

Hochtemperaturcharakterisierung von bestrahltem EUROFER mittels instrumentierter Eindringprüfung

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation
von

Dipl.-Ing. Julian Bredl
aus Starnberg

Tag der mündlichen Prüfung: 19. Januar 2021
Referent: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft
Korreferentin: Prof. Dr. rer. nat. Ruth Schwaiger

Kurzfassung

In einem Fusionsreaktor treten extreme thermo-mechanische Belastungen in Kombination mit hochenergetischen Neutronen auf, die zu einer besonderen Schädigung des umgebenden Materials führen. Ein wichtiger Bereich in der Fusionsforschung ist die Werkstoffentwicklung mit dem Ziel, Materialien zu entwickeln, die den außergewöhnlichen Belastungen eines Fusionsreaktors standhalten können. Diesbezüglich wurden als Strukturmaterialien reduziert-aktivierbare ferritisch-martensitische (RAFM) Stähle entwickelt. Um deren Tauglichkeit für eine Anwendung in zukünftigen Fusionsreaktoren zu prüfen, werden mechanische Prüfverfahren bestrahlter Materialproben für eine umfangreiche Charakterisierung genutzt. Hierbei stellt die instrumentierte Eindringprüfung durch ihre zerstörungsfreie Prüfung und die einfache Probenpräparation ein Verfahren mit großem Potential dar.

Um die Eindringprüfung an bestrahlten Proben durchführen zu können, ist ein fernhantierter Arbeitsplatz in einem strahlungsabschirmenden Bereich notwendig. Hierzu wurde eine Anlage für Hochtemperaturuntersuchungen (HTI) für einen sicheren fernhantierten Betrieb weiterentwickelt. Es werden die notwendigen Anpassungen und Entwicklungen einer Hochtemperaturindentationsanlage beschrieben sowie deren Versetzung, Einrichtung und Verifizierung des Betriebs in einem strahlungsabgeschirmten Bereich dargestellt.

Mit dem geschaffenen fernhantierten Arbeitsplatz wurde der RAFM-Stahl EUROFER in einem breiten fusionsrelevanten Temperaturbereich untersucht. Dies wurde anhand von Proben im unbestrahlten Zustand sowie für unterschiedliche Bestrahlungszustände durchgeführt und mit der Materialhärte das Verhalten von EUROFER in Abhängigkeit von der Prüf- sowie der

Bestrahlungstemperatur beschrieben. Durch den Vergleich und die Verknüpfung der Härte mit anderen Werkstoffkennwerten lässt sich durch die Eindringprüfung eine umfangreiche Charakterisierung durchführen. Anhand von numerischen Berechnungen des Indentationsverfahrens werden die experimentellen Ergebnisse verifiziert und bezüglich verschiedener Einflüsse untersucht.

Das integrierte Heizsystem der Hochtemperaturindentationsanlage erlaubt es, Wärmebehandlungen bestrahlter EUROFER-Proben durchzuführen und eine Ausheilung der bestrahlungsinduzierten Materialverfestigung konnte vollständig nachgewiesen werden.

Mit dieser Arbeit wurde ein weltweit einzigartiger Arbeitsplatz für die Untersuchung bestrahlter fusionsrelevanter Materialien mittels der instrumentierten Eindringprüfung geschaffen. Die Untersuchungen an EUROFER zeigen, dass das Werkstoffverhalten in einem für die Fusion relevanten Bereich anhand der Eindringprüfung umfangreich beschrieben werden kann und dass der geschaffene Arbeitsplatz die Möglichkeiten der mechanischen Charakterisierung in der Fusionsforschung signifikant erweitert.

Abstract

Extreme thermo-mechanical loads occur in a fusion reactor in combination with high-energy neutrons, which lead to a specific damage in the surrounding material. An important topic in fusion research is the development of new materials that are able to withstand these extraordinary loads.

For this purpose, structural materials reduced-activation ferritic-martensitic (RAFM) steels have been developed. Mechanical test methods are used to characterise irradiated materials samples to ensure the suitability of this material for applications in fusion reactors. For this purpose, the instrumented indentation method has great potential due to its non-destructive procedure and the possibility for multiple uses of the samples.

In order to investigate irradiated material samples, an existing high temperature indentation device was extended to enable a safe remote handled operation in a radiation shielded area.

With the created remote handled workspace, the RAFM-steel EUROFER was investigated in the fusion relevant temperature regime in an unirradiated state and in different irradiated conditions. The mechanical behaviour is described in dependency of the test and irradiation temperature by using the material hardness. By comparing and linking the material hardness with other material parameters, the instrumented indentation allows an extensive characterization of the investigated material.

Numerical simulations of the indentation procedure are used to validate the experimental data and to assess various influences on the indentation results. The healing of irradiation induced material defects and material hardening of EUROFER is verified via heat treatments of samples with different irradiation conditions directly in the high temperature indentation device. The

investigations of EUROFER exhibit that the material behaviour can be examined extensively via instrumented indentation with respect to fusion relevant irradiation conditions and temperatures. The created unique workspace for remote handled instrumented indentation expands the possibilities for mechanical investigation and characterization of materials in fusion research significantly.

Danksagung

Diese Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als Doktorand und wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fusionsmateriallabor des Institut für Angewandte Materialien am Karlsruher Institut für Technologie. Die Umsetzung meiner Arbeit wäre ohne die unermüdliche Unterstützung einer Vielzahl von Personen nicht möglich gewesen.

Zuallererst möchte ich mich bei Herrn Professor Dr. rer. nat. Oliver Kraft für die Übernahme des Hauptreferats und die Betreuung meiner Arbeit während der gesamten Zeit sehr herzlich bedanken. Vielen Dank für die konstruktiven Gespräche und fachlichen Inputs, die diese Arbeit erst ermöglicht haben. Zudem bedanke ich mich bei Frau Professorin Dr. rer. nat. Ruth Schwaiger für die Übernahme des Korreferats.

Besonderer Dank gilt Herrn Dr. Hans-Christian Schneider für die Betreuung meiner Arbeit am Fusionsmateriallabor. Seine fachliche Unterstützung und die zahlreichen Diskussionen während meiner Zeit am Institut und darüber hinaus haben diese Arbeit sehr bereichert. Des Weiteren danke ich allen Mitarbeitern des Fusionsmateriallabors für ihre fachliche Unterstützung und die gute Zusammenarbeit. Besonders sind hier Herr Maik Rietschel und Herr Manuel Holzer für die unermüdliche Präparation meiner Proben zu nennen. Herrn Manuel Dany danke ich für die tolle gemeinsame Zeit als Bürokollegen.

Meinen Kollegen am Institut für Angewandte Materialien danke ich für eine schöne Zeit in Karlsruhe und die vielen Einblicke in verschiedene Fachbe-

Danksagung

reiche.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, meinen Brüdern, meinen Freunden und meinem Hund Harald für ihre uneingeschränkte Unterstützung über all die Jahre hinweg.

München, im September 2020

Julian Bredl

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	i
Abstract	iii
Danksagung	v
1 Einleitung	1
1.1 Motivation und Ziel der Arbeit	2
1.2 Aufbau der Arbeit	4
2 Stand der Technik	7
2.1 Kernfusion und Fusionsreaktor	7
2.2 Fusionspezifische Strukturmaterialien	13
2.2.1 Materialbelastungen und -anforderungen	14
2.2.2 Strukturmaterial EUROFER	19
2.2.3 Bestrahlungsprogramme der Fusionsforschung	24
2.2.4 Zukünftige Ziele der Fusionsmaterialforschung	27
2.3 Eindringprüfung und Härtebestimmung	28
2.3.1 Klassische Auswertemethoden	29
2.3.2 Instrumentierte Eindringprüfung	32
2.3.3 Aufwurf- und Einsinkverhalten am Indenterrand	38
2.3.4 Eindringprüfung mit kugelförmigen Eindringkörpern	40
2.3.5 Eindringprüfung bei erhöhten Temperaturen	47
3 Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb	53

3.1	Grundlegender Aufbau	54
3.2	Arbeitsumgebung Heiße Zelle	59
3.3	Anpassung der Hochtemperaturindentationsanlage	66
3.4	Inbetriebnahme der Anlage in der Heißen Zelle	67
3.4.1	Versetzung in die Heiße Zelle	67
4	Numerische Simulation des Indentationsverfahrens	77
4.1	Modellaufbau	77
4.2	Berücksichtigtes Materialverhalten	80
4.3	Ergebnisse der simulierten Kugeleindruckversuche	86
4.3.1	Vergleich mit analytischer Lösung nach Hertz	86
4.3.2	Einfluss des Kugelradius der Eindring Spitze	89
4.3.3	Einfluss des Spitzenmaterials	90
4.3.4	Einfluss der Prüftemperatur	92
4.3.5	Nullpunktbestimmung	93
4.3.6	Untersuchung der Auswertung nach DIN EN ISO 14577 Härtebestimmung auf Basis der simulierten Ergebnisse	94
4.4	Vergleich von Simulation und Experiment	97
5	Experimentelle Untersuchungen	99
5.1	Untersuchte EUROFER-Proben	100
5.2	Experimentelle Untersuchungen vor Versetzung der Anlage .	101
5.2.1	Vickershärte von EUROFER bei Raumtemperatur . .	102
5.2.2	Temperaturabhängige Vickers- und Brinellhärte . . .	104
5.2.3	Instrumentierte Eindringversuche	106
5.3	Experimentelle Untersuchungen von EUROFER mittels fern- hantierten Betriebes	121
5.3.1	Untersuchungen an unbestrahlten Proben	122
5.3.2	Untersuchungen an bestrahlten Proben	132
5.3.3	Einfluss von Nachbestrahlungswärmebehandlungen .	140

5.4	Mikroskopische Untersuchungen der Indenterspitzen	144
6	Diskussion der Untersuchungen von EUROFER	149
6.1	Diskussion der numerischen Berechnungen	149
6.1.1	Einfluss der Spitzenparameter	150
6.1.2	Vergleich der Experimente mit den Simulationen des Indentationsverfahrens	152
6.2	Diskussion der experimentellen Untersuchungen	168
6.2.1	Wiederholbarkeit der Ergebnisse	169
6.2.2	Temperaturabhängigkeit der Härte von EUROFER .	170
6.2.3	Vergleich der berechneten Härtewerte	176
6.2.4	Bestrahlungsinduzierte Verfestigung von EUROFER	179
6.2.5	Vergleich der Härteuntersuchungen mit Zugversuchs- daten	185
6.2.6	Wärmebehandlungen innerhalb der Anlage	195
7	Zusammenfassung und Ausblick	201
A	Stand der Technik der instrumentierten Eindringprüfung .	207
A.1	Randbedingungen nach DIN EN ISO 14577	207
B	Hochtemperaturindentationsanlage	211
B.1	Optische Eindringtiefenmessung	211
B.2	Eindringkörper für Hochtemperaturanwendung	213
B.3	Temperierung von Probe und Eindringkörper	216
C	Modifikationen der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb	219
C.1	Validierung der Bedienbarkeit mittels Simulationswand . . .	219
C.2	Modifikation des Eindringkörpers	225
D	Validierung der Hochtemperaturindentationsanlage und der Infrastruktur der Heißen Zelle	235

D.1	Signal,- Energie- und Medienfluss	235
D.2	Funktionsvalidierung der Anlage für fernhantierten Betrieb .	238
D.3	Präparation bestrahlter Proben	242
D.4	Optische Mikroskopie im Fusionsmateriallabor	246
E	Ergänzende Abbildungen	249
F	Datenblätter	269
G	Materialdaten für die Simulationen	277
H	Experimentelle Daten	287
	Bezeichnungen	299
	Abbildungsverzeichnis	305
	Tabellenverzeichnis	321
	Literaturverzeichnis	327

1 Einleitung

Saubere und effiziente Energieversorgung der Zukunft ist eine der größten Herausforderungen unserer Zeit. Die Nutzung fossiler Energieträger neigt sich dem Ende zu, und in immer mehr Ländern steigt auch die Akzeptanz eines Endes der fossilen Brennstoffe. Nichtsdestotrotz besteht aufgrund des weltweit stetig steigenden Energiebedarfs die Notwendigkeit, diesen auch in Zukunft sicher decken zu können. Neben regenerativen Energiequellen und der Kernspaltung stellt die Kernfusion eine potentielle Technologie für CO₂-emissionsfreie Energieproduktion dar.

Um die wirtschaftliche Nutzung der Kernfusion technisch beherrschbar zu machen, werden international große Anstrengungen in verschiedenen Forschungsbereichen unternommen. Eine besondere Herausforderung ist hierbei die Entwicklung geeigneter Strukturmaterialien, die den außergewöhnlichen Belastungen und Anforderungen eines Fusionsreaktors gerecht werden können.

Die Entwicklung solcher Materialien ist ein höchst aufwendiger Prozess. Neben der Entwicklung einer geeigneten Legierungszusammensetzung müssen die Materialien auf ihre Eigenschaften hin untersucht werden. Hierzu ist u.a. eine umfangreiche mechanische Charakterisierung notwendig, um die technischen Einsatzgrenzen des Werkstoffs zu bestimmen und dessen Eignung zu überprüfen.

Im Besonderen sind die Materialien für die Bauteile der ersten Wand zukünftiger Fusionsreaktoren erheblichen Belastungen ausgesetzt. Hier tritt neben hohen thermo-mechanischen Belastungen zusätzlich eine Strahlenschädigung durch die Fusionsneutronen auf. Des Weiteren ist es das erklärte Ziel, den radioaktiven Abfall auf ein Minimum zu reduzieren und die

Werkstoffe in einer Art und Weise zu designen, dass sie lediglich eine geringe Aktivierung erfahren. Für diese Anwendung wurde u.a. der reduziert aktivierbare ferritisch-martensitische Stahl EUROFER entwickelt [1][2].

1.1 Motivation und Ziel der Arbeit

Um eine valide Charakterisierung fusionsrelevanter Materialien zu gewährleisten, müssen diese entsprechend ihrer realen Einsatzbedingungen untersucht werden. Dies bedeutet, dass die entsprechenden Temperaturen und die Materialschädigung durch die Fusionsneutronen abgebildet werden müssen. Letztere wird den Proben heutzutage im Rahmen sog. Bestrahlungsprogramme in konventionellen Kernspaltungsreaktoren aufgeprägt.

Durch die Neutronenstrahlung erfährt der EUROFER eine Veränderung seiner mechanischen Eigenschaften in Form von Versprödung und Verfestigung. Neben den Prüfverfahren Zugversuch und Kerbschlagversuch ist die Eindringprüfung eine vielversprechende Methode für die umfassende Charakterisierung bestrahlter Materialien. Für diese Herausforderung wurde am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) eine weltweit einzigartige Hochtemperaturindentationsanlage speziell für die instrumentierte Eindringprüfung radioaktiver Proben in einem fusionsrelevanten Temperaturbereich bis zu 650 °C entwickelt.

Die Indentation bietet im Vergleich zu anderen Prüfverfahren besondere Vorteile. Zum einen ist sie zerstörungsfrei und ermöglicht somit die mehrmalige Untersuchung einer Probe. Dies ist von Vorteil, da der radioaktive Abfall der durch die aus den Bestrahlungsprogrammen stammenden Proben minimal gehalten werden soll. Außerdem ist der zur Verfügung stehende Bestrahlungsraum der Proben begrenzt. Des Weiteren sind lediglich eine simple Probenpräparation sowie die Verwendung von Proben aus anderen Prüfverfahren möglich. Somit kann mittels der Indentation gewährleistet werden, dass aus den begrenzten und teuren bestrahlten Proben ein maxi-

maler Erkenntnisgewinn bezüglich des mechanischen Verhaltens generiert wird.

Um radioaktive Proben untersuchen zu können, ist es notwendig, die Anlage in einen strahlenabschirmenden Arbeitsbereich, eine sog. Heiße Zelle, zu integrieren. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Hochtemperaturindentationsanlage weiterentwickelt und ertüchtigt, um einen sicheren fernhantierten Betrieb in einer Heißen Zelle zu ermöglichen. Hierzu gehört die Konzeptionierung und Erarbeitung eines geeigneten Arbeitsplatzes und dessen Integration in die bestehenden Laboreinrichtungen. Der technisch komplexe fernhantierte Betrieb der Anlage muss möglichst wartungsarm gestaltet werden, um einen zuverlässigen und kostenreduzierten Betrieb sicherzustellen. Durch die Versetzung der Hochtemperaturindentationsanlage in eine Heiße Zelle und die Schaffung eines Arbeitsplatzes für die Eindringprüfung bestrahlter Materialien wird es ermöglicht, fusionsrelevante Materialien in einem breiten Parameterbereich zu charakterisieren.

In dieser Arbeit wird der reduziert aktivierbare ferritisch-martensitische (RAFM) Stahl EUROFER im unbestrahlten sowie bestrahlten Zustand untersucht, und es wird erstmals mittels der Eindringprüfung dessen Materialverhalten in Abhängigkeit von der Temperatur in den für die Kernfusion relevanten Bestrahlungszuständen charakterisiert. Es wird das Potential der Hochtemperatureindringprüfung in Bezug auf die Fusionsmaterialforschung aufgezeigt und verdeutlicht, welche Ergänzung die Indentation für die in der Fusionsforschung angewendeten Verfahren bedeutet. Des Weiteren werden die Möglichkeiten von Nachbestrahlungswärmebehandlungen direkt in der Anlage betrachtet und eine Kompensation der Strahlenschäden untersucht.

Die Ziele der vorliegenden Arbeit lassen sich wie folgt definieren:

- Ertüchtigung und Weiterentwicklung der Anlage für einen robusten und sicheren fernhantierten Betrieb
- Integration der Hochtemperaturindentationsanlage in die Arbeitsumgebung einer Heißen Zelle
- Validierung des fernhantierten Betriebs der Anlage
- Numerische Simulation des Prozesses der Eindringprüfung zur Validierung der experimentellen Ergebnisse
- Charakterisierung von EUROFER bei verschiedenen Bestrahlungszuständen und Prüftemperaturen mittels der instrumentierten Eindringprüfung
- Untersuchungen von Wärmebehandlungen für die Ausheilung der bestrahlungsinduzierten Materialverfestigung bzw. Materialschädigung

1.2 Aufbau der Arbeit

In Kapitel 2 werden die Grundlagen bezüglich der Kernfusion und zukünftigen Fusionsreaktoren, der Stand der Entwicklung des Strukturmaterials EUROFER sowie die Grundlagen der Werkstoffcharakterisierung mittel Indentation aufgezeigt.

Anschließend wird in Kapitel 3 ein Überblick über die am KIT entwickelte Hochtemperaturindentationsanlage [3][4] gegeben. Hier wird die grundlegende Funktionalität besprochen und auf relevante Teilkomponenten detaillierter eingegangen. Zudem werden hier die Entwicklungen und Ertüchtigungsmaßnahmen der Hochtemperaturindentationsanlage unter Berücksichtigung der besonderen Anforderungen des fernhantierten Betriebs sowie die Versetzung der Anlage in eine Heiße Zelle beschrieben.

In Kapitel 4 wird anhand numerischer Simulationen der Einfluss des Materials und der Form des kugelförmigen Eindringkörpers auf die Ergebnisse der

instrumentierten Eindringprüfung untersucht. Des Weiteren dienen die Ergebnisse einer Validierung der experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven. In Kapitel 5 werden die experimentellen Untersuchungen an dem RAFM-Stahl EUROFER dargestellt. Die Untersuchungen umfassen Versuchsreihen bei Temperaturen von 25 °C bis 500 °C von unbestrahlten Proben und bei 25 °C bis 400 °C von bestrahlten Proben. Des Weiteren umfassen die Untersuchungen auch Versuche bezüglich Nachbestrahlungswärmebehandlungen.

In Kapitel 6 werden die Experimente und numerischen Berechnungen diskutiert. Es werden die experimentellen Ergebnisse verglichen und in den Stand der Technik und den Kontext weiterer Prüfverfahren eingeordnet. Des Weiteren werden in diesem Kapitel vergleichende Betrachtungen zwischen Experimenten und den numerischen Simulationen diskutiert, um eine Validierung der Prüfergebnisse der Hochtemperaturindentation durchzuführen. Im abschließenden Kapitel 7 werden die Ergebnisse der Arbeit zusammengefasst und ein Ausblick über die Möglichkeiten der Hochtemperaturindentation bestrahlter Materialien gegeben.

2 Stand der Technik

2.1 Kernfusion und Fusionsreaktor

Die größte Energiequelle, die die Menschheit tagtäglich nutzt, ist die Sonne, ohne deren auf Basis von Fusionsprozessen freigesetzte Energie ein Leben auf der Erde nicht möglich wäre. Neben den regenerativen Energien (Sonne, Wind, Wasser, Pflanzen) und der Weiterentwicklung der Kernspaltung stellt somit die nukleare Fusion eine vielversprechende Methode für die Erzeugung von Energie unabhängig von fossilen Brennstoffen dar. Demzufolge ist die Umsetzung der effizienten technischen Nutzung der Kernfusion ein weltweites Bestreben, um den steigenden Ansprüchen an die Energieversorgung auch in Zukunft gerecht werden zu können.

Kernfusion

Die Energiequelle bei der Kernfusion ergibt sich aus den inneren Bindungsenergien und somit der Stabilität der verschmelzenden Atomkerne, welche von der Atomsorte und somit von den Nucleonen abhängen. Die stabilsten Elemente liegen in der Nähe von Eisen (^{56}Fe), vgl. Abbildung 2.1. Eine exotherme Kernreaktion kann somit durch Spalten schwerer Kerne in leichtere oder durch eine Verschmelzung leichter in schwere Kerne erfolgen. Während schwere Elemente wie beispielsweise Uran in Kernspaltungsreaktoren verwendet werden, lässt sich die Kernfusion mittels des leichten Elements Wasserstoff (H) und dessen Isotopen Deuterium ($\text{D}, ^2\text{H}$) und Tritium ($\text{T}, ^3\text{H}$) durchführen und daraus das schwerere Element Helium (He) bilden.

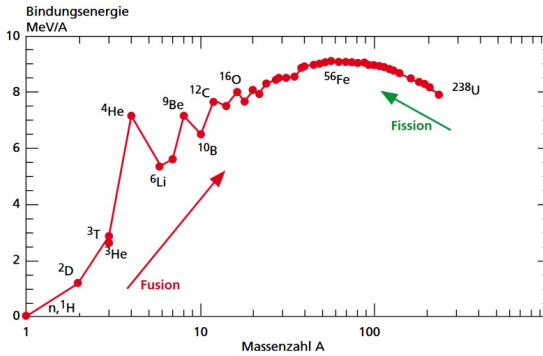


Abbildung 2.1: Innere Bindungsenergie in Abhängigkeit der Massenzahl verschiedener Elemente [5]

Damit die anziehenden Kernkräfte wirken und Atomkerne fusionieren können, müssen sich die Kerne sehr nahe kommen. Durch die positive Ladung der Atomkerne wirken jedoch aufgrund des Coulombschen Gesetzes entgegengesetzte Kräfte [6]. Um diese entgegenwirkenden Kräfte zu überwinden, sind sehr hohe Temperaturen nötig, da nur bei diesen die Geschwindigkeiten der Atomkerne ausreichend hoch sind. Bei solch hohen Temperaturen sind die Kerne der Atome von den Elektronen getrennt. Die frei beweglichen Kerne und Elektronen bilden zusammen ein ionisiertes Gas, ein sog. Plasma. Für die Umsetzung des Fusionsprozesses eignet sich am besten die Paarung von Deuterium und Tritium. Mit dieser Paarung wird eine hohe Energieausbeute bei gleichzeitig relativ geringer Plasmatemperatur erreicht. Insgesamt ist der Wirkungsquerschnitt bei dieser Paarung am höchsten, vgl. Abbildung E.1.

Die freiwerdende Energie teilt sich auf den Heliumkern (3,5 MeV) und das freiwerdende schnelle Neutron (14,1 MeV) auf, siehe Abbildung 2.2. 80 % der Energie entfallen auf das Neutron, welche durch die Umwandlung in Wärme für die Erzeugung elektrischer Energie zur Verfügung stehen. Die Energie des Heliumkerns wird genutzt, um das Plasma zu heizen und den

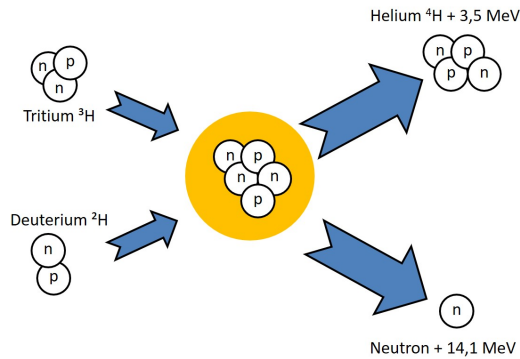


Abbildung 2.2: Prinzipielle Darstellung der Fusion von Deuterium und Tritium nach [7]

Fusionsprozess aufrechtzuerhalten. Die Nachteile dieser Kernreaktion sind die Radioaktivität des Isotops Tritium sowie die Aktivierung von Reaktorteilen durch das hochenergetische schnelle Neutron, wenn dieses von einem Atom eingefangen wird und es dieses Atom in ein radioaktiv instabiles Isotop umwandelt. Jedoch stellt diese Reaktion die deutlich einfachste Möglichkeit dar, eine Kernfusion zu realisieren.

Neben der Umsetzbarkeit und der Effizienz der Fusionsreaktion spielt das Vorhandensein des „Fusionsbrennstoffes“ eine tragende Rolle. Das stabile Isotop Deuterium lässt sich durch Elektrolyse aus schwerem Wasser gewinnen [8] und ist somit durch das natürliche Wasservorkommen der Erde in mehr als ausreichendem Maße vorhanden. Da das radioaktive Isotop Tritium in der Natur nur in einer sehr geringen Menge vorhanden ist, muss dieses durch sog. „Brüten“ erzeugt werden. Mit dem Brut-Blanket-Konzept wird im Fusionskraftwerk selbst aus Lithium (Li) mit Hilfe der bei der Fusion entstehenden Neutronen Tritium produziert, siehe Gleichung (2.1) [9].



Das Lithium-Isotop ${}^6\text{Li}$ fängt ein Neutron ein und bildet Tritium und Helium. Eine Reaktion mit ${}^7\text{Li}$ ist ebenfalls möglich, jedoch deutlich unwahrscheinlicher und spielt somit in der Praxis eine untergeordnete Rolle [9].

Um nun die Kernfusion tatsächlich durchführen zu können, müssen extreme Randbedingungen erfüllt werden. Für eine technische Nutzung der Fusion muss sich das Plasma ohne externe Energiezufuhr selbst erhalten. Man spricht hier von einem „Zünden“ des Plasmas. Bei der Deuterium-Tritium-Paarung sind hierfür die Parameter Plasmatemperatur mit $100 - 200 \times 10^6 \text{ }^\circ\text{C}$, Plasmadichte mit ca. 10^{14} Teilchen pro Kubikzentimeter und Energieeinschlusszeit mit 1 bis 2 Sekunden entscheidend [7]. Die Energieeinschlusszeit beschreibt die Wärmeisolation des Plasmas und gibt an, wie lange es dauert, bis das Plasma soviel Energie nach außen abgegeben hat, dass es erlischt. Diese ist nicht mit der Pulsdauer eines Fusionsreaktors zu verwechseln.

Reaktor und Kraftwerk

In Abbildung 2.3 ist schematisch der Aufbau eines Fusionskraftwerks dargestellt. Die durch die Kernfusion gewonnene Wärmeenergie wird genutzt, um in einem Dampfkreislauf mit einer Turbine und einem Generator elektrischen Strom zu erzeugen, der in das Netz eingespeist wird. Dieser Teil des Kraftwerks unterscheidet sich nicht von konventionellen Kohle- und Kernkraftwerken [10][11].

