somit steht für Forschungszwecke eine Methode zur Verfügung,  $R_{p0,2}$ -Werte aus der Härte nach Vickers zu bestimmen und so repräsentativ die Ergebnisse beider Methoden zu vergleichen und zu ersetzen. Dadurch

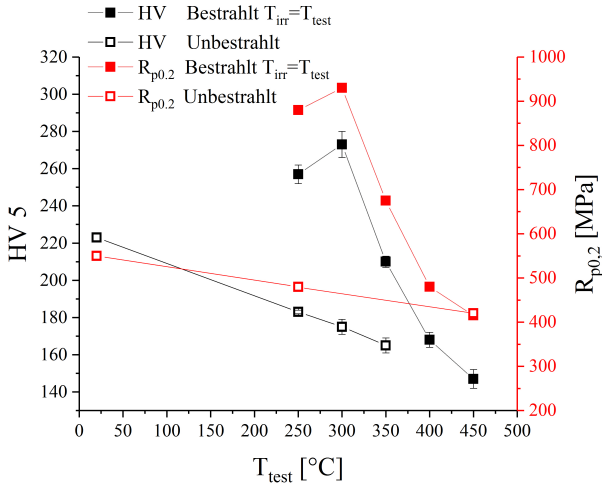


Abbildung 7.6:  $R_{p0.2}$ -Werte aus [71] und HV 5-Werte von bestrahltem und unbestrahltem EUROFER97 Anl.

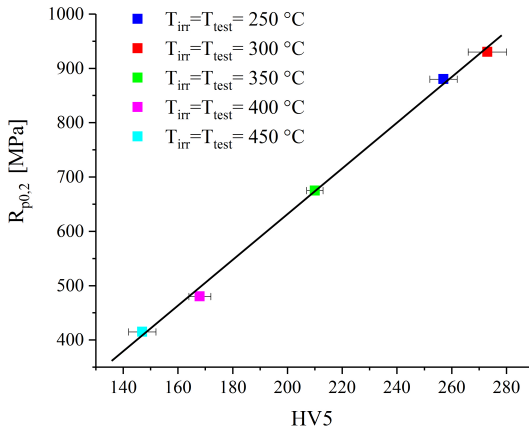


Abbildung 7.7:  $R_{p0.2}$ -Werte aus [71] aufgetragen über den HV 5-Werten gleichartiger EUROFER97 Anl.-Proben, getestet bei den jeweiligen Bestrahlungstemperaturen.



ist es möglich, das stark begrenzte Bestrahlungsvolumen in Materialtestreaktoren effizienter zu nutzen.

### **7.3 Ausheilwärmebehandlung von bestrahlten EUROFER97 Stählen**

Die im Vorangegangenen untersuchten mechanischen Änderungen beruhen auf neutroneninduzierten Defekten im Gitter. Aus der Umformtechnik ist bekannt, dass Gitterdefekte und die daraus folgende Zunahme der Festigkeit durch Wärmebehandlungen abgebaut werden können. Daher besteht ein hohes Potential, solche *Ausheilwärmebehandlungen* auf Strukturmaterialien zukünftiger Fusionsreaktoren anzuwenden. Die Lebensdauer der Bauteile könnte so erheblich verlängert werden.

Im Unterschied zur Umformtechnik treten bei der Bestrahlung mit Neutronen jedoch auch irreversible Defekte auf, welche auf Transmutationsreaktionen beruhen. Vereinfachend werden daher in diesem Kapitel die auftretenden Defekte in zwei generelle Typen unterteilt: Der erste Typ umfasst alle Defekte, welche auf einer inelastischen Streuung von Neutronen beruhen und zu einer Verschiebung einzelner Atome im Gitter führen. Diese werden als reversibel bezeichnet. Der zweite Typ umfasst alle Defekte die auf Transmutationsreaktionen von Gitteratomen zurückzuführen sind. Hierbei sind die Produktion von Helium sowie die resultierenden Leerstellen an der Position des Targetnuklids von besonderer Interesse. Diese Defekte werden als irreversibel bezeichnet.

Ausheilwärmebehandlungen auch auf neutronenbestrahlte Materialien anzuwenden, wird bereits seit den 1960er Jahren in Strukturwerkstoffen von Kernkraftwerken untersucht (siehe z.B. [113, 114, 115]). Während der letzten Jahrzehnte hat sich diese Forschung auch auf die RAFM-Stähle zukünftiger Fusionsreaktoren ausgeweitet. So zeigen Petersen et al. in [116] anhand von Zugproben, dass sowohl die Fließspannung als auch die Gleichmaßdehnung einer mit 15 dpa bestrahlten Probe nach einer Ausheilwärmebe-

handlung fast vollständig einer unbestrahlten entsprechen. Weiter berichten Gaganidze et al. in [95] über einen starken Rückgang der durch Neutronenstrahlung erhöhten DBTT durch die Anwendung einer Wärmebehandlung, bis hier ebenfalls der Ausgangswert annähernd erreicht wird.

Sacksteder et al. untersuchen in [68] die Erholung der Härte von *EUROFER97* in Abhängigkeit der Temperatur und Dauer der Wärmebehandlung. Dabei zeigt sich eine Temperatur von 550 °C und eine Dauer von 3 Stunden als optimal.

In [117] untersuchen Schneider et al. den Einfluss von zwei aufeinander folgenden Bestrahlungs- und Ausheilwärmebehandlungszyklen auf verschiedene ADS- und ODS-Legierungen des *EUROFER97*. Hier ist anhand von Zug- und Kerbschlagbiegeversuchen gezeigt, dass mehrere Erholungszyklen möglich sind. Dabei ist auch hier die Erholung der mechanischen Eigenschaften nie vollständig und die bleibende Schädigung nimmt somit über die Zyklen hinweg zu.

Die oben genannten Arbeiten und besonders [117] weisen auf das entstandene Helium als hauptsächliche Limitierung der Erholung hin. Dies ist plausibel, da die Menge an Helium durch eine Wärmebehandlung nicht abnimmt. Dethloff et al. zeigen in [118] durch Simulationen, dass sich Helium durch thermisch aktivierte Diffusion an Sammelstellen im Gitter anreichert. Solche Sammelstellen sind vornehmlich Gitterfehler wie z.B. Korngrenzen oder Ausscheidungen. Eine solche Agglomeration des Heliums verstärkt die negative Auswirkung auf die mechanische Stabilität des Materials. Ishiyama et al. zeigen in [119] jedoch, dass Helium in dem austenitischen Reaktorstahl *SS 304* erst oberhalb von 550 °C mobil wird.

Ziel dieses Kapitels ist es, systematisch die Auswirkung einer Ausheilwärmebehandlung auf neutronenbestrahlte RAFM-Stähle zu untersuchen. Dabei steht das mechanische Verhalten unter Einsatztemperatur im Vordergrund. In die Untersuchung werden neben *EUROFER97* auch die zur Verfügung stehenden ADS-Legierungen mit unterschiedlichem Bor-Gehalt mit einbezogen. Durch die  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ -Reaktion kann einerseits die real zu er-

wartende Menge an Helium simuliert werden, welche durch das Neutronenspektrum einer Fusionsquelle erwartet wird. Andererseits ist es durch die unterschiedliche resultierende Menge an Helium bei angenommen gleicher Menge an reversiblen Defekten möglich, die Auswirkungen von reversiblen und irreversiblen Defekttypen auf die mechanischen Eigenschaften zu differenzieren. Darüber hinaus ist es durch den hohen Heliumgehalt der ADS4-Legierung möglich, das Verhalten des Heliums während der Ausheilwärmebehandlung zu studieren.

Gleichartige Proben im bestrahltem Zustand werden mit und ohne Ausheilwärmebehandlung miteinander verglichen. Dadurch soll der Einfluss der gewählten Wärmebehandlung quantifiziert werden. Alle Ergebnisse werden dem Stand der Wissenschaft eingeordnet und diskutiert.

### 7.3.1 Experimentelles Vorgehen

Für die offenen Fragestellungen werden *EUROFER97 Anl.*, *EUROFER-ODS* sowie die Stähle ADS2, ADS3 und ADS4 aus dem Bestrahlungsprogramm HFR IIB gewählt (vgl. Tabelle A.3). Als Referenzprobe wird eine unbestrahlte Probe aus *EUROFER97 Anl.* verwendet. Die zur Verfügung stehenden Proben mit der stärksten Versprödung sind *EUROFER97 Anl.* und ADS4 mit einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C, sowie ADS2, ADS3 und *EUROFER ODS* mit einer Bestrahlungstemperatur von 250 °C. Die *EUROFER97*-Stähle beinhalten nach der Bestrahlung mit Neutronen < 10 appm Helium. Der Heliumgehalt in den ADS-Legierungen beträgt 83 appm in ADS2, 415 appm in ADS3 und 5800 appm in ADS4.[103]

Alle Proben werden gemäß Kapitel 4.3 präpariert. Für repräsentative Ergebnisse werden für jedes Material die beiden Hälften einer geprüften Kerbschlagbiegeprobe verwendet. Jeweils eine Hälfte wird im bestrahlten Zustand belassen. Die andere Hälfte wird innerhalb des KAHTI wärmebehandelt. Hierfür wird die Wärmebehandlung mit der höchsten Erholung aus [68] mit 3 Stunden bei 550 °C gewählt. Um eine Oxidation der Proben zu

vermeiden, wird die Wärmebehandlung in einem Vakuum von  $< 3 * 10^{-6}$  mbar durchgeführt.

An den ausheilwärmebehandelten und den zugehörigen unbehandelten Proben erfolgen Härtemessungen nach Brinell mit einem Eindringkörper aus Diamant. Der Spitzenradius beträgt laut Kalibrierprotokoll  $202,7 \mu\text{m}$  (siehe C.2). Die Versuchstemperaturen sind dabei Raumtemperatur (RT) und die jeweilige Bestrahlungstemperatur ( $T_{\text{irr}}$ ). Die Be- und Entlastungsrate beträgt  $1 \text{ N/s}$ . Die Maximalkraft von  $40 \text{ N}$  wird  $14 \text{ s}$  lang gehalten. Alle Versuche werden gemäß der Erkenntnisse aus Kapitel 6.1, 6.2 und 6.3 ausgewertet und korrigiert. Die Berechnung des Härte werts erfolgt über Gleichung 2.10. Die resultierende Diagonale des Eindrucks wird aus  $h_{\text{max}}$  der Last-Eindringtiefenkurve und der Geometrie des Eindringkörpers bestimmt.

Für eine genauere Beurteilung der Versprödung bzw. neutroneninduzierten Schädigung, wird die Temperaturabhängigkeit der Härte betrachtet. Diese wird durch die Erkenntnisse in Kapitel 7.1 als linear angenommen und anhand der Gleichung

$$\Delta H(T) = \frac{\Delta H[\text{HB}]}{\Delta T[\text{K}]} = \frac{H(\text{RT}) - H(T_{\text{test}})}{\text{RT} - T_{\text{test}}} \quad (7.2)$$

berechnet.

Das Verhalten der Defekte wird an den wärmebehandelten Hälften der *EUROFER97 Anl.*- und *ADS4*-Proben mittels TEM-Aufnahmen untersucht. Hierfür werden durch Schleif- und Polierprozesse zunächst  $0,15 \text{ mm}$  dünne Scheiben mit einem Durchmesser von  $3 \text{ mm}$  präpariert. Weiteres Abdünnen erfolgt elektrochemisch mit einem *Tenupol-3 jet* in einer Lösung aus  $20 \% \text{ H}_2\text{SO}_4 + 80 \% \text{ CH}_3\text{OH}$  bei  $10\text{-}12 \text{ V}$  und  $23 \text{ }^\circ\text{C}$ . Bei der *ADS4*-Probe erschwert der hohe Anteil an Borausscheidungen der Ausgangslegierung die Präparation der TEM-Probe, wodurch die maximal mögliche Qualität der Aufnahmen stark gemindert ist. Dadurch wird auch der zu betrachtende Bereich eingeschränkt. Die Aufnahme der Bilder findet an einen *FEI*

*Tecnai 20 FEG* Mikroskop mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV statt.[120]

### 7.3.2 Ergebnisse

Die gemessene Härte nach Brinell ist in Tabelle A.11 und A.12 detailliert aufgeführt. Für eine übersichtliche Darstellung sind die Ergebnisse in Abbildung 7.8 graphisch veranschaulicht.

Bei Betrachtung der unbestrahlten *EUROFER97*-Proben ist festzustellen, dass die Härte im Rahmen des Vertrauensintervalls vor und nach der Ausheilwärmebehandlung gleich ist. Dies gilt sowohl für Messungen bei Raumtemperatur als auch bei 300 °C. Durch die Bestrahlung mit Neutronen nimmt die Härte erwartungsgemäß zu. Nach der Ausheilwärmebehandlung ist ein deutlicher Rückgang der Härte zu beobachten. Dabei werden für beide Versuchstemperaturen die Ausgangswerte annähernd erreicht.

Die Härte bei Raumtemperatur nimmt mit steigendem Heliumgehalt über die *EUROFER97 Anl.-*, ADS2- und ADS3-Proben zu. Für die Messungen bei Bestrahlungstemperatur zeigt sich bei diesen Proben ein gegenläufiger Trend. So sind die Proben bei Bestrahlungstemperatur umso weicher, desto höher der Heliumgehalt ist.

Durch die Ausheilwärmebehandlung zeigt sich auch bei den ADS2- und ADS3-Proben ein deutlicher Rückgang der Härte. Hier ist ebenfalls ein Anstieg der bleibenden Härte mit zunehmendem Heliumgehalt zu beobachten. Dies gilt sowohl für die Messungen bei Raumtemperatur als auch bei Bestrahlungstemperatur.

Des Weiteren zeigt sich ein Einfluss der Defekte auf die Temperaturabhängigkeit der Härte. Dies ist in Abbildung 7.9 verdeutlicht. Allgemein nimmt die Härte in den unterschiedlichen Stählen umso stärker mit steigender Temperatur ab, desto höher der Heliumgehalt ist. Eine Ausnahme ist der *EUROFER97* im bestrahlten Zustand mit dem geringsten Gehalt an Helium. Hier zeigt sich eine verminderte temperaturbedingte Abnahme

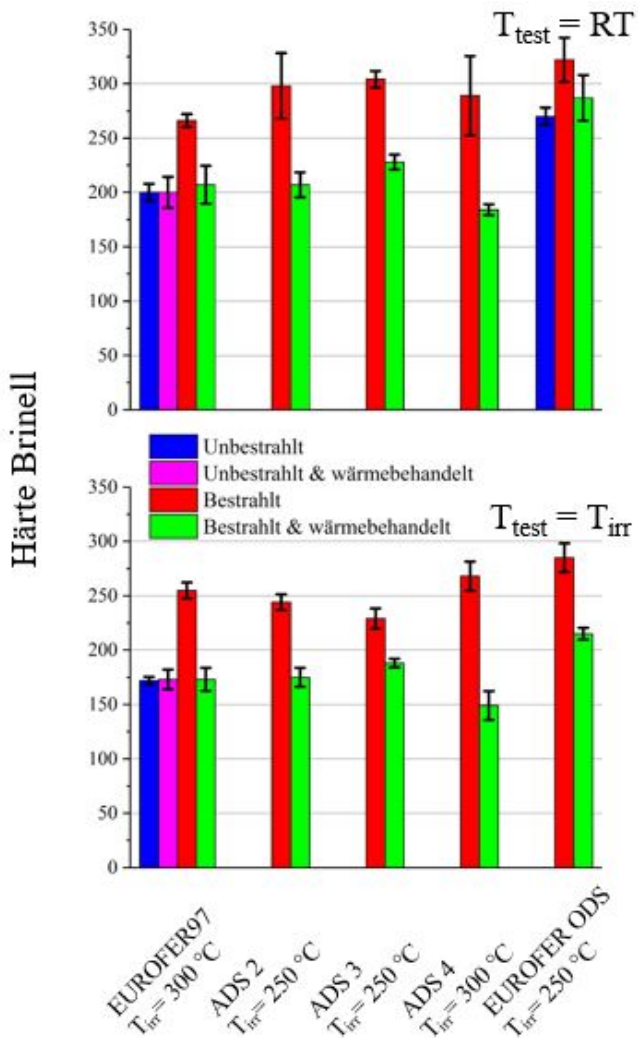


Abbildung 7.8: Härte nach Brinell bei Raumtemperatur (oben) und der jeweiligen Bestrahlungstemperatur (unten).

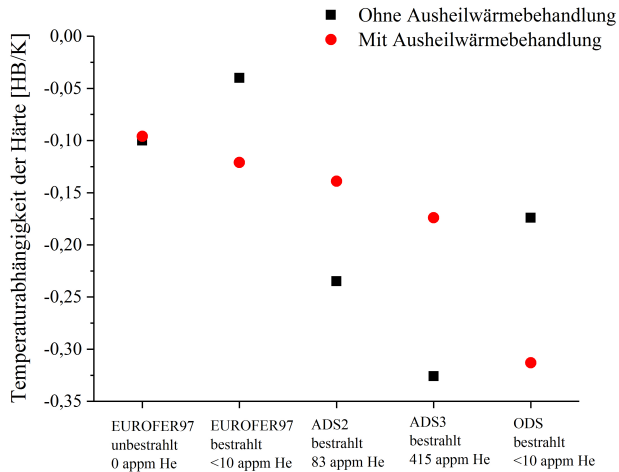


Abbildung 7.9: Temperaturabhängigkeit der Härte von Proben mit unterschiedlichem Heliumgehalt.

der Härte. Generell zeigt ein Vergleich zwischen den Proben mit und ohne Ausheilwärmebehandlung auch in Temperaturabhängigkeit der Härte eine Annäherung an den Zustand der unbestrahlten Probe.

Die ADS4-Probe enthält mit 5800 appm eine weitaus höhere Menge an Helium. Die gemessenen Härtewerte in Abbildung 7.8 folgen dabei nicht dem Trend der vorher beschriebenen Proben. Sowohl der bestrahlte als auch der ausheilwärmebehandelte Zustand zeigen für beide Versuchstemperaturen keinen systematischen Zusammenhang zu den anderen ADS-Legierungen.

*EUROFER ODS* besitzt im unbestrahlten Zustand eine vergleichsweise hohe Härte. Dabei zeigt diese von allen untersuchten Legierungen die geringste Zu- bzw. Abnahme der Härte durch Bestrahlung bzw. Ausheilwärmebehandlung. Die Messungen bei Raum- und Bestrahlungstemperatur zeigen zudem einen hohen Einfluss der Versuchstemperatur auf die Härte. Dabei zeigt die Ausheilwärmebehandlung in Abbildung 7.9 für *EUROFER ODS*

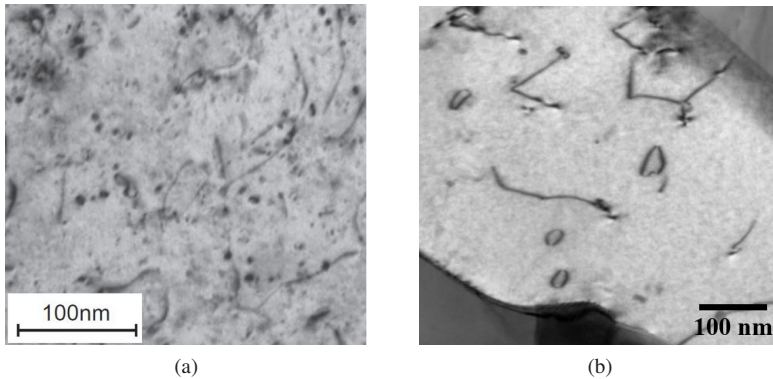


Abbildung 7.10: TEM-Aufnahmen der neutronenbestrahlten *EUROFER97*-Proben vor (a)[121] und nach (b) [120] der Ausheilwärmebehandlung.

eine gesteigerte Temperaturabhängigkeit der Härte, so wie es auch in *EUROFER97* zu beobachten ist.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen der reversiblen Defekte in *EUROFER97 Anl.* nach der Ausheilwärmebehandlung mittels der TEM-Aufnahmen in Abbildung 7.10 zeigen quantitativ eine Abnahme der Defektdichte und eine Zunahme der Defektgröße. Dabei zeigt (a) eine Probe im bestrahltem Zustand aus [121]. In (b) ist ein Ausschnitt von Abbildung B.5 (d) der bestrahlten Probe nach einer Ausheilwärmebehandlung gezeigt.