Das Plasma wird in einem Kraftwerk innerhalb einer kreisringförmigen Brennkammer bzw. eines Plasmagefäßes erzeugt und eingeschlossen. Da es kein Material gibt, das den für die Kernfusion nötigen Temperaturen widerstehen kann, muss das Plasma von den materiellen Wänden, der sog. „Ersten Wand“ der Brennkammer, ferngehalten werden. Hierzu wird die elektrische Leitfähigkeit des Plasmas ausgenutzt, wodurch dieses durch ein magnetisches Feld beeinflusst werden kann. Die geladenen Teilchen des Plasmas werden mittels eines ringförmigen Magnetfeldkäfigs auf einer Kreisbahn

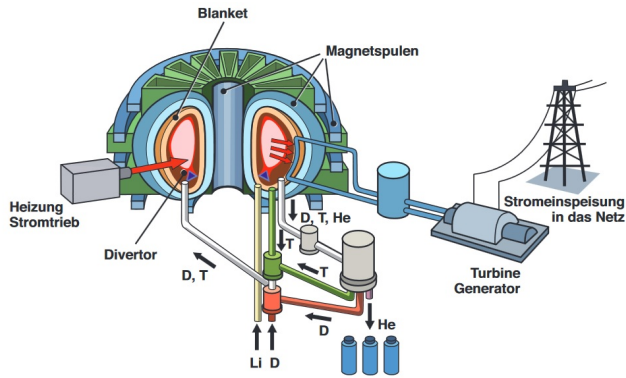


Abbildung 2.3: Schematische Darstellungen eines Fusionskraftwerks nach dem Tokamak-Prinzip [10]

gehalten. Somit können das Plasma bestmöglichst isoliert und die nötigen Energieeinschlusszeiten für eine Zündung erreicht werden. Für die technische Erzeugung des komplexen Magnetfeldes gibt es zwei praktikable Möglichkeiten, das Tokamak- und das Stellarator-Prinzip. Beide Bauarten beruhen auf einem Plasmagefäß und einem Magnetfeldkäfig als Einschluss für das Plasma. Der Unterschied liegt in der Erzeugung des magnetischen Feldes. Der im Bau befindliche INTERNATIONAL THERMONUCLEAR EXPERIMENTAL REACTOR (ITER) [12] beruht auf dem Tokamak-Prinzip und ist das weltweit am weitesten erforschte Prinzip. Hier wird der Magnetfeldkäfig, der das Plasma einschließt, durch sich überlagernde Magnetfelder erzeugt [7]. Diese werden zum einen durch einen durch das Plasma fließenden Strom und zum anderen durch äußere Spulen (Toroidalfeldspulen) erzeugt. Dieses kombinierte Feld ermöglicht den geschlossenen Einschluss des Plasmas ohne offene Enden. Daneben wird ein weiteres vertikales Magnetfeld benötigt, erzeugt durch Ringspulen, das den durch das Plasma fließenden Strom fixiert. Der Strom wird durch Induktion mittels einer Transformatorspule im Plasma erzeugt. Dies bedingt den gepulsten Betrieb eines Tokamakreaktors, da der Transformator regelmäßig entladen und wieder aufgeladen

werden muss. Bei einem Stellarator ist es nicht nötig, Strom in das Plasma zu induzieren und somit kann dieser kontinuierlich betrieben werden. Hier wird der Magnetfeldkäfig durch ein einziges, jedoch sehr komplexes System von Spulen erzeugt. Eine vergleichende Darstellung des prinzipiellen Aufbaus beider Systeme ist in Abbildung E.2 gegeben.

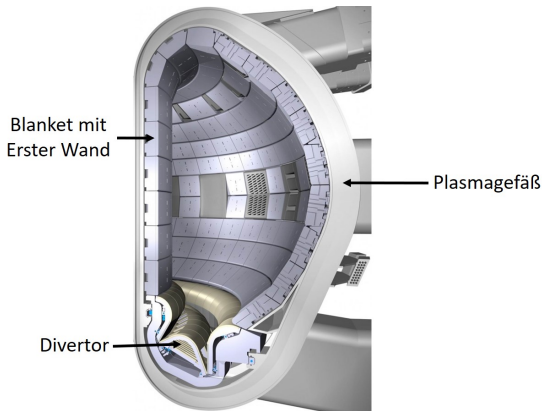


Abbildung 2.4: Querschnitt der Brennkammer des zukünftigen Forschungsreaktors ITER [13]

In Abbildung 2.4 ist der Querschnitt der Brennkammer des ITER dargestellt. Um das Plasma von Verunreinigungen und somit einem Abkühlen zu schützen, muss innerhalb des Plasmagefäßes ein Ultrahochvakuum (1×10^{-8} mbar) herrschen. Das Innere der Brennkammer ist mit den sog. Blankets bedeckt. Die bei der Fusion erzeugten ^4He -Kerne bleiben innerhalb des Magnetfeldes gefangen, während die schnellen Neutronen das Magnetfeld verlassen können. Diese treffen auf die erste Wand der Blankets und geben ihre kinetische Energie durch Stöße an das Blanketmaterial in Form von Wärme ab. Durch ein Kühlsystem wird beim vom KIT verfolgten Konzept des heliumgekühlten Brutblankets diese Wärmeenergie mittels Helium abgeführt und steht mittels Wärmetauscher für die Produktion elektrischer Energie zur Verfügung. Des Weiteren findet in den Blankets die Erbrütung von Tritium

aus Lithium statt. Dieses wird mit Helium ausgespült und dem Fusionsprozess zusammen mit Deuterium wieder zugeführt [7].

Der Divertor dient zur Entfernung des bei der Fusion entstehenden Heliums sowie von Verunreinigungen, die zu einem Erlöschen des Plasmas führen würden. Dieses Bauteil ist das am höchsten belastete mit Wärmeflussdichten von bis zu 10 Megawatt pro Quadratmeter [7].

Um das Plasma zu zünden und somit einen stabilen Betrieb durch Selbstheizung zu erreichen, muss das Plasma zuvor aufgeheizt werden. Um eine Heizleistung in der Höhe von 50 bis 100 Megawatt in das Plasma einzubringen, stehen Heizsysteme unterschiedlicher Bauarten zur Verfügung:

- Neutralteilchenheizung
- Stromheizung
- Hochfrequenzheizung

Gegenwärtig befindet sich der Bau des Forschungsreaktors ITER in der Umsetzung. Mit diesem sollen die unterschiedlichen Blanketkonzepte zur Tritiumbrütung sowie die Bildung und das Verhalten von Plasma auf Basis von Deuterium und Tritium untersucht werden [12]. ITER ebnet somit den Weg zum Demonstrationsreaktor DEMO. Mit diesem Forschungsreaktor ist geplant, Kraftwerkskomponenten und -materialien in Langzeitversuchen zu untersuchen, zum ersten Mal durch Fusion erzeugten Strom ins Netz einzuspeisen und einen geschlossenen Tritiumkreislauf zu betreiben. Somit soll die Praktikabilität einer kommerziellen Nutzung der Kernfusion aufgezeigt werden.

2.2 Fusionspezifische Strukturmaterialien

Die Entwicklung und Charakterisierung von Strukturwerkstoffen ist eine große Herausforderung. Besonders die das Plasma umgebenden Bauteile

des Reaktors sind unterschiedlichsten Schädigungen ausgesetzt, und potenzielle Werkstoffe unterliegen somit außergewöhnlichen Kriterien. Die Aufgabe der fusionsspezifischen Materialforschung ist es, entsprechend dieser Kriterien geeignete Werkstoffe zu entwickeln und somit einen sicheren und wirtschaftlichen Betrieb von zukünftigen Fusionskraftwerken zu ermöglichen. Reaktorbauteile, für die ein Bedarf an solchen Werkstoffen besteht, sind z.B. die Erste Wand des Vakuumgefäßes des Reaktors, die direkt dahinter liegenden Teile des Blankets und der Divertor.

2.2.1 Materialbelastungen und -anforderungen

Die Schädigungen der plasmanahen Bauteile des Fusionsreaktors sind durch unterschiedliche Ursachen bedingt und lassen sich wie folgt einteilen:

- Oberflächeneffekte
- Volumeneffekte

Die Oberflächeneffekte werden durch elektromagnetische Strahlung und neutrale sowie geladene, aus dem Plasma austretende Teilchen niedriger Energie (≤ 400 eV), bedingt [14]. Diese Einwirkungen haben nur eine geringe Eindringtiefe in das Material der ersten Wand und des Divertors und bewirken hier thermo-mechanische Belastungen mit hohen Wärmeflussdichten sowie physikalisch und chemisch verursachte Zerstäubung. Dies führt zu einer nicht unerheblichen Erosion des Materials und durch die abgetragenen Teilchen zu einer Verunreinigung des Plasmas. Hochenergetische Alphateilchen ($\leq 3,5$ MeV), Heliumkerne aus der Fusionsreaktion, reichern sich an der Oberfläche der Komponenten an und führen zu heliumgefüllten Blasen, die wiederum zu einem Materialabtrag führen können. Zudem bewirken die Teilchen, abhängig vom Strukturmaterial, unterschiedlich hohe thermisch induzierte Spannungen in der Materialoberfläche [7][14].

Die Volumeneffekte werden durch die hochenergetischen Neutronen aus der Fusionsreaktion erzeugt. Diese Effekte schädigen das Material weit-

aus mehr als die Oberflächeneffekte. Zum einen geben die Neutronen in elastischen und inelastischen Stößen ihre kinetische Energie an das Material in Form von Wärme ab, die für die Stromerzeugung in einem Dampfkreislauf zur Verfügung gestellt wird. Zum anderen führen die Stöße der Neutronen mit den Gitteratomen der Strukturmaterialien zu Zwischengitteratomen und Leerstellen im Kristallgitter [14][15][16]. Neben diesen Einzeldefekten kann es durch Kettenreaktionen zu einer Defektwanderung im Gitter und einer Anhäufung dieser Gitterfehler kommen. Hierdurch entstehen Versetzungsringe und, bedingt durch die Leerstellen, Poren im Material [17][18][19].

Des Weiteren können die Reaktionen mit den hochenergetischen Neutronen zu Prozessen führen, die eine Aktivierung und Transmutation von Legierungselementen der Strukturmaterialien bedingen. Durch das Einfangen eines schnellen Neutrons aus der Fusionsreaktion absorbiert ein Atomkern dieses und bildet ein schwereres Isotop (Radionuklid) seines Elements. Ist dieses instabil und somit radioaktiv, spricht man von Aktivierung [20]. Dies kann durch verschiedene Kernreaktionen geschehen. Besondere Relevanz weist hier die (n,alpha)-Reaktion auf, bei der ein Element nach Aufnahme eines Neutrons sich in ein Element geringer Massen- und Kernladungszahl sowie einen Heliumkern (sog. Alphateilchen) aufteilt, vgl. die Reaktionsgleichung 2.2.



Eine mögliche reale Reaktion ist:



Bei Stählen führt aufgrund geringer Löslichkeit das durch Transmutation entstandene Helium zu Gasblasen im Material [15][21][22]. Darüber hinaus ist auch die Bildung von transmutiertem Wasserstoff möglich. Weitere Reaktionen, die zu einer Aktivierung der Reaktorkomponenten durch

die hochenergetischen Fusionsneutronen führen können, sind beispielsweise die (n,p)- und (n,2n)-Reaktionen, wobei ein Proton oder 2 Neutronen abgestrahlt werden. Letztere Reaktion wird in einem Fusionsreaktor in Zusammenhang mit Beryllium zur Vervielfachung von Neutronen genutzt. Die bei den Reaktionen entstehenden radioaktiven Nuklide spielen bei der Entwicklung von Fusionsmaterialien eine wichtige Rolle, um hochaktive und langlebige Nuklide durch sog. niedrig aktivierbare Werkstoffe vermeiden zu können [23].

Die Auswirkungen der Neutronenbestrahlung auf die Mikrostruktur und die Bildung von Verunreinigungen (He, H) haben einen gravierenden Einfluss auf das mechanische Verhalten und auf die physikalischen Eigenschaften des Werkstoffs. Dies äußert sich in einer Verfestigung des Werkstoffs, ausgedrückt durch eine Erhöhung der Festigkeit und ein Herabsinken der Verformbarkeit. Zudem kommt es zu einer Änderung der Materialdichte sowie zu Kriechen. Die Einlagerung von Helium und Wasserstoff durch Transmutation im Material führt zusätzlich zu einer Versprödung. Diese strahlungsinduzierten Veränderungen begrenzen die Einsatzmöglichkeiten und die Lebensdauer von zukünftigen Reaktorkomponenten und spielen somit eine sehr wichtige Rolle in Bezug auf Entwicklung und Auswahl geeigneter fusionsspezifischer Konstruktionsmaterialien. Die strahlungsbedingte Materialschädigung lässt sich durch die Maßeinheit dpa (displacement per atom) angeben, die die mittlere Anzahl der Verschiebungen eines jeden Gitteratoms beschreibt [24]. Hiermit lassen sich primäre Schädigungsparameter wie dpa s^{-1} und He/dpa ableiten. Diese beschreiben und quantifizieren die Anzahl der Verlagerung eines Gitteratoms pro Zeiteinheit sowie die Erzeugung von transmutiertem Helium in Abhängigkeit von den Atomverlagerungen [14].

Für den Bau von Reaktorkomponenten wie Erste Wand, Blanketmodul und Divertor werden unterschiedliche Anforderungen an deren Konstruktionswerkstoffe gestellt, die einen sicheren, stabilen und effizienten Betrieb eines Fusionskraftwerks gewährleisten sollen [7]. Zum einen sind dies konventio-

nelle Auswahlkriterien in Bezug auf die thermo-mechanischen Belastungen, die beispielsweise für die Strukturmaterialien der Ersten Wand ein Temperaturfenster bis zu 650 °C abdecken. Für die Eignung eines Werkstoffs dienen Kennwerte wie Zugfestigkeit, Streckgrenze, Zeitstandfestigkeit und Bruchzähigkeit. Auch sind durch die zyklischen Belastungen während des Betriebs des Reaktors Ermüdungseigenschaften relevant. In Bezug auf Blanketkonzepte mit flüssigem Blei-Lithium als Brutmaterial spielen außerdem Korrosionseigenschaften eine wichtige Rolle, da diese die Lebensdauer der entsprechenden Bauteile stark reduzieren können [14].

Die Aktivierung der Werkstoffe aufgrund der Neutronenbestrahlung ist ein weiterer wichtiger Faktor in Bezug auf die Werkstoffauswahl. Somit ist das Bestrahlungsverhalten der Werkstoffe ein essentielles Auswahlkriterium für die Nutzung als Strukturmaterial eines Fusionsreaktors. Ziel ist es, Materialien zu entwickeln, die nach der Außerbetriebnahme der entsprechenden Bauteile nach, im Vergleich zu konventionellen Reaktorbaustählen, kurzen Abklingzeiten (< 100 a) möglichst geringe Aktivität bzw. Dosisraten aufweisen. Für solche sog. niedrig aktivierbaren Materialien gelten für die Kontaktdosisrate zwei wichtige Grenzwerte: das sog. *Remote-Recycling* mit < 10 mSv/h und das *Hands-on level* mit < 25 μ Sv/h [14], vgl. Abbildung 2.5. Es ist eine Rezyklierung der Strukturmaterialien nach ca. 100 Jahren geplant, um eine Endlagerung von großen Mengen radioaktiver Stoffe zu vermeiden. Um dies zu erreichen, werden u.a. Legierungselemente mit radioaktiven Isotopen langer Halbwertszeit durch Elemente mit potentiell geringerer Aktivierung ersetzt.

Auf der Suche nach geeigneten Werkstoffen für die speziellen Anforderungen an einen Fusionsreaktor haben sich verschiedene Werkstoffe als Strukturmaterialien für den Bau zukünftiger Reaktorkomponenten als geeignet herausgestellt. Dies sind Vanadium- [25][26] und Wolfram-Legierungen [27], mit SiC-Fasern verstärktes Siliziumkarbid [28][29] und die ferritisch-martensitischen Stähle [30]. Diese Werkstoffe weisen gute konventionelle Materialeigenschaften sowie potentiell niedrige neutroneninduzierte Aktivi-

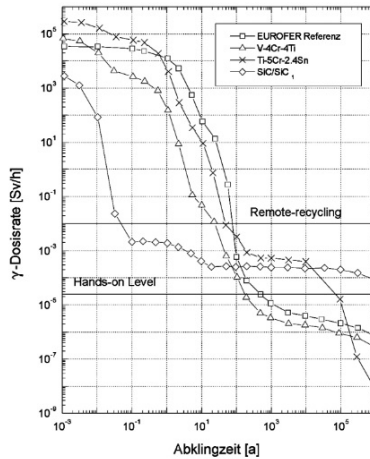


Abbildung 2.5: Kontakt-dosisrate für EUROFER und weitere Werkstoffe in Abhängigkeit der Abklingzeit für eine Wandbelastung von $2,5 \text{ MW/m}^2$ [14]

tät auf. Alle Materialkandidaten haben spezifische Stärken und Schwächen in Bezug auf Bestrahlungsresistenz und Anwendungsmöglichkeiten und setzen verschiedene Schwerpunkte für die jeweiligen Entwicklungsarbeiten [31][32].

Die ferritisch-martensitischen Stähle sind die am weitesten erforschte Werkstoffgruppe. Sie sind in einem Temperaturfenster von bis zu 600°C anwendbar und weisen gegenüber vielen Kühlmitteln ein gutes Korrosionsverhalten auf [14]. Als problematisch zeigt sich die Versprödung dieser Materialgruppe bei relativ niedrigen Bestrahlungstemperaturen unterhalb von 350°C . Um diese und die Aktivierung des Stahls zu reduzieren, wurden durch neu entwickelte Legierungen die sog. reduziert aktivierbaren ferritisch-martensitischen Stähle (RAFM) geschaffen [31][33]. Im Folgenden wird dies detailliert dargestellt anhand des Stahls EUROFER 97, auf dem im Rahmen dieser Arbeit das Hauptaugenmerk liegt.

2.2.2 Strukturmaterial EUROFER

Neben dem japanischen F82H-Stahl ist EUROFER 97 eine vielversprechende Legierung der Gruppe der RAFM-Stähle als Strukturmaterial für die Blanketmodule von zukünftigen Fusionsreaktoren. EUROFER 97 ist ein europäisches Referenzmaterial, das am Forschungszentrum Karlsruhe (heute Karlsruher Institut für Technologie) entwickelt wurde. Die Basis des Materials bildet die Gruppe der 8-12 %-CrMoVNb-Stähle. Durch Austausch der Legierungselemente, die durch Neutronenaktivierung zu langlebigen Isotopen führen, gegen solche, die eine geringere Aktivierung des Materials bedingen, ist hieraus der reduziert aktivierbare EUROFER 97 mit einer spezifizierten Legierung von 9 %-CrWVTa entstanden [34].

Legierungszusammensetzung

Die große Erfahrung in der Entwicklung von RAFM-Stählen des Typs OP-TIFER haben zu der Legierungsspezifizierung 9 %-CrWVTa des EUROFER 97 geführt [30][34][35]. Die Elemente Molybdän, Nickel und Niob der konventionellen ferritisch-martensitischen Stähle wurden aufgrund ihrer langlebigen Isotope hauptsächlich durch Wolfram und Tantal ersetzt. Für EUROFER 97 sind die Hauptlegierungselemente und deren Anteile sowie radiologisch unerwünschte Begleitelemente in Tabelle 2.1 nach [34] aufgelistet.

Selbst bei geringen Konzentrationen der unerwünschten Begleitelemente führen diese zu einer langlebigen Aktivität des Werkstoffs. Während Kobalt und Mangan zu hohen Kontaktdosisraten für Abklingzeiten bis 100 Jahre führen, erreicht Niob selbst nach einer sehr langen Zeit nicht das *Handson Level* [20]. Im Vergleich zu konventionellen ferritisch-martensitischen Stählen weisen die RAFM-Stähle jedoch eine deutlich geringere Zeit bis zum Erreichen des Kriteriums für das *Remote-recycling* auf.

Zudem wird durch die optimierte Legierung das Versprödungsverhalten verbessert, ausgedrückt durch eine Verschiebung der Übergangstemperatur (DBTT) zu geringeren Temperaturen hin. Dies wird durch den Chroman-

Tabelle 2.1: Spezifizierte chemische Zusammensetzung des RAFM-Stahls EUROFER 97 nach [34]

Hauptbestandteile							
Element	Cr	W	Mn	V	Ta	C	
Anteil in Gew.-%	9,0	1,1	0,4	0,2	0,12	0,11	
Unerwünschte Elemente							
Element	Si	Nb	Mo	Ni	Cu	Al	Co
Anteil in $\mu\text{g/g}$	<500	<10	<50	<50	<50	<100	<50

teil von 9 % erreicht, der zudem zu einer guten Korrosionsbeständigkeit des Materials führt. Tantal verbessert die Festigkeit und die DBTT durch seine stabilisierende Wirkung auf die Korngröße des Stahls durch Bildung von Karbiden [30]. Der Wolframanteil von etwa 1 % ist ein Kompromiss aus geringer Aktivierung des Werkstoffs und dessen mechanischen Eigenschaften bezüglich Festigkeit, Versprödung, Kriechen und Verformbarkeit.

EUROFER 97 wurde auf Basis der vorgegebenen Legierungsspezifikationen industriell in mehreren Chargen in Form von unterschiedlichen Halbzeugen hergestellt. Das Material in diesem Zustand, dem sog. Anlieferungszustand, entspricht einer nominellen Wärmebehandlung von $980\text{ }^\circ\text{C}/0,5\text{ h} + 760\text{ }^\circ\text{C}/1,5\text{ h}$ [34].

Mechanische Eigenschaften

EUROFER 97 wurde unter anderem am KIT einer umfangreichen physikalischen und mechanischen Charakterisierung im unbestrahlten wie bestrahlten Zustand unterzogen [36][37][38][39][40][41][42]. Mittels temperierten Zug-, Kerbschlag- und Ermüdungsversuchen wurde das mechanische Verhalten von EUROFER im unbestrahlten sowie bestrahlten Zustand charakterisiert. Die Strahlenschädigung wurde im Rahmen von Bestrahlungspro-

grammen in Kernspaltungsreaktoren dem Probenmaterial aufgeprägt, vgl. Kapitel 2.2.3.

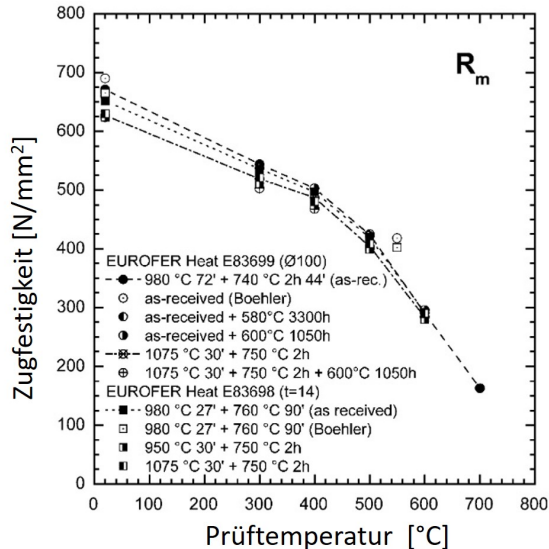


Abbildung 2.6: Prüftemperaturabhängige Zugfestigkeit von EUROFER für verschiedene Wärmebehandlungszustände (unbestrahlt) [38]

Anhand von temperierten Zugversuchen zeigt sich ein deutliches Absinken der Zugfestigkeit mit steigender Temperatur, siehe Abbildung 2.6. Hierdurch lässt sich eine Einsatztemperaturgrenze von 550 $^{\circ}\text{C}$ für EUROFER 97 festlegen [43]. Der Einfluss der Bestrahlung zeigt sich deutlich durch einen großen Einfluss der Bestrahlungstemperatur.

In Abbildung 2.7 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Zugversuchen für EUROFER 97 im Anlieferungszustand im unbestrahlten Zustand sowie bei verschiedenen Bestrahlungstemperaturen mit einer Schädigung von 16,3 dpa dargestellt. Es zeigt sich deutlich, dass die Bestrahlung bis zu 350 $^{\circ}\text{C}$ zu einer höheren Zugfestigkeit sowie allgemein geringen Bruchdehnung im Vergleich zum unbestrahlten Zustand führt. Besonders für Be-

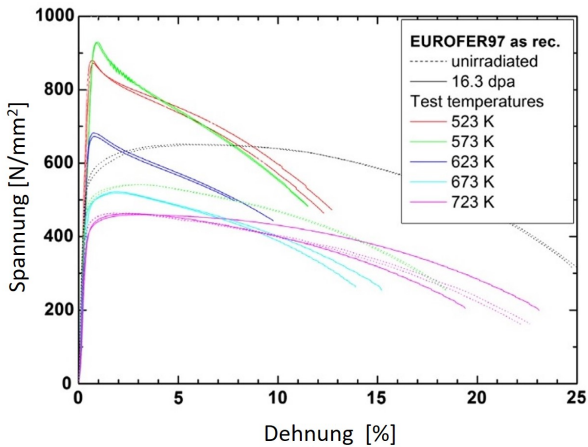


Abbildung 2.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven für unbestrahlten und bestrahlten EUROFER 97 im Anlieferungszustand [36]

strahlungstemperaturen $< 350^\circ\text{C}$ wird eine extreme Verfestigung des EUROFER 97 deutlich, und um 300°C ist ein Maximum der bestrahlungsinduzierten Materialverfestigung zu erkennen [36]. Die durch die Strahlenschädigung gebildeten Defekte im Kristallgitter bilden ein Hindernis für die Bewegung von Versetzungen. Eine plastische Verformung des Materials wird gehemmt und somit ist nur durch eine Erhöhung der äußeren Spannung eine Überwindung dieser Versetzungshindernisse möglich. Oberhalb von 350°C sinkt der Bestrahlungseinfluss auf das mechanische Materialverhalten deutlich ab und liegt bei einer Bestrahlungstemperatur von 450°C grundsätzlich wieder im Bereich des unbestrahlten EUROFER 97 [44].

Dies ist auf die gegenseitige Aufhebung von Zwischengitteratomen und Leerstellen im Kristallgitter zurückzuführen. Die temperaturabhängige Diffusionsgeschwindigkeit der Defekte erhöht sich mit steigender Temperatur und ermöglicht somit eine Ausheilung der Materialschädigung. Aus diesem Grund kommt es bei Bestrahlungstemperaturen von $> 350^\circ\text{C}$ parallel zur Schädigung des Materials zu einer Ausheilung derselben. Außerdem kann

hierdurch mittels Nachbestrahlungswärmebehandlungen das ursprüngliche Materialverhalten von EUROFER wieder hergestellt werden [45] [46].

Aufgrund seiner kubisch-raumzentrierten Kristallstruktur weist EUROFER einen temperaturabhängigen Übergang von sprödem zu duktilem Verformungsverhalten auf. Dies ist auf die temperaturabhängige Aktivierung von Gleitsystemen im Kristall zurückzuführen und kann z.B. durch die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (DBTT) im Kerbschlagversuch quantifiziert werden. Die bestrahlungsinduzierte Versprödung des Materials wirkt sich durch eine Verschiebung der DBTT hin zu höheren Temperaturen aus, siehe Abbildung 2.8 für EUROFER 97 im Anlieferungszustand. Im unbestrahltem Zustand liegt diese bei ca. -80°C . Eine maximale bestrahlungsinduzierte Versprödung tritt bei den Bestrahlungstemperaturen von 250°C und 300°C auf. Die Übergangstemperatur verschiebt sich auf einen Wert von ca. 110°C . Für weiter steigende Bestrahlungstemperaturen ist ein Rückgang der Materialversprödung ersichtlich und die DBTT für Bestrahlungstemperaturen von 400°C und 450°C liegen mit ca. -65°C in der Größenordnung des unbestrahlten Zustands [44].

Transmutiertes Helium verstärkt die Versprödung zusätzlich. Diesbezügliche Untersuchungen werden mittels Bor-dotierten Proben ermöglicht. Bor führt unter Bestrahlung zur Bildung von Heliumblasen (vgl. Gleichung (2.3)) in der bei der Fusion zu erwartenden Größenordnung und erlaubt somit die Untersuchung des Einflusses von Helium auf das mechanische Verhalten und das Schwellen des Materials.

Aufgrund der schon erwähnten Einsatzgrenzen von RAFM-Stählen bei ca. 550°C wurden diese im Hinblick auf eine höhere Hochtemperaturfestigkeit sowie Strahlungsresistenz weiterentwickelt und resultieren im sog. EUROFER-ODS (oxide dispersion strengthening) [47] [34]. Durch fein verteilte Yttrium-Oxide im Kristallgitter wird eine Teilchenverfestigung erreicht, die die mechanischen Eigenschaften verbessert. Hierdurch lassen sich Einsatztemperaturen von bis zu 650°C erreichen und EUROFER-ODS somit für plasmanaher Bauteile eines Fusionsreaktors gut einsetzen. For-

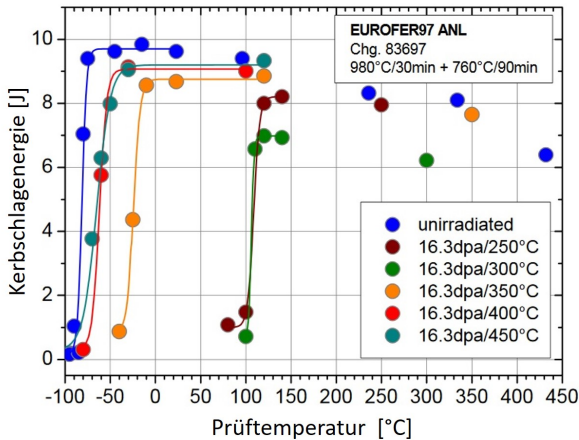


Abbildung 2.8: Kerbschlagarbeit in Abhängigkeit der Prüftemperatur für unterschiedliche Bestrahlungszustände bei einer mittleren Schädigung von 16.3 dpa und unbestrahlt für EUROFER im Anlieferzustand [44]

schungsschwerpunkte in Bezug auf EUROFER-ODS sind Möglichkeiten der Fertigung der Legierung, Temperatur- und Bestrahlungsstabilität der Yttrium-Teilchen sowie eine Charakterisierung nach Bestrahlung [48][49][49] [50].

2.2.3 Bestrahlungsprogramme der Fusionsforschung

Um die sichere Funktion und den wirtschaftlichen Betrieb zukünftiger Fusionsreaktoren zu gewährleisten, müssen die für den Bau verwendeten Strukturmaterialien hinsichtlich ihrer fusionspezifischen Betriebsanforderungen umfangreich charakterisiert und bewertet werden. Um die Auswirkungen der Neutronenbestrahlung untersuchen zu können, werden verschiedene Bestrahlungsprogramme in unterschiedlichen Forschungsreaktoren realisiert. Dies sind u.a. MANITU; HFR Ia, HFR Ib, ARBOR sowie HFR IIB [51][52][44]. Für die vorliegende Arbeit hat letzteres eine besondere Be-

deutung, da in diesem Programm bestrahlte EUROFER-Proben mittels der Hochtemperaturindentation untersucht wurden. Es wird im folgenden Abschnitt zusammenfassend erläutert.

Das Hauptaugenmerk von HFR IIB liegt auf der Abbildung und Untersuchung der bestrahlungsinduzierten Verfestigung und Versprödung von u.a. EUROFER im Hinblick auf die Verwendung des Materials im zukünftigen Demonstrationsreaktor DEMO. Durchgeführt wurden die Bestrahlungen im *Europäischen High Flux Reaktor (HFR)* in Petten, Niederlande. Im Rahmen des Programms wurden verschiedene Probengeometrien für unterschiedliche Prüfverfahren wie Kerbschlag-, Zug- und Ermüdungsversuch untersucht. Die Proben wurden parallel bei 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C und 450 °C mit einer Zieldosis von 15 dpa neutronenbestrahlt. Alle Probengeometrien wurden gleichzeitig in der sog. Trio-Bestrahlungskapsel für 771 Tage unter max. Reaktorleistung bestrahlt, siehe Abbildung 2.9. Jeder der drei Probenhalter besteht aus fünf Behältern, die jeweils Proben für eine Bestrahlungstemperatur enthalten und mittels eines Kühlgases auf der jeweiligen Zieltemperatur gehalten werden.

Neben EUROFER 97 wurden im Rahmen von HFR IIB auch EUROFER-ODS und verschiedene internationale Referenzstähle (F82H, MANET-I, GA3X und OPTIFER-Ia) bestrahlt. Diese wurden genutzt, um die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen an EUROFER in den Stand der Technik einzuordnen. Zudem wurden mit Bor und dessen Isotop ^{10}B dotierte Proben bestrahlt, um die Bildung und den Einfluss von transmutiertem Helium auf die Mikrostruktur und die mechanische Eigenschaften des Materials zu untersuchen.

Mit den Untersuchungen von in Kernspaltungsreaktoren bestrahlten Proben ist ein großer Schritt in der Werkstoffentwicklung von Fusionsmaterialien erreicht worden. Jedoch lassen sich die in einem Fusionsreaktor zu erwartenden Bestrahlungseinflüsse auf das Material lediglich annähernd vergleichen. Das Energiespektrum der Fusionsneutronen (14,1 MeV) unterscheidet sich deutlich von denen der Kernspaltung des HFR. Für die Erste Wand

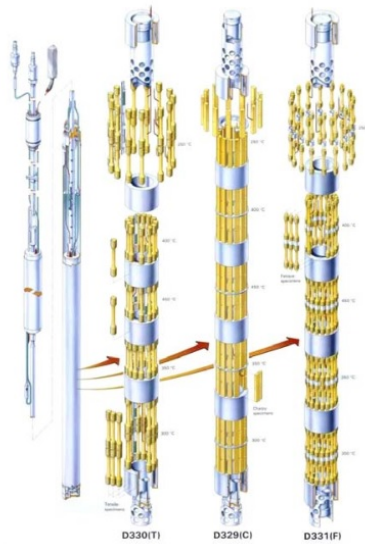


Abbildung 2.9: Probenhalter und Zusatzeinheiten der Trio-Bestrahlungskapsel des HFR IIb-Programms für die simultane Bestrahlung bei unterschiedlichen Temperaturen [44] (Bildursprung: HFR Petten)

eines Fusionsreaktors ist mit einer Schädigungsrate von bis zu 50 dpa/a eine deutlich höhere Schädigung als für die ca. 7 dpa/a des *HFR* zu erwarten. Zur Lösung dieses Problems befindet sich momentan die *International Fusion Materials Irradiation Facility (IFMIF)* in der Planung [53][54]. Mit dieser Bestrahlungseinrichtung sollen Neutronen mit dem Energiespektrum der Deuterium-Tritium-Fusion für Materialuntersuchungen zur Verfügung gestellt werden. Erreicht wird dies mittels Lithium, das mit beschleunigten Wasserstoffkernen (Deuteronen) beschossen wird [55]. Neben der mit IFMIF zu erreichenden Materialschädigung liegt auch die Bildung von transmutiertem Helium und Wasserstoff in guter Übereinstimmung mit einem Fusionsreaktor.

2.2.4 Zukünftige Ziele der Fusionsmaterialforschung

Aufgabe der fusionsorientierten Materialforschung ist es, eine funktionale und wirtschaftliche Lösung für kommerzielle Fusionsreaktoren zu erreichen. Mit der Entwicklung unterschiedlicher fusionspezifischer Materialien, wie der RAFM-Stähle, wurde ein großer Schritt in Richtung der sicheren Anwendung dieser Werkstoffe getan. Die zukünftige Materialforschung ist eng mit den Entwicklungen und dem Betrieb von Forschungsreaktoren wie ITER und dem Demonstrationsreaktor DEMO verbunden.

Der nächste Schritt ist, die Materialien unter annähernd fusionspezifischen Bedingungen zu testen, u.a. mit der zukünftigen Bestrahlungseinrichtung IFMIF. Des Weiteren werden die Strukturmaterialien in verschiedenen Brutblanketkonzepten im Forschungsreaktor des ITER mit Schädigungen bis zu 10 dpa tiefgehender untersucht und charakterisiert.

Neben den RAFM-Stählen spielt Wolfram für das hochbelastete Reaktorbauteil Divertor eine vielversprechende Rolle, wie auch Vanadiumlegierungen und SiC-Verbundwerkstoffe. Die aus ITER gewonnenen Erkenntnisse gehen direkt in die Umsetzung von DEMO ein, mit dem ein Dauerbetrieb mit Tritium-Selbsterbrütung und Energiegewinnung aufgezeigt werden soll. Hier werden voraussichtlich Materialschädigungen von bis zu 80 dpa in die Strukturmaterialien eingebracht. Eine erfolgreiche Umsetzung des DEMO und die hieraus gewonnenen Erkenntnisse sollen zukünftig einen dauerhaften Betrieb von kommerziellen Fusionskraftwerken mit möglichst hohem Wirkungsgrad (35-45 %) ermöglichen [14].

Dies bezieht die folgenden Eigenschaften der Fusionsmaterialien mit ein:

- Geringe mechanische Veränderung aufgrund der Neutronenbestrahlung
- Lange Austauschintervalle der plasmanahen Reaktorkomponenten
- Geringe Aktivierung, um eine langfristige Endlagerung zu vermeiden

- Recycling nach Anwendung der Materialien

In Tabelle 2.2 sind die Randdaten von ITER, DEMO und zukünftigen kommerziellen Reaktoren vergleichend aufgelistet.

Tabelle 2.2: Geplante Randdaten von Forschungs- und kommerziellen Fusionsreaktoren [14]

	ITER	DEMO	kommerzieller Reaktor
Anlagenleistung in GW	0,5-1	2-4	3-4
Belastung Erste Wand in dpa	3-10	30-80	100-150
in MWa/m ²	0,3-1	3-8	10-15

2.3 Eindringprüfung und Härtebestimmung

Die Eindringprüfung ist ein Verfahren zur Charakterisierung des mechanischen Materialverhaltens, bei dem Eindringkörper verschiedener Formen, z.B. kugelförmig oder pyramidisch, in das zu prüfende Material mit vorgegebener Kraft gedrückt werden. Über den resultierenden Eindruck bzw. die gemessene Eindringtiefe kann eine Aussage über den Widerstand des Materials gegenüber elastischen und plastischen Verformungen getroffen werden. Zu den klassischen Methoden gehören die Härtebestimmung nach Brinell und Vickers. Mit diesen Methoden lässt sich das rein plastische Verhalten des zu untersuchenden Materials auf Basis einer optischen Vermessung der resultierenden Eindrücke und der Prüfkraft bewerten und quantifizieren. Die instrumentierte Eindringprüfung ist ein Verfahren, bei dem kontinuierlich während der Be- und Entlastung des Eindringkörpers die Eindringtiefe in die Probe sowie die entsprechende Prüfkraft gemessen und aufgezeichnet werden. Auf Basis der resultierenden Kraft-Eindringtiefe-Kurven lässt sich das Probenmaterial über das plastische sowie elastische Materialverhalten

in Abhängigkeit von der Prüfkraft untersuchen und bewerten. Somit lassen sich zusätzlich zur Materialhärte weitere Werkstoffkennwerte abschätzen, mit denen es möglich ist, erweiterte Werkstoffuntersuchungen durchzuführen. Außerdem lassen sich mit dieser Methode auch hochelastische Materialien untersuchen, die durch ihre geringe plastische Verformung mit anderen Verfahren nicht bewertet werden können. International genormt ist die instrumentierte Eindringprüfung durch die DIN EN ISO 14577 deren Prüf-ablauf und Randbedingungen in [56] beschrieben sind.

Speziell für die Untersuchung bestrahlter Materialien weist die instrumen-tierte Eindringprüfung im Vergleich zu anderen Prüfverfahren einige Vortei-le auf:

- Keine Vorgabe von stark limitierenden geometrischen Probenverhält-nissen
- Kein zerstörendes Prüfverfahren
- Relativ geringer Aufwand der Probenpräparation
- Mehrfache Probenpräparation und -prüfung möglich

Somit ist mit diesem Prüfverfahren eine optimale Ausnutzung der in gerin-ger Anzahl verfügbaren bestrahlten Proben möglich.

Im folgenden Kapitel wird zunächst die konventionelle Bestimmung von Härtewerten beschrieben sowie auf deren Unterschiede und Anwendungs-grenzen eingegangen. Anschließend wird die instrumentierte Eindringprü-fung nach DIN EN ISO 14577 im Detail dargestellt sowie auf Anwendungs-bereiche speziell für kugelförmige Eindringkörper eingegangen.

2.3.1 Klassische Auswertemethoden

Hier wird mit einem Eindringkörper bis zu einer definierten Kraft in das zu prüfende Material gedrückt. Anschließend wird der resultierende Ein-druck in der Probe mittels eines optischen Mikroskops vermessen. Über das

Verhältnis von maximaler Prüfkraft zu der aus der optischen Vermessung berechneten Kontaktfläche wird ein Härtewert für das jeweilige untersuchte Material ermittelt. Im Folgenden werden die im Rahmen dieser Arbeit angewandten Methoden zusammenfassend beschrieben.

Brinell - DIN EN ISO 6506

Für die Härtebestimmung nach Brinell werden kugelförmige Eindringkörper verschiedener Radien verwendet. Hierzu kann eine Kugel aus Hartmetall oder auch ein Kegel mit verrundeter Spitze, ein sog. Rockwell-Kegel, aus verschiedenen Materialien verwendet werden. Für die Bestimmung der Kontaktfläche A des Eindringversuchs wird der Durchmesser d des kreisförmigen Eindrucks des jeweiligen Versuchs vermessen, siehe Abbildung 2.10.

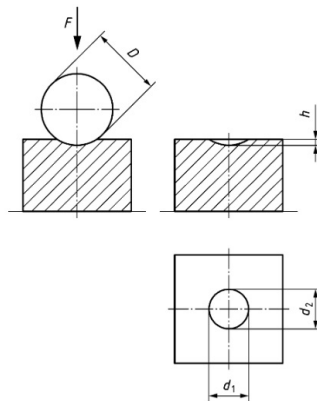


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Brinell [57]

Zusammen mit der Prüfkraft F_{max} und dem Radius R bzw. Durchmesser D des verwendeten Eindringkörpers kann über folgende Formel (2.4)

$$HB = 0,102 \frac{2F_{max}}{\pi D^2 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}}\right)} \quad (2.4)$$

die Brinellhärte HB des geprüften Materials berechnet werden. Hierzu wird die reale Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe herangezogen. Die Konstante 0,102 entspricht dem Umrechnungsfaktor der Krafteinheit Newton (N) in die ältere Einheit Kilopond (kp). Normiert ist das Verfahren durch die DIN EN ISO 6506. Für die Anwendung der Methode werden unterschiedliche Randbedingungen vorausgesetzt, um eine Vergleichbarkeit unterschiedlicher Versuchsreihen zu gewährleisten. Diese und der entsprechende Prüfablauf sind in [57] definiert.

Weitere Details zu dem Verfahren und Randbedingungen der DIN EN ISO 6506, z.B. bezüglich Genauigkeitsanforderungen und Messgenauigkeiten, können [57] entnommen werden. Es ist zu beachten, dass bei einer Anwendung von kugelförmigen Eindringkörpern sich das Verhältnis von Kraft und Kontaktfläche kontinuierlich ändert. Die Härtewerte sind somit kraftabhängig.

Vickers - DIN EN ISO 6507

Bei der Ermittlung der Vickershärte wird eine vierseitige pyramidenförmige Eindring Spitze mit quadratischer Grundfläche und einem Öffnungswinkel α von 136° verwendet. Aufgrund der sog. Selbstähnlichkeit des Eindringkörpers - konstantes Verhältnis von Eindringtiefe zu Kontaktfläche - sind die ermittelten Härtewerte kraftunabhängig. Normiert ist das Verfahren durch die DIN EN ISO 6507. Der Prüfablauf und die entsprechenden Randbedingungen sind in [58] beschrieben. Die Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe wird auf Basis der Vermessung der Diagonalen d des resultierenden Eindrucks in der Probe ermittelt, vgl. Abbildung 2.11.

Der Härtewert nach Vickers HV eines Materials kann über folgende Formel (2.5)

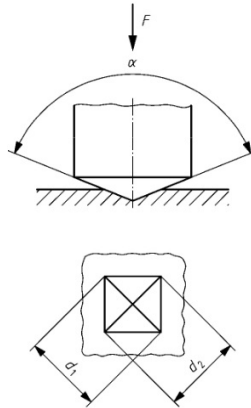


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Vickers [58]

$$HV = 0,102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \quad (2.5)$$

berechnet werden. Auch hier wird ein Faktor von 0,102 für die Umrechnung von N in kp verwendet. Das Vickershärteverfahren lässt sich abhängig von der Prüfkraft in drei Kategorien einteilen. Dies sind die Vickers-Härteprüfung für $F \geq 49,02 \text{ N}$, Vickers-Kleinkrafthärteprüfung für $1,961 \text{ N} \leq F < 49,02 \text{ N}$ und die Vickers-Mikrohärteprüfung für $0,09807 \text{ N} \leq F < 1,961 \text{ N}$.

Weitere Details, Randbedingungen und Genauigkeitsanforderungen, sind Teil 1 bis 4 der DIN EN ISO 6507 [58] zu entnehmen.

2.3.2 Instrumentierte Eindringprüfung

Eine weitaus interessantere Methode im Vergleich zur konventionellen Härtebestimmung ist die instrumentierte Eindringprüfung [56]. Diese erweitert die Möglichkeiten der Indentation enorm und ermöglicht beispielsweise die Beurteilung des elastischen Materialverhaltens eines untersuchten Werk-

stoffs. Im Folgenden wird auf die Normung dieser Methode, deren Anwendungsmöglichkeiten sowie auf die analytische Lösung nach Hertz eingegangen.

Anwendung des Prüfverfahrens

Das grundsätzliche Verfahren gleicht denen der konventionellen Härtemessungen. Ein Eindringkörper wird kraft- oder wegkontrolliert bis zu einer festgelegten Belastung in das zu untersuchende Material gedrückt. Jedoch wird durch die kontinuierliche Aufzeichnung der Kraft- und Eindringtiefen Daten eine deutliche Erhöhung des Auswertepotentials der Versuche ermöglicht.

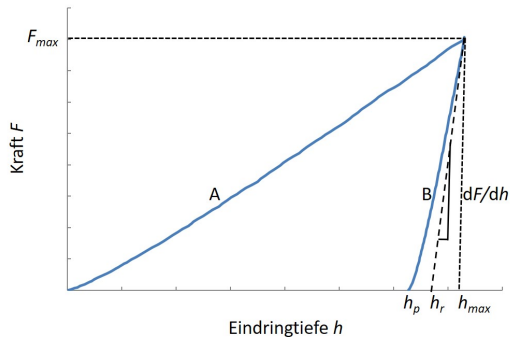


Abbildung 2.12: Repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit Belastungsanteil A und Entlastungsanteil B nach [56]

Aus den kontinuierlich über die Zeit aufgenommenen Datensätzen der Kraft F und der Eindringtiefe h ergibt sich eine für jeden Werkstoff charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve. In Abbildung 2.12 ist eine solche Kurve mit Be- und Entlastungszyklus dargestellt. Hierbei steht die Kenngrößen h_p für die Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung und h_{max} für die maximale Eindringtiefe bei F_{max} . dF/dh ist die Steifigkeit des Kontaktes zu Beginn der

Entlastungskurve im Punkt bei F_{max} und h_r der Schnittpunkt der Eindringtiefenachse und der Geraden mit der Steigung dF/dh .

Der Versuchsablauf kann individuell mit der maximalen Belastung sowie den Be- und Entlastungsgeschwindigkeiten gestaltet werden. Mit den Daten der Kraft und der Eindringtiefe lassen sich die Prüfzyklen abhängig von diesen Parametern steuern. Für die Untersuchungen zeitabhängiger Effekte des Werkstoffverhaltens können Haltephasen bei konstanter Kraft oder Eindringtiefe in den Prüfzyklus integriert werden. Anhand der resultierenden Kraft-Eindringtiefe-Kurven lassen sich mechanische Kennwerte des untersuchten Materials ohne die Vermessung der resultierenden Eindrücke ermitteln und somit der Werkstoff charakterisieren.

Die instrumentierte Eindringprüfung lässt sich zum einen nach Eindringkörper und zum anderen nach Kraft- bzw. Eindringtiefebereich einteilen. Die Prüfmethode lässt sich in die drei folgenden Bereiche einteilen [56]:

- Makrobereich mit $2\text{ N} \leq F \leq 30\text{ N}$
- Mikrobereich mit $2\text{ N} > F$ und $h > 0,2\ \mu\text{m}$
- Nanobereich mit $h \leq 0,2\ \mu\text{m}$

Durch Indentation im Nanobereich ist es möglich, sehr dünne Schichten sowie Materialien lokal zu untersuchen, beispielsweise mikrostrukturelle Unterschiede polykristalliner Stoffe.

Folgende Eindringkörper sind nach der Norm für die instrumentierte Eindringprüfung zugelassen:

- Vickers-Pyramide: Orthogonale Pyramide mit einer quadratischen Grundfläche und einem Öffnungswinkel von 136° zwischen zwei Seitenflächen
- Berkovich-Pyramide: Pyramide mit dreieckiger Grundfläche mit einem Winkel von $65,27^\circ$ zwischen der Achse und einer Seitenfläche der Pyramide

- Kegel mit kugeliger Spitze
- Hartmetallkugel

Grundsätzlich muss der Eindringkörper aus einem härteren Material als der zu prüfende Werkstoff gefertigt sein. Es wird Diamant empfohlen, jedoch werden andere Materialien nicht ausgeschlossen. Besonders ist Saphir im Bereich der Hochtemperaturindentation von Bedeutung. Weitere Eindringkörpergeometrien als die genannten werden von der Norm nicht ausgeschlossen.

Durch DIN EN ISO 14577 [56] sind unterschiedliche Kennwerte definiert, die aus der gemessenen Kraft-Eindringtiefe-Kurve bestimmt werden können, um Werkstoffe bei verschiedenen Materialbelastungen zu charakterisieren.

Martenshärte

Die Martenshärte HM beschreibt das Verhalten des Materials unter elastoplastischer Verformung und wird somit unter wirkender Prüfkraft ermittelt. Sie wird aus den Wertepaaren des Belastungsbereichs der Kraft-Eindringtiefe-Kurven der entsprechenden Versuche bestimmt.

$$HM = \frac{F_{max}}{A_s(h)} \quad (2.6)$$

Die Martenshärte HM ist definiert als der Quotient der Prüfkraft und der realen Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe. Die Kontaktfläche $A_s(h)$ wird in Abhängigkeit von der Eindringtiefe unter Last durch die Flächenfunktion der verwendeten Eindringkörpergeometrie ermittelt. Für eine Vergleichbarkeit müssen die Martenshärten bei den gleichen Tiefen bestimmt werden. Grundsätzlich lässt sich die Martenshärte auch über die Steigung des Belastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurve ermitteln und wird dann als HM_s bezeichnet. Für Werkstoffe, die eine eindringtiefenabhängige Materialhärte aufweisen, kann die weitere Martenshärte, die sog.

HM_{diff} , mittels der ersten Ableitung der Belastungskurve bestimmt werden (vgl. DIN EN ISO 14577 [56]).

Eindringhärte

Die Eindringhärte H_{IT} beschreibt den Widerstand eines Werkstoffs gegen dauerhafte plastische Verformung. Definiert ist sie als der Quotient der maximalen Belastung F_{max} und der projizierten Kontaktfläche bzw. Querschnittsfläche $A_p(h_c)$ zwischen Eindringkörper und Probe. Dies ist die zur Prüfkraft senkrecht resultierende Fläche.

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} \quad (2.7)$$

Die Tiefe des Kontakts h_c zwischen Eindringkörper und Probe (siehe hierzu Abbildung 2.13) wird mit h_{max} und h_r auf Basis der Entlastungskurve ermittelt.

$$h_c = h_{max} - \varepsilon (h_{max} - h_r) \quad (2.8)$$

ε ist eine von der Eindringkörpergeometrie abhängige Variable und h_r der Schnittpunkt der Tangente an der Entlastungskurve bei h_{max} mit der Eindringtiefenachse, vgl. Abbildung 2.12. Grundlage für die Bestimmung von h_r ist die Methode von Oliver und Pharr [59]. Diese wird in Kapitel 2.3.4 im Detail beschrieben.

Eindringmodul

Der Eindringmodul E_{IT} ist für die Beschreibung des elastischen Verhaltens eines Werkstoffes geeignet und kann mit dem Elastizitätsmodul des Werkstoffes verglichen werden. Er wird direkt aus den Daten der Entlastungskurve mit der Kontakttiefe h_r bestimmt. Der Modul ist definiert als

$$E_{IT} = \frac{1 - \nu_p^2}{1/E_r - (1 - \nu_i^2)/E_i} \quad (2.9)$$

und kann zusammen mit

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p(h_c)}} \quad (2.10)$$

berechnet werden. E_r ist der reduzierte Modul des Eindringkontakts und wird anhand der Entlastungskurve ermittelt. C ist hierbei die Nachgiebigkeit des Kontaktes dh/dF und somit der Kehrwert der Kontaktsteifigkeit, vgl. Abbildung 2.12. Zusammen mit dem Modul E_i und der Poissonzahl ν_i des Eindringkörpers sowie der Poissonzahl ν_p der Probe lässt sich der Eindringmodul berechnen.

Effekte wie ein Einsinken oder ein Aufwölben während der Indentation können einen erheblichen Einfluss auf den berechneten Eindringmodul haben, und dieser kann dadurch deutlich vom Elastizitätsmodul des Werkstoffes abweichen.

Weitere Werkstoffkennwerte

In der DIN EN ISO 14577 werden weitere Werkstoffkennwerte definiert. Dies sind für die Bewertung des zeitabhängigen Materialverhaltens das Eindringkriechen C_{IT} und die Eindringrelaxation R_{IT} . Diese Werte werden in Prozentanteilen angegeben. Weiterhin ist es möglich, durch Integration der Kurvenfunktion der Kraft-Eindringtiefe-Kurve die verrichtete Eindringarbeit W und hieraus den elastischen und plastischen Anteil zu berechnen. Weiterführende Informationen zu diesen Kennwerten sind [56] zu entnehmen.

Für die instrumentierte Eindringprüfung werden nach DIN EN ISO 14577 verschiedene Anforderungen und Randbedingungen in Bezug auf die Probe, den Eindringkörper und die Versuchsdurchführung definiert. Auf diese

Vorgaben und die speziellen Einflüsse in Bezug auf die Hochtemperaturindention wird in Anhang A im Detail eingegangen.

2.3.3 Aufwurf- und Einsinkverhalten am Indenterrand

In der unmittelbaren Umgebung der Eindrücke können abhängig von dem untersuchten Werkstoff Aufwurf- sowie Einsinkeffekte auftreten, die auch als Pile-up oder Sink-in bezeichnet werden. Diese Effekte führen dazu, dass die reale Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe nicht mit der theoretischen Kontaktfläche, bestimmt anhand der Kraft-Eindringtiefe-Kurve, übereinstimmt und somit die entsprechenden mechanischen Kennwerte verfälscht werden. Ausgedrückt durch die Kontakttiefe h_c liegt diese, abhängig von der Art des Effekts, oberhalb oder unterhalb der gemessenen Eindringtiefe h , vgl. Abbildung 2.13. a_c ist bei kugelförmigen Eindringkörpern der Radius der kreisförmigen projizierten Kontaktfläche bei der Kontakttiefe h_c .

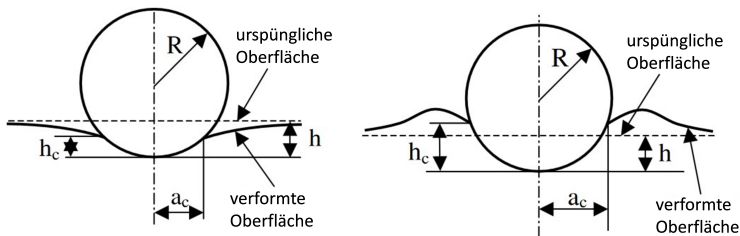


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung des Aufwurf- (rechts) und Einsinkverhaltens (links) für einen kugelförmigen Eindringkörper nach [60]

Für pyramidenförmige Eindringkörper lässt sich das Aufwurf- und Einsinkverhalten anhand der Form der resultierenden Eindrücke erkennen. Die Ef-

fekte machen sich anhand von Konturverformungen an den Eindruckflanken deutlich, vgl. Abbildung E.3 für einen Vickers-Eindringkörper.