In Abbildung 7.10 (a) sind viele fein verteilte schwarze Punkte - sogenannte *black dots* - zu erkennen. Nach der Ausheilwärmebehandlung lassen sich dagegen weniger und deutlich größere Versetzungsschleifen erkennen. Von den TEM-Aufnahmen in B.5 der bestrahlten Probe nach einer Ausheilwärmebehandlung wird die Defektdicht auf  $2 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  und die durchschnittliche Defektgröße auf 27 nm geschätzt. Im Vergleich dazu wird im bestrahltem Zustand eine Defektdichte von  $4 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  und eine durchschnittliche Defektgröße von 14 nm ermittelt, wobei der Hauptteil eine Größe von 10 nm besitzt und lediglich wenige Ausnahmen bis zu 25 nm groß sind [121].



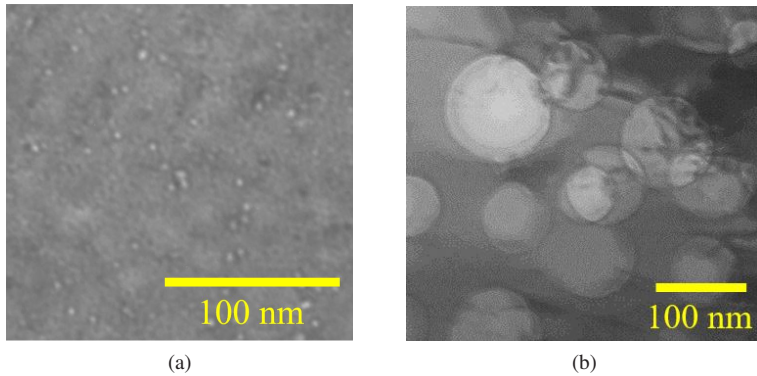


Abbildung 7.11: TEM-Aufnahmen der neutronenbestrahlten ADS4-Probe vor (a) [122] und nach (b) [120] einer Ausheilwärmebehandlung.

Aufgrund der hohen Menge an Helium ist die ADS4-Probe geeignet, um die Mobilität des Heliums bei 550 °C zu untersuchen. Dabei werden Größe und Verteilung der Heliumblasen betrachtet. Abbildung 7.11 zeigt TEM-Aufnahmen bestrahlter ADS4-Proben vor und nach der Ausheilwärmebehandlung. In (a) ist die Aufnahme einer bestrahlten Probe aus [122] gezeigt. Abbildung 7.11 (b) zeigt die bestrahlte ADS4-Probe nach der Ausheilwärmebehandlung.

Anhand der gezeigten Bildern ist eine Änderung in der Größe und Verteilung der Heliumblasen zu erkennen. So sind die Blasen in der TEM-Aufnahme der wärmebehandelten Probe um ein Vielfaches größer. Die Variation der Größe selbst erscheint heterogener, sodass die Abweichungen vom Mittelwert höher sind im Vergleich zu dem Zustand vor der Wärmebehandlung.

### 7.3.3 Diskussion

Die verwendete Ausheilwärmebehandlung hat auf die Härte der unbestrahlten *EUROFER97*-Probe keinen Einfluss. Daraus lässt sich ableiten, dass

sich das Material durch diese Ausheilwärmebehandlung in seinen mechanischen Eigenschaften nicht ändert. Die beobachteten Änderungen der Härte sind somit allein auf die Änderung der neutroneninduzierten Defekte zurückzuführen.

Um die Auswirkung der Ausheilwärmebehandlung auf die reversiblen Defekte zu beschreiben eignet sich die *EUROFER97*-Probe, da hier die Menge an irreversiblen Defekten am geringsten ist. So lässt sich die annähernd vollständige Erholung der Härte durch die TEM-Aufnahmen erklären. Es zeigt sich durch die Ausheilwärmebehandlung, dass die reversiblen Defekte annihilieren und agglomerieren. Daher sind in der ausheilwärmebehandelten Probe wenige große Versetzungsschleifen anstatt der vielen fein verteilten *black dots* zu beobachten. Somit steht der Bewegung von Versetzungen in der ausheilwärmebehandelten Probe eine geringe Anzahl von großen Defekten entgegen, während im bestrahlten Zustand viele kleine Defekte vorhanden sind. Neben dem Unterschied in der absoluten Anzahl stellen größere Defekte ein energetisch geringeres Hindernis für Versetzungen dar. Dies kann einerseits durch den *Orowan-Mechanismus* erklärt werden, bei dem es für Versetzungen energetisch günstiger ist, Defekte ab einer bestimmten Größe zu umgehen anstatt diese zu schneiden. Andererseits nimmt durch die Agglomeration das Verhältnis von der Grenzfläche zum Volumen der Defekte ab, wodurch die Bewegung von Versetzungen ebenfalls weniger behindert wird.

Durch die Härtewerte bei Raumtemperatur der *EUROFER97*- sowie der ADS2- und ADS3-Proben lassen sich die Auswirkungen der irreversiblen Defekte auf die mechanischen Eigenschaften beurteilen. So stellen diese zusätzliche Hindernisse für die Bewegung von Versetzungen dar, wodurch die Härtewerte bei Raumtemperatur mit dem Heliumgehalt steigen. Die gezeigten Ergebnisse stützen damit die Erkenntnisse aus [118]. Dort wurde gezeigt, dass sich die Auswirkungen der unterschiedlichen Defekte linear überlagern. Durch die Unterschiede der Ausgangslegierungen, Bestrahlungstemperaturen und der Vertrauensintervalle lässt sich jedoch kein

konkreter Proportionalitätsfaktor zwischen Heliumgehalt und Zunahme der Härtewerte ableiten.

Im Zusammenhang mit den Ergebnissen der ausheilwärmebehandelten Proben in Abbildung 7.9 lässt sich im Allgemeinen schließen, dass Helium eine Temperaturabhängigkeit der Härte verstärkt. So zeigt die bestrahlte *EUROFER97*-Probe mit hauptsächlich reversiblen Defekten sogar eine Abnahme der Temperaturbeständigkeit der Härte. Daraus kann zunächst auf einen starken Einfluss der reversiblen Defekten auf die Versprödung geschlossen werden. In Kombination mit irreversiblen Defekten ist dies jedoch nicht gegeben. So zeigt sich in den ADS2- und ADS3-Proben mit einer Ausheilwärmebehandlung, durch den Abbau von reversiblen Defekten auch eine Abnahme der temperaturbedingten Änderung der Härte.

Die ADS2- und ADS3-Legierungen sind im unbestrahlten Zustand einander sehr ähnlich. Jedoch enthält der ADS3 nach der Bestrahlung mit Neutronen in etwa die fünffache Menge an Helium wie der ADS2. Somit können durch den ADS3 die Auswirkungen der erwarteten  $\frac{He}{dpa}$ -Rate einer Fusionsneutronenquelle simuliert werden. Durch die Ergebnisse in Abbildung 7.8 zeigt ADS3 im Vergleich zu ADS2 lediglich eine geringe Veränderung der Härte durch die zusätzliche Menge an Helium. Daraus kann gefolgert werden, dass das Neutronenspektrum einer Fusionsquelle eine lediglich geringfügig stärkere Versprödung verursacht, als es durch das Spektrum einer Spaltungsquelle der Fall ist. Diese Erkenntnis ermöglicht es, das Verhalten der Strukturmaterialien in zukünftigen Fusionsreaktoren, durch vorhandene Untersuchungen von Strahlungsschäden einer Spaltungsquelle besser abzuschätzen.

Die TEM-Aufnahmen der ADS4-Proben in Abbildung 7.11 zeigen größere und heterogener verteilte Heliumblasen in der wärmebehandelten Probe. Da die beschriebene Präparation lediglich eine lokal begrenzte Betrachtung zulässt, kann daraus jedoch nicht eindeutig auf eine Bewegung des Heliums während der Wärmebehandlung geschlossen werden. So wird in [122] gezeigt, dass sich die Heliumblasen ringförmig um die Borauscheidungen der

Ausgangslegierung anordnen. Dabei ist die Größenverteilung innerhalb des Rings nicht homogen und somit von dem betrachteten Ausschnitt abhängig. Zudem können Ringe mehrerer Ausscheidungen überlappen, wodurch die lokale Konzentration des Heliums ebenfalls stark variiert. Um eine Beweglichkeit des Heliums während der Wärmebehandlung eindeutig zu bestätigen, muss die Präparation der TEM-Probe so angepasst werden, dass große Bereiche der Probe untersucht werden können. Hierfür eignet sich eine Präparation mittels eines *Focused Ion Beam* (FIB) voraussichtlich besser als die elektro-chemische Abdünnung.

Die Härte von *EUROFER ODS* verhält sich im bestrahlten Zustand gemäß den Erkenntnissen aus Kapitel 7.1 und [87]. Dabei ist die neutroneninduzierte Verhärtung im Vergleich zum *EUROFER97* gering, was auf die Oxidpartikel zurückzuführen ist. Diese stellen Senken und Rekombinationszentren für Gitterdefekte dar (siehe u.a [123, 124, 125]). Die Wärmebehandlung bewirkt auch hier eine Erholung der Härte. Diese ist vergleichsweise gering, was durch die geringe Menge an vorhandenen Defekten erklärt werden kann, da eine Vielzahl bereits während der Bestrahlung an den Oxidpartikeln rekombiniert. Dadurch finden während der Ausheilwärmebehandlung weniger Annihilations- und Agglomerationsereignisse statt.

Dieser Effekt der Oxidpartikel auf Defekte ist eine plausible Erklärung für das beobachtete Verhalten der Härte. Dennoch ist es an dieser Stelle erwähnenswert, dass die Bestrahlung mit Neutronen die Größe und Zusammensetzung der Oxidpartikel sowie deren Grenzfläche zur der Matrix (siehe z.B. [126]) ändern. Daraus können weitere Beiträge zur gemessenen Härte resultieren.

Allgemein kann die gewählte Wärmebehandlung für eine Erholung der mechanischen Eigenschaften als geeignet beurteilt werden. So werden reversible Defekte abgebaut und die Härte kann den Ausgangswerten stark angenähert werden. Die Beweglichkeit des Heliums während der Ausheilwärmebehandlung ist nicht abschließend geklärt und bedarf weiterer Untersuchungen. Jedoch lassen die gezeigten Härtewerte der ADS2 und ADS3 Legierung

darauf schließen, dass die Beweglichkeit des Heliums bis zu einer Konzentration von 415 appm lediglich geringe Auswirkungen auf die Härte besitzt. Zudem zeigt [90], dass *EUROFER97* eine vergleichsweise hohe Resistenz gegenüber Transmutationsreaktionen besitzt. Mit den Erkenntnissen über weitere mechanische Eigenschaften wie Zug- und Wechselfestigkeit sowie der Spröd-duktil-Übergangstemperatur aus [76], [77] und [117] können die gezeigten Ergebnisse dazu beitragen, zu erwartende Änderungen des mechanischen Verhaltens durch das Spektrum einer Fusionsneutronenquelle abzuschätzen. Die gezeigte Wärmebehandlung kann eine Verlängerung der Lebensdauer von Strukturelementen erreichen, dabei hängt die Limitierung der Erholung maßgeblich von dem Gehalt an neutroneninduziertem Helium ab.



## 8 Untersuchungen weiterer Anwendungsmöglichkeiten des KAHTI

Neutronenbestrahlte Proben mittels registrierender Härtemessungen zu untersuchen ist im Vergleich zu anderen etablierten Charakterisierungsmethoden bedeutend effizienter. Im Folgenden werden zwei Möglichkeiten untersucht, den KAHTI über Härtemessungen hinaus zu verwenden. Dabei soll einerseits geprüft werden, ob mittels künstlicher neuronaler Netze weitere mechanische Parameter bestimmt werden können. Andererseits wird die einzigartige Kombination des KAHTI und HFR IIB-Proben genutzt, um Ergebnisse von Finite-Elemente-Simulationen experimentell zu bestätigen.

### 8.1 Verwendung von künstlichen neuronalen Netzen zur Parameterbestimmung

Der Einsatz von *Finite-Elemente* (FE) Simulationen kann das Potential der registrierenden Härtemessung erweitern (siehe z.B. [127]). Dadurch ist es möglich zusätzliche Informationen über das Fließ- und Verfestigungsverhalten zu gewinnen. Für dieses Ziel entwickelten Huber und Tyulyukovskiy in [39] einen Algorithmus, der auf künstlichen neuronalen Netzen (KNN) beruht (siehe Kapitel 2.6).

Dieser Algorithmus wurde von Klötzer et al. in [40] evaluiert. Hier zeigte sich, dass dieser robust ist und lediglich geringe Abweichungen in den wichtigsten Parametern, Elastizitätsmodul und Streckgrenze, auftreten. Dies gilt jedoch nur unter geeigneten Voraussetzungen wie z.B. idealer Präparation

der Probenoberfläche und Form des Eindringkörpers.

Die Anwendung dieses Algorithmus ist im Hinblick auf die mechanische Charakterisierung fusionsrelevanter Materialien ebenfalls von hohem Interesse. Huber et. al zeigten in [43], dass dieser geeignet ist um aus registrierenden Härtemessungen an *EUROFER97* zuverlässig mechanische Parameter abzuleiten. Die dort verwendeten Last-Eindringtiefenkurven wurden mittels des Härteprüfers *Z005* der Firma *Zwick/Roell* aufgenommen. Diese Anlage entspricht sowohl im Messbereich als auch in der Auflösung der Referenzanlage *Z2.5* (siehe Kapitel 4.2).

Aufgrund des hohen Potentials ist es von Interesse, den genannten Algorithmus auf registrierende Härtemessungen bei hohen Temperaturen auszuweiten. Daher gilt es zu überprüfen, ob dieser auf die Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI angewendet werden kann, um mechanische Parameter in vergleichbarer Qualität zu ermitteln.

In Kapitel 4.1 und 6.3 ist gezeigt, dass die Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI aufgrund der optischen Wegmessung ein Hintergrundrauschen aufweisen. Es ist zu erwarten, dass dies die Auswertung mittels des Algorithmus beeinträchtigt. Daher muss untersucht werden, wie sensibel dieser auf methodisch bedingte Störungen reagiert und ob diese kompensiert werden können. Diese Fragestellung wurde begleitend zur vorliegenden Arbeit in der Bachelorthesis von G.Wanke [44] untersucht. Im Folgenden sollen diese Untersuchungen zusammengefasst und die erlangten Ergebnisse diskutiert werden.

### **8.1.1 Verwendeter Ansatz**

In [44] wird die zuvor beschriebene Fragestellung in zwei unabhängigen Schritten betrachtet. Im ersten Schritt steht die Sensibilität des Algorithmus gegenüber Störungen im Vordergrund. Als Ausgangspunkt dienen ideale Eingangsdaten multizyklischer Härtemessungen gemäß [43]. Diese wurden mit der Referenzanlage *Z2.5* an *EUROFER97 Anl.* aufgenommen. Zusätz-



lich wurde die Aluminiumlegierung *AW 6060* in die Untersuchung miteinbezogen. Da sich deren mechanische Eigenschaften stark von *EUROFER97* unterscheiden, lassen sich die Grenzen des verwendeten Algorithmus abschätzen.

Die Präparation der Proben erfolgte für beide Materialien gemäß Kapitel 4.3. Als Eindringkörper wurde ein sphärischer Diamant mit einem Radius von  $196,5 \mu\text{m}$  verwendet. Alle Last-Eindringtiefenkurven wurden bei Raumtemperatur aufgenommen.

Die Qualität der idealen Last-Eindringtiefenkurven wurde anschließend systematisch verschlechtert, bis es dem Algorithmus nicht mehr möglich war, diese zu lesen. Da das Hintergrundrauschen auf die Methode der Wegmessung zurückzuführen ist, wurde ausschließlich das Wegsignal verschlechtert. Dies geschah einerseits durch eine Überlagerung mit einer trigonometrischen Funktion, bei der Amplitude und Wellenlänge variiert wurden. Andererseits wurden gaußverteilte Abweichungen zwischen  $0,2$  und  $-0,2 \mu\text{m}$  auf die ideale Kurve addiert. Dabei wurden die Intervalllängen zwischen den Abweichungen variiert. In beiden Fällen orientierten sich die Werte der variablen Parameter an dem realen Hintergrundrauschen der Wegmessung des KAHTI. Beispielhaft sind in Abbildung 8.1 zwei ideale Kurven mit den beschriebenen überlagerten Störungen gezeigt.

Da der Algorithmus wenige diskrete Punkte auf der Last-Eindringtiefenkurve wählt, welche als Ausgangspunkte für die Berechnungen dienen, wurde im zweiten Schritt die Möglichkeit untersucht das Hintergrundrauschen zu kompensieren. Dadurch soll es für den Algorithmus möglich sein, reproduzierbare Werte zu erlangen. Hierfür wurden die gleichen multizyklischen Härtemessungen an *EUROFER97 Anl.* mit dem KAHTI durchgeführt. Als Eindringkörper wurde ein sphärischer Diamant mit einem Radius von  $202,8 \mu\text{m}$  verwendet. Für ein möglichst geringes Hintergrundrauschen wurden zunächst zwei Härtemessungen ohne Kühlung durchgeführt. Für Untersuchungen mit dem real zu erwartenden Hintergrundrauschen wurden zusätzlich zwei weitere Härtemessungen mit eingeschalteter Kühlung

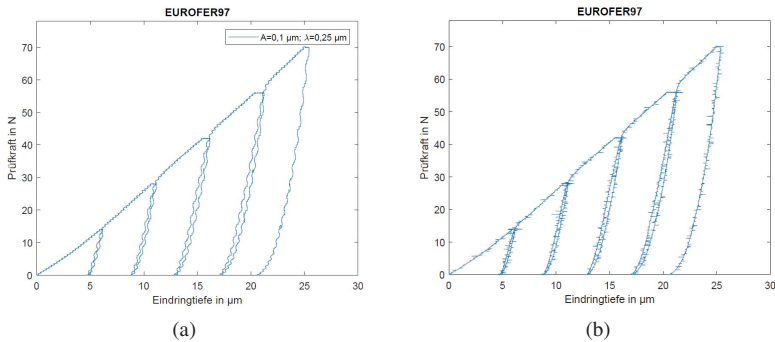


Abbildung 8.1: Ideale Last-Eindringtiefenkurven überlagert mit künstlichen Störungen. (a) zeigt eine Störung durch eine trigonometrische Funktion. (b) zeigt Abweichungen mit statistische verteilten Werten.[44]

aufgenommen. Alle Kurven wurden zunächst in ihrer ursprünglichen Form von dem Algorithmus ausgewertet. Um eine ungünstige Auswahl von Einzelpunkten zu vermeiden, wurden weiterführend die Messdaten durch eine Annäherungsfunktion ersetzt. Dies erfolgte über zwei separate Ansätze. Zum einen wird der vierte Entlastungszyklus nach der Methode von W. Oliver und G. Pharr (siehe Kapitel 2.5.3) angenähert, da hieraus der Elastizitätsmodul bestimmt wird. Dies ist in Abbildung 8.2 (a) gezeigt. Zum anderen erfolgte eine sukzessive Annäherung der gesamten Kurve über die Methode der kleinsten Quadrate. Dabei wurde für die Be- und Entlastungskurven eine Potenzfunktion und für die Haltephasen eine lineare Funktion gewählt. Eine solche Annäherung ist in Abbildung 8.2 (b) dargestellt.