Das Aufwurf- und Eindringverhalten hängt von der Plastifizierung der Eindruckstelle und deren unmittelbarer Umgebung ab. Tabor [61] hat durch seine Untersuchungen diesbezüglich gezeigt, dass sich das Verhalten in Relation zum Verfestigungsverhalten des untersuchten Werkstoffes setzen lässt. Es wurde gezeigt, dass Materialien mit einem geringen Verfestigungsverhalten zu einem Aufwurfverhalten am Indenterrand tendieren. Im Gegensatz dazu führt ein stark verfestigendes Material tendenziell zu einem Einsinkverhalten bei der Indentation.

In Bezug auf die Auswertung der durch die instrumentierte Eindringprüfung ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven ist die Bildung von Aufwurf und Einsinken ein wichtiger Faktor, der sich direkt auf die Validität der Auswertung auswirkt. In DIN EN ISO 14577 werden diese Effekte und deren Einflüsse nicht berücksichtigt. Hier basiert die Auswertung auf der Bestimmung der Kontaktfläche A_c und Kontakttiefe h_c in Relation zur Probenoberfläche.

Diese Effekte wurden von Norbury und Samuel [62] anhand von Eindringprüfungen mittels kugelförmiger Indenter untersucht. Sie haben die realen Kontaktradien a_c durch die Vermessung der plastischen Eindrücke ihrer Versuche ermittelt und anhand dieser Untersuchungen den Faktor

$$c^2 = \frac{a^2}{2Rh} \approx \frac{a_c^2}{a^2} \quad (2.11)$$

festgelegt. Dieser ist als das Verhältnis der Quadrate des realen Kontaktradius a_c und des theoretischen Kontaktradius a definiert. Für einen Wert von $c^2 = 1$ gilt $a_c = a$ und somit auch $h_c = h$. Dies bildet die Grenze zwischen Aufwurf- und Einsinkverhalten des Materials am Indenterrand. Ein Aufwurf tritt somit auf wenn $c^2 > 1$ und somit der reale Kontaktradius größer ist als der theoretische.

Weitere Beschreibungen von c^2 wurden von Matthews [63] auf Basis eines empirischen Ansatzes und von Hill, Storakers und Zdunek [64] durch die Nutzung eines nichtlinearen elastischen Materialmodells erarbeitet. Beide Beschreibungen nutzen einen Verfestigungsexponenten n , um das Aufwurf- und Einsinkverhalten zu beschreiben.

Angewendet wurden diese Beschreibungen des Aufwurfverhaltens bei der Auswertung instrumentierter Eindringprüfungen nach einem Ansatz von Field und Swain [65] und Taljat et al. [66] mit kugelförmigen Eindringkörpern. Die nach DIN EN ISO 14577 verwendete Methode zur Bestimmung der Kontakttiefe h_c basiert auf der Methode von Oliver und Pharr [67][59], vgl. Kapitel 2.3.4. Hierbei kann lediglich ein Einsinkverhalten berücksichtigt werden. Der Einfluss des Aufwurf- und Einsinkverhaltens wurde in zahlreichen Publikationen untersucht und die Auswirkungen auf die Auswertung von Eindringprüfungen bewertet. Beispielsweise werden in [68] und [69] die Entwicklung von Aufwürfen sowie deren Einfluss auf die Bestimmung von Kennwerten elastisch-plastischer Materialien untersucht, im speziellen für kugelförmige Eindringkörper. In [70] liegt der Fokus auf verfestigenden Materialien unter Nutzung konischer Eindringkörper. [71] beschreibt den Einfluss von Aufwürfen auf ermittelte Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge, in [72] wird einkristalliner Wolfram bis zu einer Temperatur von 950 °C betrachtet und in [73] wird einkristallines Kupfer in Bezug auf seine Kriechphase untersucht.

2.3.4 Eindringprüfung mit kugelförmigen Eindringkörpern

Pyramidenförmige und konische Eindringkörpergeometrien weisen ein konstantes Verhältnis von Kontaktfläche zu Eindringtiefe auf und werden als selbstähnlich bezeichnet, entsprechende Eindrücke im Material sind somit geometrisch ähnlich. Dies bedeutet, dass die bestimmte Materialhärte kraftunabhängig ist. Dementgegen ändert sich bei einem kugelförmigen Eindringkörper mit steigender Kraft der Kontaktwinkel kontinuierlich. Dies hat

zur Folge, dass sich der Kontaktradius zwischen Eindringkörper und Probe proportional gesehen schneller vergrößert als die Eindringtiefe [74]. Die Eindrücke mit kugelförmigen Eindringkörpern sind nicht geometrisch ähnlich und die hieraus ermittelte Materialhärte weist eine Kraftabhängigkeit auf. Für diese Art Eindringkörper lässt sich das Verformungsverhalten in einen elastischen, einen elastisch-plastischen und einen vollplastischen Bereich einteilen. Dieser Umstand kann genutzt werden, um durch die Indentation das Material in Form seines Spannungs-Dehnungs-Verhaltens zu beschreiben [75].

Meyer [76] hat die Bestimmung der Materialhärte H in Bezug auf die projizierte Kontaktfläche A_p vorgeschlagen. Diese lautet für einen kugelförmigen Eindringkörper

$$H = p_m = \frac{F}{A_p} = \frac{F}{\pi a_c^2}. \quad (2.12)$$

Diese Definition der Härte entspricht der Eindringhärte H_{IT} der DIN EN ISO 14577 [56] und ist gleich dem mittleren Kontaktdruck p_m . Des Weiteren gilt als sog. Eindringdehnung (engl. Indentation strain)

$$a' = \frac{a_c}{D} \quad (2.13)$$

Meyer [76] hat durch folgendes Potenzgesetz den Zusammenhang zwischen der Belastung und dem Kontaktradius

$$F = k(2a_c)^x \quad (2.14)$$

ermittelt mit den Materialkonstanten k und $x = n+2$. n ist hierbei der Verfestigungsexponent des Werkstoffs. Darauf aufbauende umfangreiche experimentelle Untersuchungen von Tabor [61] haben einen empirischen Zusammenhang der Kennwerte der Eindringprüfung Kontaktradius a_c , Radius R des Eindringkörpers und des mittleren Drucks p_m bzw. Härte H mit repräsentativer Dehnung und Spannung ε_r und σ_r des untersuchten Materials

ergeben. Unter der Bedingung der vollplastischen Verformung (dies gilt, sobald die plastische Verformung die freie Oberfläche der Probe erreicht hat) während der Indentation gilt

$$\varepsilon_r = 0,2 \frac{a_c}{R} = 0,4 \frac{a_c}{D} \quad (2.15)$$

und

$$\sigma_r = \frac{P_m}{2,87}. \quad (2.16)$$

Dies ermöglicht die Überführung von Kennwerten der Eindringprüfung in eine Beschreibung des Materials durch eine Spannungs-Dehnungs-Beziehung. Zusammen mit dem elastischen Verhalten, bestimmt aus dem Entlastungsanteil der Kraft-Eindringtiefe-Kurve, lässt sich eine Spannungs-Dehnungs-Kurve des Materials bestimmen.

Die analytischen Lösungen für den Kugeleindruck nach Hertz [77] und für konische Indenter nach Sneddon [78] dienen als Basis für Lösungen um, anhand der Entlastungskurve von Kraft-Eindringtiefe-Kurven das elastische Materialverhalten zu beurteilen und mit dem Elastizitätsmodul zu verknüpfen. Dabei haben sich die Methode nach Oliver und Pharr [59] und die Methode nach Field und Swain [79] als grundlegende Standardmethoden etabliert. Der Unterschied besteht hier in der Ermittlung der Kontakttiefe h_c bzw. der Kontaktfläche A_c . Field und Swain verwenden direkt die Kontaktgleichungen nach Hertz [77] für die Beschreibung des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Daten, während Oliver und Pharr die Steigung der Entlastungskurve bei maximaler Belastung auswerten. Diese Methoden werden im Folgenden zusammenfassend dargestellt.

Analytische Lösung nach Hertz

Um im elastischen Bereich der Materialverformung das Eindringverhalten eines Indenters zu bestimmen, kann für kugelförmige Eindringkörper die

analytische Lösung nach Hertz [77] angewendet werden. Für den grundlegenden Fall des Kontaktes einer Kugel und eines elastischen Halbraumes hat Hertz folgenden Zusammenhang des Kontaktradius a_c mit der Kraft F , dem Kugelradius R und dem elastischen Verhalten der Kontaktpartner hergestellt:

$$a_c^3 = \frac{3}{4} \frac{FR}{E_r} \quad (2.17)$$

Dies lässt sich auf die Indentation eines kugelförmigen Eindringkörpers in einer ebenen Probenoberfläche anwenden. E_r ist der reduzierte Modul des elastischen Kontakts.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_p^2}{E_p} \quad (2.18)$$

Dieser setzt sich aus dem Elastizitätsmodul E_i und der Querkontraktionszahl ν_i des Eindringkörpers und den entsprechenden Werten E_p und ν_p der Probe zusammen.

Weiterführend ergeben sich für den maximalen Druck im Zentrum des Kontakts

$$p_0 = \frac{3}{2} p_m = \left(\frac{6FE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.19)$$

mit p_m als den mittleren Druck des Kontakts zwischen Eindringkörper und Probe. Für die Beschreibungen des Kraft-Eindringtiefe-Verhaltens ergeben sich

$$h = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9F^2}{16RE_r^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.20)$$

und

$$F = \frac{4}{3} E_r R^{\frac{1}{2}} h^{\frac{3}{2}}. \quad (2.21)$$

h ist hierbei für die Kontaktpaarung zwischen Kugel und Halbraum die Eindringtiefe des Eindringkörpers in die Probe in Relation zur unverformten Oberfläche der Probe. Für die Kontakttiefe gilt für diesen Fall die Hälfte der maximalen Eindringtiefe unter Last, und es ergibt sich somit $h_c = \frac{1}{2}h$. Für die Spannungsverteilung unterhalb des Eindringkörpers während des Kontakts können die Spannungen in vertikaler sowie radialer Richtung ausgehend von der Kontaktfläche entlang der Rotationsachse durch

$$\sigma_z = -p_0 \left(1 + \frac{z^2}{a_c^2}\right)^{-1} \quad (2.22)$$

und

$$\sigma_{ra} = -p_0 \left[(1 + \nu) \left(1 - \frac{z}{a_c} \arctan \frac{a_c}{z}\right) - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a_c^2}\right)^{-1} \right] \quad (2.23)$$

berechnet werden [80]. Für die Punkte auf der Rotationsachse sind diese Richtungen gleich den Hauptspannungsrichtungen des Spannungstensors und somit die Schubspannungen gleich Null.

Methoden nach Field and Swain

Für Auswertungen von Kraft-Eindringtiefe-Daten instrumentierter Eindringprüfungen mit kugelförmigen Eindringkörpern wurde nach Field und Swain die direkte Anwendung der Hertzischen Kontaktgleichungen auf den Entlastungsanteil der Kraft-Eindringtiefe-Kurve benutzt [79]. Für den elastischen Anteil h_{el} der Eindringtiefe bei der instrumentierten Eindringprüfung gilt

$$h_{el} = h_{max} - h_p \quad (2.24)$$

mit h_{max} als maximaler Eindringtiefe unter Last und h_p als resultierender Eindringtiefe nach Entlastung, vgl. Abbildung 2.12.

Die Kontakttiefe h_c zwischen Eindringkörper und Probe lässt sich auf Basis der analytischen Lösung nach Hertz durch

$$h_c = h_{max} - \frac{h_{el}}{2} = \frac{h_{max} + h_p}{2} \quad (2.25)$$

bestimmen. Der Kontaktradius a_c kann über die Flächenfunktion des Eindringkörpers berechnet werden. Für die Kugel ergibt sich aus der Beschreibung eines Kugelsegments die Formulierung

$$a_c = \sqrt{2Rh_c - h_c^2} \quad (2.26)$$

mit dem Radius R des Eindringkörpers.

Die Materialhärte lässt sich über Gleichung (2.12) und der reduzierte Modul E_r über die Gleichung

$$F = \frac{4}{3} E_r a_c h_{el} \quad (2.27)$$

berechnen. Die Anwendung dieser Methode setzt voraus, dass die Rückverformung während der Entlastung vollkommen elastischer Natur ist.

Methode nach Oliver und Pharr

Die Grundlage für die Auswertung von instrumentierten Eindringprüfungen mit der Methode nach Oliver und Pharr bildet die analytische Lösung nach Sneddon [78]. Diese Methode ist für konische, pyramidenförmige und kugelförmige Eindringkörper geeignet [59][67]. Für den reduzierten Modul des Eindringkontakts gilt

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}}. \quad (2.28)$$

Die Kontaktfläche A_c lässt sich in Abhängigkeit von der Eindringkörpergeometrie durch die entsprechende Flächenfunktion mittels der Kontakttiefe h_c ermitteln. Für den kugelförmigen Eindringkörper gilt die Gleichung (2.27). S ist hierbei die Steifigkeit des Kontaktes und somit die Steigung der Entlastungskurve

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (2.29)$$

vgl. Abbildung 2.12, und wird bei maximaler Belastung F_{max} bestimmt. Die Kontakttiefe h_c kann durch

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{S} \quad (2.30)$$

bestimmt werden. ε ist ein Parameter, der von der Eindringkörpergeometrie abhängt. Für pyramidenförmige und kugelförmige Indenter gilt $\varepsilon = 0,75$ und für konische $\varepsilon = 0,72$ [56].

Chudoba et al. [81] schlagen eine Formulierung für ε in Abhängigkeit vom Anpassungsparameter m (vgl. Gleichung (2.32)) vor:

$$\varepsilon(m) = \frac{0.08158}{\sqrt{m-0,94}} - \frac{0,61679}{(m-0,94)^{0,02}} + \frac{1,26386}{(m-0,94)^{0,001}} \quad (2.31)$$

Für die Beschreibung der Entlastungskurve wird das folgende Potenzgesetz genutzt:

$$F = B(h - h_p)^m \quad (2.32)$$

Hierbei sind B , m und h_p Parameter, die über eine Anpassung mittels der Methode der kleinsten Quadrate bestimmt werden. Die Steifigkeit des Kontakts bzw. Steigung der Kurve kann über die erste Ableitung der Funktion erfolgen:

$$S = \frac{dF}{dh} = mB(h - h_p)^{m-1}. \quad (2.33)$$

Ausgewertet im Punkt maximaler Kraft F_{max} ergibt dies die Entlastungssteifigkeit zu Beginn der Krafrücknahme.

Die Methode erlaubt somit über die Bestimmung von h_c und S mit Gleichung (2.18)

die Berechnung des Eindringmoduls E_p und über die Definition nach Meyer (siehe Gleichung (2.12)) die Materialhärte H des Probenmaterials.

Oliver und Pharr haben gezeigt, dass unter der Annahme einer elastischen Rückverformung bei Entlastung die Methoden nach Oliver und Pharr und die nach Field und Swain das gleiche Ergebnis für die Kontakttiefe h_c ergeben [67].

2.3.5 Eindringprüfung bei erhöhten Temperaturen

Im folgenden Abschnitt wird auf den Stand der Technik bezüglich der Eindringprüfung bei erhöhten Temperaturen eingegangen. Diesbezüglich ist die Publikationsrate der wissenschaftlichen Arbeiten in den letzten Jahren stetig gestiegen. Im Laufe der Jahre wurden unterschiedliche Systeme entwickelt, die die technischen Herausforderungen bedingt durch die hohen Temperaturen adressieren und eine maximale Prüftemperatur von über 1000°C erreichen können. Eine große Herausforderung, die hierbei bis heute besteht, ist der Einfluss von temperaturinduzierten mechanischen Dehnungen im Indentationssystem auf die Eindringtiefenmessung, die sog. thermische Drift. Ein Teil der Drift kann durch mechanische Ausdehnungen von Bauteilen des Indentationssystems aufgrund von Temperaturgradienten hervorgerufen werden, die sich auf das Messsystem der Eindringtiefe auswirken und somit zu verfälschten Messungen führen können. Ein weiterer Anteil ist bedingt durch den Wärmefluss zwischen Indenter und Probe bei Temperaturdifferenzen der Beiden während des Kontakts. Besonders im Bereich der Nanoindentation spielt dies aufgrund der kleinen Längenskala eine signifikante Rolle. Moderne Indentationssysteme haben dieses Problem durch geeignete Heiz- und Kühlsysteme kontinuierlich minimiert [82]. Im Folgenden wird auf ausgewählte Arbeiten aus der großen Fülle im Forschungsbereich der Hochtemperaturindentation eingegangen.

Wheeler et al [83] haben sich intensiv mit der Eignung verschiedener Materialien für die Anwendung als Indenterspitzen für die Hochtemperaturindentation beschäftigt. Es wurden umfangreiche Studien bezüglich verschiedener Materialien in unterschiedlichen Umgebungen bis zu Temperaturen von 1000 °C durchgeführt. Es wurden die chemische Stabilität sowie das temperaturabhängige elastische Verhalten verschiedener Materialien für Eindringspitzen untersucht.

Zudem nutzten Wheeler et al [84] die Hochtemperaturindentation zur Untersuchung der Aktivierungsparameter der Deformation von ultrafeinem Aluminium. Hierzu wurden die Materialhärte und der Dehnrateneinfluss untersucht. Verwendet wurde ein In-Situ-Indentationsverfahren in einem Rasterelektronenmikroskop bis zu einer Temperatur von 250 °C, mit dem es möglich ist, die Dehnrage während des Versuchs zu variieren. Es wurde gezeigt, dass es mit diesem Verfahren möglich ist, das zeitabhängige plastische Verhalten des untersuchten Materials zu bestimmen. Auf Basis der Indentationsergebnisse konnten die Aktivierungsenergien für die Verformung berechnet werden und es wurde eine gute Übereinstimmung mit konventionellen Drucktests für ultrafeines Aluminium beobachtet.

Zhang et al. [85] nutzen die Indentation, um die Temperatur und Dehnratenabhängigkeit der Härte von gesintertem Nanosilber bis 200 °C zu untersuchen. Es konnte gezeigt werden, dass die Härte und der Eindringmodul mit steigender Temperatur kontinuierlich sinken. Zudem wurde festgestellt, dass der Druck während des Sinterverfahrens einen erheblichen Einfluss auf das Materialverhalten hat. Es wurden unterschiedliche Drücke untersucht und festgestellt, dass die Materialhärte mit steigendem Sinterdruck zunimmt. Bezüglich des Kriechverhaltens von Nanosilber wurden korrelierende Beobachtungen gemacht. Mit steigender Temperatur erhöht sich die Kriechrate und sie sinkt mit ansteigendem Sinterdruck.

Versuche bezüglich der Charakterisierung wurden von A. A. Dascăl [86] an verschiedenen ferritisch-perlitischen Stählen für die Hochtemperaturanwendung durchgeführt. Hierzu wurde die Brinell-Härte bis zu einer Temperatur von 500 °C bestimmt. Dabei hat sich gezeigt, dass die Materialhärte zunächst mit steigender Temperatur ansteigt und erst ab ca. 200 °C wieder abfällt. Diese Beobachtung deckt sich mit dem temperaturabhängigen Verhalten der Festigkeit der untersuchten Stähle. Somit konnte für die untersuchten Stähle ein Zusammenhang zwischen den Ergebnissen der Indentation und des Zugversuchs in Abhängigkeit der Temperatur hergestellt werden.

Montanari et al. [87][88] haben unter der Anwendung der Indentation mittels eines zylindrischen Stempels die Eigenschaften von den für die Kernfusion relevanten Werkstoffen MANET-II, F82H mod., EUROFER-97, EM-10, AISI 316 L, Ti6Al4V and CuCrZr im unbestrahlten Zustand untersucht. Mit der Indentationsanlage FIMEC [89] wurden für diese Publikationen Versuche bis zu einer Temperatur von 500 °C durchgeführt. Anhand der ermittelten Prüfkurven wurden die Dehngrenzen der Materialien abgeschätzt und es wurden Spannungsrelaxationsversuche durchgeführt.

Sawant et al. [90] nutzten die Möglichkeiten der Nanoindentation, um Strukturmaterialien auf Basis von Nickel-Superlegierungen zu untersuchen, die im modernen Turbinenbau ihre Anwendung finden. Hierbei wurden Einkristalle der Legierung bis zu einer Temperatur von 400 °C betrachtet. Es wurden die Materialhärten und der Eindringmodul unter Berücksichtigung des Kriechverhaltens bestimmt und somit eine Bewertung des anisotropen Verhaltens der Einkristalle durchgeführt. Des Weiteren wurden Interdiffusionszonen von verschiedenen Paarungen von Legierungen untersucht. Hiermit konnten entlang der Diffusionszone Veränderungen bezüglich Härte und Eindringmodul quantifiziert werden. Die Möglichkeit der effizienten Untersuchung solcher Diffusionszonen helfen die Entwicklung neuer Legierun-

gen und Materialien für die Hochtemperaturanwendung zu beschleunigen.

Die Indentation ist auch geeignet, Verbundwerkstoffe und -strukturen zu untersuchen. Liu et al. [91] haben Fachwerkstrukturen aus Kohlenstoffaserverbundwerkstoffen bis zu Temperaturen von 200 °C untersucht. Es wurden die Versagensmechanismen, die Kraft-Eindringtiefe-Kurven und Absorptionsenergien untersucht. Als Bedingung für verschiedene Versagensmechanismen konnte die Glasübergangstemperatur des Materials definiert werden.

Für die Untersuchung des Verformungsverhaltens kubisch-raumzentrierter Metalle wurde von Choi et al. [92] die Hochtemperaturindentation genutzt. Durch die Bestimmung der Materialhärte von kubisch-raumzentriertem Chrom in einem Temperaturbereich von 25 °C bis 400 °C wurde dessen Plastifizierungsverhalten in Abhängigkeit von der Dehnrates der Indentationsexperimente untersucht. Ziel der Untersuchung war die Quantifizierung des thermisch aktivierten Bereichs von Chrom und dessen Übergang zum dehnrates- und temperaturunanhängigen Plastifizierungsverhalten. Zudem wurde das elastische Materialverhalten anhand der Temperaturabhängigkeit des Eindringmoduls untersucht.

Sanchez-Martin et al. [93] haben sich mit dem Deformationsverhalten von Magnesium bis 300 °C befasst und dieses mit Hilfe der Nanoindentation und „finite element crystal plasticity“-Simulationen untersucht. Sie konnten mittels der Untersuchungen feststellen, dass sich die Zwillingsbildung mit steigender Temperatur im Magnesium signifikant verändert. Ferner haben Sie die Mechanismen der Entstehung von Einsink- und Aufwurf-Mustern untersucht und diese für verschiedene Temperaturen beschrieben. Sie kommen zu der Überzeugung, dass die Indentation auch bei hohen Temperaturen eine rasche und effiziente Methode ist, die Deformationsmechanismen von Magnesium und dessen Legierungen zu untersuchen.

Gibson et al. [94] nutzten die Indentation, um normales und mit Helium implantiertes Wolfram bis zu 750°C zu untersuchen. Dies ist von besonderer Bedeutung für die Fusionsforschung, da Wolfram ein Materialkandidat für den Divertor in einem Fusionskraftwerk ist und somit dem Plasma direkt ausgesetzt ist. Es konnte gezeigt werden, dass das Helium bis zu einer Temperatur von ca. 450°C zu einer Verfestigung und somit einem Anstieg der Materialhärte führt. Oberhalb von 450°C ist die Verfestigung des Wolframs vernachlässigbar, aufgrund der Fähigkeit der Versetzungen bei hohen Temperaturen die Hindernisse leichter zu umgehen.

Weitere aktuelle Publikationen aus dem Bereich der Hochtemperaturindentation sind folgende: Von Xiao et al. [95] wurde das temperaturabhängige Verformungsverhalten von Wolfram untersucht und auf dessen Basis das entsprechende Materialmodell entwickelt. Das Aufwurfverhalten und zeitabhängige Materialverhalten von polykristallinem Wolfram wurde von Beake et al. [72] bis zu einer Temperatur von 950°C untersucht. Zudem wurde die Indentation von Zhang et al. [96] genutzt, um die Nickel-Chrom-Cobalt-Molybdän-Legierung IN 617 bis zu einer Temperatur von 800°C durch die Kennwerte Härte und E-Modul sowie das Kriechverhalten zu beschreiben. Nickel-Titan-Legierungen sind der Fokus der Arbeit von Brinckmann et al. [97] im Hinblick auf das indentationsinduzierte Formgedächtnisverhalten in einem breiten Temperaturbereich, um verschiedene Phasen des Materials zu betrachten. Das Aufwurfverhalten und die damit zusammenhängende temperaturabhängige Veränderung der Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe sowie temperaturabhängige Messfehler speziell für den Vickers-Eindringkörper sind das Hauptaugenmerk in der Arbeit von Park et al. [98]. In [99] und [100] wurden von Qu et al. In-Situ-Untersuchungen mittels Indentation an Zirkoniumbeschichtungen bezüglich Härte und Bruchzähigkeit bis zu 1200°C durchgeführt. Für den Werkstoff Kupfer wurde von Yang et al. [101] die Indentation im Nanobereich genutzt, um das Kriechverhalten in Abhängigkeit Zeit, Temperatur und Last zu beschreiben. Im Bereich der

Stähle wurde von Yonezu et al. [102] die Indentation speziell für die Charakterisierung von Wärmeeinflusszonen von Schweißverbindungen bis zu einer Temperatur von 320 °C genutzt.

Es wird deutlich, dass die Anwendung der Hochtemperaturindentation von der Untersuchung verschiedenster Werkstoffe bis zu Versuchen an komplexen Geometrien einen großen Anwendungsbereich abdeckt und ein enormes Potential für die zukünftige Materialcharakterisierung bietet.

Es zeigt sich jedoch auch, dass man den besonderen Anforderungen an Untersuchungen bestrahlter Materialien bei erhöhten Temperaturen und dem fernhantierten Betrieb bisher nicht zur Gänze gerecht geworden ist. Es gibt keine Untersuchungen bestrahlter Materialien für die Kernfusion, bei für die Fusion relevanten Betriebstemperaturen. Diese Lücke wird mit den in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen für den Werkstoff EUROFER geschlossen.

3 Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb

Die Karlsruher Hochtemperaturindentationsanlage ist eine Entwicklung des Teilinstituts *Werkstoff- und Biomechanik* (IAM-WBM) des *Instituts für Angewandte Materialien* des *Karlsruher Institut für Technologie* (KIT) in Zusammenarbeit mit den Firmen HKE GMBH und ZWICK GMBH & CO. KG. Letztere hat die Entwicklung des Maschinenrahmens und der Spindel sowie der Spindelsteuerung und der Prüfvorschriften des Indentationssystems übernommen, während durch die HKE GMBH die Entwicklung der Vakuum-Prüfkammer, der Heizung, des Probenstischs und der Gesamtsteuerung der Anlage umgesetzt wurde. IAM-WBM entwickelte die optische Eindringtiefmessung, die Temperierung der Probe und des Eindringkörpers sowie das Konzept für die Fernhantierung und diesbezüglich alle entsprechenden Komponenten der Anlage [3]. Diese Anlage wurde für die Untersuchung neutronen-bestrahlter Materialien im Hinblick auf eine Anwendung in zukünftigen Fusionsreaktoren entwickelt. Dies bedeutet eine Durchführung von Indentationsexperimenten bei erhöhten Temperaturen von bis zu 650 °C und eine Untersuchung von Probenmaterialien im aktivierten, stark gammastrahlenden Zustand. Letzteres macht einen Betrieb der Anlage innerhalb einer Heißen Zelle, eines strahlungsabschirmenden Bereichs und somit die Fernhantierbarkeit der Anlage mittels Parallelmanipulatoren unbedingt notwendig. Die Anlage wurde entworfen, aufgebaut, außerhalb einer Heißen Zelle in Betrieb genommen und in ihren Funktionen verifiziert [3][4].

In diesem Kapitel wird lediglich auf den grundsätzlichen Aufbau der Anlage eingegangen. Hiermit sind die für das Verständnis dieser Arbeit notwendigen Kenntnisse über die Funktionsweise der Anlage gegeben. Für einen tieferen Einblick in den Gesamtaufbau und die einzelnen Teilfunktionen wird auf den Anhang B und [3] verwiesen.

Des Weiteren wird in diesem Kapitel auf die Arbeitsumgebung der Heißen Zellen und deren speziellen Einschränkungen eingegangen. Hierauf aufbauend werden die notwendigen Maßnahmen für die Ertüchtigung der Anlage hinsichtlich eines fernhantierten Betriebs sowie die Inbetriebnahme der Anlage im Kontrollbereich des *Fusionsmateriallabor* (FML) beschrieben.

3.1 Grundlegender Aufbau

Die Hochtemperaturindentationsanlage ist grundsätzlich auf einer kommerziellen Tischprüfmaschine *Zwicki Z 2.5* der Firma ZWICK GMBH & CO. KG aufgebaut. Dieser universelle Härteprüfer dient zur Aufbringung der Prüfkraft, wird mechanisch mit einer Präzisionsspindel angetrieben und mittels der Software *testXpert II* und der Elektronikeinheit *testControl* gesteuert. Diese Prüfmaschine wurde an die folgenden Anforderungen für die Hochtemperaturindentation bestrahlter Materialien angepasst:

- Durchführung von Experimenten bei erhöhten Temperaturen
- Fernhantierter Betrieb und Dekontaminierbarkeit der Anlage in einer Heißen Zelle
- Strahlungsresistenz der verbauten Anlagenteile

Die erhöhten Prüftemperaturen von bis zu 650 °C machen es nötig, die Experimente innerhalb einer sauerstoffreduzierten Prüfumgebung durchzuführen, um eine Oxidation des Indenter- sowie des Probenmaterials zu verhindern. Aus diesem Grund sind die Indentationssäule, die Kraftmessdose,

das Heizsystem sowie der Proben­tisch innerhalb einer Vakuum-Prüfkammer verbaut. Die Gesamtanlage ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

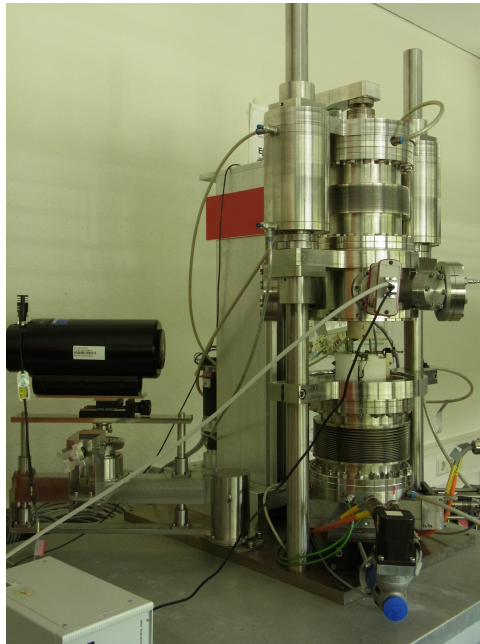


Abbildung 3.1: Seitenansicht der Hochtemperaturinduktionsanlage vor Einbau in die Heiße Zelle

Diese Prüfkammer ist horizontal zweigeteilt, womit ein Öffnen möglich ist und ein Zugang zum Prüfraum mittels Manipulatoren gewährleistet wird, siehe Abbildung 3.2. Der obere Teil der Prüfkammer, die sog. Glocke, ist über Führungen und Pneumatikzylinder mit einer Quertraverse verbunden, die gleichzeitig die Verbindung zwischen der Prüfmaschine *Zwicki Z 2.5* und der Prüfkammer bildet. An dieser Traverse sind ebenfalls die Indentationssäule sowie die Messdose der Prüfkraft montiert. Der untere Teil der Prüfkammer wird durch einen aus zwei motorisierten Schlitten bestehen-

3 Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb

den X-Y-Kreuztisch abgeschlossen, der zur Positionierung des Probestischs dient.

Das Öffnen und Schließen der Vakuum-Prüfkammer wird durch ein Be- und Entlüften von zwei auf Führungssäulen montierten Pneumatikzylindern realisiert, die an der oberen Quertraverse fixiert sind. Durch einen Balg und eine untere Traverse ist ein vertikales Bewegen der Glocke unabhängig von der Bewegung der Indentationssäule möglich. Der untere Teil der Vakuum-Prüfkammer ist durch einen weiteren Balg horizontal beweglich, um ein Verfahren des Probestischs zu ermöglichen.

An der Prüfkammer sind fünf Vakuum-Flanschverbindungen des Typs *CF* angebracht, die eine Montage nötiger Peripheriegeräte an die Anlage ermöglichen.

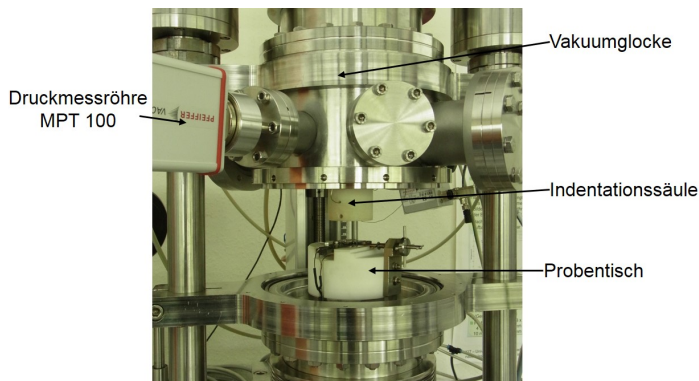


Abbildung 3.2: Geöffnete Vakuumglocke; zu erkennen sind der Probestisch sowie die Indentationssäule innerhalb der Vakuum-Prüfkammer

Das Hochvakuum wird in der Kombination der Membranvorpumpe *MVP 040* und der Turbomolekularpumpe *HiPace 80* der Firma PFEIFFER VACUUM GMBH erzeugt, und es werden Arbeitsdrücke in der Prüfkammer von bis zu 2×10^{-6} mbar erreicht. Der Kammerdruck wird mittels einer digitalen Pirani-Kaltkathoden-Druckmessröhre *MPT 100* überwacht.

Durch die kontinuierliche Anpassung des Drucks in den zwei Pneumatikzylindern werden die durch das Vakuum entstehenden Kräfte und somit die mechanische Belastung der Anlagenstruktur möglichst gering gehalten. Als Regelgröße dienen hierfür die Messdaten einer Kraftmessdose, die außerhalb der Prüfkammer angebracht ist und die Belastung auf die Gesamtkonstruktion misst. Somit kann die Belastung auf die obere Quertraverse und somit auf den Rahmen der *Zwicki Z 2.5* in einem sicheren Bereich von -1000 N bis 1000 N gehalten und so eine Beschädigung der Anlagenstruktur aufgrund der Vakuumkräfte von bis zu ca. 1830 N verhindert werden. Eine genaue Beschreibung der sog. Kraftausgleichsregelung ist in [3] gegeben. Der Probenstisch ist im unteren Teil der Vakuum-Prüfkammer verbaut und kann mittels eines X-Y-Kreuztisches verfahren werden. Zur Positionierung der Probe dient ein rechtwinkliger Probenanschlag aus Edelstahl, an welchem mit Hilfe eines Probenspanners die Probenposition exakt reproduziert werden kann. Umgeben ist der gesamte Aufbau von einer Isolationskeramik aus Al_2O_3 .

Die gesamte Hochtemperatur-Indentationsanlage ist vorwiegend für die Untersuchung miniaturisierter Kerbschlagbiegeproben, sog. KLST-Proben, ausgelegt. Derartige Proben wurden im bestrahlten Zustand im FML des KIT mittels einer Kerbschlagbiegeanlage geprüft und stehen danach für Indentationsexperimente zur Verfügung. Aus diesem Grund ist die Probenaufnahme für halbe miniaturisierte Kerbschlagbiegeproben mit den Abmessungen

$$B \times H \times T = 3 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 13,5 \text{ mm}$$

optimiert, siehe Abbildung 3.3 und F.4.

Zwicki Z 2.5, Vakuum-Prüfkammer sowie die an den CF-Flanschen montierten Peripheriegeräte sind als Gesamtkonstruktion auf einer Stahlplatte montiert und können somit ohne Demontage transportiert werden.

Eine störungsfreie Prüfumgebung ist essentiell für eine exakte Aufnahme der Messdaten. Vibrationen, die durch Stöße oder Schwingungen an-

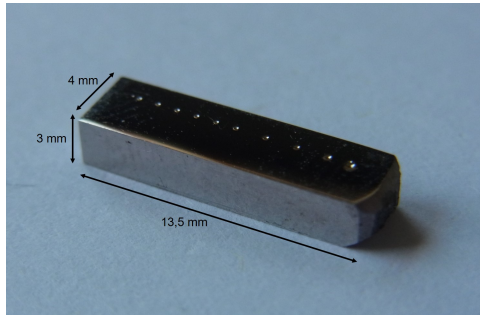


Abbildung 3.3: Hälfte einer geprüften Kerbschlagbiegeprobe; deutlich zu erkennen sind die nach Indentationsexperimenten im Material verbliebenen Eindrücke

derer Laboreinrichtungen in die Hochtemperatur-Prüfanlage eingebracht werden, können die Messdaten erheblich verfälschen. Insbesondere ist das optische Messsystem der Eindringtiefe von solchen Einflüssen betroffen. Aus diesem Grund wird das Vibrations-Isolations-System *AVI-200-M/2/LP* der Firma TABLESTABLE verwendet. Auf zwei Modulen, die eine aktive Dämpfung ermöglichen, ist eine massive Trägerplatte aus Aluminium aufgebracht, auf der wiederum der Konstruktionsverbund, bestehend aus Vakuum-Prüfkammer, *Zwicki Z 2.5* und optischem Messsystem, positioniert wird. Eine Fixierung wird mittels einer Schraubverbindung zwischen Grundplatte der Konstruktion und der Trägerplatte des Dämpfersystems gewährleistet.

Hier wurde lediglich ein kurzer Überblick der Anlage gegeben. Die Gesamtanlage besteht aus weiteren komplexen Subsystemen. Die Teilsysteme „optische Eindringtiefenmessung“, „Eindringkörper“ und „Proben- und Eindringkörpertemperierung“ werden in dieser Arbeit in Anhang B detaillierter beschrieben.

3.2 Arbeitsumgebung Heiße Zelle

Für die Handhabung und Untersuchung von radioaktiven Materialien sind besondere Einrichtungen und Arbeitsumgebungen notwendig sowie Vorschriften und Beschränkungen zu beachten. Ein Bereich, in dem solche Arbeiten möglich sind, ist ein Radionuklidlabor. Am KIT ist mit dem Fusionsmateriallabor des IAM-WBM eine solche Einrichtung für die Untersuchung von Materialien speziell für eine Anwendung in zukünftigen Kernfusionsreaktoren gegeben. Als Arbeitsumgebungen dienen hierfür zum einen Handschuhboxen, in denen Untersuchungen an toxischen Stoffen sowie radioaktiven Materialien mit einer geringen Dosisleistung durchgeführt werden, und zum anderen Heiße Zellen. Dies sind speziell abgeschirmte Bereiche, in denen hochradioaktive Stoffe mittels Manipulatoren gehandhabt und untersucht werden können. Die Abschirmung der von den bestrahlten Materialien ausgehenden hochenergetischen Strahlung wird durch entsprechend massive Wände gewährleistet. Diese bestehen entweder aus 200 mm Blei, einer Kombination aus 150 mm Blei und einer Betonwand oder aus 500 mm Bleiglas.

Für die mechanische Charakterisierung von aktivierten fusionsrelevanten Materialien steht am FML neben Prüfeinrichtungen für u.a. Zugversuche, Ermüdungsversuche, Kugeldruckversuche und Kerbschlagbiegeversuche auch eine Anlage für instrumentierte Eindringprüfungen bei Raumtemperatur zur Verfügung. Die Erweiterung dieser Methoden zur Materialuntersuchung bestrahlter Proben durch die Hochtemperaturindentationsanlage ist Ziel dieser Arbeit.

Des Weiteren umfasst die Infrastruktur des FML u.a. Rasterelektronenmikroskope (REM und REM mit Ionenstrahleinrichtung [FIB]), ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) mit Elementanalyse sowie optische Auflichtmikroskope und somit neben der mechanischen Materialcharakterisierung ergänzende mikrostrukturelle Untersuchungsmöglichkeiten für die un-

terschiedlichsten Materialproben. Für die metallografische Präparation stehen zwei Zellenarbeitsplätze und zwei Handschuhboxen zur Verfügung.

Für den erfolgreichen fernhantierten Betrieb der Hochtemperaturindentationsanlage mit radioaktiven Proben in einer Heißen Zelle, den sogenannten Heißen Betrieb, war eine Ertüchtigung des vorhandenen Aufbaus erforderlich. Folgend werden die einzelnen Problemstellungen, deren Lösungen sowie deren Auswirkungen auf den Betrieb der Anlage besprochen. Entsprechend wird auf die Randbedingungen des Betriebs einer Anlage innerhalb einer Heißen Zelle des FML im Allgemeinen sowie speziell auf die Hochtemperaturindentationsanlage eingegangen. Es werden die Rahmenbedingungen für ein Arbeiten im Kontrollbereich aufgezeigt und die daraus resultierenden Einschränkungen im Vergleich zu Arbeiten in einem konventionellen Labor.

Allgemein müssen Prüfmaschinen, die im Kontrollbereich des FML und speziell in einer Heißen Zelle betrieben werden sollen, besonderen Anforderungen genügen. Grundlegend sind dies:

- Strahlungsresistenz der an der Anlage verbauten Komponenten: Verwendung von strahlenbeständigen Kunststoffen für Dichtungs- und Isolationsfunktionen, strahlenbeständige Gläser bei optischen Funktionen, strahlenbeständige Ausführung bei Halbleitern
- Wo die Werkstoffe nicht frei wählbar sind: Abschirmung gegen Gammastrahlung oder konstruktive Herausnahme der Komponenten aus dem direkten Strahlungsfeld
- Wo dies nicht möglich ist: leichte Austauschbarkeit
- Einfache Dekontaminierbarkeit der Anlage: geschlossene, glatte Oberflächen ohne Korrosionsneigung (Edelstahl, Aluminium, geeignete Beschichtung)

- Verwendung von sog. Dekontlacken, die eine porenfreie, lösungsmittelbeständige Oberfläche bilden, welche zur Dekontamination mechanisch/chemisch zu reinigen ist
- Bedienung der betriebsrelevanten Komponenten mittels Manipulatoren oder Fernsteuerung
- Möglichst geringer Wartungsaufwand der Anlage

Dies sind Anforderungen, die bereits bei der Konzeption einer Anlage für den Heißen Betrieb berücksichtigt werden müssen, um einen dauerhaften und zuverlässigen Betrieb innerhalb einer Heißen Zelle zu gewährleisten. Für die Bedienung der Anlage mittels Parallelmanipulatoren ist zu gewährleisten, dass die zu bedienenden Elemente im Arbeitsbereich der Manipulatoren liegen und die entsprechenden Tätigkeiten direkt mit den Manipulatorhänden oder mit zusätzlichen, an die Manipulatorhände angepassten Werkzeugen wie Pinzetten oder Zangen durchführbar sind. Außerdem ist darauf zu achten, dass das Manipulatorknie zwischen Heißem Oberarm und Heißem Unterarm ggf. weiter in die Zelle ragt als die Hand des Manipulators und einen entsprechenden Bewegungsraum benötigt, siehe Abbildung F.1. Außerdem ist die Sichtbarkeit aller relevanten Bedienelemente durch den Bediener außerhalb der Zelle sicherzustellen. Dies kann geschehen durch

- Direkte Einsehbarkeit von vorne durch das Bleiglasfenster, ggf. unter Zuhilfenahme eines Fernglases
- Indirekte Einsehbarkeit durch das Bleiglasfenster über einen geeignet aufgestellten Spiegel, wobei die Koordination von Bewegungen der Manipulatorhände für nicht-rechtwinklige Spiegelpositionen stark erschwert wird
- Bildübertragung über Kamerasysteme

Standort der Hochtemperaturindentationsanlage im Kontrollbereich

Als Standort für die Hochtemperaturanlage im Kontrollbereich wurde im Gegensatz zur ursprünglich angedachten Box 4 der Bleizellen des Fusionskeramiklabors einer der drei Arbeitsplätze der Materialprüfzelle des FML gewählt. Diese Zelle bietet zwei Standorte für Prüfmaschinen und einen Arbeitsplatz für die Lagerung, die Vorbereitung und den Transport von Probenmaterial mittels des Rohrpostsystems innerhalb des FML. Die Arbeitsplätze für die Materialcharakterisierung sind mit jeweils zwei Parallelmanipulatoren des Typs WÄLISCHMILLER A200 ausgestattet, die eine exakte und simultane Übertragung der Bewegungen des Bedieners außerhalb der Zelle auf die Arme innerhalb der Zelle ermöglichen. Der Aufbau dieser Manipulatoren ist in Abbildung C.1 dargestellt sowie in einer technischen Zeichnung in Abbildung F.1.



Abbildung 3.4: Materialprüfzelle des FML während einer Intervention mit geöffneten Zugängen für Wartungsarbeiten

In Abbildung 3.4 ist die Materialprüfzelle des FML während einer sog. Intervention mit geöffneten Zugängen zur Zelle an der Seitenwand und der Decke zu sehen. Als Intervention werden Arbeiten durch Fachpersonal bezeichnet, bei denen ein Öffnen einer Heißen Zelle nötig ist, wie beispielsweise bei Reparatur-, Wartungs- oder Schleusarbeiten sowie der Ein- und Ausbau kompletter Anlagen. Die Materialprüfzelle hat im Vergleich zum ursprünglich angedachten Standort BOX 4 folgende Vorteile:

- Ein erheblich größerer Arbeitsraum steht zur Verfügung
- Unterbringung aller nötigen Peripheriegeräte in unmittelbarer Nähe zur Anlage
- Möglichkeit des Einstiegs mittels Intervention und somit eine umfassendere Möglichkeit der technischen Wartung der Anlage
- Lagerung der bestrahlten Proben direkt im abgeschirmten Lagersystem der Materialprüfzelle
- Vorhandensein eines Förderbandes für den Probentransport innerhalb der Zelle
- Möglichkeit eines relativ raschen Ein- und Ausbaus der vollständig montierten Anlage aus der Heißen Zelle mittels Kran über die Deckenluke der Zelle
- Unterbringung des Pumpensystems zu Vakuumerzeugung innerhalb der Heißen Zelle
- Verbleib der vorhandenen Raumtemperatur-Indentationsanlage in BOX 4 zur Durchführung von Referenzexperimenten

An dem gewählten Standort in der Materialprüfzelle wurde zuvor eine Kerbschlaganlage betrieben. Aus diesem Grund musste vor dem Transfer der Indentationsanlage in die Heiße Zelle die Kerbschlaganlage ausgebaut und an

einen Zwischenlagerplatz im FML transportiert werden. Um eine möglichst vielseitige Nutzung des Zellenarbeitsplatzes zu ermöglichen, musste bei der Ertüchtigung der Anlage für den Heißen Betrieb auf eine schnelle Rückrüstbarkeit des Zellenarbeitsplatzes für die Kerbschlaganlage geachtet werden.

Einschränkungen durch Zellenbetrieb

Im Zuge eines Betriebes technischer Anlagen in einer Heißen Zelle sind unterschiedliche Einschränkungen in Bezug auf Handhabung und Bedienung zu berücksichtigen.

Der optische Zugang zum Inneren der Materialprüfzelle wird durch ein in die Zellenwand verbautes Bleiglasfenster mit einer Fläche von 700 mm x 400 mm gewährleistet, vgl. Abbildung 3.5. Durch dieses Fenster ist ein Überblick über lediglich einen begrenzten Bereich der Zelle möglich. Eine technische Anlage muss demnach so in einer Heißen Zelle positioniert werden, dass die relevanten Bedienelemente sich innerhalb des durch das Bleiglasfenster optisch zugänglichen Bereichs befinden. Des Weiteren kommt es, bedingt durch die Dicke des Bleifensers von 500 mm, zu optischen Verzerrungen, die im Zusammenspiel mit dem relativ großen Abstand des Bedieners zur Anlage zu einer deutlichen Beeinträchtigung im Vergleich zur Nutzung außerhalb führen. Um dies zu einem gewissen Grad auszugleichen, stehen unterschiedliche Ferngläser zur Verfügung, mit deren Hilfe ein optisches Überwachen filigraner Tätigkeiten möglich ist.

Bei der Planung von Versuchsreihen ist der erhöhte zeitliche Aufwand von Tätigkeiten im Kontrollbereich zu berücksichtigen. Aufgaben, die außerhalb des Kontrollbereichs lediglich ein paar Handgriffe benötigen würden, können in einer Heißen Zelle aufgrund der Fernhantierung deutlich komplexer und zeitaufwendiger werden. In erster Näherung kann hierbei ein Faktor von 5 bis 10 angenommen werden.

Ferner spielt der Arbeitsbereich der Manipulatoren in alle Raumrichtungen eine große Rolle für die Funktionalität einer Anlage. Neben der begrenzten

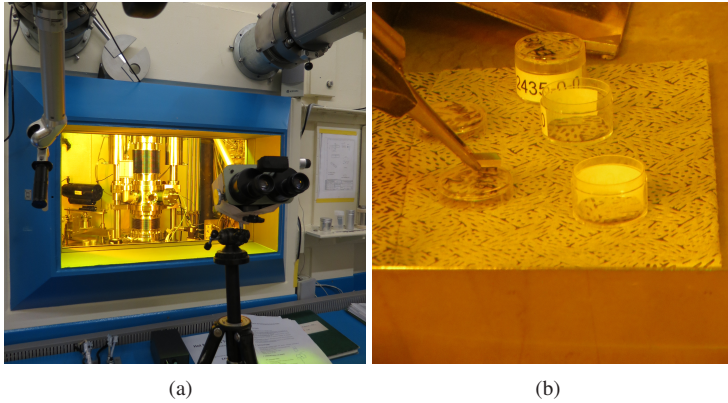


Abbildung 3.5: (a) Sicht auf die Hochtemperaturindentationsanlage durch das Bleiglasfenster, (b) Manipulatorhand mit Pinzette und einer halben Kerbschlagprobe

räumlichen Zugänglichkeit, beschränkt durch den Aufbau der Manipulatorarme (vgl. Abbildung C.1) und der Größe der Manipulatorhände (vgl. Abbildung C.2), führt auch das relativ geringe taktile Feedback der Manipulatoren zu einer Einschränkung der durchführbaren Tätigkeiten. Besonders filigrane Arbeiten mit kleinen Bauteilen sind auf ein Minimum zu beschränken, da Präzisionsarbeiten durch die Manipulatorbedienung deutlich erschwert werden. In Bezug auf die Hochtemperaturindentationsanlage sind diesbezüglich folgende Tätigkeiten kritisch zu betrachten:

- Einstellen des Fokus der Kamera für die Eindringtiefmessung
- Handhabung der zu untersuchenden halben Kerbschlagbiegeproben
- Ein- und Ausbau der Eindringkörper
- Verbinden und Lösen von Steckverbindungen der Versorgungskabel

Aus diesen Gründen war es nötig, die Anlage in Bezug auf ihre Tauglichkeit für einen Betrieb in einer Heißen Zelle zu überprüfen und notwendige Maß-

nahmen zur Anpassung und Optimierung zu definieren. Dies geschah durch die Durchführung aller relevanten Bedientätigkeiten an der Anlage mittels einer Simulationswand und wird genauer in Kapitel C.1 erläutert.

3.3 Anpassung der Hochtemperaturindentationsanlage

Im vorausgegangenen Abschnitt wurde auf die Randbedingungen und Einschränkungen eines Heißen Betriebs eingegangen. Bei der Konzeption, Entwicklung und Umsetzung der Hochtemperaturindentationsanlage wurden der fernhantierte Betrieb und die Untersuchung von radioaktivem Probenmaterial als essentielles Ziel festgelegt und die Anlage dementsprechend umgesetzt [4][3].

Dennoch hat sich gezeigt, dass die Anlage noch nicht vollständig für einen heißen Betrieb praktikabel war. Es mussten einzelne Komponenten der Anlage optimiert bzw. erweitert und Randbedingungen festgelegt werden, um die Funktionstüchtigkeit in der Zelle zu gewährleisten. Dies beinhaltete folgende Maßnahmen:

- Anpassung der Eindringkörpergeometrie
- Entwicklung einer Thermoelementhalterung für eine sichere Temperaturmessung an der Eindringkörperspitze
- Optimierungen des Bedienkonzeptes der Anlage
- Auslegung und Umsetzung eines Grundgestells zum Herein- und Herausheben der Anlage sowie für den Austausch der Anlage mit dem Kerbschlagpendel
- Festlegung der Position innerhalb der Heißen Zelle
- Sicherstellung der Signal-, Medien- und Energieversorgung
- Verifikation der Funktionsfähigkeit mittels einer Simulationswand

Neben den Modifikationen der Hochtemperaturanlage in Bezug auf den Heißen Betrieb wurden Änderungen vorgenommen, die die allgemeine Funktionalität der Anlage verbessern. Diese Änderungen basieren auf Erkenntnissen, die im Verlauf von Indentationsversuchen vor der Versetzung in die Heiße Zelle gesammelt wurden.

Alle nötigen Anpassungen, Erweiterungen und Verifikationen der Hochtemperaturanlage, die für einen erfolgreichen und zuverlässigen Betrieb innerhalb einer Heißen Zelle nötig waren, werden im Detail in Anhang C besprochen.

3.4 Inbetriebnahme der Anlage in der Heißen Zelle

Der Einbau einer Prüfmaschine in die Materialprüfzelle des FML und die Einrichtung der Arbeitsplätze innerhalb sowie außerhalb der Zelle ist aufgrund der speziellen Arbeitsumgebung des Kontrollbereichs mit besonderen Sicherheitsmaßnahmen und Vorkehrungen verknüpft.

Folgend werden die nötigen Schritte von der Vorbereitung der Hochtemperaturindentationsanlage über den Transport und Einbau bis zu deren Betrieb in der Materialprüfzelle beschrieben.

3.4.1 Versetzung in die Heiße Zelle

Für den Transfer einer Anlage ist eine sog. Intervention nötig, da für einen Zugang zur Heißen Zelle ein Öffnen ebendieser nötig ist. Hierzu sind besondere strahlenschutztechnische Vorgaben einzuhalten, und somit ist eine exakte Planung der durchzuführenden Tätigkeiten von erheblicher Bedeutung. Hierzu ist neben einer Vorbereitung aller nötigen Gerätschaften (Kran, Anlage, persönliche Schutzausrüstung) auch eine genaue Aufgabenverteilung an alle beteiligten Mitarbeiter (Monteur, Kranfahrer, operativer Strahlenschutz, Strahlenschutzbeauftragter) essentiell. Im Allgemeinen sind für die

Durchführung einer Intervention folgende Anforderungen bzw. Tätigkeiten von Bedeutung:

- Dekontaminierung der Heißen Zelle oder Handschuhbox
- Erstellung eines individuellen Arbeitsablaufplans
- Zwischenlagerung des Probeninventars in einem abgeschirmten Lager
- Kontaminations- und Atemschutz des Personals, Dosimetrie
- Kontaminationsschutz des Labors
- Strahlenschutzmessungen

Folgende Teilschritte gelten speziell für die Intervention bezogen auf den Einbau der Hochtemperaturindentationsanlage in die Materialprüfzelle bis zum endgültigen Heißen Betrieb der Anlage:

- Zusammenbau des Anlagenverbundes für die Versetzung
- Transport aller Teilelemente der Hochtemperaturindentationsanlage in den Kontrollbereich
- Vorbereitung aller beteiligten Mitarbeiter mit ihrer persönlichen Schutzausrüstung
- Öffnen der Zellendecke und der seitlichen Zugangstür
- Sicherstellung eines konstanten Unterdrucks in der Zelle und somit einer gerichteten Strömung auch mit geöffneten Zellenzugängen
- Transfer der Anlage mit nötigen Peripheriegeräten in die Heiße Zelle
- Schließen der Zellendecke

- Anschluss aller Signal-, Energie-, und Medienleitungen innerhalb der Zelle
- Schließen der seitlichen Zugangstür
- Ausmessen aller an der Intervention beteiligten Personen und Aufräumen des Arbeitsplatzes
- Positionierung der Steuer- und Peripheriegeräte außerhalb der Zelle
- Anschluss aller Signal-, Energie- und Medienleitungen außerhalb der Zelle

Vorbereitungsarbeiten

Zunächst wurden außerhalb des Kontrollbereichs die Teilelemente Grundgestell, Hochtemperaturindentationsanlage, Peripheriegeräte und Kabelstränge zu einem Gesamtverbund zusammengeführt, der mittels eines Lastkrans in die Heiße Zelle transferiert werden kann, siehe Abbildung 3.6.