### 8.1.2 Ergebnisse

Die Ergebnisse aus [44] werden exemplarisch an den errechneten Elastizitätsmoduli und 0,2 %-Dehngrenzen erläutert.

Die mit dem Algorithmus aus den idealen Last-Eindringtiefenkurven bestimmten Werte sind in Tabelle 8.1 den Literaturwerten gegenübergestellt.

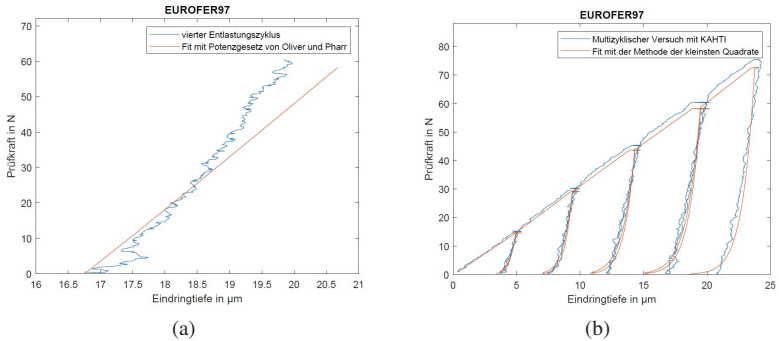


Abbildung 8.2: Annäherung des vierten Entlastungszyklus mit dem Potenzgesetz nach W. Oliver und G. Pharr (a) sowie die vollständig angenäherte Kurve mit der Methode der kleinsten Quadrate über Linear- und Potenzfunktionen (b).[44]

Die Ergebnisse für *EUROFER97* liegen nahe an den Werten der Literatur. Dagegen weichen die ermittelten Werte der Aluminiumlegierung deutlich ab.

Der Algorithmus ist somit valide für *EUROFER97*, wodurch die Ergebnisse aus [40] bestätigt werden. Bei der Aluminiumlegierung ist dies jedoch nicht gegeben. Der Grund hierfür wird in einem höheren Aufwölbungsverhalten vermutet. Zudem bauen die einzelnen neuronalen Teilnetze innerhalb des Algorithmus in der Auswertung auf den Ergebnissen des vorangegangenen auf, wobei der Elastizitätsmodul als erstes bestimmt wird. Das folgende Teilnetz für die 0,2%-Dehngrenzen verarbeitet diesen Eingabevektor weiter, wodurch sich der Fehler fortpflanzt und zu einer zusätzlichen und damit höheren Abweichung führt.

Die Auswirkungen der trigonometrischen Störfunktion ist am Beispiel *EUROFER97* in Abbildung 8.3 veranschaulicht. Hier ist der Verlauf des Elastizitätsmoduls in Abhängigkeit der Amplitude für verschiedene Wellenlängen gezeigt. Die Ausgabewerte weichen stets vom Referenzwert ab. Lediglich in zwei Punkten stimmen die errechneten Werte zufällig überein. Bereits kleine Störungen der Eingabedaten haben eine hohe Variation der errechneten

Material	Parameterursprung	$E$ [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]
EUROFER97	neuronales Netz	215	519
	Literaturwert [85]	210	537
AW 6060	neuronales Netz	84	218
	Literaturwert [102]	70	160

Tabelle 8.1: Elastizitätsmoduli und 0,2 %-Dehngrenzen des auf neuronalen Netzen beruhenden Algorithmus und der Literatur. [44]

ten Werte zur Folge. Ein systematischer Zusammenhang zwischen Störung und errechnetem Wert ist nicht zu erkennen. Die Abweichung der errechneten Werte kann somit nicht abgeschätzt oder kalibriert werden. Aus den

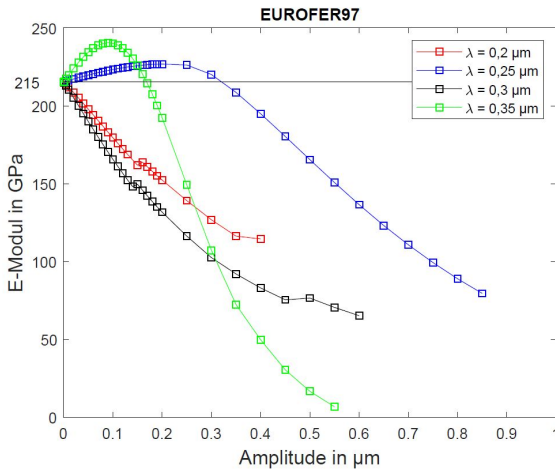


Abbildung 8.3: Durch den Algorithmus berechnete Elastizitätsmoduli in Abhängigkeit von Amplitude und Wellenlänge der trigonometrischen Störfunktion. Der Referenzwert von 215 GPa ist als Gerade eingezeichnet. [44]

fehlerhaft berechneten Werten des Elastizitätsmoduls folgt eine fehlerhafte Berechnung der Streckgrenze in Abbildung B.6. Deren Abweichungen vom

Referenzwert sind ebenfalls unvorhersehbar.

Das gleiche lässt sich für die Eingabedaten beobachten, welche mit den gaußverteilten Störungen überlagert sind. So ist in Tabelle A.13 kein systematischer Zusammenhang der errechneten Werte mit einer Variation der Intervalllängen zu erkennen.

Der verwendete Algorithmus stützt seine Berechnungen auf wenige diskrete, willkürlich gewählte Datenpunkte. Für die künstlich verschlechterten Kurven beider Störfunktionen wird diese Auswahl der Datenpunkte als Ursache vermutet. So ist die Wahrscheinlichkeit für eine günstige Wahl der Datenpunkte äußerst gering und nicht reproduzierbar. Dadurch verursachen bereits Störungen von 70 nm eine Abweichung der Ergebnissen von über 5 %. Die maximal tolerierbaren Störungen liegen damit im Bereich der möglichen Auflösung des KAHTI (siehe [2]).

Im zweiten Schritt der Untersuchungen zeigen die Ansätze zur Kompensation des Hintergrundrauschens einen geringen Einfluss auf die errechneten Werte. Sowohl die Annäherung des vierten Entlastungszyklus mit dem Potenzgesetz nach W. Oliver und G. Pharr als auch der gesamten Kurve mit der Methode der kleinsten Quadrate über Linear- bzw. Potenzfunktionen führen zu einer mäßigen Verbesserung in der Reproduzierbarkeit des errechneten Elastizitätsmoduls. Die Werte der 0,2 %-Dehngrenze weichen weiterhin unvorhersehbar ab (siehe [44]).

### 8.1.3 Diskussion

Die zuvor dargestellten Ergebnisse aus [44] sollen im Zusammenhang mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit und der Literatur diskutiert werden. Dabei gilt es zu klären, ob es prinzipiell möglich ist, den hier betrachteten Algorithmus auf Kurven anzuwenden, die mit dem KAHTI aufgenommen wurden.

Die Ergebnisse des hier verwendeten Algorithmus bestätigen die Ergebnisse aus [40] für ideale Kurven von *EUROFER97*. Somit kann der Algorithmus

in dieser Umgebung als reproduzierbar arbeitend angesehen werden. Dadurch ist auch gezeigt, dass die in [44] verwendeten idealen Kurven eine geeignete Basis sind, um die Auswirkungen von Störungen zu untersuchen. Im Falle der Aluminiumlegierung war in [44] eine korrekte Berechnung der Parameter nicht gegeben. Neben der angeführten Erklärung des höheren Aufwölbungsverhaltens, sind weitere Ursachen möglich. So ist in [40] beschrieben, wie die Oberflächengüte der Probe ebenfalls Einfluss nimmt. Die Präparation ist für beide Materialien gleich, Aluminium besitzt jedoch eine wesentlich geringere Härte. Daher ist anzunehmen, dass die Körnung des zur Präparation verwendeten Schleifpapiers eine geringere Oberflächengüte bzw. eine höhere Oberflächenrauheit erzielt.

Eine weitere Erklärung liegt im Training der im Algorithmus eingebundenen KNN. In [39] ist dargestellt, dass KNN im allgemeinen annähernder Natur sind und nur mit ausreichenden Erfahrungen in der Lage sind akkurate Ergebnisse zu liefern. Der Anwendungsbereich ist somit beschränkt auf die nächste Umgebung der antrainierten Erfahrungen. Die KNN des hier verwendeten Algorithmus sind an unbestrahltem *EUROFER97* trainiert und können in der nächsten Umgebung korrekte Werte für bestrahlten *EUROFER97* berechnen [43]. Da sich das mechanische Verhalten von Aluminium stark von dem des *EUROFER97* unterscheidet ist es plausibel, dass dieses nicht richtig von den verwendeten KNN interpretiert werden kann.

Die systematischen Verschlechterungen der idealen Kurve zeigen eine hohe Sensibilität der KNN gegenüber Störungen. Dabei sind die künstlichen Störungen teilweise geringer als die technisch mögliche Wegauflösung des KAHTI. Daraus folgt eine zwingende Notwendigkeit, die mit dem KAHTI aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven vorab durch eine Funktion zu beschreiben und anschließend zu ersetzen.

So zeigt die Annäherung der Last-Eindringtiefenkurven über Linear- und Potenzfunktion mittels der Methode der kleinsten Quadrate eine Steigerung in der Reproduzierbarkeit des errechneten Elastizitätsmoduls. Dies bestätigt den beschriebenen Lösungsansatz. Die Untersuchungen in [44] besitzen

jedoch einen zu geringen Umfang, um abschließend eine geeignete Annäherung zu identifizieren. Es gilt zu prüfen, welches Annäherungsverfahren geeignet für die Kurven des KAHTI ist. Durch die Erkenntnisse aus Kapitel 6.1 kann das Potenzgesetz nach W. Oliver und G. Pharr jedoch ausgeschlossen werden, da mindestens ein Einsatzkriterium aus Kapitel 2.5.3 für Messungen an *EUROFER97* nicht erfüllt wird.

Mit den hier diskutierten Erkenntnissen lässt sich schlussfolgern, dass ein erfolgreicher Einsatz des Algorithmus von Huber und Tyulyukovskiy auf die Kurven des KAHTI prinzipiell möglich ist. Um diese Fragestellung weiterführend zu klären, wird folgendes Vorgehen empfohlen: Zunächst ist die standardisierte Versuchsführung und Auswertung aus Kapitel 6.2, 6.3 und 6.7 grundlegend, da ansonsten die Annäherungsfunktion auf falschen Wertepaaren beruht. Dies wirkt sich dementsprechend auf die Reproduzierbarkeit der errechneten Werte aus. Eine Nullpunktkorrektur wird zwar durch das Teilnetz *ZeroNet* im Algorithmus durchgeführt, jedoch lässt die Höhe der vernachlässigten Eindringtiefe durch den KAHTI darauf schließen, dass diese nicht angemessen ist.

Weiterführend muss das Verfahren optimiert werden, mit dem die Annäherung der zugrundeliegenden Kurven erfolgt. Diese Annäherung kann ebenfalls in Form eines Teilnetzes in den Algorithmus implementiert werden. Ist dies gegeben, können die Teilnetze des Algorithmus an den Eingabedaten des KAHTI trainiert und somit angepasst werden. Ein Einsatz dieser angepassten Teilnetze im Algorithmus kann es ermöglichen, repräsentative Materialparameter aus Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI zu bestimmen.

## **8.2 Verwendung von HFR IIb-Proben zur Überprüfung von Finite-Elemente-Simulationen**

In diesem Kapitel soll die einzigartige Kombination aus Härtemessungen bei hohen Temperaturen und neutronenbestrahlten Proben genutzt werden,

um vorhandene Finite-Elemente-Simulationen von Taljat und Pharr [45] über das Aufwölungsverhalten experimentell am Beispiel *EUROFER97* zu bestätigen.

Das Aufwölben und Einsinken eines Materials in der nächsten Umgebung eines Härteeindrucks verändert die wahre Kontaktfläche, sodass diese nicht mehr über die Geometrie des Eindringkörpers berechnet werden kann. Dies wirkt sich besonders bei der registrierenden Härtemessung auf die resultierenden Ergebnisse aus (vgl. Kapitel 2.7). Aus diesem Grund besteht das Interesse, das Einsinken und Aufwölben abzuschätzen, annähernd so lange wie die registrierende Härtemessung selbst.

Es existiert eine Vielzahl an Untersuchungen mit dem Ziel, anhand bekannter Material- und Versuchsparameter das zu erwartende Verhalten abzuschätzen. Dabei stehen in den meisten Arbeiten einzelne ausgewählte Parameter in Fokus (siehe z.B. [33, 128]).

In der Arbeit [45] wurden mittels Finite-Element-Simulationen systematisch alle Material- und Versuchsparameter untersucht, welchen der größte Einfluss auf das Aufwölungs- bzw. Einsinkverhalten zugeschrieben wird. Die betrachteten Materialparameter waren dabei das elastisch-plastische Verhältnis  $\frac{E}{\sigma_y}$  des Elastizitätsmoduls  $E$  zur Fließspannung  $\sigma_y$  sowie der Verfestigungsexponent  $n$ . Die variablen Parameter des Versuchs, bezogen auf die Kontaktbedingungen, sind sowohl das Verhältnis der Eindringtiefe  $h$  zum Radius  $R$  eines sphärischen Eindringkörpers als auch der Reibungskoeffizient  $\mu$  zwischen Eindringkörper und Probe.

Durch die Variation der einzelne Parameter konnte deren Einfluss auf das Aufwölungsverhalten gezeigt werden. Dabei wurde das Aufwölungsverhalten durch das Verhältnis der Aufwölbungshöhe  $s$  zur Eindringtiefe  $h$ , den sogenannten *Aufwölbungsfaktor*, quantifiziert. Die erlangten Ergebnisse wurden mit den Arbeiten [129, 130, 131] verglichen, welche auf den gleichen Modellen und Annahmen basieren. Dabei stimmen die Ergebnisse für den betrachteten Bereich und Extremfälle überein.

Daher werden die umfangreichen und systematischen Simulationen der Ar-



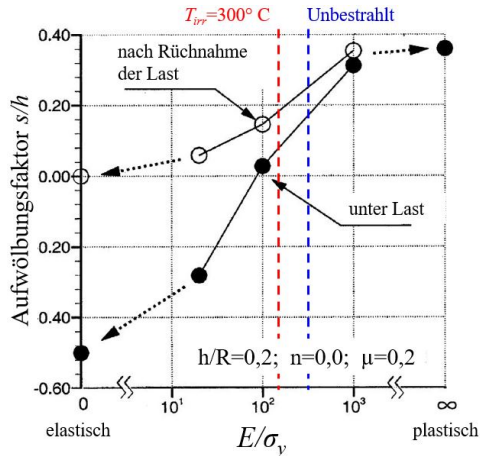


Abbildung 8.4: Simulationsergebnisse des Aufwölbungsfaktors  $s/h$  in Abhängigkeit vom elastisch-plastischen Verhältnis  $\frac{E}{\sigma_y}$ , nach [45]. Senkrecht eingezeichnet sind die elastisch-plastischen Verhältnisse der unbestrahlten (blau) und der bei  $300^\circ\text{C}$  bestrahlten Probe (rot).

beit [45] als geeignet betrachtet, um den Zusammenhang zwischen Material- bzw. Versuchsparametern und dem Aufwölbungsverhalten zu beschreiben. Dies soll im Folgenden experimentell am Beispiel *EUROFER97* überprüft werden.

### 8.2.1 Eigener Ansatz

In [45] wird der stärkste Einfluss auf das Aufwölbungsverhalten dem elastisch-plastischen Verhältnis  $\frac{E}{\sigma_y}$  und dem Verfestigungsexponenten  $n$  zugeschrieben. Daher werden die Ergebnisse aus [45] an diesen beiden Parametern überprüft. Gemäß Abbildung 8.4 tritt umso mehr Aufwölbung auf, je plastischer das Material ist. Im Gegensatz dazu zeigen rein elastische Materialien entsprechend dem Hertz'schen Kontakt ein Einsinken.

Für die verwendeten *EUROFER97*-Proben dieser Arbeit stehen keine Werte des Elastizitätsmoduls und der Fließspannung aus der Literatur zur Verfü-

Zustand	T <sub>irr</sub> = 300 °C		Unbestrahlt	
	T <sub>test</sub> [°C]	20	300	20
E <sub>it</sub> [GPa]	165	150	165	150
R <sub>p0,2</sub> [MPa]	1106	927	550	480
$\frac{E_{it}}{R_{p0,2}}$	149	162	300	313

Tabelle 8.2: Kennwerte des *EUROFER97 Anl.* unbestrahlt und bestrahlt bis 16,3 dpa bei 300 °C. Die Eindringmodule basieren auf den Erkenntnissen aus Kapitel 6.5, die Werte der 0,2 %-Dehngrenze entstammen [69, 71].

gung. Daher werden diese Parameter im Folgenden durch die bekannten und physikalisch äquivalenten Werte des Eindringmoduls  $E_{it}$  aus Kapitel 2.5.2 sowie der 0,2 %-Dehngrenzen  $R_{p0,2}$  aus [69, 71] ersetzt. Durch die variable Versuchstemperatur im KAHTI kann das elastisch-plastische Verhältnis variiert werden. Dies zeigen die Werte einer bestrahlten und einer unbestrahlten *EUROFER97*-Probe in Tabelle 8.2. Hier ist zu erkennen, dass das Verhältnis  $\frac{E_{it}}{R_{p0,2}}$  durch eine Erwärmung von 280 °C zunimmt. Die Zunahme des elastisch-plastischen Verhältnisses beträgt in beiden Fällen +13 und ist damit auf der logarithmischen Skala in Abbildung 8.4 gering. Sie entspricht in etwa der Breite der eingezeichneten Linien. Trotz der geringen Breite wird für das Experiment generell eine Zunahme des Aufwölbungsfaktors mit einer Zunahme der Temperatur erwartet.

Mit der Annahme, dass eine bestrahlte und damit härtere Probe eine geringere Verfestigung zeigt als eine unbestrahlte, wird ein höherer Aufwölbungsfaktor bei der bestrahlten Probe erwartet. Dies zeigen die drei Kurven mit unterschiedlichen Verfestigungsexponenten in Abbildung 8.5.

Im Folgenden soll überprüft werden, ob sich der Aufwölbungsfaktor von bestrahltem bzw. unbestrahltem *EUROFER97* gemäß vorangestellten Erwartungen verhält und damit die Finite-Elemente-Simulationen aus [45] exemplarisch bestätigt.