Dieser Gesamtverbund ist wie folgt aufgebaut: Auf der Stahlplatte des Untergestells werden die zwei Dämpfereinheiten des aktiven Vibrations-Isolations-Systems verschraubt, die selbst eine massive Aluminiumträgerplatte mit den Maßen 800 mm x 800 mm x 30 mm tragen. Hierauf wird die eigentliche Indentationsanlage montiert. Der verbliebene Platz auf der Stahlplatte wird genutzt, um die Steuer- und Stromversorgungseinheit des Vibrations-Isolations-Systems sowie eine Einheit für die Stromversorgung der restlichen Peripheriegeräte unterzubringen.

Die Signalverarbeitungseinheit der Anlage sowie die Steuereinheiten für Turbomolekularpumpe und Pneumatikzylinder werden auf dem Einlegeblech des Untergestells befestigt. Sie sind entsprechend positioniert, um durch das Bleiglasfenster der Materialprüfzelle sichtbar zu sein. Die Verkabelung der Anlage wurde in funktionsabhängige Bündel aufgeteilt und diese auf die Rückseite des Anlagenverbunds geführt. Somit ist eine strukturierte

3 Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb



Abbildung 3.6: Anlagenverbund mit allen Teilelementen, die in der Heiße Zelle untergebracht werden müssen

Kabelführung gewährleistet, die kein Hindernis bei der Fernhantierung darstellt, einen einfacheren Ein- und Ausbau der Anlage ermöglicht sowie den Transport des Anlagenverbundes erleichtert.

Die Membranvorpumpe des Vakuumsystems der Hochtemperaturindentationsanlage konnte nicht auf dem Untergestell der Anlage positioniert werden. Die hohen Vibrationen der Pumpe während des Betriebs, die direkt in das Untergestell und die Indentationsanlage eingeleitet werden, konnten durch das Vibrations-Isolations-System nicht kompensiert werden. Somit muss die Membranvorpumpe direkt auf dem Zellenboden positioniert werden.

Da es durch den Transport in den Kontrollbereich mittels eines Flurförderzeugs sowie durch den Transfer an den Arbeitsplatz in der Materialprüfzelle mittels eines Lastenkrans zu nicht vermeidbaren Bewegungen und dynamischen Kräften kommen kann, musste das Vibrations-Isolations-System als kritische Komponente des Verbunds betrachtet werden. Eine zu große Querbewegung der Indentationsanlage relativ zum Vibrations-Isolations-System kann zur einer Zerstörung der Dämpfereinheiten führen. Aus diesem Grund wurden in der Aluminiumträgerplatte vier Gewindebohrungen eingebracht, die jeweils eine Gewindestange führen. Diese können in entsprechenden Senkbohrungen in der Stahlplatte des Untergestells eingeschraubt werden und ermöglichen somit eine Entkopplung des Vibrations-Isolations-Systems. Während des Transports werden sämtliche Querkräfte, die aus Bewegungen der Indentationsanlage resultieren, von den Gewindestangen aufgenommen.

Einbau in die Heiße Zelle

Der Anlagenverbund wurde mit Hilfe einer Quertraverse über die vier Anschlagpunkte des Grundgestells an den Deckenkran des Labors befestigt. Über eine Deckenöffnung in der Materialprüfzelle direkt oberhalb des Anlagenstandorts in der Zelle kann die Anlage eingehoben werden, siehe Abbildung 3.7.

Die Anlage wird innerhalb der Zelle nicht direkt auf dem Zellenboden aufgestellt, sondern auf einem in der Höhe verstellbarem Podest, siehe Abbildung E.6. Dieses ist innerhalb der Zelle so positioniert, dass seine Auflagepunkte mit den höchstbelastbaren Punkten der Zellenbodenkonstruktion zusammenfallen. Dies gewährleistet eine hohe Steifigkeit des gesamten Anlagenaufbaus in der Zelle.

Neben dem Transfer und der Positionierung der eigentlichen Anlage in der Materialprüfzelle mussten alle vorhandenen Kabelleitungen der Anlage mit den entsprechenden Anschlüssen in der Zelle verbunden werden. In der Zel-

3 Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb



Abbildung 3.7: Anlagenverbund beim Einbau in die Materialprüfzelle über die Deckenöffnung; zur Sicherung und Überwachung ist ein Mitarbeiter direkt an der Zellenöffnung positioniert

le sind alle Anschlüsse für die Signalleitungen an einem Tableau übersichtlich angeordnet und somit von außerhalb der Zelle einsehbar und mit einem Manipulator erreich- und bedienbar, siehe Abbildung 3.8. Hier wird unterschieden zwischen den sog. „Messleitungen“ und den „Anlagenleitungen“, die sich durch ihre entsprechenden Anschlüsse außerhalb der Zelle unterscheiden. Alle „Messleitungen“ sind fest verkabelt mit den Bedienpulten direkt vor der Heißen Zelle und wurden für den Anschluss der Peripheriegeräte verwendet, welche außerhalb der Zelle für eine unmittelbare Steuerung der Hochtemperaturindentationsanlage notwendig sind. Die „Anlagenleitungen“ haben ihren Anschluss außerhalb der Zelle auf einer Empore oberhalb der Materialprüfzelle und werden für die Signalleitungen verwendet, die keine direkte Verbindung zum Bedienpult vor der Heißen Zelle benötigen. Direkt neben dem Tableau der Signalleitungen in der Zelle sind die Anschlüsse für die Kühlwasser- und Druckluftversorgung positioniert.

Somit ist die Einsehbarkeit durch den Bediener sowie die Handhabung mittels Manipulatoren gewährleistet.

Die Membranvorpumpe des Vakuumsystems wurde direkt auf dem Zellenboden positioniert. Die Pumpe ist auf einer Rahmenkonstruktion aus Stahl befestigt, um eine schwingungsbedingte Bewegung der Pumpe zu verhindern. Bedingt durch diese Positionierung der Pumpe liegt diese außerhalb des Sichtbereichs des Bedieners sowie des Arbeitsbereichs der Manipulatoren. Für die Wartung oder den Austausch der Pumpe ist ein Einstieg eines Mitarbeiters in die Materialprüfzelle und somit eine Intervention nötig. Diesbezüglich wurde bei der Positionierung der Pumpe darauf geachtet, den ohnehin begrenzten Arbeitsbereich in der Materialprüfzelle für Interventionen nicht zusätzlich einzuschränken.

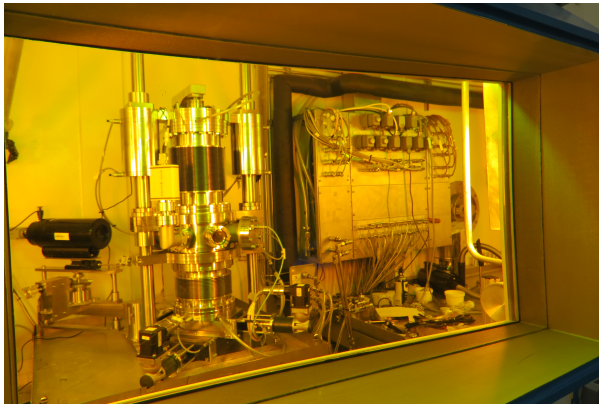


Abbildung 3.8: Blick auf die Anlage in der Heißen Zelle durch das Bleiglasfenster in der Bedienwand; im Hintergrund das Stecktableau

Bedienplatz der Hochtemperaturindentationsanlage

Für den Arbeitsplatz außerhalb der Zelle steht lediglich ein begrenzter Bereich zur Verfügung. Bei der Positionierung der Geräte musste auf die Vereinbarkeit mit Arbeitsplätzen weiterer Anlagen der Materialprüfzelle geach-

tet werden, um einen reibungslosen parallelen Ablauf aller Zellenarbeiten zu gewährleisten. Somit konnten nicht alle betriebsrelevanten Elemente der Anlage an einem Ort positioniert werden. Ein Teil der nötigen Geräte der Hochtemperaturindentationsanlage wurde direkt vor der Heißen Zelle positioniert. Folgende Elemente sind außerhalb der Heißen Zelle für einen Betrieb der Anlage notwendig:

- Elektronikeinheit *testControl* zur Steuerung der *Zwicki Z 2.5*
- Steuer- und Regelelektronik der Pneumatikzylinder, der Heizplatten und des Probenstisches
- Kühlaggregat *UKS 3000* der Firma LAUDA
- Computer zur Ansteuerung von Steuer- und Regelelektronik der Heizelemente und Pneumatikzylinder, des Vakuumpumpensystems und der *Zwicki Z 2.5*
- Computer zur Ansteuerung der Kamera und Datenaufzeichnung für die optische Eindringtiefmessung

Das Computersystem, das für die Bedienung und Überwachung aller Teilfunktionen der Indentationsanlage nötig ist, wurde in die Elektronikschränke der Materialprüfzelle integriert. Beide Computer werden über den selben Bildschirm betrieben, der direkt neben dem Bleiglasfenster der Zelle angebracht ist. Eine parallele Überwachung der softwaregestützten Steuereinheiten sowie der Anlage selbst ist somit zu jeder Zeit möglich. Der Bedienplatz vor dem Zellenfenster ist in Abbildung 3.9 dargestellt.

Die Steuerelektronik *testControl* wird für die Steuerung und Regelung der Prüfmaschine *Zwicki Z 2.5* sowie für die Datenerfassung der in der Vakuumkammer verbauten Kraftmessdose verwendet. Angesteuert wird diese mit dem Softwarepaket *testXpert II* der Firma ZWICK GMBH & CO.

Die Steuer- und Regelelektronik der Pneumatikzylinder, der Heizplatten und des Probenstisches ist lokal in einem Schaltschrank zusammengefasst, der

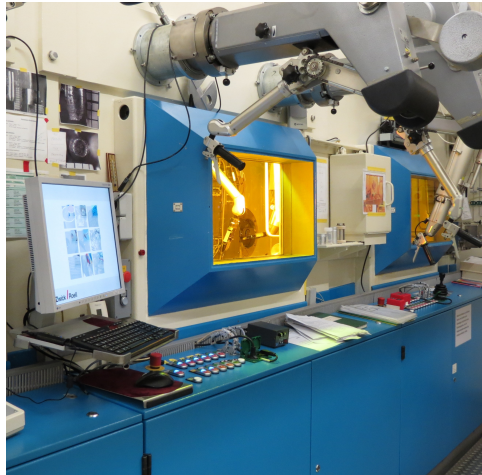


Abbildung 3.9: Bedienplatz vor der Materialprüfzelle für die Bedienung mittels Manipulatoren und die computergestützte Steuerung aller Teilfunktionen der Indentationsanlage

zudem die Energieversorgung dieser Funktionseinheiten gewährleistet. Der Schaltschrank ist zusammen mit dem Kühlaggregat auf der Empore oberhalb der Materialprüfzelle positioniert, da diese Geräte keine kontinuierliche optische Überwachung durch den Bediener der Anlage erfordern. Um die Elektronikeinheiten ansteuern zu können, sind diese über eine gemeinsame Schnittstelle mit dem Steuercomputer verbunden, mit dem es möglich ist, die Funktionseinheiten unabhängig voneinander zu regeln.

Der Aspekt „Validierung der Anlage“ in der Arbeitsumgebung der Heißen Zellen werden in Anhang D detailliert beschrieben.

4 Numerische Simulation des Indentationsverfahrens

Im Rahmen dieser Arbeit wurden begleitend zu den experimentellen Untersuchungen Finite-Elemente-Simulationen des Indentationsverfahrens durchgeführt. Die numerischen Berechnungen wurden mit dem Softwarepaket ABAQUS der Firma DASSAULT SYSTEMES umgesetzt. Ziel der Simulationen war es, die mittels der Hochtemperaturindentationsanlage ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven und die daraus berechneten Härtewerte zu verifizieren sowie Methoden der Härte- und Eindringmodulauswertung nach der DIN EN ISO 14577 zu untersuchen. Des Weiteren sollten der Einfluss der Spitzenmaterialien Diamant und Saphir sowie die Auswirkungen von Abweichungen der Spitze des Eindringkörpers von der idealen Kugelform untersucht werden.

Im folgenden Kapitel werden der Aufbau des Finite-Elemente-Modells, die verwendeten Materialparameter sowie ein Vergleich der Simulationsergebnisse unter Variation der oben erwähnten Parameter vorgestellt und diskutiert. Ein direkter Vergleich der Ergebnisse von Simulation und Experiment erfolgt in Kapitel 5.

4.1 Modellaufbau

Für die Simulation des Indentationsprozesses mit verrundetem Rockwell-Kegel wurde ein rotationssymmetrisches Modell in ABAQUS erstellt. Dieses ist zweiteilig ausgeführt und besteht aus dem Probenkörper und der Indenterspitze. Dieses Modell ist in Abbildung 4.1 dargestellt.

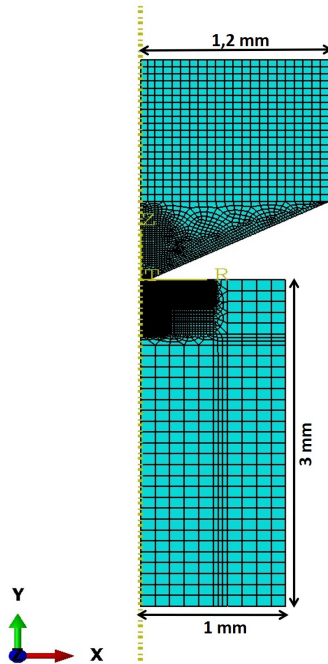


Abbildung 4.1: Vernetztes Finite-Element-Modell für die Simulation der Eindringprüfung mittels einer kugelförmigen Rockwellspitze mit einem Radius von 0,2 mm

Die Spitze wurde entsprechend der verwendeten Indenterspitzen modelliert (vgl. Abbildung C.8). Der Kegel weist einen Öffnungswinkel von 120° und die kugelige Verrundung einen Radius von 0,2 mm auf. Der TzM-Körper des Indenters wurde im Modell nicht berücksichtigt. Der Probenkörper wurde durch einen Zylinder mit einer Höhe von 3 mm (Höhe einer miniaturisierten Kerbschlagprobe) und einem Radius von 1 mm dargestellt. Diese Maße gewährleisten, dass der Probenkörper näherungsweise einen Halbraum darstellt. Hierzu muss das Modell ein Verhältnis von Probenradius zu Verrundungsradius von ≥ 5 aufweisen, siehe [74]. Zudem entspricht 1 mm dem

durchschnittlichen Abstand der einzelnen Indentationsexperimente auf einer miniaturisierten Kerbschlagprobe.

Das zweidimensionale Modell besteht insgesamt aus 5350 axialsymmetrischen Elementen mit 8 Knoten des Typs CAX8. Hierbei entfallen 1687 Elemente auf den Probenkörper und 3663 auf die Indenterspitze. Als Randbedingungen werden die Knoten entlang der Symmetrieachse in radialer Richtung, in Abbildung 4.1 die X-Richtung, fixiert. Außerdem werden an der Unterseite des modellierten Probenkörpers die Knoten in Richtung der Symmetrieachse, in Abbildung 4.1 die Y-Richtung, gesperrt. Somit ist eine Starrkörperbewegung des Modells ausgeschlossen. Die Prüfkraft wird mittels eines Referenzpunktes auf der Symmetrieachse auf die obere Fläche der Indenterspitze aufgebracht.

Bei der Simulation von Kontaktproblemen ist im Modell auf eine ausreichend feine Vernetzung der Kontaktzone zu achten, um die Spannungsverteilungen an den Kontakträndern ausreichend genau abbilden zu können. Ausgehend von der Kontaktzone werden Probenkörper und Indenterspitze zunehmend grober vernetzt, siehe E.8. Beide Teile wurden im Bereich des Kontaktes mit einer charakteristischen Größe der Elemente von $2\ \mu\text{m}$ vernetzt.

Der Kontakt zwischen Indenterspitze und Probenkörper wurde im vorliegenden Modell als Oberflächenkontakt modelliert. Hierbei wird im Kontaktbereich zwischen einer „master surface“ an der Indenterspitze und einer „slave surface“ auf dem Probenkörper unterschieden, zwischen denen der Kontakt stattfindet. In Richtung der Normalen wurde der Kontakt als „Hard Contact“ definiert, wodurch ein Eindringen der „slave surface“ in die „master surface“ minimiert wird.

In ABAQUS kann auf Basis des Coulombschen Reibungsgesetzes mit Hilfe eines Koeffizienten μ die Reibung zwischen Indenterspitze und Probenkörper bei der Simulation einbezogen werden. Für die Materialpaarungen Diamant-Stahl und Saphir-Stahl wurde näherungsweise ein Koeffizientenwert von $\mu = 0,15$ angenommen, siehe [103].

Für einen Vergleich von Simulationsergebnissen mit der analytischen Lösung des Kontaktproblems nach Hertz wurde zusätzlich ein Modell erstellt, das als Eindringkörper eine Halbkugel mit 0,2 mm Radius aufweist. Dieses ist in einem Teilausschnitt in Abbildung 4.2 dargestellt.

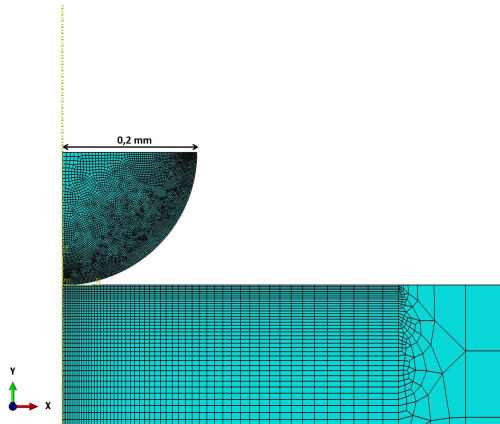


Abbildung 4.2: Ausschnitt des Finite-Elemente-Modells mit Halbkugel als Eindringkörper

4.2 Berücksichtigtes Materialverhalten

Für die numerische Berechnung des Indentationsverfahrens wurde der Prüfkörper als elastisch-plastisch sowie der Eindringkörper als elastisch deformierbar modelliert. Somit kann eine Untersuchung des Einflusses des Materials der Indenterspitze auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurve durchgeführt werden. Ein zeitabhängiges Materialverhalten wurde nicht berücksichtigt.

Elastisches Materialverhalten

Der Spitze des Eindringkörpers wurden die elastischen Kenngrößen von Diamant, Elastizitätsmodul $E_{Dia} = 1.140.000 \text{ MPa}$ und Querkontraktions-

zahl $\nu_{Dia} = 0,07$ (siehe [56]), und Saphir, Elastizitätsmodul $E_{Sa} = 440.000$ MPa und Querkontraktionszahl $\nu_{Sa} = 0,3$ (siehe Datenblatt F.3), zugewiesen. Eine Temperaturabhängigkeit wurde hierbei nicht berücksichtigt.

Die elastischen Konstanten für EUROFER wurden dem *2012 AFCEN RCC-MRx Code* entnommen. Dies ist eine Richtlinie für die Auslegung von Bauteilen für nukleare Anwendungen, in der Materialdaten für das elastische Deformationsverhalten von EUROFER gegeben sind, siehe Tabelle 4.1. Für alle Simulationsrechnungen wurden diese temperaturabhängigen Werte für den Elastizitätsmodul $E_{Eurofer}$ verwendet. Die Querkontraktionszahl wird mit $\nu_{Eurofer} = 0,3$ angegeben [104].

Tabelle 4.1: Temperaturabhängiger Elastizitätsmodul von EUROFER 97 nach dem RCC-MRx Code [104]

Temperatur	Elastizitätsmodul
25 °C	217 GPa
100 °C	213 GPa
200 °C	207 GPa
250 °C	205 GPa
300 °C	202 GPa
400 °C	196 GPa

Plastisches Materialverhalten von EUROFER

Als Datenbasis wurden Spannungs-Dehnungs-Kurven verwendet, die direkt aus experimentellen Zugversuchen an EUROFER gewonnen wurden. Mit diesen lässt sich das nichtlineare Verfestigungsverhalten von EUROFER abbilden, das für die numerischen Berechnungen in ABAQUS nötig ist. Diese Materialdaten wurden für die Simulationen verwendet, deren Ergebnisse für einen direkten Vergleich mit den in der Hochtemperaturindentationsanlage experimentell ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven und den hieraus

ermittelten Härtewerten dienen. Hierzu standen für EUROFER im unbestrahlten Zustand Datensätze von instrumentierten Zugversuchen bei 25 °C (vgl. Abbildung 4.3), 300 °C und 450 °C und zur Verfügung. Dies sind unveröffentlichte Versuchsergebnisse von Zugversuchen an EUROFER des Instituts für Angewandte Werkstoffe - Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) des KIT, siehe [105].

Für EUROFER in bestrahltem Zustand stehen Datensätze entsprechend der Versuche des *HFR-II-B* des Bestrahlungsprogramms zur Verfügung [36]. Hieraus wurden Datensätze für die Bestrahlungstemperaturen 250 °C, 300 °C und 400 °C mit Prüftemperaturen bei der jeweiligen Bestrahlungstemperatur und teilweise bei Raumtemperatur verwendet.

Alle verwendeten Zugversuche sind in Tabelle G.1 aufgelistet. Diese Daten der experimentellen Zugversuche dienen als Materialmodell für die durchgeführten Simulationen. Die Probengeometrie der instrumentierten Zugversuche ist in Abbildung F.5 dargestellt.

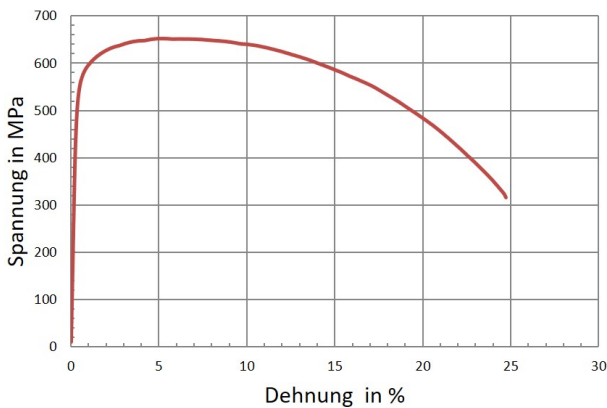


Abbildung 4.3: Experimentelle Spannungs-Dehnungs-Kurven von unbestrahltem EUROFER für Prüftemperaturen bei 25 °C; technische Spannung und Dehnung

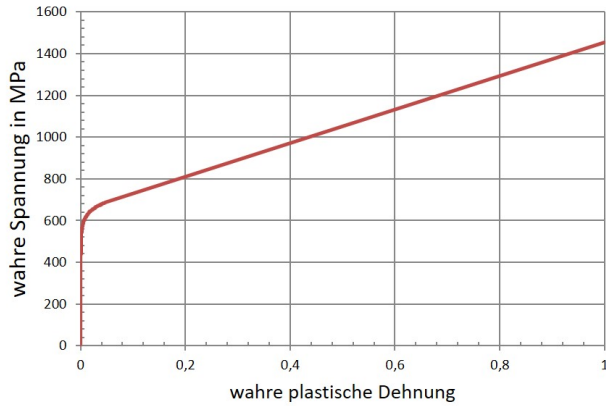


Abbildung 4.4: Experimentelle Spannungs-Dehnungs-Kurven von unbestrahltem EUROFER für Prüftemperaturen bei 25 °C; wahre Spannung und wahre plastische Dehnung

Für alle Simulationen wurde der sog. Anlieferungszustand von EUROFER berücksichtigt. Dieser entspricht einer Normalisierung bei 980 °C/0,5 h und einer anschließenden Anlasswärmebehandlung bei 760 °C/1,5 h [106].

In ABAQUS muss das plastische Materialverhalten paarweise als logarithmische wahre Dehnung und wahre Spannung implementiert werden. Diese lassen sich aus den Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugversuche mit folgenden Gleichungen ableiten:

$$\sigma_w = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (4.1)$$

$$\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon) \quad (4.2)$$

Der plastische Anteil der logarithmischen wahren Dehnung kann dann wie folgt berechnet werden:

$$\varepsilon_{w,pl} = \varepsilon_w - \frac{\sigma_w}{E_{\text{Eurofer}}} \quad (4.3)$$

Somit können die wahren Spannungen sowie logarithmischen wahren Dehnungen im Bereich der Spannungs-Dehnungs-Diagramme bis zur Zugfestigkeit R_m und Gleichmaßdehnung A_g direkt ermittelt werden. Darüber hinaus wird die Kurve auf eine Dehnung von 100 % approximativ durch eine Gerade erweitert, vgl. Abbildung 4.4.

Die wahren Spannungen und die wahren plastischen Dehnungen werden in ABAQUS in Form von Wertepaaren tabellarisch zur Verfügung gestellt. Zusammen mit dem temperaturabhängigen Elastizitätsmodul bilden diese das Materialmodell für die numerischen Berechnungen.

Im Rahmen dieser Arbeit standen für die Zugversuche von bestrahlten EUROFER-Proben zusätzlich die Vermessungen der Brucheinschnürung zur Verfügung. Mit diesen ist es möglich, die Materialdaten zu korrigieren und somit eine bessere Annäherung an das reale Materialverhalten zu ermöglichen als mit der beschriebenen Approximation auf 100 % Dehnung. Hierzu wurde wie folgt vorgegangen. Mit den Formeln

$$\varepsilon_w = \ln(A_0/A) = 2\ln(D_0/D) \quad (4.4)$$

und

$$\sigma_w = \frac{F}{A} = \frac{F}{\frac{1}{4}\pi D^2} \quad (4.5)$$

können die wahre Spannung und wahre Dehnung abhängig von der Einschnürung der Probe berechnet werden [107]. Durch die Vermessung der Zugprobe nach dem Versuch können somit die wahre Bruchspannung und wahre Bruchdehnung berechnet werden. Für die Zugversuche von unbestrahltem EUROFER standen keine Daten der Brucheinschnürung zur Verfügung. Die für die Simulationen verwendeten wahren Spannungen und

Dehnungen sind in Abbildung G.2 bis G.9 aufgetragen sowie entsprechende Stützpunkte in den Tabellen G.2 bis G.9 aufgelistet.

Des Weiteren wurden die Materialdaten aus dem *2012 AF-CEN RCC-MRx Code* [104] entnommen. Hier wird die Beziehung zwischen Spannung σ und Dehnung ε mit folgender Gleichung beschrieben:

$$\varepsilon = 100\sigma/E + [\sigma/(C_0R_{p0,2})]^{1/n_0}. \quad (4.6)$$

C_0 und n_0 sind hierbei temperaturabhängige Parameter aus dem *2012 AF-CEN RCC-MRx Code* [104], E der Elastizitätsmodul und $R_{p0,2}$ die 0,2-Dehngrenze für EUROFER bei der entsprechenden Temperatur.