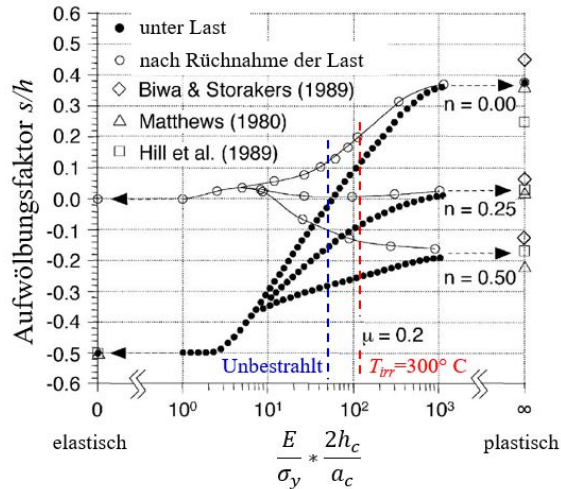


Abbildung 8.5: Simulation des Aufwölbungsfaktors  $s/h$  aufgetragen über das normierte elastisch-plastische Verhältnis nach [45]. Die senkrechten Linien kennzeichnen die Werte der unbestrahlten Probe (blau) sowie der bestrahlten Probe (rot).

## 8.2.2 Experimentelles Vorgehen

Für die Untersuchung des Aufwölbungsverhaltens wird eine Hälfte der Probe YA12 aus *EUROFER97 Anl.* verwendet. Diese ist durch das Bestrahlungsprogramm HFR IIb mit einer Schädigungsdosis von nominell 16,3 dpa bei einer Temperatur von 300 °C bestrahlt und weist somit die höchste neutroneninduzierte Verhärtung auf (siehe Kapitel 7.1). Dem gegenüber wird eine unbestrahlte Probe aus *EUROFER97 Anl.* gestellt.

Beide Proben werden gemäß Kapitel 4.3 präpariert. In die präparierten Proben werden mit dem KAHTI Härteeindrücke bei unterschiedlichen Temperaturen eingebracht. Die Anzahl an Härteeindrücken sowie die jeweiligen Temperaturen sind in Tabelle 8.3 gezeigt. Als Eindringkörper wird ein sphärischer Diamant (Brinell) mit einem Radius von 202,7  $\mu\text{m}$  verwendet. Die Maximallast von 40 N wird mit einer Lastrate von 1 N/s aufgebracht und

Temperatur [°C]	20	50	80	120	150	180	210	240	270
Anzahl der Versuche	2	3	3	3	2	2	2	2	2

Tabelle 8.3: Anzahl der Härtemessungen mit den zugehörigen Versuchstemperaturen.

14 s lang gehalten.

Alle Härteeindrücke sowie deren umgebende Aufwölbung werden gemäß Kapitel 4.4 am REM dreidimensional vermessen und das Verhältnis der Aufwölbungshöhe  $s$  zur Eindringtiefe  $h$  bestimmt. Zur Vollständigkeit und Überprüfung der Plausibilität werden zusätzlich die Härtewerte gemäß Kapitel 2.4.2 aus dem Durchmesser berechnet. Aufgrund der geringen Anzahl an Versuchen wird für beide Werte die Standardabweichung nach Gleichung 4.5 aus Kapitel 4.5 als Messunsicherheit angegeben. Sowohl  $\frac{s}{h}$  als auch die Härte nach Brinell werden auf ihre Temperaturabhängigkeit hin untersucht.

### 8.2.3 Ergebnisse

Die ermittelten Aufwölbungsfaktoren und Härtewerte sind in Tabelle A.14 aufgeführt. In Abbildung 8.6 sind die Verläufe der Aufwölbungsfaktoren über der Versuchstemperatur aufgetragen. Beide Verläufe zeigen eine Zunahme des Aufwölbungsfaktors mit steigender Temperatur. Ab einer ausreichend hohen Temperatur bleibt der Aufwölbungsfaktor unter Berücksichtigung der Standardabweichung für beide Proben konstant und bildet somit ein Plateau. Bei der bestrahlten Probe ist dies ab 200 °C zu beobachten, während die unbestrahlte Probe den Übergang in ein solches Plateau ab 180 °C aufweist. Der Verlauf beider Kurven ist ähnlich, wobei die Kurve der bestrahlten Probe bei höheren Werten liegt.

In Abbildung 8.7 sind die temperaturabhängigen Härtewerte dargestellt. Auch hier ist ein ähnlicher, parallel versetzter Verlauf auf unterschiedlichen Höhen zu erkennen. Die Härte der bestrahlten Probe ist höher als die der

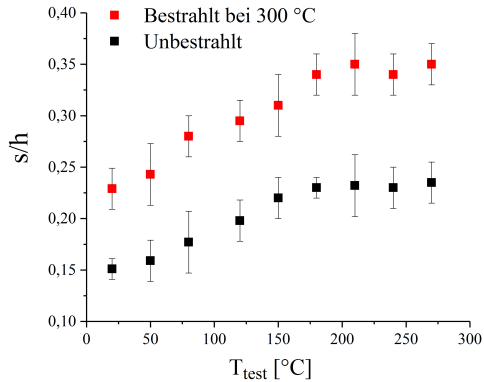


Abbildung 8.6: Verlauf des Aufwölbungsfaktors einer unbestrahlten (schwarz) und einer bestrahlten (rot) *EUROFER97 Anl.*-Probe bei unterschiedlichen Versuchstemperaturen.

unbestrahlten. Für beide Proben nimmt die Härte mit zunehmender Temperatur ab.

## 8.2.4 Diskussion

Die Zunahme des Aufwölbungsfaktors von ca. 0,09 durch die Änderung des elastisch-plastischen Verhältnisses von 13 ist in beiden Proben wesentlich größer, als es die Ergebnisse aus [45] erwarten lassen. Die Ursache hierfür kann nicht festgestellt werden, es wird jedoch ein konstanter Versatz in den ermittelten Höhenwerten des Vier-Quadranten Rückstreuelektronendetektors vermutet. Des Weiteren sind die beobachteten Plateaus für den betrachteten Wertebereich des elastisch-plastischen Verhältnisses in Abbildung 8.5 ebenfalls nicht zu erwarten. Der Wertebereich von 13 ist auf der logarithmischen Skala gering. Daher wird angenommen, dass es sich bei den hier beobachteten Plateaus um eine lokale Erscheinung handelt. So wird bei einer Zunahme des elastisch-plastischen Verhältnisses über den hier betrachteten Bereich hinaus, ein weiterer Anstieg des Aufwölbungsfak-

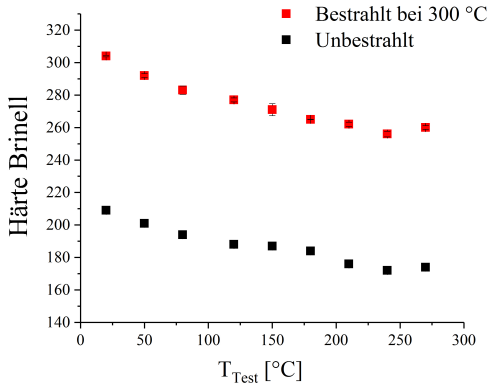


Abbildung 8.7: Härte nach Brinell einer unbestrahlten (schwarz) und einer bestrahlten (rot) *EUROFER97 Anl.*-Probe bei unterschiedlichen Versuchstemperaturen.

tors vermutet.

Trotz dieser unerwarteten Beobachtungen werden die aus den Simulationen abgeleiteten Erwartungen an das Aufwölungsverhalten generell erfüllt: Zum einen nimmt der Aufwölbungsfaktor mit steigender Temperatur bzw. elastisch-plastischem Verhältnis zu, wie es in Abbildung 8.4 und 8.5 gezeigt ist. Zum anderen weist die bestrahlte Probe mit einem angenommenen niedrigen Verfestigungsexponenten ein ausgeprägteres Aufwölungsverhalten auf, als die unbestrahlte Probe mit einem angenommenen höheren Verfestigungsexponenten. Des Weiteren zeigt der Verfestigungsexponent einen signifikanten Einfluss auf das Aufwölungsverhalten, da für das elastisch-plastische Verhältnis der bestrahlten Probe in Abbildung 8.4 ein geringerer Aufwölbungsfaktor zu erwarten wäre, bei angenommenem gleichen Verfestigungsexponenten der Proben.

Damit bestätigen die experimentellen Ergebnisse generell das Aufwölungsverhalten, welches aufgrund der Finite-Elemente-Simulationen in Abbildung 8.4 und 8.5 erwartet wurde.

## 8.2.5 Potentieller Nutzen für die Bestimmung der Spröd-duktil-Übergangstemperatur

Die Ergebnisse des vorliegenden Kapitels bestätigen generell das Aufwölbungsverhalten, welches in [45] mittels Finite-Elemente-Simulationen bestimmt wurde. Dabei zeigt *EUROFER97* aufgrund des elastisch-plastischen Verhältnisses mit zunehmender Temperatur, eine Zunahme des Aufwölbungsverhaltens. Des Weiteren bestätigt das höhere Aufwölbungsverhalten der bestrahlten und damit härteren Probe den Einfluss des Verfestigungsexponenten.

Härte und Duktilität sind entgegengesetzte Eigenschaften. So besitzen Materialien mit einer geringen Härte eine hohe Duktilität und umgekehrt. Darüber ist es möglich, einen methodischen Ansatz zur Bestimmung der Spröd-duktil-Übergangstemperatur (DBTT - siehe Kapitel 2.8) abzuleiten: Ist ein Material im spröden Zustand, so ist es hart und besitzt einen geringeren Verfestigungsexponenten als im duktilen bzw. weichen Zustand. Daraus kann geschlossen werden, dass ein Material im spröden Zustand ein höheres Aufwölbungsverhalten zeigt als im duktilen. Beim Überschreiten der DBTT ist daher eine sprunghafte Abnahme des Aufwölbungsfaktors zu erwarten.

Mittels des Kerbschlagbiegeversuchs wurde für die hier gezeigte *EUROFER97*-Probe die DBTT zu 106 °C bestimmt [52]. Eine sprunghafte Abnahme im Aufwölbungsverhalten ist in Abbildung 8.6 jedoch nicht zu erkennen. Die Ursache hierfür wird in der Verformungsgeschwindigkeit vermutet, da eine geringere Verformungsgeschwindigkeit die DBTT zu niedrigeren Werten verschiebt [51].

Dies zeigen auch die Ergebnisse der Zugproben aus [69]<sup>1</sup> in Abbildung 8.8. Hier sind in (a) die Spannungs-Dehnungs-Diagramme zweier *EUROFER97 Anl.*-Proben aus dem Bestrahlungsprogramm HFR I Ib mit einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C gezeigt, wobei eine Probe bei Raumtemperatur

<sup>1</sup> Die REM-Aufnahme der bei 20 °C getesteten Probe sowie die Rohdaten zu den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen sind nicht in der angegebenen Literatur enthalten, wurde aber durch Mitarbeiter des Fusionsmateriallabors erstellt und sind daher zugänglich für diese Arbeit.

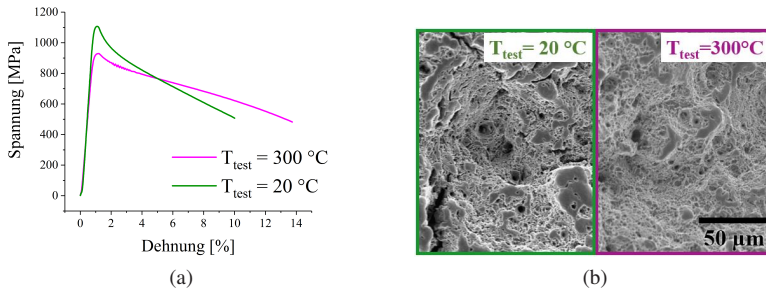


Abbildung 8.8: Spannungs-Dehnungs-Diagramme von *EUROFER97 Anl.* bestrahlt bis zu 16,3 dpa bei 300 °C (a) sowie REM-Aufnahmen der dazugehörigen Bruchflächen (b). [69]

und eine bei Bestrahlungstemperatur geprüft wurde. Die Verformungsgeschwindigkeit des Zugversuchs liegt mit etwa  $1,4 \cdot 10^{-6} \frac{m}{s}$  in der Größenordnung der Härtemessung und ist damit wesentlich geringer als die des Kerbschlagbiegeversuchs mit einer Geschwindigkeit des Schlagwerks von  $3,8 \frac{m}{s}$  [52].

Die Spannungs-Dehnungs-Diagramme beider Proben in Abbildung 8.8 (a) zeigen anhand der Bruchdehnungen ein ausgeprägtes plastisches Fließen. Zudem weisen die Bruchflächen beider Proben in Abbildung 8.8 (b) die charakteristische Wabenstruktur eines Duktilbruchs auf. Daraus wird eine DBTT für quasi-statische Versuche unterhalb von Raumtemperatur geschlossen. Damit liegt diese unterhalb des möglichen Temperaturbereichs des KAHTI.

Um die vorgestellte Hypothese zur Bestimmung der DBTT zu beweisen, sind weitere Untersuchungen nötig. Hierfür müssen zwei Versuchsparameter angepasst werden: Da der höchste Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit zugeschrieben wird, muss diese dem Kerbschlagbiegeversuch aus [52] angepasst werden. Des Weiteren kann die Versuchsführung weiter optimiert werden, indem das Verhältnis  $\frac{a}{R} = 0,75$  gewählt wird. Nach [45] ist das Aufwölungsverhalten bei diesem Wert maximal, wodurch eine Än-



derung besser sichtbar wird. Weiter empfiehlt sich eine Vermessung der resultierenden Eindrücke durch ein Rasterkraft-, anstatt ein Rasterelektronenmikroskop, da hier die Auflösung höher und die Messunsicherheit geringer ist.

Bestätigt sich der beschriebene Ansatz durch die vorgeschlagene Versuchsführung, ist es möglich, die DBTT in kleinen Probenvolumina zu bestimmen. Dies bietet die Möglichkeit, die DBTT von Strukturmaterialien künftiger Fusionsreaktoren durch eine geringe Menge an Einhängeproben zu überwachen. Im Vergleich zur herkömmlichen Methode des Kerbschlagbiegeversuchs können dadurch Zeit und Kosten stark reduziert werden.

Die vorgeschlagene Untersuchung mit einer solch hohen Verformungsgeschwindigkeit kann nicht im KAHTI durchgeführt werden. Hierfür wird ein neuer Versuchsaufbau benötigt, dessen Realisierung einen hohen Zeitaufwand benötigt. Dies liegt jedoch außerhalb der zentralen Untersuchungsziele dieser Arbeit und wird daher hier nicht durchgeführt.



## 9 Zusammenfassung

Für die Realisierung von sicheren und effizienten Fusionsreaktoren sind die benötigten Strukturmaterialien ein wichtiger Teilaspekt. Diese müssen mechanischen Belastungen unter den extremen Bedingungen von hohen Temperaturen und Neutronenstrahlung standhalten. Für diese Anwendung wurde der Stahl *EUROFER97* entwickelt. Um Strukturelemente aus *EUROFER97* angemessen auszulegen, muss dessen mechanisches Verhalten unter Einsatzbedingungen bekannt sein. Für repräsentative Ergebnisse werden Materialproben mit Neutronen einer Spaltungsquelle bestrahlt und anschließend untersucht. Solche Bestrahlungsprogramme sind zeit- und kostenaufwendig, wodurch die Verfügbarkeit von Proben stark begrenzt ist. Zudem ist das Material nach der Bestrahlung radioaktiv, was die Untersuchungen zusätzlich erschwert. In der vorliegenden Arbeit wird die registrierende Härtemessung bei hohen Temperaturen innerhalb einer Heißen Zelle verwendet, um einen Beitrag zur mechanischen Charakterisierung neutronenbestrahlter Materialien zu leisten.

Die registrierende Härtemessung besitzt gegenüber anderen Methoden den Vorteil, dass ein geringes Probenvolumen benötigt wird und mechanische Parameter über den Härtewert hinaus bestimmt werden können. Für eine möglichst effiziente mechanische Charakterisierung bei anwendungsnahen Temperaturen wurde die registrierende Härtemessung im *Karlsruher Hochtemperatur-Indenter (KAHTI)* auf Versuchstemperaturen bis zu 650 °C erweitert. Zudem wird der KAHTI fernhantiert innerhalb einer Heißen Zelle betrieben, wodurch Untersuchungen an radioaktiven Proben möglich sind.

In der vorliegenden Arbeit wird dieser weltweit einzigartige Prototyp zunächst evaluiert, wodurch eine standardisierte Prüfvorschrift definiert werden kann. Diese wird anschließend verwendet, um neutronenbestrahlte Proben bei hohen Temperaturen zu untersuchen.

Durch die Evaluierung des KAHTI werden zunächst reproduzierbare und repräsentative Ergebnisse sichergestellt. Hierfür werden die Einflüsse auf die Versuchsführung und Auswertung mit den größten Auswirkungen auf die Ergebnisse identifiziert und standardisiert. Die Auswirkungen selbst werden dadurch minimiert oder können korrigiert werden. Als Referenz dienen dabei Messungen einer kommerziellen Anlage an unbestrahlten Proben.

Es wird gezeigt, dass sowohl die Eindringtiefen- als auch die Last-Werte der aufgenommenen Last-Eindringtiefenkurven methodisch bedingt von den Werten der Referenzmessungen abweichen. Durch eine neue Methode zur Korrektur des Nullpunktes werden die Daten zur Eindringtiefe erheblich verbessert, sodass die resultierenden Härtewerte denen der Referenzanlage stark angenähert werden.

Die Abweichung der Last-Werte beruht auf einem Kraftnebenschluss zur Kraftmessdose, welcher bereits in einer vorangegangenen Arbeit erkannt und ein Faktor zur Korrektur bestimmt wurde. Untersuchungen in Kapitel 6.3 der vorliegenden Arbeit zeigen, dass der ermittelte Faktor den Kraftnebenschluss überkompensiert. Daher wird ein weiterer Korrekturfaktor empirisch ermittelt, wodurch das Kraftsignal des KAHTI der Referenzmessung angeglichen und somit kalibriert wird.

Für eine geeignete Versuchsführung wird die optimale Maximallast für Härtmessungen nach Vickers an *EUROFER97* ermittelt. Dabei ist die notwendige Eindringtiefe ein Kompromiss aus einem möglichst repräsentativen Prüfvolumen bei gleichzeitig maximaler Anzahl an Experimenten im zur Verfügung stehenden Volumen. In Kapitel 6.1 wird gezeigt, dass eine Maximallast von  $5\text{ kgf}$  ( $= 49,03\text{ N}$ ) ideal ist. Des Weiteren werden verschiedene Verfahren zur Bestimmung der Härtewerte einander gegenübergestellt, wodurch diese ergänzend oder ersetzend verwendet werden können.

Durch die Definition der Versuchsparameter sowie durch die erarbeiteten Korrekturen der Versuchsdaten weisen die Ergebnisse des KAHTI in Kapitel 6.4 eine mit der Referenzanlage vergleichbaren Qualität auf. Zudem stimmen die Ergebnisse des KAHTI in Kapitel 7.1 mit den Literaturdaten überein.