Diese Gleichung beschreibt die Summe von elastischer und plastischer Dehnung in %. Es ist zu beachten, dass diese Daten von vorläufigem Charakter sind und diese noch eine entgeltliche Validierung und Vervollständigung benötigen. Zudem sind diese Daten bis zu einer maximalen plastischen Dehnung von 2 % limitiert. Die Daten wurden dennoch für einen Teil der Simulationen herangezogen, um das temperaturabhängige Materialverhalten bei geringen Kräften bis 1 N zu untersuchen. Diese Untersuchungen dienen der Validierung des Aufsetzpunkts des Indenters auf der Probe bei experimentellen Eindringversuchen. Hierzu wurden die Daten des *2012 AF-CEN RCC-MRx Code* verwendet, da mit diesen Datensätzen Daten zu unbestrahltem EUROFER über den gesamten Temperaturbereich von 25 °C bis 400 °C zur Verfügung stehen. Die hieraus für die Simulationen verwendeten Spannungs-Dehnungs-Kurven bis zu einer Dehnung von 2 % sind in Abbildung G.1 aufgetragen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden lediglich monozyklische Eindringversuche simuliert und aus diesem Grund die numerischen Berechnungen mit rein isotroper Verfestigung durchgeführt. Huber [74] hat gezeigt, dass durch Simulationen des Indentationsverfahrens mit nicht-linearer Materialverfestigung die kinematische Verfestigung einen vernachlässigbaren Einfluss auf den Belastungsteil der berechneten Kraft-Eindringtiefe-Kurve hat. Der Ein-

fluss der kinematischen Verfestigung auf den Entlastungsanteil der Kurve bei monozyklischen Versuchen war sehr gering und konnte von Huber [74] nicht quantifiziert werden. Dieser Sachverhalt wird in der Diskussion der numerischen Berechnungen erneut aufgegriffen.

4.3 Ergebnisse der simulierten Kugeleindruckversuche

In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der numerischen Berechnungen des Indentationsverfahrens vorgestellt. Zunächst wird eine Verifikation des modellierten Finite Elemente Modells anhand der analytischen Lösung nach Hertz im Vergleich zur rein elastischen Berechnung vorgenommen.

Alle anschließenden Simulationen werden mit elastisch-plastischem Materialverhalten für den Prüfkörper durchgeführt, entsprechend Kapitel 4.2. Es werden die Erkenntnisse aus einer Parameterstudie bezüglich der Einflüsse des Radius des kugelförmigen Eindringkörpers, des Spitzenmaterials sowie der Prüftemperatur aufgezeigt.

4.3.1 Vergleich mit analytischer Lösung nach Hertz

Um das Simulationsmodell zu verifizieren, wurden numerische Rechnungen mit den analytischen Lösungen nach Hertz (siehe [77] und [80]) verglichen. In diesen Rechnungen wurden für den Eindringkörper aus Diamant ($E_{Dia}=1.140.000 \text{ MPa}$) und den Probenkörper aus EUROFER ($E_{EUROFER}=217.000 \text{ MPa}$) rein elastisches Materialverhalten sowie keinerlei Reibung zwischen den Kontaktpartnern angenommen. Hierzu wird das Finite-Elemente-Modell mit der Halbkugel als Eindringkörper mit einem Radius von $200 \mu\text{m}$ verwendet, siehe Abbildung 4.2.

In Abbildung 4.5 ist ein Vergleich der Kraft-Eindringtiefe-Kurven bis zu einer Prüfkraft von 40 N dargestellt. Dies entspricht der bei experimentellen Untersuchungen aufgebrachten maximalen Belastung. Es ist eine gute

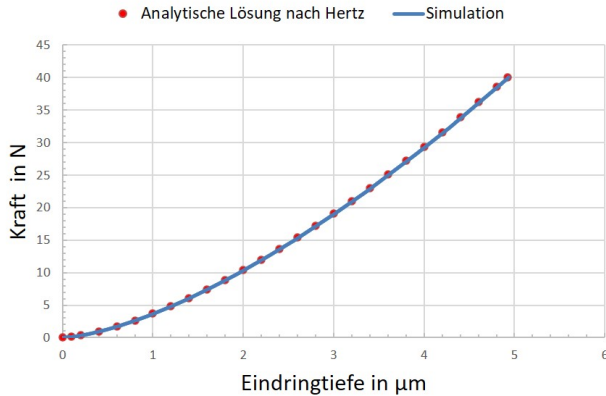


Abbildung 4.5: Vergleich der analytischen Lösung nach Hertz [77] und der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurve für elastisches Materialverhalten für einen Kugelradius des Eindringkörpers von 0,2 mm

Übereinstimmung der Kurven zu erkennen. Bei dem Belastungsmaximum von 40 N tritt eine Abweichung von $0,02 \mu\text{m}$ auf; das entspricht in etwa einer Abweichung von 0,5 %. Dies ist durch die Randbedingungen des numerischen Modells begründet, die zu Abweichungen im Vergleich zur analytischen Lösung führen.

Zudem wurde ein Vergleich bezüglich der Axial- und Radialspannung entlang der Symmetrieachse des Finite-Elemente-Modells zwischen analytischer Lösung und Simulation durchgeführt. In beiden Fällen konnte ein übereinstimmender Kurvenverlauf beobachtet werden, vgl. Abbildung E.10 und E.9. Die ca. 10 % höhere Radialspannung und die leicht höhere Axialspannung führen nicht zu einer signifikant höheren Eindringtiefe bei der Simulation im Vergleich zur analytischen Lösung, vgl. Abbildung 4.5.

Im Folgenden wird das elastische Verhalten von Halbkugel (Abbildung 4.1) und Indenterspitze (Abbildung 4.2) anhand von Kraft-Eindringtiefe-Kurven verglichen. Es zeigt sich, dass sich bei der Verwendung der Rockwell-Geometrie der Indenterspitze eine um ca. 97 nm höhere Eindringtiefe bei

maximaler Belastung von 40 N ergibt, siehe Abbildung 4.6. Dies wird auf die deutlich größere Länge der Indenterspitze im Vergleich zur Halbkugel zurückgeführt, so dass sich letztere in einem größeren Ausmaß elastisch verformt. Diese Abweichung liegt zwar unterhalb der Auflösung der optischen Eindringtiefenmessung von 100 nm. Dennoch bildet das Modell mit Indenterspitze das reale Verhalten des Eindringkörpers der Hochtemperatur-indentationsanlage in genauere Weise ab und wird somit für alle weiteren Simulationen angewendet.

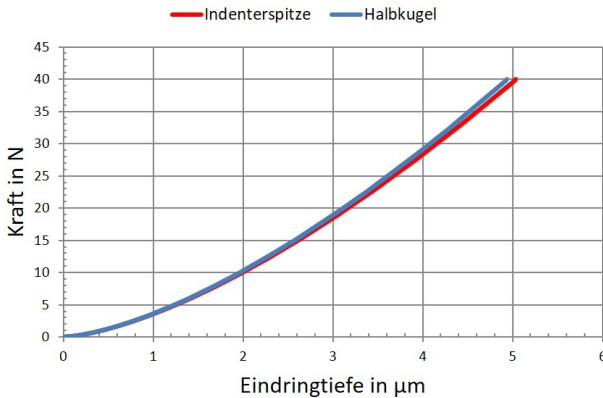


Abbildung 4.6: Vergleich des elastischen Eindringtiefeverhaltens von Indenterspitze und Halbkugel

Abschließend lässt sich mit den Untersuchungen zeigen, dass das angewendete Finite-Elemente-Modell für eine valide Simulation des Indentationsverfahrens geeignet ist und somit die numerischen Berechnungen für einen Vergleich mit den experimentellen Untersuchungen herangezogen werden können.

4.3.2 Einfluss des Kugelradius der Eindring Spitze

Im Folgenden wird der Einfluss des Kugelradius der Eindring Spitze auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurven diskutiert. Der Radius wurde im Rahmen der in DIN EN ISO 14577 [56] zulässigen Abweichungen variiert. Für einen Sollwert von $200\ \mu\text{m}$ ergibt sich somit eine zulässige Abweichung des Radius von $\pm 20\ \mu\text{m}$. Verwendet wurden hierbei die durch Zugversuche bei Raumtemperatur ermittelten elastisch-plastischen Materialdaten von EUROFER (vgl. Abbildung G.2) sowie die elastischen Materialdaten von Diamant.

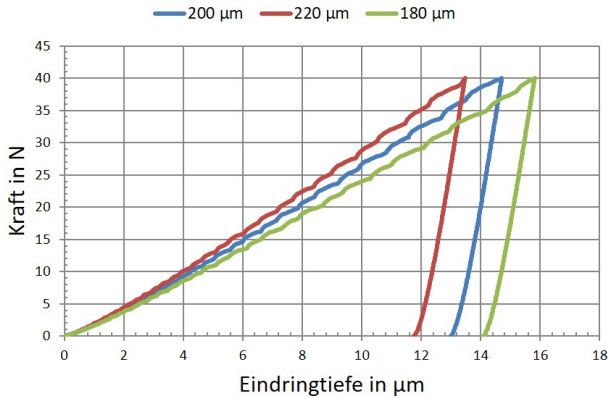


Abbildung 4.7: Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven für verschiedene Eindring Spitzenradien bei $25\ ^\circ\text{C}$ für EUROFER und Diamantspitze

In Abbildung 4.7 sind die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für den Sollwert von $200\ \mu\text{m}$ und dessen minimalen und maximalen Grenzwert bei einer Belastung von $40\ \text{N}$ aufgetragen. Für einen Radius von $180\ \mu\text{m}$ ist bei $40\ \text{N}$ eine um $7,5\ \%$ größere Eindringtiefe im Vergleich zum Sollwert von $200\ \mu\text{m}$ zu beobachten. Für $220\ \mu\text{m}$ ist demgegenüber eine um $8,5\ \%$ kleinere Eindringtiefe erkennbar. Des Weiteren muss beachtet werden, dass reale Indenterspitzen bedingt durch Fertigungstoleranzen keine ideale Kugelform

aufweisen. Dies beeinflusst bei experimentellen Untersuchungen neben Abweichungen vom Sollradius die Ergebnisse zusätzlich.

4.3.3 Einfluss des Spitzenmaterials

In der Hochtemperaturindentationsanlage können Prüftemperaturen von bis zu 650°C erreicht werden. Aufgrund der Instabilität durch Kohlenstoffdiffusion von Diamant bei hohen Temperaturen ([3][83]), besonders bei Kontakt mit Eisen und Eisenlegierungen, wurde im Rahmen dieser Arbeit dessen Einsatz auf eine Maximaltemperatur von 400°C beschränkt. Für Temperaturen oberhalb von 400°C wurde Saphir als Spitzenmaterial für den Eindringkörper vorgesehen. Aufgrund der deutlich unterschiedlichen Elastizitätsmoduli von $E_{Dia}=1.140.000\text{ MPa}$ und $E_{Sa}=440.000\text{ MPa}$ wurde der Einfluss der zwei Spitzenmaterialien auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurve untersucht. Hierzu wurde EUROFER bei Raumtemperatur als Probenmaterial verwendet (vgl. Abbildung G.2).

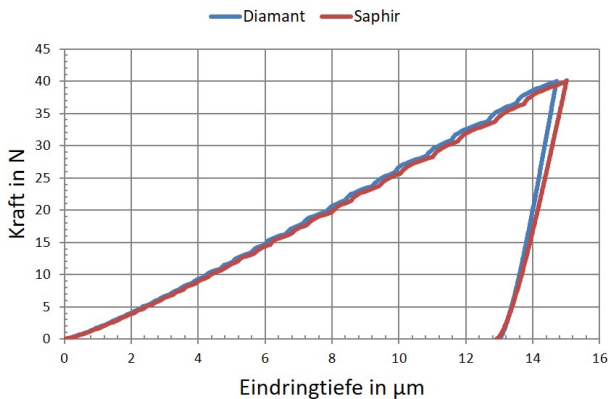


Abbildung 4.8: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für die Indenterspitzenmaterialien Diamant und Saphir bei 25°C und einem Spitzenradius von $200\text{ }\mu\text{m}$

In Abbildung 4.8 werden die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für die Indentermaterialien Diamant und Saphir bei Raumtemperatur für eine Kraft von 40 N dargestellt. Zum einen wird bei maximaler Belastung für Saphir am Indenterschaft eine höhere Eindringtiefe als für Diamant registriert. Dies ist auf die höhere elastische Verformung der Saphirspitze aufgrund des deutlich geringeren Elastizitätsmoduls zurückzuführen, die durch das optische Messsystem der Hochtemperaturindentationsanlage auf Basis der Messung der Relativbewegung von Indenter und Probe registriert wird (siehe Kapitel B.1). Die im Vergleich zu Diamant geringere Steifigkeit von Saphir führt zu einer höheren Stauchung der gesamten Indenterspitze. Der Unterschied liegt mit 300 nm bei einer Abweichung von ca. 2 % für Saphir im Vergleich zu Diamant. Eine Ermittlung der Materialhärte auf Basis der durch das optische Messsystem der Hochtemperaturanlage gemessenen Eindringtiefe, resultiert für eine Saphirspitze in einer geringeren Härte als für eine Diamantspitze. Zum anderen wirkt sich das Spitzenmaterial auf die Form des Entlastungsteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurve aus. Nach vollständiger Entlastung ist für die Saphirspitze mit 70 nm eine um 0,5 % geringere resultierende Eindringtiefe als für Diamant zu erkennen. Dies lässt darauf schließen, dass der resultierende Eindruck in der Probe für Saphir eine geringere Fläche aufweist als für Diamant. Somit ergibt sich nach der klassischen Auswertung eine höhere Materialhärte für eine Saphirspitze als für eine Diamantspitze. Dies ist ein direkt entgegengesetztes Verhalten im Vergleich zur instrumentierten Eindringprüfung.

Die Berücksichtigung des Verformungsverhaltens der Indenterspitze des Eindringkörpers ist relevant, da diese Verformung prinzipbedingt durch das optische Messsystem der Hochtemperaturindentationsanlage registriert wird und somit bei der experimentellen Messung der Eindringtiefen miteinbezogen wird. In Zusammenhang mit den Ergebnissen aus dem vorherigen Kapitel kann jedoch festgehalten werden, dass der Einfluss von Variationen des Radius der Eindringsspitze auf die Eindringtiefe signifikant größer ist als der Einfluss des Spitzenmaterials.

4.3.4 Einfluss der Prüftemperatur

In den folgenden Untersuchungen wird nicht mit einem Spitzenradius von $200\ \mu\text{m}$ gerechnet, sondern mit den $196\ \mu\text{m}$ des realen Eindringkörpers der experimentellen Untersuchungen gerechnet, um vergleichende Untersuchungen zu ermöglichen. Der reale Spitzenradius wurde durch Vermessung der Eindring Spitze mittels eines Rasterelektronenmikroskops ermittelt.

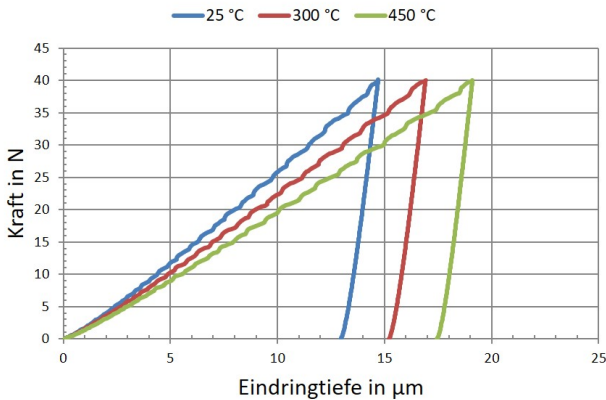


Abbildung 4.9: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für die Prüftemperaturen 25 °C, 300 °C und 450 °C

In Abbildung 4.9 sind die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für 25 °C, 300 °C und 450 °C bei einer maximalen Belastung von 40 N dargestellt. Bei maximaler Belastung zeigt sich für 300 °C eine um 15 % und für 450 °C um 30 % höhere Eindringtiefe als bei Raumtemperatur. Schon bei geringen Belastungen ab ca. 4 N ist ein deutlicher Unterschied der Eindringtiefen zu erkennen.

Im Vergleich mit den prozentualen Abweichungen aufgrund des Spitzenradius sind die temperaturbedingten Abweichungen bei einer Belastung von 40 N doppelt bis mehr als dreimal so groß.

Dieser Vergleich zeigt dennoch, dass eine genaue Bestimmung der realen Spitzengeometrie des Eindringkörpers essentiell für die Auswertung ist. Bei

einer Annahme des nominellen Radius kann bei vergleichenden Untersuchungen nicht gewährleistet werden, dass Schwankungen der Eindringtiefe eindeutig der entsprechenden Ursache zugeordnet werden können. Somit besteht die Gefahr, dass Schwankungen fehlerhaft dem Materialverhalten zugeordnet werden, obwohl diese durch den Eindringkörper bedingt sind.

4.3.5 Nullpunktbestimmung

Im Rahmen dieser Arbeit dient für die experimentellen Untersuchungen eine Kraftschwelle von 0,8 N als Kriterium für den Kontakt zwischen Indenter und Probe, vgl. Kapitel B.1. Diesbezüglich wurden die Eindringtiefen im Kraftbereich von 0 N bis 0,8 N anhand der numerischen Simulationen untersucht. In Tabelle 4.2 sind diese entsprechenden Eindringtiefen bei 0,8 N aufgelistet.

Tabelle 4.2: Eindringtiefen der simulierten Versuche bei einer Kraft von 0,8 N für unterschiedliche Materialzustände des EUROFER

Bestrahlungstemp.	Prüftemp.	Eindringtiefe	Materialdaten
unbestrahlt	25 °C	0,55 μm	RCC-MRx-Code
unbestrahlt	25 °C	0,54 μm	Zugversuch
unbestrahlt	200 °C	0,57 μm	RCC-MRx-Code
unbestrahlt	300 °C	0,59 μm	RCC-MRx-Code
unbestrahlt	300 °C	0,58 μm	Zugversuch
unbestrahlt	400 °C	0,63 μm	RCC-MRx-Code
250 °C	25 °C	0,45 μm	Zugversuch
250 °C	250 °C	0,49 μm	Zugversuch
300 °C	25 °C	0,44 μm	Zugversuch
300 °C	300 °C	0,47 μm	Zugversuch
400 °C	400 °C	0,62 μm	Zugversuch

Diese Werte wurden im Rahmen der experimentellen Untersuchungen für die Nullpunktkorrektur der Kraft-Eindringtiefe-Kurven verwendet. Anhand des unbestrahlten EUROFER zeigt sich, dass die Eindringtiefe von 25 °C bis 400 °C um 80 nm steigt und der Unterschied somit in der Größenordnung der Auflösung des optischen Messsystems der Hochtemperaturindentationsanlage von 100 nm liegt. Für Materialzustände, für die keine experimentellen Zugversuchsdaten für Simulationsrechnungen zur Verfügung standen, wurden Korrekturwerte anhand der Werte in Tabelle 4.2 abgeleitet. Die simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven des bestrahlten EUROFER sowie die Kurven auf Basis der Materialkenndaten des *2012 AFCEN RCC-MRx Codes* [104] sind in den Abbildungen E.11 und E.12 dargestellt.

4.3.6 Untersuchung der Auswertung nach DIN EN ISO 14577 Härtebestimmung auf Basis der simulierten Ergebnisse

Nach DIN EN ISO 14577 [56] kann die sog. Eindringhärte auf Basis eines Potenzgesetzes berechnet werden, die auf der Methode nach Oliver und Pharr [67] basiert. Des Weiteren wurde in Kapitel 2.3 die Methode nach Field und Swain [79] beschrieben. Hier wird direkt die analytische Lösung nach Hertz [77] auf die Entlastungskurve angewendet. Die Kontakttiefe zwischen Indenter und Probe kann hier direkt über die maximale Eindringtiefe und die Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung ermittelt werden.

Anhand der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurve wurde untersucht, inwieweit die einfache Auswertung nach Field und Swain von den Ergebnissen nach Oliver und Pharr abweicht. Anhand der Kurve von unbestrahltem EUROFER bei Raumtemperatur ergeben sich für die Eindringhärte nach Oliver und Pharr ein Wert von 2459 MPa und für die Härte nach Field und Swain 2434 MPa. Es zeigt sich, dass eine sehr gute Übereinstimmung der Ergebnisse erzielt wird und die Abweichung lediglich bei einem Prozent liegt. Somit ist eine Anwendung der Methode nach Field und Swain für die Bestimmung der Kontakttiefe gerechtfertigt, um valide Ergebnisse für die

Eindringhärte zu erzielen. Aufgrund der deutlich einfacheren Auswertung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven wird im Rahmen dieser Arbeit auf die Methode nach Field und Swain zurückgegriffen.

Zudem wurde anhand der Simulation die Ermittlung des Eindringmoduls untersucht und mit dem Elastizitätsmodul von EUROFER bei Raumtemperatur von 217 GPa und 300 °C von 202 GPa (vgl. 4.1) verglichen. Hierbei ist der Einfluss des für die Berechnung des Eindringmoduls verwendeten Anteils der Entlastungskurve betrachtet worden. Nach DIN EN ISO 14577 wird ein Bereich von 98 % bis 20 % der maximalen Belastung des Entlastungsanteils als üblich angegeben. Dieser Wertebereich kann abhängig von der Qualität der verwendeten Kraft-Eindringtiefe-Kurve auf die oberen 50 % beschränkt werden.

Tabelle 4.3: Eindringmodul von unbestrahltem EUROFER bei Raumtemperatur und 300 °C

Auswertebereich	E_{IT} bei 25 °C	E_{IT} bei 300 °C
40 N - 0 N	227 GPa	-
38 N - 10 N	224 GPa	211 GPa
38 N - 15 N	221 GPa	208 GPa
38 N - 20 N	219 GPa	206 GPa
E-Modul	217 GPa	202 GPa

In Tabelle 4.3 sind die auf Basis der Kurve von unbestrahltem EUROFER bei Raumtemperatur und 300 °C ermittelten Werte des Eindringmoduls aufgelistet. Insgesamt liegen die Werte alle über dem des Elastizitätsmoduls von EUROFER. Dies ist dadurch begründet, dass bei der Berechnung des Eindringmoduls nach DIN EN ISO 14577 der Aufwurf am Indenterrand nicht berücksichtigt wird. In [67] wurde gezeigt, dass dadurch überhöhte Werte für den Eindringmodul ermittelt werden. Hier zeigt sich, dass bei einer Verwendung der gesamten Entlastungskurve (40 N bis 0 N) für die Auswertung

ein im Vergleich zum Elastizitätsmodul um ca. 5 % höherer Eindringmodul ermittelt wird. Außerdem ist ersichtlich, dass eine Beschränkung des ausgewerteten Bereichs der Entlastungskurve eine Verringerung des ermittelten Eindringmoduls zur Folge hat. Dies ist auf eine sich verringernde Steigung der gefitteten Kurven bei max. Kraft zurückzuführen. Die auf den einzelnen Fittings basierenden Entlastungskurven sind in Abbildung E.13 und E.14 dargestellt. Insgesamt lässt sich der Elastizitätsmodul von EUROFER mittels dem Eindringmodul der Kraft-Eindringtiefe-Kurven mit 1 % für 25 °C und 2 % für 300 °C Abweichung bestimmen, wenn man sich auf 95 % und 50 % der Entlastungskurve beschränkt.

Es ist ersichtlich, dass mittels Bestimmung des Eindringmoduls durch Indentation die Temperaturabhängigkeit des elastischen Verhaltens von EUROFER beschrieben werden kann. Es ist jedoch wichtig, für vergleichende Auswertungen ein konsistentes Vorgehen mit konstantem Auswertebereich zu beachten. Des Weiteren zeigt sich, dass Veränderungen des Auswertebereichs der Entlastungskurve zu Schwankungen des Eindringmoduls führen können, die in der Größenordnung von Änderungen des Elastizitätsmoduls von EUROFER in einem Temperaturbereich von 100 ° liegen, vgl. Tabelle 4.1. Somit ist eine exakte Bestimmung des temperaturabhängigen elastischen Verhaltens von EUROFER stark vom gewählten Auswertebereich abhängig.

Außerdem werden bei den experimentellen Untersuchungen mittels der Hochtemperaturindentationsanlage Schwankungen in der Qualität der Entlastungskurve eine wichtige Rolle spielen, die die Ergebnisse weiter beeinflussen, vgl. Abbildung 4.10. Diese sind durch das Kühlsystem oder extern induzierte Schwingungen bedingt, die sich direkt auf das optische Messsystem auswirken. Hierauf wird in Kapitel 6 eingegangen.

4.4 Vergleich von Simulation und Experiment

In Abbildung 4.10 ist ein Vergleich zwischen einer experimentellen und der entsprechenden simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurve für unbestrahlten EUROFER bei Raumtemperatur aufgetragen. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung im Belastungsbereich der Kurven, und so bestätigt sich die Anwendbarkeit der Daten der Zugversuche als Materialdaten für die numerischen Berechnungen. Im Entlastungsteil ist bei geringen Kräften eine Abweichung der Kurven zu erkennen. Auf diesen Umstand wird in Kapitel 6 eingegangen.

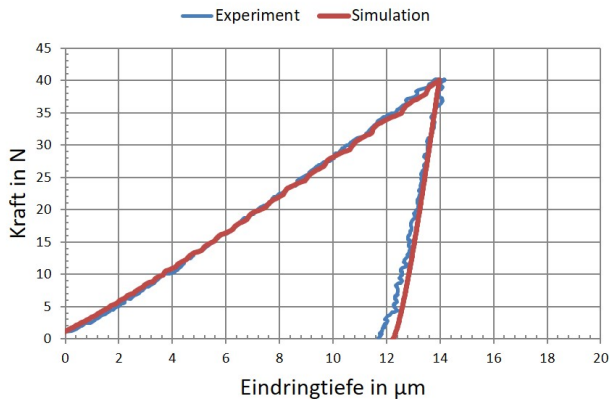


Abbildung 4.10: Experimentelle und simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER bei einer Prüftemperatur von 25 °C und Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers

Die simulierten Kurven im Belastungsbereich weisen einen stufigen Verlauf im Belastungsteil auf. Dies ist auf die iterative Berechnung des Kontakts zwischen Probe und Eindringkörper zurückzuführen, der für jeden Berechnungsschritt der numerischen Simulation bestimmt werden muss. In Hinblick auf die Auflösung der experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven, wurde der stufige Verlauf der simulierten Kurven als praktikabel erachtet.

Eine detaillierte vergleichende Betrachtung von Experiment und Simulation aller Materialzustände folgt in Kapitel 6.

5 Experimentelle Untersuchungen

In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse aus den bei hohen Temperaturen durchgeführten Experimenten dargestellt. Es wurden Versuche an unbestrahlten EUROFER-Proben mit einem Versuchsaufbau der Anlage außerhalb des Kontrollbereichs sowie Untersuchungen an unbestrahltem und bestrahltem Probenmaterial mit dem entgültigen fernhantierten Anlagenaufbau in der Materialprüfzelle des FML durchgeführt.

Ziel der experimentellen Untersuchungen war zunächst die Validierung und Überprüfung der Zuverlässigkeit. So konnten Fehlfunktionen und Unzulänglichkeiten für den Heißen Betrieb der Anlage identifiziert und anschließend durch zusätzliche Anpassungen der Anlage korrigiert werden. Zudem wurde der Einfluss verschiedener Versuchsparameter auf die Qualität der experimentellen Ergebnisse untersucht.

Zum einen wurde der Einfluss der Prüftemperatur auf das Materialverhalten von EUROFER untersucht. Hierzu wurden Versuche über einen Temperaturbereich bis 600 °C durchgeführt. Des Weiteren wurde der Einfluss der Bestrahlung auf das Materialverhalten bei unterschiedlichen Bestrahlungstemperaturen untersucht.

Neben Eindringprüfungen mittels Rockwellindenter mit kugelförmiger Spitze wurden Untersuchungen mit Vickersspitzen durchgeführt und mit Literaturergebnissen von EUROFER verglichen.