Ein zentrales Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Temperaturabhängigkeit der Härte von neutronenbestrahltem *EUROFER97* mit einer Schädigungsdosis von nominell 16,3 dpa bei Temperaturen bis zu 450 °C zu untersuchen. Darüber hinaus wird die hohe Anzahl an Messungen genutzt, um die Auswirkungen einer Ausheilwärmebehandlung auf die neutroneninduzierten Defekte und die daraus resultierende Zunahme der Härte systematisch zu untersuchen.

Hierfür wird zunächst die Härte von neutronenbestrahltem *EUROFER97* in Abhängigkeit von Bestrahlungs- und Prüftemperatur untersucht. Dabei umfasst die Untersuchung in Kapitel 7.1 die zwei Vergütungszustände (980 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h) und (1040 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h), sowie die oxidpartikelverstärkte (ODS) Variante mit 0,5 gew.%  $Y_2O_3$  des *EUROFER97*.

Generell ist eine Zunahme der Härte durch die Neutronenstrahlung zu beobachten. Die höchste Verhärtung tritt bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C auf. Höhere Bestrahlungstemperaturen führen zu geringeren Verhärtungen, sodass bei einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C annähernd keine Verhärtung beobachtet wird, was sich durch die thermische Zunahme von Annihilations- und Agglomerationsprozessen von neutroneninduzierten Defekten erklären lässt.

Die Härte der Proben nimmt, unabhängig von dem jeweiligen Bestrahlungszustand, mit zunehmender Prüftemperatur annähernd linear ab. Dabei ist die Abnahme der beiden Vergütungszustände des *EUROFER97* im Rahmen der Messunsicherheit gleich, während in *EUROFER97 ODS* eine stärkere Abnahme zu beobachten ist. Dies wird mit dem hohen Anteil an Ferrit in der Matrix des *EUROFER97 ODS* begründet.

Die beobachtete Abhängigkeit der Härte von Bestrahlungs- und Prüftemperatur wird durch bekannte Festigkeitswerte des Zugversuchs bestätigt. Um einen Vergleich der Ergebnisse beider Prüfmethode zu ermöglichen, werden in Kapitel 7.2 die Härtewerte nach Vickers mit der 0,2%-Dehngrenze korreliert. Hierfür wurden Daten gewählt, welche an Proben aus dem gleichen Material und mit dem gleichen Bestrahlungszustand ermittelt wurden. Durch den gezeigten linearen Zusammenhang konnte dadurch im untersuchten Schädigungs- und Temperaturbereich eine repräsentative Überführung von Härtewerten nach Vickers in Werte der 0,2 %-Dehngrenze ermöglicht werden.

Weiterführend zeigen die Untersuchungen in Kapitel 7.3 die Auswirkungen einer Ausheilwärmebehandlung (550 °C/3 h) auf die neutroneninduzierte Verhärtung von *EUROFER97*. Dabei ist nach der Ausheilwärmebehandlung eine annähernd vollständige Erholung der Härte zu beobachten. Neben den Härtmessungen ist durch Aufnahmen am Transmissionselektronenmikroskop gezeigt, dass in *EUROFER97* Gitterdefekte wie *black dots* durch die Wärmebehandlung agglomerieren und annihilieren. Dadurch nimmt die Defektdichte ab und die Defektgröße zu.

In die Untersuchungen werden Legierungen mit unterschiedlichem Gehalt an Bor-10 miteinbezogen, welche durch die  $^{10}\text{B}(\alpha, n)^7\text{Li}$ -Reaktion im bestrahlten Zustand einen unterschiedlichen Gehalt an Helium aufweisen. Dadurch ist es möglich, den Einfluss von Gitterdefekten und Transmutationsdefekten zu differenzieren. Zusammen mit den Ergebnissen für *EUROFER97* ist gezeigt, dass Helium im Vergleich zu den Gitterdefekten einen untergeordneten Einfluss auf die Verhärtung besitzt. Jedoch ist die maximal mögliche Erholung der Härte durch den Heliumgehalt limitiert.

Eine TEM-Aufnahme der Legierung mit dem höchsten Heliumgehalt von 5800 appm zeigt durch die Wärmebehandlung eine Vergrößerung der Heliumblasen. Eine generelle Mobilität des Heliums im Gitter durch die Ausheilwärmebehandlung bei 550 °C kann wegen dem limitierten Betrachtungsbereich jedoch nicht abschließend bestätigt werden.

Die Erkenntnisse der vorliegende Arbeit leisten damit einen Beitrag zum Verständnis des mechanischen Verhaltens von *EUROFER97*-Stählen unter anwendungsnahe Bedingungen, sowie zu den Auswirkungen von neutroneninduzierten Defekten auf die Härte.

Abschließend werden in der vorliegenden Arbeit explorativ zwei weitere Anwendung untersucht, welche es ermöglichen das Potenzial des KAHTI und die Effizienz künftiger Untersuchungen weiter zu steigern. Hierbei wird zunächst überprüft, ob ein Algorithmus, basierend auf künstlichen neuronalen Netzen, auf Daten multizyklischer Härtemessungen angewendet werden kann. Dies soll es ermöglichen weitere elastisch-plastische Parameter im Stoffgesetz zu bestimmen. Es ist gezeigt, dass der Algorithmus aus Daten des KAHTI keine zuverlässigen Ergebnisse ermittelt. Die Ursache hierfür wird im Hintergrundrauschen der Daten vermutet. Daher wird vorgeschlagen einen geeigneten Ansatz zur Interpolation der Daten zu finden, wodurch es dem Algorithmus ermöglicht wird, reproduzierbare Werte zu ermitteln. Darüber hinaus sollen die neuronalen Netze an Daten des KAHTI trainiert werden, um repräsentative Ergebnisse zu erlangen.

In der zweiten Anwendung wird die Kombination aus Härtemessungen bei hohen Temperaturen und neutronenbestrahlten Proben genutzt, um Ergebnisse aus Finite-Elemente-Simulationen des Aufwölbungsverhalten experimentell zu bestätigen. Dabei zeigt sich, dass das reale Aufwölbungsverhalten von *EUROFER97* zwar qualitativ, jedoch nicht quantitativ den Simulationen aus [45] entspricht. Die Ursache hierfür wird hauptsächlich in dem geringen Betrachtungsbereich sowie in der Messungenauigkeit der Methode vermutet. Die quantitative Bestätigung der Simulationsergebnisse lässt jedoch einen hypothetischen Ansatz zur Bestimmung der Spröd-duktil-Übergangstemperatur aus temperaturabhängigen Härtemessungen zu.





## 10 Ausblick

Im Folgenden wird auf Grundlage der gezeigten Ergebnisse dargestellt, wie der KAHTI über die Erkenntnisse dieser Arbeit hinaus verbessert und genutzt werden kann. Zudem sind die noch offenen Fragestellungen zum Materialverhalten des *EUROFER97* zusammengefasst.

Durch die standardisierte Versuchsführung und Auswertung werden mit dem KAHTI Ergebnisse erzielt, die in ihrer Qualität etablierten Anlagen entsprechen. Dennoch zeigt die vorliegende Arbeit Verbesserungsmöglichkeiten, mit denen das Potential des KAHTI weiter ausgeschöpft werden kann.

In Kapitel 6.5 werden fehlerhafte Last-Eindringtiefenkurven auf ein Kippen der Probe während der Härtemessung zurückgeführt. Dies kann durch eine Anpassung der Probenhalterung vermieden werden, indem die Klemmkraft zur Fixierung der Probe über eine Schraube anstatt einer Feder aufgebracht wird. Dadurch entfällt eine Überprüfung der Qualität der Last-Eindringtiefenkurven sowie die Notwendigkeit einer optischen Vermessung der resultierenden Eindrücke. Zeit- und Kostenaufwand einer Versuchsreihe können dadurch stark reduziert werden.

Der in Kapitel 6.3 ermittelte Korrekturfaktor des Kraftsignals wurde in der vorliegenden Arbeit während der Auswertung auf die Rohdaten angewendet um die methodische Konsistenz zu wahren. Dieser kann jedoch in die Software der Datenaufnahme eingepflegt werden, sodass er bereits in den Rohdaten enthalten ist. Dadurch entfällt die manuelle Korrektur jeder individuellen Last-Eindringtiefenkurve, wodurch die Auswertung vereinfacht wird.

Im Hinblick auf die Verwendung von Eindringkörpern aus Saphir ist eine Optimierung des Eindringkörpers nötig, um Beschädigungen während der Härtemessungen zu verhindern. Eine Möglichkeit ist es, die Spannungsüberhöhungen durch eine angepasste Geometrie zu reduzieren. In Kapitel 6.8 wird vorgeschlagen, einer willkürlichen Beschädigung an Vickerspyramiden vorzubeugen, indem die Spitze um  $5\ \mu\text{m}$  gezielt abgetragen wird. Die resultierende Auswirkung der geänderten Flächenfunktion ist bei Härtemessungen mit hohen Eindringtiefen vernachlässigbar. Für Härtemessungen mit geringen Eindringtiefen wird eine Flächenfunktion vorgeschlagen, welche die Abweichung zur genormten Vickerspyramide berücksichtigt. Eine weitere vorgeschlagene Möglichkeit ist es, ein geeignetes Material zu identifizieren, welches den Belastungen standhält.

Im Verlauf der vorliegenden Arbeit wird ein erhöhtes Hintergrundrauschen bei hohen Versuchstemperaturen festgestellt und einem Hitzeblimmern am Schauglases zugeordnet. Durch den Einsatz eines Gebläses bei zukünftigen Versuchen, ist es möglich das Hitzeblimmern zu vermeiden. Dadurch kann zusätzlich das Hitzeblimmern als Ursache eindeutig bestätigt werden.

Durch die Korrelation der Härte nach Vickers des bestrahlten *EUROFER97* mit der 0,2%-Dehngrenze in Kapitel 7.2, ist ein direkter Vergleich beider Festigkeitswerte möglich. In zukünftigen Bestrahlungsprogrammen kann dadurch die Menge an Zugproben reduziert und so das Bestrahlungsvolumen besser ausgenutzt werden. Darüber hinaus besteht die Möglichkeit, speziell für Härtemessungen konzipierte Proben in die Bestrahlungsprogramme mit aufzunehmen. Dadurch ist es möglich, ein kleines Bestrahlungsvolumen wie z.B in der *International Fusion Material Irradiation Facility* (siehe u.a. [132]) effizient zu nutzen. Zudem entfällt dabei gegebenenfalls die Notwendigkeit, die Proben innerhalb einer Heißen Zelle zu präparieren, wodurch eine höhere Präzision erlangt werden kann.

Die Untersuchungen an *EUROFER97* zeigen neben der Abhängigkeit der Härte von Bestrahlungs- und Prüftemperatur auch, dass eine Wärmebehandlung von  $550\ \text{°C}/3\ \text{h}$  neutroneninduzierte Gitterdefekte mobilisiert, wodurch

diese annihilieren und agglomerieren. Die Mobilität des Heliums während der Wärmebehandlung konnte jedoch nicht eindeutig bestätigt werden, da die elektrochemische Präparation der TEM-Blättchen die Untersuchungen lokal stark begrenzt. Eine alternative Präparation durch ein *Focused Ion Beam*-Mikroskop kann den beobachtbaren Bereich vergrößern. Dies ermöglicht eine höhere Aussagekraft der Aufnahmen des TEM über die Mobilität des Heliums.

Die Untersuchungen zur Anwendung künstlicher neuronaler Netze auf Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI zeigen, dass die Qualität der aufgenommenen Daten zusammen mit der Datenselektion der neuronalen Netze, keine Bestimmung von repräsentativen Materialparametern über die Härte hinaus zulassen. Dabei zeigt sich eine Verbesserung in der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse durch eine vorangehende Interpolation der Daten. Die Ergebnisse unterscheiden sich jedoch weiterhin von den erwarteten Werten der Literatur. Für reproduzierbare und repräsentative Werte wird daher vorgeschlagen, eine optimale Möglichkeit der Dateninterpolation zu identifizieren, wodurch die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse gewährleistet ist. Anschließend müssen die neuronalen Netze an Daten des KAHTI trainiert werden, um somit repräsentative Parameter des mechanischen Verhaltens der Probe zu erhalten.

Die Untersuchungen des Aufwölbungsverhaltens zeigen eine qualitative Übereinstimmung mit den betrachteten Finite-Elemente-Simulationen. Für die Überprüfung des daraus abgeleiteten hypothetischen Ansatzes, zur Bestimmung der spröduktile-Übergangstemperatur bedarf es eines neuen Versuchsaufbaus. Dieser muss variable Versuchstemperaturen und eine hohe Verformungsgeschwindigkeit der Härteprüfung gewährleisten, welche dem Kerbschlagbiegeversuch entspricht. Um die Messungsgenauigkeit zu verringern wird vorgeschlagen, die Aufwölbungen mit einem Rasterkraft- anstatt mit einem Rasterelektronenmikroskop zu vermessen.



# Literaturverzeichnis

- [1] Irène Sacksteder. *Instrumented Indentation for Characterization of Irradiated Metals at Room and High Temperatures*. Dissertation, KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2011.
- [2] Bartłomiej Albiński. *Instrumentierte Eindringprüfung bei Hochtemperatur für die Charakterisierung bestrahlter Materialien*. Dissertation, KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2014.
- [3] Julian Bredl. *Eindringprüfung bestrahlter fusionsrelevanter Strukturwerkstoffe bei erhöhten Temperaturen (Arbeitstitel)*. Nicht veröffentlichtes Manuskript, 2018.
- [4] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 4 - Kern-, Teilchen- und Astrophysik, 4. Auflage*. Springer-Verlag, Berlin, 2017.
- [5] Francis F. Chen. *Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion, 3. Edition*. Springer-Verlag, Heidelberg, 2015.
- [6] Susan M. Freese. *Nuclear Weapons*. ABDO Minneapolis, USA, 2011.
- [7] Kenneth W. Ford. *Building the H Bomb - A Personal History*. World Scientific Publishing, Singapur, 2015.
- [8] Weston M. Stacey. *Fusion - An Introduction to the Physics and Technology of Magnetic Confinement Fusion*. John Wiley & Sons, New York, 2010.

- [9] G. Federici, W. Biel, M.R. Gilbert, R. Kemp, N. Taylor, and R. Wenginger. European DEMO design strategy and consequences for materials. *Nuclear Fusion*, 57(9):092002, 2017.
- [10] Mark T. Robinson. Basic physics of radiation damage production. *Journal of Nuclear Materials*, 216:1–28, 1994.
- [11] L.R. Greenwood. Neutron interactions and atomic recoil spectra. *Journal of Nuclear Materials*, 216:29–44, 1994.
- [12] J. Knaster, A. Möslang, and T. Muroga. Materials research for fusion. *Nature Physics*, 12(5):424–434, 2016.
- [13] Ch. Dethloff, E. Gaganidze, and J. Aktaa. Quantitative TEM analysis of precipitation and grain boundary segregation in neutron irradiated EUROFER97. *Journal of Nuclear Materials*, 454(1-3):323–331, 2014.
- [14] M.R. Gilbert and J.-C. Sublet. Neutron-induced transmutation effects in W and W-alloys in a fusion environment. *Nuclear Fusion*, 51(4):043005, 2011.
- [15] M. Klimenkov, A. Möslang, and E. Materna-Morris. Helium influence on the microstructure and swelling of 9%Cr ferritic steel after neutron irradiation to 16.3 dpa. *Journal of Nuclear Materials*, 453(1-3):54–59, 2014.
- [16] Gary S. Was. *Fundamentals of Radiation Materials Science - Metals and Alloys*, 2. Edition. Springer Science & Business Media, New York, 2017.
- [17] P. Vladimirov and A. Möslang. Comparison of material irradiation conditions for fusion, spallation, stripping and fission neutron sources. *Journal of Nuclear Materials*, 329:233–237, 2004.
- [18] DIN EN ISO 6507. Metallische Werkstoffe-Härteprüfung nach Vickers Teil 1-4. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2016.

- 
- [19] DIN EN ISO 6506. Metallische Werkstoffe-Härteprüfung nach Brinell Teil 1-4. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [20] DIN EN ISO 14577. Metallische Werkstoffe-Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter Teil 1-4. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [21] D. Tabor. A simple theory of static and dynamic hardness. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 192(1029):247–274, 1948.
- [22] N.A. Stilwell and D. Tabor. Elastic recovery of conical indentations. *Proceedings of the Physical Society*, 78(2):169–179, 1961.
- [23] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*, 3(1):47–57, 1965.
- [24] J.L. Loubet, J.M. Georges, and G. Meille. Vickers indentation curves of elastoplastic materials. In *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*. ASTM International, West Conshohocken (USA), 1985.
- [25] Kenneth L. Johnson. *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, Cambridge, 1. edition, 1987.
- [26] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6):1564–1583, 1992.
- [27] M.F. Doerner and W.D. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials research*, 1(4):601–609, 1986.
- [28] A. Bolshakov and G.M. Pharr. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of Materials Research*, 13(4):1049–1058, 1998.

- [29] W.C. Oliver and G.M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1):3–20, 2004.
- [30] S.J. Bull. Extracting hardness and Young’s modulus from load–displacement curves. *Zeitschrift für Metallkunde*, 93(9):870–874, 2002.
- [31] X. Zhou, Z. Jiang, H. Wang, and R. Yu. Investigation on methods for dealing with pile-up errors in evaluating the mechanical properties of thin metal films at sub-micron scale on hard substrates by nanoindentation technique. *Materials Science and Engineering: A*, 488(1-2):318–332, 2008.
- [32] T. Volz, R. Schwaiger, J. Wang, and S.M. Weygand. Comparison of three approaches to determine the projected area in contact from finite element Berkovich nanoindentation simulations in tungsten. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 257:012013, 2017.
- [33] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng. Effects of ‘sinking in’ and ‘piling up’ on estimating the contact area under load in indentation. *Philosophical Magazine Letters*, 78(2):115–120, 1998.
- [34] Mohamad H. Hassoun. *Fundamentals of Artificial Neural Networks*. MIT Press, Cambridge, 1995.
- [35] N. Huber, I. Tsagrakis, and Ch. Tsakmakis. Determination of constitutive properties of thin metallic films on substrates by spherical indentation using neural networks. *International Journal of Solids and Structures*, 37(44):6499–6516, 2000.
- [36] N. Huber and Ch. Tsakmakis. Determination of constitutive properties from spherical indentation data using neural networks. Part I: the



- case of pure kinematic hardening in plasticity laws. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7):1569–1588, 1999.
- [37] N. Huber and Ch. Tsakmakis. Determination of constitutive properties from spherical indentation data using neural networks. Part II: plasticity with nonlinear isotropic and kinematic hardening. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7):1589–1607, 1999.
- [38] N. Huber and Ch. Tsakmakis. A neural network tool for identifying the material parameters of a finite deformation viscoplasticity model with static recovery. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 191(3-5):353–384, 2001.
- [39] E. Tyulyukovskiy and N. Huber. Identification of viscoplastic material parameters from spherical indentation data: Part I. Neural networks. *Journal of Materials Research*, 21(3):664–676, 2006.
- [40] D. Klötzer, Ch. Ullner, E. Tyulyukovskiy, and N. Huber. Identification of viscoplastic material parameters from spherical indentation data: Part II. Experimental validation of the method. *Journal of Materials Research*, 21(3):677–684, 2006.
- [41] N. Huber and E. Tyulyukovskiy. A new loading history for identification of viscoplastic properties by spherical indentation. *Journal of Materials Research*, 19(1):101–113, 2004.
- [42] Eduard Tyulyukovskiy. *Identifikation von mechanischen Eigenschaften metallischer Werkstoffe mit dem Eindruckversuch*. Dissertation, Universität Karlsruhe, 2005.
- [43] N. Huber, E. Tyulyukovskiy, H.-C. Schneider, R. Rolli, and M. Weick. An indentation system for determination of viscoplastic stress-strain behavior of small metal volumes before and after irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 377(2):352–358, 2008.

- [44] G. Wanke. *Sensibilitätsbestimmung neuronaler Netze zur Auswertung instrumentierter Eindringversuche gegenüber Störungen der Eingangsdaten*. Bachelorthesis, Karlsruher Institut für Technologie, Fakultät für Maschinenbau, Institut für Angewandte Materialien, Werkstoff- und Biomechanik, 2019.
- [45] B. Taljat and G.M. Pharr. Development of pile-up during spherical indentation of elastic–plastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 41(14):3891–3904, 2004.
- [46] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, Heidelberg, 2007.
- [47] V. Vitek. Effect of dislocation core structure on the plastic properties of metallic materials. *Dislocations and properties of real materials- Proceedings of the conference to celebrate the fiftieth anniversary of the concept of dislocation in crystals, edited by M. Lorretto (The Institute of Metals, London)*, pages 30–50, 1984.
- [48] A. Seeger and Ch. Wüthrich. Dislocation relaxation processes in body-centred cubic metals. *Il Nuovo Cimento B (1971-1996)*, 33(1):38–75, 1976.
- [49] A. Seeger and B. Šesták. Microstrain and dislocation relaxations in bcc metals. *Scripta Metallurgica*, 5(10):875–882, 1971.
- [50] Donald R. Askeland. *Materialwissenschaften 1. Auflage*. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, 1996.
- [51] Hans-Jürgen Bargel and Günter Schulze. *Werkstoffkunde 7. Auflage*. Springer-Verlag, Heidelberg, 2000.
- [52] E. Gaganidze, B. Dafferner, H. Ries, R. Rolli, H.-C. Schneider, and J. Aktaa. *Irradiation programme HFR phase IIB-SPICE. Impact testing on up to 16.3 dpa irradiated RAFM steels*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (Germany). Wissenschaftliche Berichte FZ-KA 7371, 2008.

- 
- [53] William R. Corwin, Fahmy M. Haggag, and William L. Server. *Small Specimen Test Techniques Applied to Nuclear Reactor Vessel Thermal Annealing and Plant Life Extension*. ASTM International, West Conshohocken, 1993.
- [54] G.E. Lucas, G.R. Odette, H. Matsui, A. Möslang, P. Spätig, J. Rensman, and T. Yamamoto. The role of small specimen test technology in fusion materials development. *Journal of Nuclear Materials*, 367:1549–1556, 2007.
- [55] P. Hosemann, C. Shin, and D. Kiener. Small scale mechanical testing of irradiated materials. *Journal of Materials Research*, 30(9):1231–1245, 2015.
- [56] M. Lee. High temperature hardness of tungsten carbide. *Metallurgical Transactions A*, 14(8):1625–1629, 1983.
- [57] H. Winkelmann, E. Badisch, M. Varga, and H. Danninger. Wear mechanisms at high temperatures. part 3: Changes of the wear mechanism in the continuous impact abrasion test with increasing testing temperature. *Tribology letters*, 37(2):419–429, 2010.
- [58] J.M. Wheeler, D.E.J. Armstrong, W. Heinz, and R. Schwaiger. High temperature nanoindentation: The state of the art and future challenges. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 19(6):354–366, 2015.
- [59] W. L. Server W. R. Corwin, F. M. Haggag. In-Situ Measurements of Mechanical Properties Using Novel Automated Ball Indentation System. In *Small specimen test techniques applied to nuclear reactor vessel thermal annealing and plant life extension*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, ASTM STP 1204, pp. 27-44., 1993.
- [60] F. Wang, J. Zhao, N. Zhu, and Z. Li. A comparative study on Johnson-Cook constitutive modeling for Ti–6Al–4V alloy using automated

- ball indentation (ABI) technique. *Journal of Alloys and Compounds*, 633:220–228, 2015.
- [61] J. Ganesh Kumar, V. Ganesan, and K. Laha. High temperature tensile properties of 316LN stainless steel investigated using automated ball indentation technique. *Materials at High Temperatures*, 36(1):48–57, 2019.
- [62] R. He, Z. Qu, Y. Pei, and D. Fang. High temperature indentation tests of YSZ coatings in air up to 1200 °C. *Materials Letters*, 209:5–7, 2017.
- [63] C.-P. Park, J.-J. Lee, S.-K. Kang, Y.-Ch. Kim, K.-S. Woo, S.-W. Jeon, and D. Kwon. Evaluation of high-temperature Vickers hardness using instrumented indentation system. *Materials Science and Engineering: A*, 650:15–19, 2016.
- [64] A. Donato, P. Gondì, R. Montanari, L. Moreschi, A. Sili, and S. Storai. A remotely operated FIMEC apparatus for the mechanical characterization of neutron irradiated materials. *Journal of Nuclear Materials*, 258:446–451, 1998.
- [65] E. Lucon, P. Benoit, P. Jacquet, E. Diegele, R. Lässer, A. Alamo, R. Coppola, F. Gillemot, P. Jung, A. Lind, et al. The European effort towards the development of a demo structural material: Irradiation behaviour of the European reference RAFM steel EUROFER. *Fusion Engineering and Design*, 81(8-14):917–923, 2006.
- [66] E. Gaganidze and J. Aktaa. Assessment of neutron irradiation effects on RAFM steels. *Fusion Engineering and Design*, 88(3):118–128, 2013.
- [67] E. Materna-Morris, H.-C. Schneider, and A. Möslang. Tensile behavior of RAFM alloys after neutron irradiation of up to 16.3 dpa between 250 and 450 °C. *Journal of Nuclear Materials*, 455(1-3):728–734, 2014.

- [68] I. Sacksteder, H.-C. Schneider, and E. Materna-Morris. Determining irradiation damage and recovery by instrumented indentation in RAFM steel. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):127–130, 2011.
- [69] E. Materna-Morris, R. Lindau, H.-C. Schneider, and A. Möslang. Tensile behavior of EUROFER ODS steel after neutron irradiation up to 16.3 dpa between 250 and 450 °C. *Fusion Engineering and Design*, 98:2038–2041, 2015.
- [70] E. Lucon, R. Chaouadi, and M. Decréton. Mechanical properties of the European reference RAFM steel (EUROFER97) before and after irradiation at 300 °C. *Journal of Nuclear Materials*, 329:1078–1082, 2004.
- [71] E. Materna-Morris, A. Möslang, and H.-C. Schneider. Tensile and low cycle fatigue properties of EUROFER97-steel after 16.3 dpa neutron irradiation at 523, 623 and 723 K. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3):62–66, 2013.
- [72] C. Petersen, V. Shamardin, A. Fedoseev, G. Shimansky, V. Efimov, and J. Rensman. The ARBOR irradiation project. *Journal of Nuclear Materials*, 307:1655–1659, 2002.
- [73] C. Petersen, A. Povstyanko, V. Prokhorov, A. Fedoseev, O. Makarov, and B. Dafferner. Impact property degradation of ferritic/martensitic steels after the fast reactor irradiation ARBOR1. *Journal of Nuclear Materials*, 367:544–549, 2007.
- [74] C. Petersen, A. Povstyanko, V. Prokhorov, A. Fedoseev, O. Makarov, and M. Walter. Tensile and low cycle fatigue properties of different ferritic/martensitic steels after the fast reactor irradiation ARBOR1. *Journal of Nuclear Materials*, 386:299–302, 2009.
- [75] C. Petersen. *Post irradiation examination of RAF/M steels after fast reactor irradiation up to 33 dpa and < 340°C (ARBOR 1) : RAFM*

- steels: Metallurgical and Mechanical Characterisation*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (Germany). Wissenschaftliche Berichte FZKA 7517, 2010.
- [76] E. Gaganidze, C. Petersen, E. Materna-Morris, Ch. Dethloff, O.J. Weiß, J. Aktaa, A. Povstyanko, A. Fedoseev, O. Makarov, and V. Prokhorov. Mechanical properties and TEM examination of RAFM steels irradiated up to 70 dpa in BOR-60. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):93–98, 2011.
- [77] E. Gaganidze and C. Petersen. *Post irradiation examination of RAFM steels after fast reactor irradiation up to 71 dpa and < 340 °C (ABOR2) RAFM Steels: Metallurgical and Mechanical Characterisation*. KIT Scientific Publishing, Scientific Reports 7596, Karlsruhe, 2011.
- [78] A. V. Brabänder, J. Bredl, H.-C. Schneider, and M. Kamlah. Registering hardness measurement of neutron-irradiated low-activation steels at high temperatures. *Fusion Engineering and Design*, 146:2734–2737, 2019.
- [79] ZwickRoell. *Betriebsanleitung für Material-Prüfmaschine Z2.5/TS1S*. Ulm, 2002.
- [80] DIN EN ISO 14556. Metallische - Werkstoffe Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy (V-Kerb) - Instrumentiertes Prüfverfahren (ISO 14556:2015); Deutsche Fassung EN ISO 14556:2015. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2016.
- [81] Werner Stahel. *Statistische Datenanalyse - Eine Einführung für Naturwissenschaftler*. Springer-Verlag, Heidelberg, 2013.
- [82] DIN EN ISO 60584. Thermoelemente Teil 1: Thermospannungen und Grenzabweichungen. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2014.

- [83] K. Seidel, R.A. Forrest, H. Freiesleben, V.D. Kovalchuk, D.V. Markovskij, D.V. Maximov, and S. Unholzer. Experimental investigation of radioactivity induced in the fusion power plant structural material in Eurofer and in other steels by D-T neutrons. *Journal of Nuclear Materials*, 307:1037–1041, 2002.
- [84] M. Rieth, M. Schirra, A. Falkenstein, P. Graf, S. Heger, H. Kempe, R. Lindau, and H. Zimmermann. *EUROFER97. Tensile, charpy, creep and structural tests*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH Technik und Umwelt (Germany) Forschungsbericht FZKA 6911, 2003.
- [85] M. Schirra, A. Falkenstein, P. Graf, S. Heger, H. Kempe, R. Lindau, and H. Zimmermann. Ergebnisse von Charakterisierungsuntersuchungen zu physikalischen und mechanischen Eigenschaften des martensitischen 9% Cr-Stahles EUROFER'97, FZKA 6707. *Wissenschaftliche Berichte*, 2002.
- [86] J.-J. Huet. Possible fast-reactor canning material strengthened and stabilized by dispersion. *Powder Metallurgy*, 10(20):208–215, 1967.
- [87] R. Lindau, A. Möslang, M. Schirra, P. Schlossmacher, and M. Klimenkov. Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel. *Journal of Nuclear Materials*, 307:769–772, 2002.
- [88] M.R. Gilbert, S.L. Dudarev, D. Nguyen-Manh, S. Zheng, L.W. Packer, and J.-C. Sublet. Neutron-induced dpa, transmutations, gas production, and helium embrittlement of fusion materials. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3):755–760, 2013.
- [89] M.R. Gilbert, S.L. Dudarev, S. Zheng, L.W. Packer, and J.-C. Sublet. An integrated model for materials in a fusion power plant: transmutation, gas production, and helium embrittlement under neutron irradiation. *Nuclear Fusion*, 52(8):083019, 2012.

- [90] U. Fischer, S.P. Simakov, and P. Wilson. Transmutation behaviour of Eurofer under irradiation in the IFMIF test facility and fusion power reactors. *Journal of Nuclear Materials*, 329:228–232, 2004.
- [91] P. Graf, H. Zimmermann, E. Nold, E. Materna-Morris, and A. Möslang. Der Einfluss von Bor auf die Gefügeeigenschaften von martensitischen 9%-Chromstählen. *Sonderbände der Praktischen Metallographie 35 - Werkstoff-Informationsgesellschaft mbH, Frankfurt a.M.*, pages 71–76, 2004.
- [92] J.W. Rensman. NRG Irradiation Testing: Report on 300 °C and 60 °C Irradiated RAFM Steels. *NRG Report, Petten*, 68497, 2005.
- [93] A. Alamo, J.L. Bertin, V.K. Shamardin, and P. Wident. Mechanical properties of 9Cr martensitic steels and ODS-FeCr alloys after neutron irradiation at 325 °C up to 42 dpa. *Journal of Nuclear Materials*, 367:54–59, 2007.
- [94] E. Lucon and W. Vandermeulen. Overview of the tensile properties of EUROFER in the unirradiated and irradiated conditions. *Journal of Nuclear Materials*, 386:254–256, 2009.
- [95] E. Gaganidze, H.-C. Schneider, C. Petersen, J. Aktaa, A. Povstyanko, V. Prokhorov, R. Lindau, E. Materna-Morris, A. Möslang, and E. Diegele. Mechanical properties of reduced activation ferritic/martensitic steels after high dose neutron irradiation. *Proc. of 22st IAEA Fusion Energy Conference*, pages 13–18, 2008.
- [96] A. Iost and R. Bigot. Indentation size effect: reality or artefact? *Journal of Materials Science*, 31(13):3573–3577, 1996.
- [97] M. Atkinson. Phenomenology of the size effect in hardness tests with a blunt pyramidal indenter. *Journal of Materials Science*, 33(11):2937–2947, 1998.



- 
- [98] Y.X. Gao and H. Fan. A micro-mechanism based analysis for size-dependent indentation hardness. *Journal of Materials Science*, 37(20):4493–4498, 2002.
- [99] D. Chicot, F. Roudet, A. Soom, and J. Lesage. Interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations. *Surface Engineering*, 23(1):32–39, 2007.
- [100] Joachim Roesler. *Mechanical Behaviour of Engineering Materials Metals, Ceramics, Polymers, and Composites 2.Auflage*. Springer-Verlag, Heidelberg, 2006.
- [101] X. Jin, L.V. Boccaccini, and R. Meyder. Deterministic safety analysis of the reference accidental sequence for the European HCPB TBM system. *Fusion Engineering and Design*, 83(10-12):1759–1763, 2008.
- [102] Michael F. Ashby and David R. H. Jones. *Werkstoffe I: Eigenschaften, Mechanismen und Anwendungen 3. Auflage*. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, 2006.
- [103] E. Materna-Morris, A. Möslang, R. Rolli, and H.-C. Schneider. Effect of helium on tensile properties and microstructure in 9% Cr–WVTa–steel after neutron irradiation up to 15 dpa between 250 and 450 °C. *Journal of Nuclear Materials*, 386:422–425, 2009.
- [104] J.M. Wheeler, R.A. Oliver, and T.W. Clyne. AFM observation of diamond indenters after oxidation at elevated temperatures. *Diamond and Related Materials*, 19(11):1348–1353, 2010.
- [105] R. Lindau and M. Schirra. First results on the characterisation of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER. *Fusion Engineering and Design*, 58:781–785, 2001.
- [106] L. Schäfer and H. Kempe. Zug-und Kerbschlageigenschaften des Stahles EUROFER’97 (Vergleich mit OPTIFER), FZKA 6551. *Wissenschaftliche Berichte/Forschungszentrum (Karlsruhe)*, 2000.

- [107] A. Puype, L. Malerba, N. De Wispelaere, R. Petrov, and J. Sietsma. Effect of processing on microstructural features and mechanical properties of a reduced activation ferritic/martensitic EUROFER steel grade. *Journal of Nuclear Materials*, 494:1–9, 2017.
- [108] H.-C. Schneider, B. Dafferner, and J. Aktaa. Embrittlement behaviour of low-activation alloys with reduced boron content after neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 321(2-3):135–140, 2003.
- [109] E. Gaganidze, H.-C. Schneider, B. Dafferner, and J. Aktaa. High-dose neutron irradiation embrittlement of RAFM steels. *Journal of Nuclear Materials*, 355(1-3):83–88, 2006.
- [110] E.W. Schuring and H.E. Hofmans. *Metallographic characterisation of EUROFER97 plate and bar materials. Technical report ECN-C-00-108*. Netherlands Energy Research Foundation, Petten, 2000.
- [111] M. Klimenkov, U. Jäntschi, M. Rieth, and A. Möslang. Correlation of microstructural and mechanical properties of neutron irradiated EUROFER97 steel. *Journal of Nuclear Materials*, page 152231, 2020.
- [112] R.J. Meyer and E. Pietsch. Beziehungen der Härtezahlen untereinander. In *Eisen*, pages 110–130. Springer-Verlag, Berlin, 1974.
- [113] L.M. Howe and W.R. Thomas. The effect of neutron irradiation on the tensile properties of zircaloy-2. *Journal of Nuclear Materials*, 2(3):248–260, 1960.
- [114] W. Martin and J. Weir. The Effect of Irradiation Temperature on the Post-Irradiation Stress-Strain Behavior of Stainless Steel. *Flow and Fracture of Metals and Alloys in Nuclear Environments*, ASTM International, West Conshohocken (USA), 1965.
- [115] J.O. Stiegler and E.E. Bloom. The effects of large fast-neutron fluences on the structure of stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 33(2):173–185, 1969.

- [116] C. Petersen, J. Aktaa, E. Diegele, E. Gaganidze, R. Lässer, E. Lucon, E. Materna-Morris, A. Möslang, A. Povstyanko, and V. Prokhorov. Mechanical properties of reduced activation ferritic/martensitic steels after European reactor irradiations. *Proc. of 21st IAEA Fusion Energy Conference, Chengdu, China, 2006*.
- [117] H.-C. Schneider, C. Petersen, A.V. Povstyanko, A.E. Fedoseev, and O. Makarov. Repeatability of irradiation damage and of recovery by post-irradiation annealing of EUROFER base steels. *Fusion Engineering and Design*, 124:1019–1023, 2017.
- [118] Ch. Dethloff, E. Gaganidze, V. V. Svetukhin, and J. Aktaa. Modeling of helium bubble nucleation and growth in neutron irradiated boron doped RAFM steels. *Journal of Nuclear Materials*, 426(1-3):287–297, 2012.
- [119] Y. Ishiyama, M. Kodama, N. Yokota, K. Asano, T. Kato, and K. Fukuya. Post-irradiation annealing effects on microstructure and helium bubbles in neutron irradiated type 304 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 239:90–94, 1996.
- [120] A.V. Brabänder, M. Klimenkov, and H.-C. Schneider. Recovery of microstructure and mechanical properties of neutron irradiated RAFM-steels by post-irradiation annealing. *Nicht veröffentlichtes Manuskript*, 2020.
- [121] M. Klimenkov, E. Materna-Morris, and A. Möslang. Characterization of radiation induced defects in EUROFER97 after neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):124–126, 2011.
- [122] M. Klimenkov, A. Möslang, E. Materna-Morris, and H.-C. Schneider. Helium bubble morphology of boron alloyed EUROFER97 after neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3):52–57, 2013.

- [123] S. Zinkle and A. Möslang. Evaluation of irradiation facility options for fusion materials research and development. *Fusion Engineering and Design*, 88(6-8):472–482, 2013.
- [124] T. Yamamoto, G.R. Odette, P. Miao, D.T. Hoelzer, J. Bentley, N. Hashimoto, H. Tanigawa, and R.J. Kurtz. The transport and fate of helium in nanostructured ferritic alloys at fusion relevant He/dpa ratios and dpa rates. *Journal of Nuclear Materials*, 367:399–410, 2007.
- [125] P. Pareige, M.K. Miller, R.E. Stoller, D.T. Hoelzer, E. Cadel, and B. Radiguet. Stability of nanometer-sized oxide clusters in mechanically-alloyed steel under ion-induced displacement cascade damage conditions. *Journal of Nuclear Materials*, 360(2):136–142, 2007.
- [126] J. P. Wharry, M. J. Swenson, and K. H. Yano. A review of the irradiation evolution of dispersed oxide nanoparticles in the bcc Fe-Cr system: Current understanding and future directions. *Journal of Nuclear Materials*, 486:11–20, 2017.
- [127] N. Huber and Ch. Tsakmakis. A finite element analysis of the effect of hardening rules on the indentation test. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 120(2):143–148, 1998.
- [128] A. Materna, P. Haušild, J. Ondráček, and M. Kytka. The Effect of Pile-Up on Indentation Hardness Evaluation of Neutron-Irradiated 15Ch2MFA steel. *Acta Physica Polonica, A.*, 134(3), 2018.
- [129] J.R. Matthews. Indentation hardness and hot pressing. *Acta Metallurgica*, 28(3):311–318, 1980.
- [130] R. Hill, B. Storåkers, and A.B. Zdunek. A theoretical study of the Brinell hardness test. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 423(1865):301–330, 1989.

- [131] S. Biwa and B. Storåkers. An analysis of fully plastic Brinell indentation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 43(8):1303–1333, 1995.
- [132] E. Daum, P.P.H Wilson, U. Fischer, and K. Ehrlich. Characterization of the irradiation parameters in the IFMIF high flux test region. *Journal of Nuclear Materials*, 258:413–420, 1998.
- [133] Ulrich Krengel. *Einführung in die Wahrscheinlichkeitstheorie und Statistik* 8. Auflage. Springer-Verlag, Heidelberg, 2015.



## **A Anhang: Tabellen**

Methodischer Ansatz	Vorteil	Nachteil
Bestrahlung mit Neutronen	+ Reale Schädigung + Repräsentative Ergebnisse + Homogene Schädigung im Probenvolumen	- Zeit- und kostenintensiv - Limitierte Proben - Proben werden aktiviert - Handhabung in Heißer Zelle
Bestrahlung mit Ionen	+ Geringer Aufwand + Variable Schädigung + Proben sind nicht radioaktiv	- Schädigung nur in der Probenoberfläche ( $< 2 \mu\text{m}$ ) - Implantierung der Ionen - Benötigt Erkenntnisse realer neutroneninduzierter Schädigungen
Nummerische Simulationen	+ Geringer Aufwand + Verhalten von Strukturen + Nutzt das Potential realer Messergebnisse aus	- Beruht auf Modellen und Annahmen (Vereinfachungen) - Begrenze Anzahl von simulierten Atomen - Benötigt Ergebnisse realer Messungen

Tabelle A.1: Gegenüberstellung der Vor- und Nachteile von den meist verwendeten Ansätzen zur mechanischen Charakterisierung von Fusionsmaterialien unter anwendungsnahen Bedingungen. Die Bezeichnung „Geringer Aufwand“ steht dabei in Relation zu Bestrahlungsexperimenten mit Neutronen und die hierfür benötigten Einrichtungen, welche sowohl für die Bestrahlung als auch für die Untersuchungen von radioaktiven Proben nötig sind.

Freiheitsgrad $m$	1	2	3	4	5	6	7
Korrekturfaktor $t$	12,7	4,3	3,18	2,78	2,57	2,45	2,36

Tabelle A.2: Korrekturfaktoren der *Student-t-Verteilung* für die Freiheitsgrade  $m$  eines 95 %-Vertrauensintervalls. [133]



Elemente [gew. %]	EUROFER97	EUROFER97 ODS	F 82 H mod.	Optifer VII (ADS2)	ADS3	ADS4	SS316
	chrg.:83697	chrg.:0958/3-2	chrg.: 9741	chrg.:806			
Cr	8,91	9,4	7,7	9,31	8,80	9	16,5-18,5
W	1,08	1,1	2,04	1,27	1,125	1,06	
Mn	0,48	0,418	0,16	0,602	0,395	0,38	2
V	0,2	0,185	0,16	0,19	0,193	0,197	
Ta	0,14	0,055	0,009	0,055	0,088	0,08	
C	0,12	0,072	0,09	0,109	0,095	0,1	<0,03
Si	0,04	0,115	0,11	0,02	0,031	0,03	<1
P	0,0005	<0,04	0,002	0,0035	0,0024	0,001	<0,04
S	0,004	0,0036	0,002	0,003	0,003	0,0025	<0,01
Ni	0,02	0,067	0,021	0,005	0,008	0,006	10-13
Mo	<0,001	0,004	0,003	0,002	0,046	0,028	2-2,5
Nb	0,0017	<0,0005	0,0101	-	0,005	0,002	
Al	0,009	0,0051	0,0016	0,001	0,004	0,004	
B	0,001	<0,005	0,0004	0,0082	0,0083 (B10)	0,112 (B10)	
Co	0,006	0,0121	0,0037				

Tabelle A.3: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Stähle. Für *EUROFER97 ODS* ist lediglich die Zusammensetzung der Matrix aufgeführt.

Maximallast [kgf]	0,5	2	5	10
HM( $h_{max}$ )	280±10	249±1	232±7	226±8
HV( $d_{LM}$ )	241±4	233±3	228±2	227±1
HV( $d_{REM}$ )	231±5	232±2	231±2	225±1
$h_{max}(F-h)$	8,7±0,7	17,6±0	29,2±1	41,3±0,7
$h_r(F-h)$	8,8±0,1	16,9±0,2	26,9±0,9	36,8±0,2
$h_r(REM)$	8,8±0,1	16,9±0,3	28,7±0,4	38,7±0,2
$\frac{h_r(F-h)}{h_{max}(F-h)}$	1,01	0,96	0,91	0,89

Tabelle A.4: Härtewerte des *EUROFER97* mit unterschiedlichen Maximallasten und Auswertverfahren.

*HM* steht für Härte nach Martens sowie *HV* für Härte nach Vickers.  $h_r$  und  $h_{max}$  bezeichnen die resultierende und maximale Eindringtiefe.  $d$  ist die Diagonale des Eindrucks in der Probenoberfläche. Weiter wird angegeben ob der Wert durch das Lichtmikroskop (LM), das Rasterelektronenmikroskop (REM) oder die Last-Eindringtiefenkurve ( $F-h$ ) gewonnen wurde. Dass der  $\frac{h_r}{h_{max}}$ -Wert der *HV* 0,5-Messung mit 1,01 über dem maximal mögliche Wert von 1 liegt, kann der Messunsicherheit zugeschrieben werden.

Verwendete Last-Eindringtiefenkurve	HV 0,5	HV 2	HV 5
Rohdaten	652±103	382±40	305±11
Nullpunktkorrigiert	325±15	258±11	253±3
Nullpunkt- und kraftwertkorrigiert	309±15	246±10	241±3
Referenzanlage Z2.5	280±10	249±1	232±7

Tabelle A.5: Härtewerte von *EUROFER97*, ermittelt aus den korrigierten Last-Eindringtiefenkurven des KAHTI. Zusätzlich sind Werte der Referenzanlage Z2.5 angegeben.

Probe	Versuch	$T_{res}$ [°C]	HV (F-h)	HVS (REM)	$\Delta HV$ [%]	$E_H(F-h)$ [GPa]	$E_H(F)$ [GPa]	$\Delta E_H$ [%]
A8	1		241	243	0,8	150		9,1
	2	20	240	240	0	165	165	0
	3		243	237	2,5	165		0
	4		239	237	0,8	154		6,7
YA03	1		284	306	7,2	146		11,5
	2	20	265	297	10,8	134	165	18,8
	3		243	302	19,5	129		21,8
	4		242	254	4,7	127		1,7
	5	250	259	256	1,1	142	153	7,2
	6		269	257	4,7	163		6,5
YA07	1		284	310	8,4	147		10,9
	2	20	303	319	5	149	165	9,7
	3		327	318	2,8	157		4,8
	4		250	276	9,4	179		19,3
	5	300	262	271	3,3	158	150	5,3
	6		301	271	11	137		8,7
YA17	1	20	279	254	9,8	186	165	12,7
	2*		291	248	17,3	295		78,8
	3	350	221	207	6,8	107	147	27,2
	4		227	209	8,6	111		24,5

Tabelle A.6: Ergebnisse ausgewählter Härtemessungen an den Proben A8, YA03, YA07, YA17. Die prozentualen Abweichungen der Eindringmoduli sind mit denen der Härte in Abbildung 6.8 dargestellt. Die mit \* gekennzeichnete Abweichung ist, aufgrund ihrer Größe, in der Abbildung nicht enthalten, um so eine deutlichere Darstellung zu wahren.

$T_{irr}$	Probenname gemäß [52]	$T_{test}$	Anzahl Versuche	HV5	Vertrauensintervall 95 % (gerundet)	HV0.1 aus [67]	HV2 aus [68]
250	YA03	20	7	307	6		306
		250	4	257	5		
300	YA07	20	3	317	6	342	318
		250	2	279	28		
		300	3	273	7		
350	YA17	20	3	252	8		253
		250	3	226	10		
		350	4	210	3		
400	YA23	20	3	225	3		228
		250	4	185	4		
		400	3	168	5		
450	YA28	20	3	218	6		222
		250	3	181	3		
		450	4	147	5		
Unbestrahlt	A17	20	3	223	2	221	222
		250	3	183	1		
		300	3	175	4		
		350	4	165	4		

Tabelle A.7: Gemessene Härtewerte der zur Verfügung stehenden Bestrahlungszustände der *EUROFER97 Anl.*-Proben. Als Vergleich sind Literaturdaten für Raumtemperatur mit aufgeführt.

$T_{irr}$	Probenname gemäß [52]	$T_{test}$	Anzahl Versuche	HV5	Vertrauensintervall 95 % (gerundet)	HV0.1 aus [67]	HV2 aus [68]
250	YW02	20	5	309	4	328	298
		250	4	260	2		
350	YW06	20	4	246	4	212	204
		250	3	212	1		
		350	4	207	2		
		450	2	135	8		
Unbestrahlt	uYW14	20	2	198	17	199	198
		250	4	162	3		
		350	4	145	12		

Tabelle A.8: Gemessene Härtewerte der zur Verfügung stehenden Bestrahlungszustände der *EUROFER97 wb.*-Proben. Als Vergleich sind die Literaturdaten für Messungen bei Raumtemperatur mit aufgeführt.

$T_{irr}$	Probenname gemäß [52]	$T_{test}$	Anzahl Versuche	HV5	Vertrauensintervall 95 % (gerundet)	HV0.1 aus [69]
250	YH14	20	4	412	4	430
		250	4	339	10	
350	YH06	20	4	384	5	421
		250	3	328	1	
		350	4	298	8	
		450	4	253	3	
Unbestrahlt	uYH1	20	4	326	11	349
		250	3	273	2	
		350	4	253	3	

Tabelle A.9: Gemessene Härtewerte für die zur Verfügung stehenden Bestrahlungszustände der *EUROFER97 ODS*-Proben. Als Vergleich sind die Literaturdaten für Messungen bei Raumtemperatur mit aufgeführt.

$T_{irr}$	Probenname gemäß [52]	$T_{test}$	Anzahl Versuche	HV5	Vertrauensintervall 95 % (gerundet)	HV0.1 aus [67]	HV2 aus [68]
		20	4	303	5	333	320
300	YF05	250	3	220	7		
		300	4	176	11		

Tabelle A.10: Gemessene Härtewerte für die bei 300 °C bestrahlte *F82H-mod.*-Probe. Als Vergleich sind die Literaturdaten für Messungen bei Raumtemperatur mit aufgeführt.

Material	Probenbezeichnung [52]	$T_{irr}$ [°C]	Unbestrahlt	Unbestrahlt und wärmebehandelt	Bestrahlt	Bestrahlt und wärmebehandelt
EUROFER97		-	200±8	200±14	-	-
EUROFER97	YA09	300	-	-	266±6	207±17
ADS2	YC05	250			298±30	207±12
ADS3	YD02	250			304±8	228±7
ADS4	YE04	300			289±36	184±5
EUROFER97 ODS	YH14	250		270±8	322±20	287±21

Tabelle A.11: Härte nach Brinell bei Raumtemperatur für bestrahlte und zusätzlich wärmebehandelte Proben.

Material	Probenbezeichnung [52]	$T_{irr}$ [°C]	Unbestrahlt	Unbestrahlt und wärmebehandelt	Bestrahlt	Bestrahlt und wärmebehandelt
EUROFER97			172±3	173±9		
EUROFER97	YA09	300			255±7	173±11
ADS2	YC05	250			244±7	175±9
ADS3	YD02	250			229±9	188±4
ADS4	YE04	300			286±13	149±13
EUROFER97 ODS	YH14	250			285±13	215±6

Tabelle A.12: Härte nach Brinell bei Bestrahlungstemperatur für bestrahlte und zusätzlich wärmebehandelte Proben. Die Härtewerte der unbestrahlten Proben wurden bei 300 °C gemessen.

---

Abweichung	E [GPA]	Abweichung vom Referenzwert [%]
Keine	215	-
Auf jedem Datenpunkt	221	2,8
Auf jedem 5ten Datenpunkt	235	9,3
Auf jedem 10ten Datenpunkt	203	5,6
Auf jedem 15ten Datenpunkt	206	4,2
Auf jedem 20ten Datenpunkt	198	7,1
Auf jedem 25ten Datenpunkt	216	0
Auf jedem 30ten Datenpunkt	213	0,5

---

Tabelle A.13: Intervalllängen der gaußverteilten Abweichung und die resultierenden Abweichungen in den durch den Algorithmus errechneten Elastizitätsmoduli.[44]

Temperatur [°C]	EUROFER97						EUROFER97					
	T <sub>irr</sub> = 300 [°C]						unbestrahlt					
	s [μm]	h [μm]	s/h	HBW	s	h [μm]	s/h	HBW	s	h [μm]	s/h	HBW
20	2,31	9,9	0,229±0,02	304±0,5	2,2	14,4	0,151±0,01	209±0,6	2,41	14,95	0,159±0,02	201±0,3
50	2,54	10,25	0,243±0,03	292±1	2,8	15,57	0,177±0,03	193±0,5	3,21	16,01	0,198±0,02	188±0,3
80	3,03	10,57	0,281±0,02	283±3	3,6	16,14	0,22±0,02	187±0,1	3,83	16,42	0,23±0,01	184±0,6
120	3,26	10,84	0,295±0,02	276±1	4,1	17,46	0,232±0,03	175±1,5	4,05	17,39	0,23±0,02	172±1,5
150	3,5	11,07	0,31±0,03	271±4	4,15	17,72	0,335±0,02	260±1	4,17	17,47	0,335±0,02	173±1
180	3,9	11,3	0,339±0,02	265±0								
210	4,15	11,65	0,35±0,03	261±1								
240	4,08	11,72	0,342±0,02	256±2								
270	4,17	11,72	0,35±0,02	260±1								

Tabelle A.14: Eindringtiefe  $h$ , Aufwölbungshöhe  $s$ , Aufwölbungsfaktor  $\frac{s}{h}$  und Härtewerte nach Brinell einer bestrahlten (YA12) und einer unbestrahlten *EUROFER97*-Probe bei verschiedenen Versuchstemperaturen.



## **B Anhang: Abbildungen**

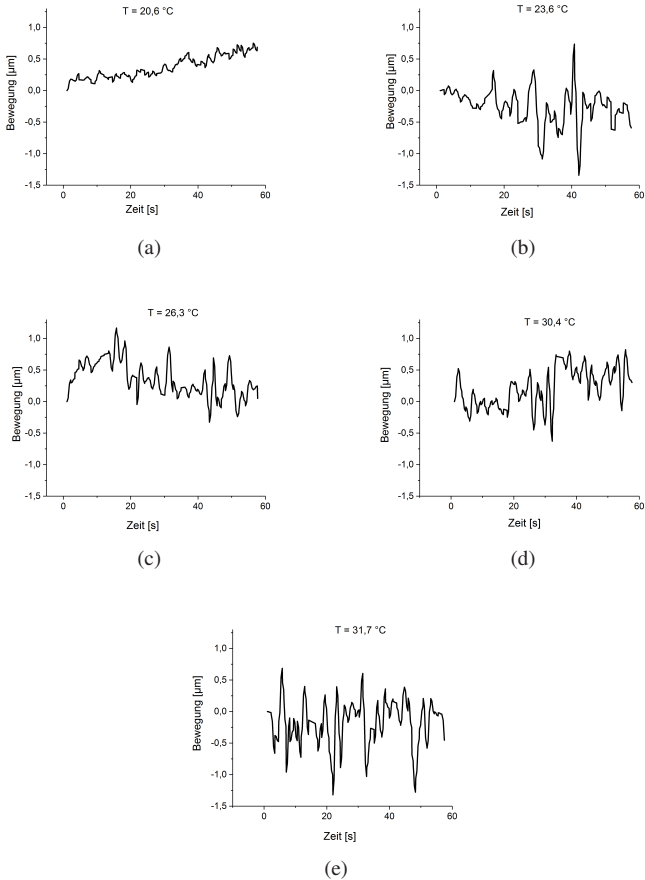


Abbildung B.1: Hintergrundrauschen der Wegmessungen bei unterschiedlichen Temperaturen am Schauglas.

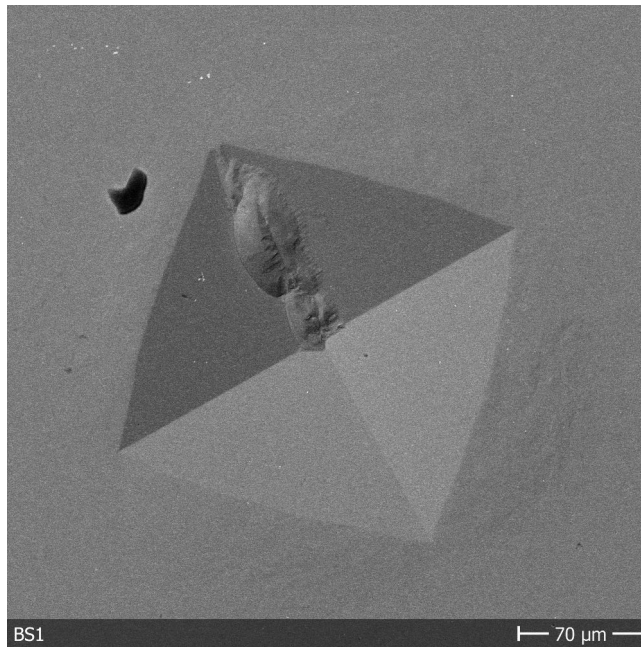


Abbildung B.2: Der erste Härteeindruck des Eindringkörpers  $\text{B}$ . Es ist eine deutliche Beschädigung zu erkennen, welche durch die Härteprüfung entstanden ist.

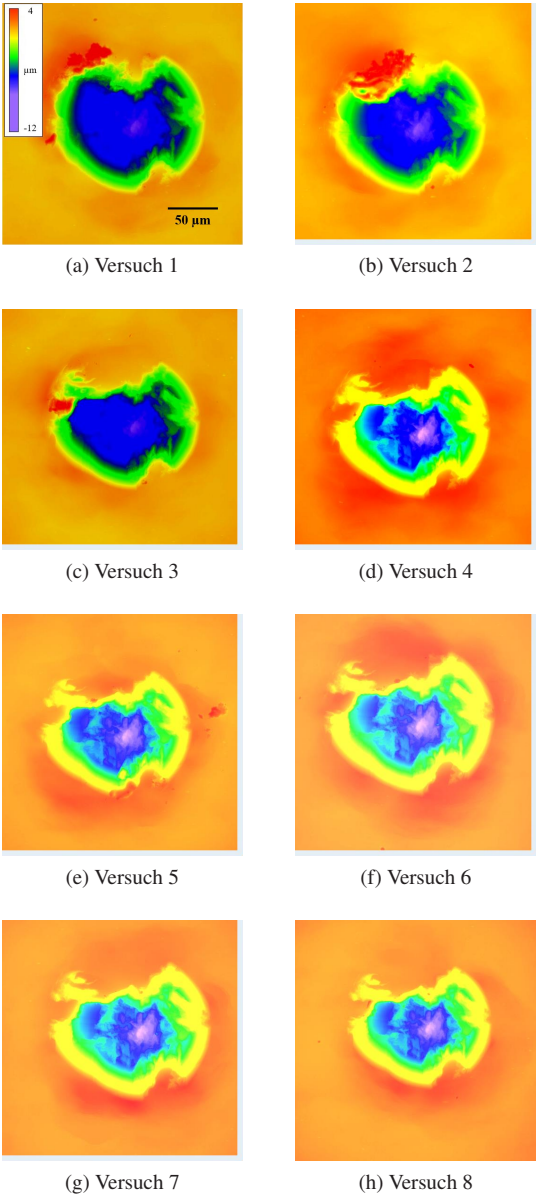
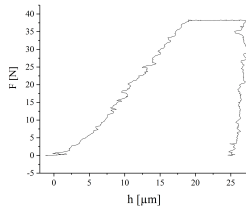
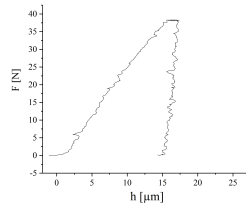


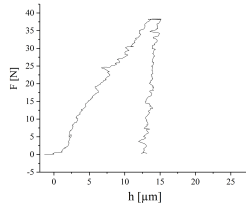
Abbildung B.3: Höhenprofile der resultierenden Eindrücke in Wolfram bei 650 °C. Es ist eine zunehmende Schädigung des Eindringkörpers zu erkennen.



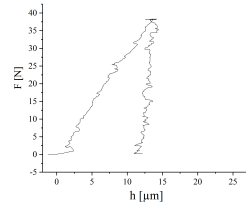
(a) Versuch 1



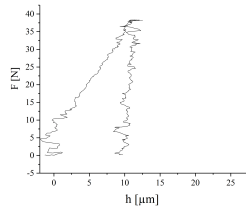
(b) Versuch 2



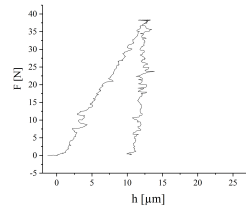
(c) Versuch 3



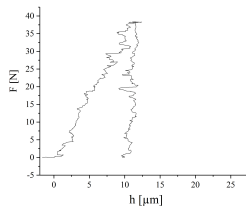
(d) Versuch 4



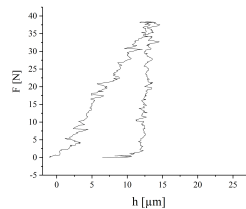
(e) Versuch 5



(f) Versuch 6

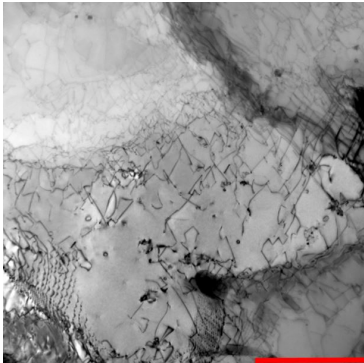


(g) Versuch 7

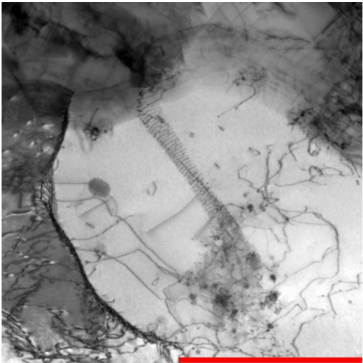


(h) Versuch 8

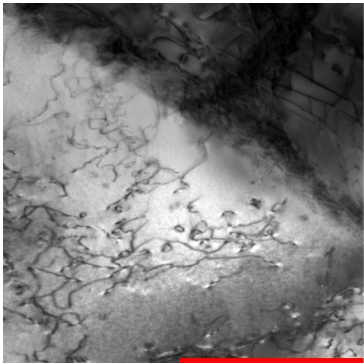
Abbildung B.4: Last-Eindringtieftencurven der Brinell-Härtemessungen in Wolfram bei 650 °C.



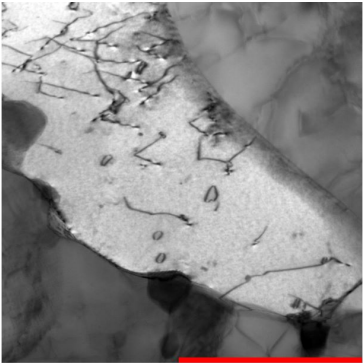
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung B.5: TEM-Aufnahmen verschiedener Bereiche der *EUROFER97 Anl.*-Probe, bestrahlt bei 300 °C mit 16,3 dpa und anschließender Ausheilwärmebehandlung. Die roten Balken entsprechen 400 nm.

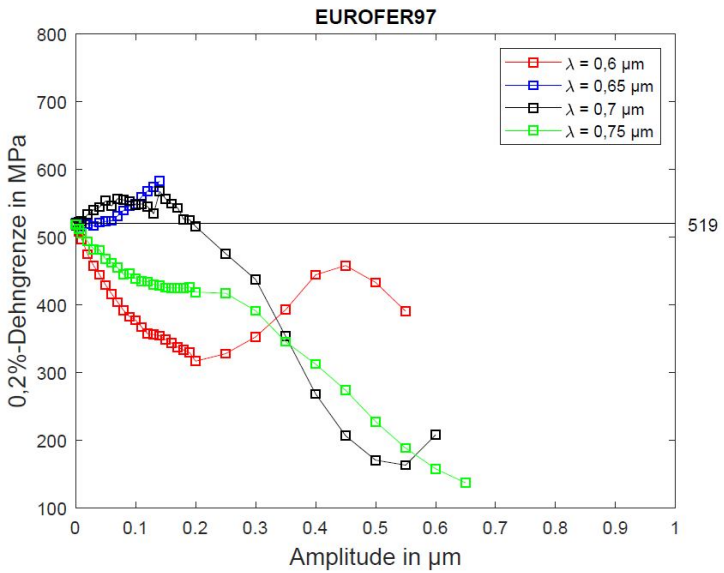


Abbildung B.6: Durch die KNN ermittelte Streckgrenzen für unterschiedliche Amplituden und Wellenlängen der Störfunktion.





## **C Anhang: Protokolle**

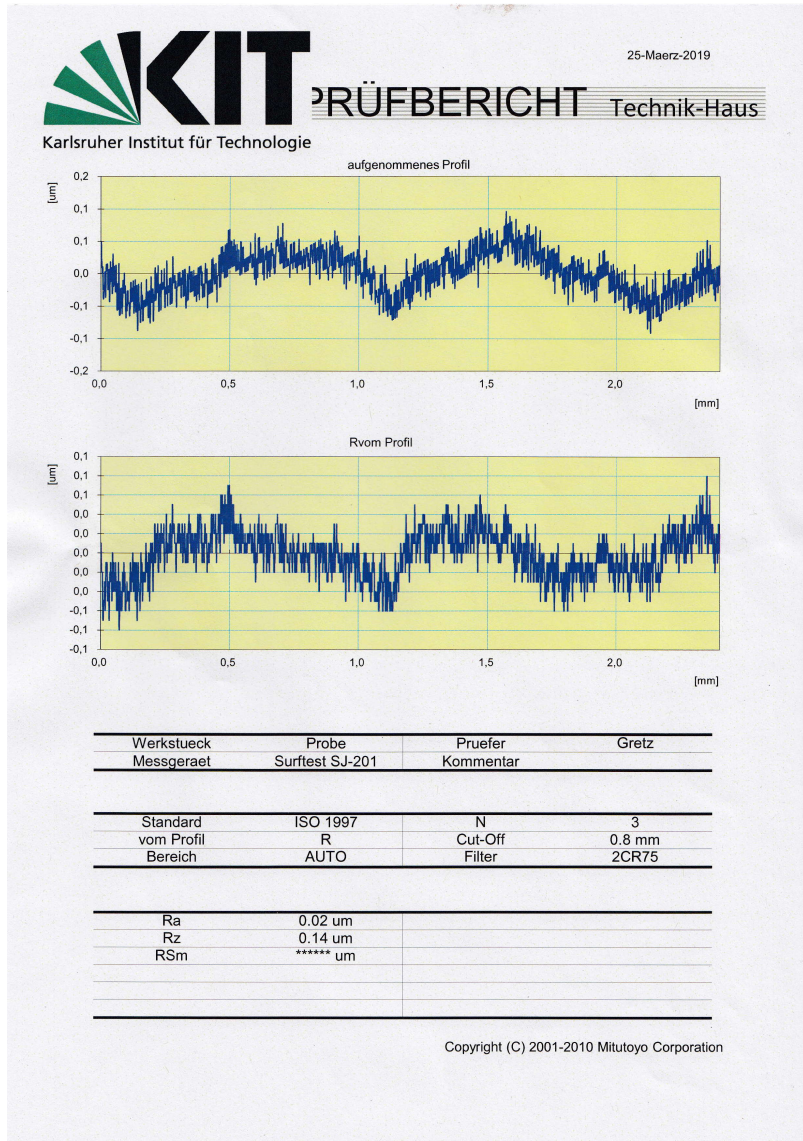


Abbildung C.1: Profilometeraufnahme der Indentationsfläche einer EUROFER97 Anl.-Probe nach der Präparation gemäß Kapitel 4.3.

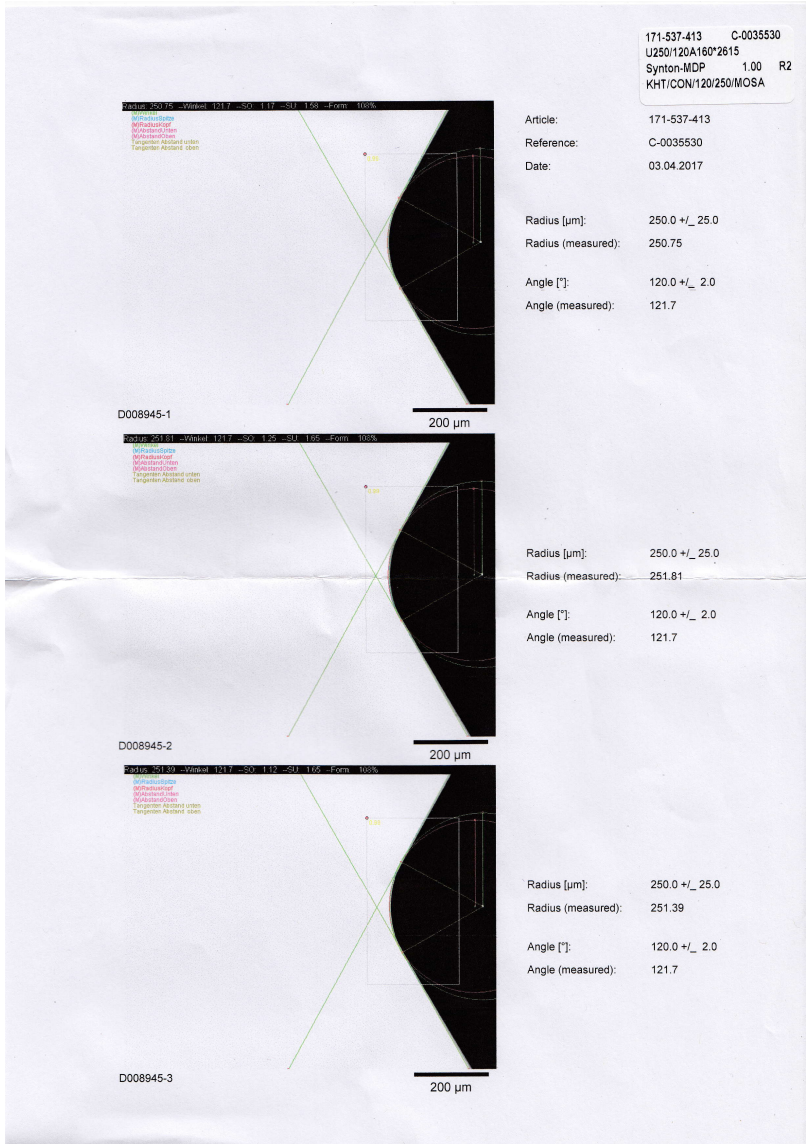


Abbildung C.2: Prüfprotokoll des sphärischen Eindringkörpers aus Saphir.



## D Anhang: Verwendete Abkürzungen

<i>Abkürzung</i>	<i>Beschreibung</i>
Ⓐ	Bezeichnung eines bestimmten Eindringköpers aus Saphir
ABI	<i>engl.</i> Automated Ball Indentation
ABOR 1 & 2	<i>engl.</i> Associated Reactor Irradiation in BOR 60
ADS 2-4	<i>engl.</i> Accelerator Driven System
AFM	<i>engl.</i> Atomic force Microscope
Ⓑ	Bezeichnung eines bestimmten Eindringköpers aus Saphir
Anl.	Anlieferzustand
DBTT	<i>engl.</i> Ductile-to-Brittle-Transition-Temperature
DEMO	<i>engl.</i> DEMONstration power plant
DIC	<i>engl.</i> Digital Image Correlation
dpa	<i>engl.</i> displacement per atom
FE	<i>engl.</i> Finite- Element
FIB	<i>engl.</i> Focused Ion Beam

FIMEC	engl. Flat-top Cylinder Indenter for Material Characterization
HFR	<i>engl.</i> High Flux Reactor
HTIIS	<i>engl.</i> High Temperature Instrumented Indentation System
HTITS	<i>engl.</i> High Temperature Indentation Test System
IRFUMA I-IV	<i>engl.</i> IRradiation of FUSion MAterials
ITER	<i>engl.</i> International Termonuclear Experimental Reactor
JET	<i>engl.</i> Joint European Torus
KAHTI	Karlsruher Hochtemperatur-Indenter
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
KNN	Künstliche Neuronale Netze
ODS	<i>engl.</i> Oxide dispersion Strengthened
PID	<i>engl.</i> Proportional-Integral-Differential-controller
PKA	<i>engl.</i> Primary Knocked-out Atom
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur <i>engl.</i> Sample Holder for Irradiation of Miniaturized
SPICE	Steel Specimens Simultaneously at Different Temperatures
SSTT	<i>engl.</i> Small Specimen Test Technologies
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
USA	<i>engl.</i> United States of America,
<i>wb.</i>	Vergütungszustand des EUROFER97 im Labormaßstab

## E Anhang: Verwendete Formelzeichen

<i>Formelzeichen</i>	<i>Verwendete-Einheiten</i>	<i>Beschreibung</i>
$\alpha$	-	Heliumkern
$\alpha$	°	Öffnungswinkel Vickerspyramide
$\alpha$	-	Konstante
$A$	$m^2$	Fläche
$a$	m	Reichweite der Kernkräfte
$a$	m	Radius des Eindrucks in der Ebene der Probenoberfläche
$a_c$	m	Kontaktradius des Eindringkörpers in der Probe
$A_g$	-	Gleichmaßdehnung
$A_p$	$m^2$	Projizierte Fläche des plastischen Eindrucks
$\beta$	°	Winkel zwischen Eindringkörper und Probenoberfläche
$\gamma$	-	Korrekturfaktor
$d$	m	Diagonale des Eindrucks in der Ebene der Probenoberfläche

D	m	Durchmesser Eindringkörper
e	C	Elementarladung
E	eV	Energie
E	$\frac{N}{m^2}$	Elastizitätsmodul
$E_i$	$\frac{N}{m^2}$	Eindring-/Elastizitätsmodul des Indenters
$E_{it}$	$\frac{N}{m^2}$	Eindringmodul
$E_p$	$\frac{N}{m^2}$	Eindring-/Elastizitätsmodul der Probe
$E_r$	$\frac{N}{m^2}$	reduzierter Eindring-/Elastizitätsmodul
$\epsilon_0$	$\frac{As}{Vm}$	Elektrische Feldkonstante
F	N	Last
F-h		Last-Eindringtiefenkurve
$F_i$	N	Last am Indenter
$F_k$	N	Last an der Kraftmessdose
$F_{KAHTI}$	N	Lastsignal des KAHTI
$F_{Ref}$	N	Lastsignal der Referenzanlage
$g_n$	$\frac{m}{s^2}$	Erdbeschleunigung
H	-	Härte
HB	$\frac{kgf}{mm^2}$	Härte Brinell
$h_c$	m	Eindringtiefe in Kontakt mit dem Eindringkörper
$h_e$	m	Schnittpunkt der Entlastungsgerade mit der Abszisse



$h_{max}$	m	Maximale Eindringtiefe
$h_r$	m	bleibende Eindringtiefe
HV	$\frac{kgf}{mm^2}$	Härte Vickers
$K_{Ic}$	$MPa\sqrt{m}$	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor oder Bruchzähigkeit
$\kappa$	-	Korrekturfaktor
$\lambda$	-	Wellenlänge der Störfunktion
m	g	Masse
m	-	Konstante
m	-	Freiheitsgrade der Student'schen-t-Verteilung
MH	$\frac{kgf}{mm^2}$	Martenshärte
n	-	Neutron
n	-	Anzahl Versuche
n	-	Verfestigungsexponent
$\nu$	-	Poissonzahl
$\nu_i$	-	Poissonzahl Material Eindringkörper
$\nu_p$	-	Poissonzahl Probenmaterial
r	m	Radius Eindringkörper
R	m	Radius Eindringkörper
$R_a$	m	Oberflächenrauheit
$R_m$	$\frac{N}{m^2}$	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	$\frac{N}{m^2}$	0,2%-Dehngrenze

$R_w$	$\frac{N}{m^2}$	Wechselfestigkeit
S	$\frac{N}{m}$	Steigung
s	m	Höhe der Aufwölbung
$\bar{s}$	-	Standardabweichung
$\sigma$	Barn	Wirkungsquerschnitt
$\sigma_y$	$\frac{N}{m^2}$	Fließspannung
t	s,min.,h	Zeit
t	-	Faktor der Student'schen-t-Verteilung
T	°C, K	Temperatur
$T_{irr}$	°C	Bestrahlungstemperatur
$T_m$	°C, K	Schmelzpunkt
$T_{test}$	°C	Versuchstemperatur
x	-	Ergebnis der Härtemessung
$\bar{x}$	-	Mittelwert der Ergebnisse
Z	-	Ordnungszahl