Zunächst werden die getesteten Proben von EUROFER bezüglich Geometrie und Präparation, der Wärmebehandlungen sowie der Bestrahlungsparameter beschrieben. Anschließend wird die Versuchsdurchführung mit den entsprechenden Parametern erläutert und die zugehörigen experimentellen Ergebnisse der Eindringprüfung werden dargestellt.

5.1 Untersuchte EUROFER-Proben

Im Rahmen dieser Arbeit wird der reduziert aktivierbare ferritisch-martensitische Stahl EUROFER geprüft. Diese Legierung steht aus dem *HFR-II B* Bestrahlungsprogramm in unterschiedlichen Bestrahlungszuständen am FML zur Verfügung.

Probengeometrie

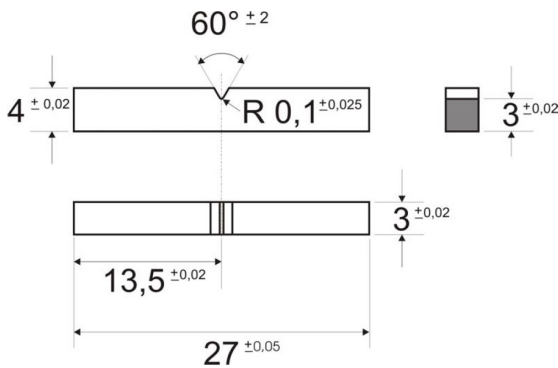


Abbildung 5.1: Kerbschlagbiegeprobe [44]; alle Maße in mm

In Abbildung 5.1 ist eine im Bestrahlungsprogramm verwendete Kerbschlagbiegeprobe dargestellt, siehe auch Abbildung F.4. Die Hälften mittels Kerbschlagversuchen geprüfter Proben wurden für die Untersuchungen in der Hochtemperaturindentationsanlage verwendet.

Bei den Untersuchungen an unbestrahltem Material wurden neben den miniaturisierten Kerbschlagbiegeproben ebenfalls halbe Dreipunktbiegeproben verwendet. Diese weisen die Maße von $15 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$ auf.

Wärmebehandlung

EUROFER wurde in zwei unterschiedlichen Wärmebehandlungszuständen untersucht:

- EUROFER-Anl: 980 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h
- EUROFER-WB: 1040 °C/0,5 h + 760 °C/1,5 h

Die Wärmebehandlungen unterscheiden sich durch ihre Austenitisierungstemperaturen. Die Behandlung bei 980 °C ist der Anlieferzustand (EUROFER-Anl) und entspricht der industriell aufgetragenen Wärmebehandlung. Zusätzlich zum Anlieferzustand wurde einigen unbestrahlten Proben eine Wärmebehandlung mit einer Austenitisierung bei 1040 °C mittels eines Vakuumofens unter Laborbedingungen aufgebracht (EUROFER-WB).

Alle bestrahlten Proben wurden im Anlieferzustand EUROFER-Anl untersucht.

Bestrahlungsparameter

Die untersuchten bestrahlten Proben wurden im Rahmen des *HFR-II-B*-Bestrahlungsprogramms mit einer Zielschädigung von 15 dpa bestrahlt, siehe Kapitel 2.2.3.

Die Kerbschlagproben wurden am FML mittels der instrumentierten Kerbschlagbiegeanlage geprüft. Für die Indentationsuntersuchungen wurden Hälften dieser geprüften Proben mit Bestrahlungstemperaturen von 250 °C, 300 °C, 400 °C und 450 °C verwendet.

5.2 Experimentelle Untersuchungen vor Versetzung der Anlage

Im Rahmen dieser Arbeit werden die experimentellen Ergebnisse eingeteilt in ihre Ermittlung vor und nach der Versetzung der Hochtemperaturindentationsanlage in eine Heiße Zelle.

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse besprochen, die mittels Anlage an ihrem Standort außerhalb des Kontrollbereichs gewonnen wurden. Dies beinhaltet die Validierung und Funktionalitätsüberprüfung der Anlage, die Ermittlung der Vickershärte sowie die instrumentierte Eindringprüfung von unbestrahlten EUROFER für die Untersuchung des Einflusses von verschiedenen Randbedingungen der Versuche auf die Ergebnisse.

5.2.1 Vickershärte von EUROFER bei Raumtemperatur

Vor der Versetzung der Anlage in eine Heiße Zelle wurde die Vickershärte von unbestrahltem EUROFER-Anl bei Raumtemperatur ermittelt. Diese Versuche wurden zum einen mittels der Hochtemperaturindentationsanlage sowie mit einer universellen Härteprüfmaschine *ZHU 0.2/Z2.5* (vgl. [108]) durchgeführt.

An beiden Anlagen wurde dieselbe Probe mit einem Prüfzyklus nach DIN EN ISO 6507 zur Bestimmung der Vickershärte HV getestet. Als Eindringkörper wurde hierfür der Standard-Vickers-Eindringkörper der Firma ZWICK verwendet. Dieser lässt sich mit einem zusätzlichen Adapter ebenfalls in der Hochtemperaturindentationsanlage einsetzen.

Es wurden die Härtewerte für HV 2 mit 19,61 N Belastung und einer Belastungsgeschwindigkeit von 2,5 N/s und für HV 4 mit einer Belastung von 39,22 N und Belastungsgeschwindigkeit von 4,7 N/s ermittelt. Diese werden aus einer optischen Vermessung der verbleibenden Eindrücke in der Probe berechnet. Die Versuche an der Hochtemperaturindentationsanlage wurden unter Vakuum und bei eingeschalteter Kühlung durchgeführt. Somit wurden die technischen Einflussfaktoren auf die Prüfkraftmessdose der Anlage berücksichtigt.

In Tabelle 5.1 sind die gemessenen Diagonalen der Eindrücke sowie die daraus berechneten Härtewerte HV 2 für beide Anlagen zusammengefasst. Die Ergebnisse zeigen für beide Anlagen eine sehr gute Übereinstimmung. Für die Hochtemperaturindentationsanlage ergibt sich ein mittlerer Härtewert

Tabelle 5.1: Ergebnisse der Indentationsexperimente zur Ermittlung der Vickershärte HV 2 von EUROFER-Anl bei Raumtemperatur

Indentations- anlage	F in N	d ₁ in μm	d ₂ μm	Härte HV 2
ZHU 0.2/Z2.5	19,16	127,98	129,73	223,2
ZHU 0.2/Z2.5	19,16	128,62	127,64	225,8
ZHU 0.2/Z2.5	19,16	128,83	128,03	224,7
HTI	19,16	129,88	127,38	224,0
HTI	19,16	128,56	129	223,5
HTI	19,16	128,3	128	225,6

Tabelle 5.2: Ergebnisse der Indentationsexperimente zur Ermittlung der Vickershärte HV 4 von EUROFER-Anl bei Raumtemperatur

Indentations- anlage	F in N	d ₁ in μm	d ₂ μm	Härte HV 4
ZHU 0.2/Z2.5	39,2	181,73	181,93	224,1
ZHU 0.2/Z2.5	39,2	182,29	181,51	223,9
ZHU 0.2/Z2.5	39,2	181,95	181,39	224,5
HTI	39,2	181,36	182,66	223,6
HTI	39,2	180,99	182,09	224,8
HTI	39,2	181,84	181,16	224,9

von 224,6 und für die ZHU 0.2/Z2.5 ein Wert von 224,4. Hiermit ergibt sich eine sehr geringe Abweichung von weniger als 0,1 %. Für beide Anlagen ist eine geringe Streuung der Ergebnisse der einzelnen Versuche erkennbar. Für die HTI liegt diese mit Mittel bei 0,4 % und für die ZHU 0.2/Z2.5 bei 0,37 %. Außerdem zeigen die Ergebnisse auch eine Übereinstimmung mit der ermittelten Vickershärte von 222 für EUROFER im Anlieferzustand [4]. Neben den HV 2- wurden auch HV 4-Werte ermittelt und zeigen ebenfalls eine sehr gute Übereinstimmung. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Tabelle 5.2 aufgelistet.

Folgende Schlussfolgerungen können aus den hier gezeigten Ergebnissen gezogen werden:

- Bestätigung der korrekten Funktion der Prüfkraftmessdose innerhalb der Vakuumkammer
- Grundsätzliche Bestätigung der sicheren Funktion von Anlage in Bezug auf Prüfablauf und Regelung
- Validierung der Messergebnisse mit den Werten anderen Prüfanlagen
- Bestätigung der Praktikabilität des angewendeten Präparationsverfahrens der Proben

5.2.2 Temperaturabhängige Vickers- und Brinellhärte

Neben Versuchen bei Raumtemperatur wurden auch Härtebestimmungen nach Vickers und Brinell bei erhöhten Temperaturen durchgeführt. Hierzu wurden die resultierenden Eindrücke der Indentationsversuche mittels eines optischen Mikroskops vermessen und entsprechend den Verfahren nach DIN EN ISO 6506 bzw. DIN EN ISO 6507 berechnet [57][58]. Diese Untersuchungen wurden an einer EUROFER-WB-Probe durchgeführt. Es wurden die Härten bis zu einer Temperatur von 500 °C mit dem Spitzenmaterial Saphir bestimmt, siehe [109].

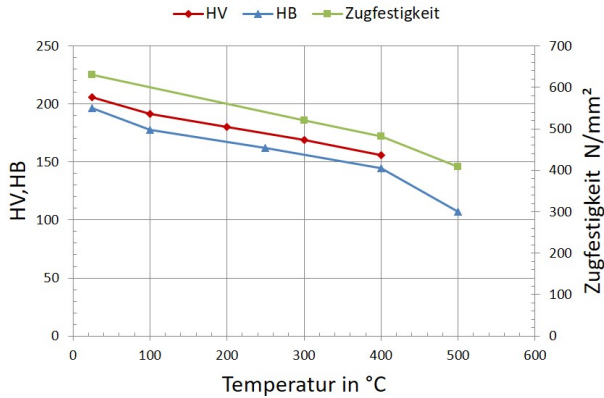


Abbildung 5.2: Härte nach Vickers und Brinell für EUROFER-WB [109]; vergleichend sind Literaturwerte für die Zugfestigkeit von EUROFER nach [106] aufgetragen

In Abbildung 5.2 ist der temperaturabhängige Verlauf der Vickershärte HV, der Brinellhärte HB sowie der Zugfestigkeit von EUROFER einer vergleichbaren Wärmebehandlung (1075 °C/0,5 h + 750 °C/2 h) [106] aufgetragen, vgl. Tabelle H.3. Für beide Härten zeigt sich mit steigender Temperatur ein kontinuierlicher Abfall der Härtewerte um ca. 25 % bis 400 °C. Bei weiterer Steigerung der Temperatur auf 500 ° ist der Abfall der Härte deutlich stärker. Die Brinellhärte HB fällt bei 500 °C um nahezu 50 % ab. Für Raumtemperatur ergibt sich eine Härte HV von 205. Dies ist eine Verringerung der Härte um ca. 9 % im Vergleich zum Anlieferzustand. Diese Verringerung der Härte aufgrund der abweichenden Wärmebehandlung vom Anlieferzustand von EUROFER deckt sich ebenfalls mit Beobachtungen von einer Verringerung um ca. 11 % aus [4]. Ein Vergleich mit der temperaturabhängigen Zugfestigkeit von EUROFER ([106][43]) zeigt, dass das temperaturabhängige Materialverhalten von EUROFER mittels der Hochtemperaturindentationsanlage sehr gut wiedergegeben werden kann. Dies wurde durch weitere Härteun-

tersuchungen nach Brinell an dem Material MANET II bei verschiedenen Wärmebehandlungen zusätzlich bestätigt, siehe [110].

5.2.3 Instrumentierte Eindringversuche

In diesem Abschnitt werden die Untersuchungen an EUROFER auf Basis der DIN EN ISO 14577 für die instrumentierte Eindringprüfung dargestellt. Die Untersuchungen wurden mittels der Hochtemperaturindentationsanlage vor der Versetzung und an ihrem Standort in der Materialprüfzelle durchgeführt. Es wurden Rockwell-Eindringkörper mit kugelförmiger Spitze und einem nominellen Radius von $200\ \mu\text{m}$ sowie Vickers-Eindringkörper verwendet. Als Spitzenmaterialien dienten Diamant und Saphir.

Ziel der Untersuchungen waren zum einen, die Kraft-Eindringtiefe-Kurven hinsichtlich verschiedener Einflussfaktoren zu untersuchen und somit die Grenzen der Anwendbarkeit der Anlage festzustellen. Hieraus können Randbedingungen für den Betrieb der Anlage festgelegt werden, um valide Untersuchungsergebnisse sicherzustellen. Der Fokus liegt auf Schwankungen der Messergebnisse sowie deren Ursachen und den funktionalen Besonderheiten der Hochtemperaturindentationsanlage. Bei diesen Untersuchungen wird das eigentliche Materialverhalten von EUROFER nicht betrachtet. Dies folgt in Abschnitt 5.3.

Experimentelle Vorgehensweise

Es wurden monozyklische Indentationsversuche mit folgenden Randbedingungen durchgeführt:

- Maximale Belastung von 20 N, 25 N und 40 N
- Be- und Entlastungsgeschwindigkeit von 0,5 N/s und 1 N/s
- Anfahrtgeschwindigkeit an die Probe von 0,1 mm/min
- Haltezeiten bei maximaler Last von 10-15 s

- Kraftschwelle für Detektion des Aufsetzpunkts auf die Probe von 0,8 N
- Kraftgeregelte Belastung aller Versuche

Die Temperierung von Eindringkörper und Probe wurde schrittweise in Abständen von 50 °C hochgefahren. Nach Erreichen der Prüftemperatur wurde diese mindestens 20 min konstant gehalten, bevor die Versuche gestartet wurden, um eine gleichmäßige Temperierung zu gewährleisten. Alle Versuche wurden in der Prüfkammer unter Hochvakuum im Bereich von 5×10^{-6} bis 2×10^{-5} mbar durchgeführt.

Bezüglich des Abstands der Eindrücke zueinander sowie vom Rand der Probe wurden die nach DIN EN ISO 14577 [56] vorgegebenen Richtwerte eingehalten. Bis zu einer Temperatur von 400 °C wurde ein Abstand von 1 mm zwischen den Eindrücken gewählt. Aufgrund der erhöhten Durchmesser bzw. Diagonalen wurde oberhalb von 400 °C der Abstand auf 1,5 mm erhöht. Die Dicke der Probe von 3 mm ist laut Norm ausreichend.

Bei Versuchen mit einem Rockwell-Eindringkörper ist der Übergang von Kugel zu Kegel bei einer Eindringtiefe von 26,79 μm zu beachten, da dieser den Anwendungsbereich für die sphärische Indentation begrenzt.

Die Detektion des Aufsetzpunkts des Indenters auf die Probe wurde mit 0,8 N von [3] übernommen. Dies bedeutet, dass die Anlage ab dieser Kraft in den kraftgeregelten Versuchsablauf umschaltet. Diese Kraftschwelle wird in der Versuchsauswertung in MATLAB ebenfalls als Grenzwert verwendet. Trotzdem kann es vereinzelt bei Versuchen in der Auswertung zu abweichenden Aufsetzpunkten kommen. Dies ist bedingt durch eine limitierte Aufnahmezeit der optischen Messmethode, bei der gleichzeitig Bilder mit Kraftwerten verknüpft werden. Bei vergleichenden Darstellungen und Auswertungen der Kraft-Eindringtiefe-Kurven wurden die Aufsetzpunkte einander angepasst, um scheinbare Abweichungen der Ergebnisse zu verhindern. Hierzu wurden die Ergebnisse der numerischen Simulationen in einem

geringen Kraftbereich herangezogen (vgl. Tabelle 4.2) und die experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven korrigiert.

Validierung der Ergebnisse bezüglich verschiedener Einflussfaktoren

Im Folgenden wird die Qualität der durch instrumentierte Eindringprüfungen der Hochtemperaturanlage ermittelten Ergebnisse untersucht. Es werden unterschiedliche Einflussfaktoren auf die gemessenen Kraft-Eindringtiefe-Kurven besprochen und auf deren Auswirkungen für die experimentelle Vorgehensweise eingegangen.

Anschließend wird auf das temperaturabhängige Materialverhalten von EUROFER in unbestrahltem sowie bestrahltem Zustand eingegangen.

Wiederholbarkeit der Messergebnisse

Die Wiederholbarkeit der Messergebnisse ist von besonderer Bedeutung, da die geringe Größe der verwendeten halben Kerbschlagbiegeproben sowie die insgesamt geringe Anzahl von bestrahlten Proben einen deutlich limitierenden Faktor darstellen. Hier muss auf Grund der geringen Anzahl möglicher Indentationen auf einer Probe darauf geachtet werden, eine möglichst hohe Zahl valider Versuchsdaten zu erhalten.

Aus diesem Grund wurden zunächst ohne direkte Betrachtung des Materialverhaltens die Messergebnisse anhand von Vickers-Kraft-Eindringtiefe-Kurven in EUROFER-Anl qualitativ untersucht. Die Versuche wurden bei 300 °C und 400 °C im Hochvakuum durchgeführt.

Pro Temperatur sind jeweils Kraft-Eindringtiefe-Kurven von drei aufeinander folgenden Prüfzyklen dargestellt, siehe Abbildung 5.3 und 5.4. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung für beide Prüftemperaturen im Bereich des Belastungsteils der Kurve sowie auch im Bereich des Entlastungsteils. Bei einer Betrachtung der größten Eindringtiefe bei maximaler Belastung ergeben sich für 300 °C eine relative Abweichung von 1,5 % und für 400 °C

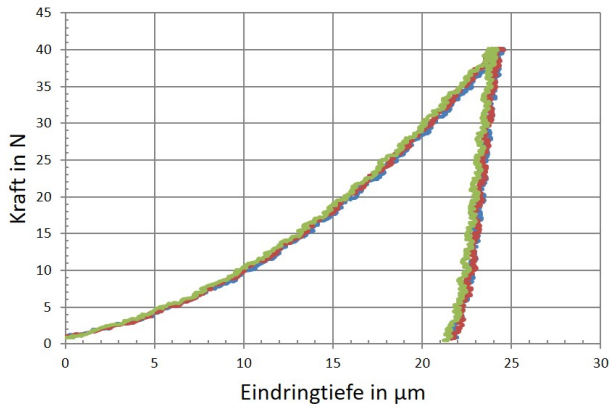


Abbildung 5.3: Drei Kraft-Eindringtiefe-Kurven eines Vickers-Eindringkörpers bei 300 °C

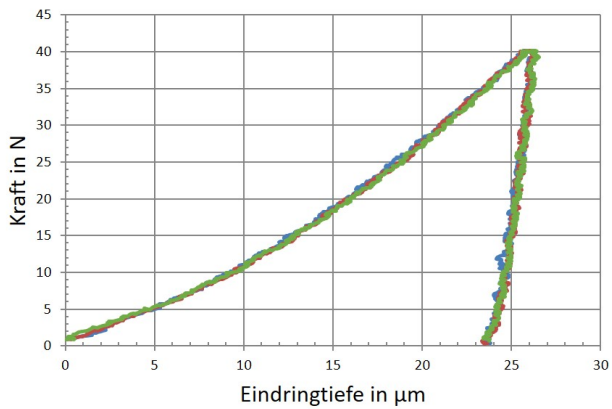


Abbildung 5.4: Drei Kraft-Eindringtiefe-Kurven eines Vickers-Eindringkörpers bei 400 °C

von 2,0 %. Für die Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung ergeben sich Abweichungen von 0,7 % bei 300 °C und von 2,4 % bei 400 °C.

Insgesamt zeigt sich ein zuverlässiger Betrieb ohne nicht identifizierbare Störfaktoren bei konstanten Rahmenbedingungen.

Weitere Faktoren, wie Beschädigungen der Indenterspitze oder hohe Druckschwankungen im Kühlmittelkreislauf, können jedoch weiterhin einen direkten Einfluss auf die Messergebnisse haben. Bei ungewöhnlichen Messergebnissen mit hohen Schwankungen muss somit die Auswertung bezüglich solcher Einflussfaktoren kritisch durchgeführt werden.

Setzeffekt

Während der Indentationsexperimente wurde ein Effekt identifiziert, der bei dem ersten Indentationsversuch einer Testreihe bei konstanten Testbedingungen auftreten kann. Dieser macht sich durch eine überhöhte Eindringtiefe bemerkbar. Dies wird auf ein Kippen der Probe durch den Probenspanner während des Einlegens auf den Probentisch zurückgeführt, was zu einer Verspannung der Probe zwischen Probenanschlag und Probenspanner führt (Abbildung 5.5).

Bei einem ersten Indentationsversuch kommt es bei der ersten Belastung der Probe durch den Indenter zu einem Ausgleich der Verkippung bis die Grundfläche der Probe gänzlich plan auf dem Probentisch aufliegt. Dies führt bedingt durch die optische Messmethode der Eindringtiefe zu einer scheinbar „negativen“ Bewegung der Probe, da sich bei dieser Messmethode u.U. die Reflexionsfläche (in Abbildung 5.5 rot markiert) in die negative z-Richtung bewegt und die Kontaktfläche nach unten. Durch die Berechnung der Eindringtiefe aus der Relativbewegung von Indenter und Probe ergibt sich somit eine Überschätzung der Eindringtiefe. Dieser Einfluss auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurve wird im Rahmen dieser Arbeit als Setzeffekt bezeichnet, da sich dieser Effekt bei folgenden Indentationsversuchen unter

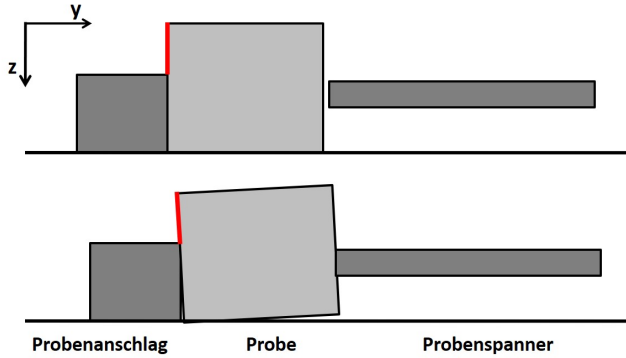


Abbildung 5.5: Prinzipielle Darstellung des Kippens der Probe durch den Probenspanner nach dem Einlegen der Probe

gleichbleibenden Bedingungen nicht wiederholt. Somit setzt sich die Probe während des ersten Versuchs in ihre optimale Position.

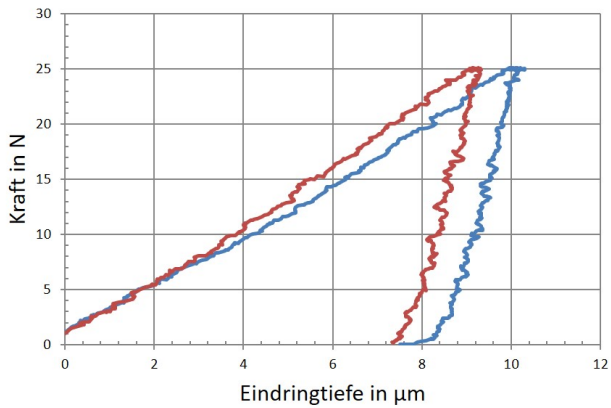


Abbildung 5.6: Vergleich von Kraft-Eindringtiefe-Kurven für einen validen Versuch (rot) sowie mit Setzeffekt behaftet (blau); Rockwell-Indenter

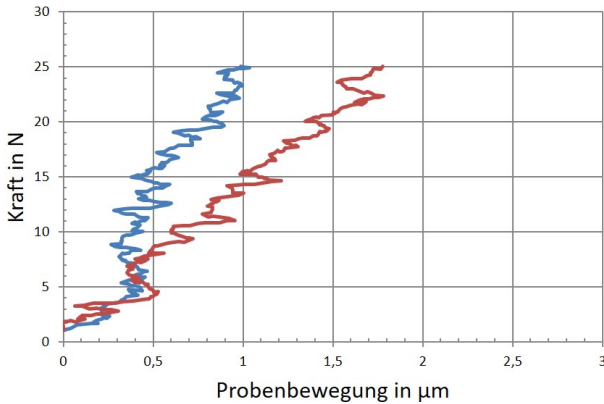


Abbildung 5.7: Vergleich der Probenbewegungen für einen validen Versuch (rot) sowie mit Setzeffekt behaftet (blau); Rockwell-Indenter

In Abbildung 5.6 sind die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für einen mit Setzeffekt behafteten fehlerhaften (blau) sowie einen validen Versuch (rot) und in Abbildung 5.7 die entsprechenden Bewegungen für die Probe der jeweiligen Versuche während der Belastung bei Raumtemperatur dargestellt.

In Abbildung 5.7 ist für den validen Versuch (rote Kurve) zu erkennen, dass während der Belastung eine kontinuierliche Probenbewegung in positive z-Richtung beobachtet werden kann. Dagegen zeigt sich in der blauen Kurve ab einer Kraft von 5 N eine Probenbewegung entgegengesetzt zur anfänglichen Bewegungsrichtung. Dies wird auf ein Verkippen der Probe zurückgeführt. Somit ergibt sich für den durch den Setzeffekt beeinflussten Versuch eine nominell größere Eindringtiefe, siehe die blaue Kurve in Abbildung 5.6. Die Tatsache, dass die Entlastungsgeraden der beiden Kraft-Eindringtiefe-Kurven die gleiche Form aufweisen, plausibilisiert das Vorhandensein des Setzeffekts während der Belastungsphase des Versuchs.

Ein solcher Effekt wurde bei unterschiedlichen Prüftemperaturen beobachtet und kann sich in unterschiedlichem Ausmaß sichtbar machen. Aus die-

sem Grund muss bei der Auswertung der Experimente die Proben- und Indenterbewegung bezüglich eines solchen Effekts kritisch untersucht werden und entsprechende Versuche einer Reihe gegebenenfalls außer Acht gelassen werden. Das Spannen der Probe mittels des Probenspanners ist unerlässlich, da nur so eine reproduzierbare Positionierung der Probe mit den Manipulatorhänden im fernhantierten Betrieb möglich ist.

Ferner kann es zu einem ähnlichen, aber viel deutlicheren Effekt durch Kippen der Probe, bedingt durch eine nicht plane Auflagefläche, kommen. Dieser Effekt ist schematisch in Abbildung 5.8 dargestellt.

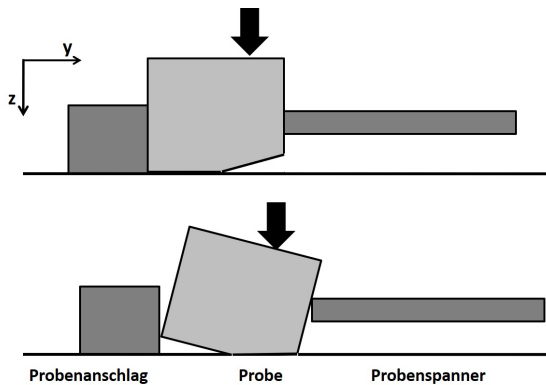


Abbildung 5.8: Prinzipielle Darstellung des Kippens während der Belastung aufgrund einer nicht planen Auflagefläche

In Abbildung 5.9 ist die Indenterbewegung und in Abbildung 5.10 die entsprechende Probenbewegung des Versuchs dargestellt. Es zeigt sich, dass es ab einer Belastung von ca. 4 N zu einem Kippen der Probe kommt. Dies wird in Abbildung 5.9 durch eine ansteigende Indenterbewegung fast ohne Anstieg der Kraft von ca. 23 μm deutlich. In Bezug auf die Probenbewegung zeigt sich dies durch eine relativ große negative Bewegung, die sich der Belastung überlagert und die Kurve nach links verschiebt. Bei ca. 5 N sogar für -4 μm fast ohne Kraftzunahme, vgl. Abbildung 5.10. Eine direk-

te quantitative Relation zwischen Indenter- und Probenbewegung lässt sich aufgrund der unsicheren Hebelverhältnisse nicht ohne Weiteres festlegen.

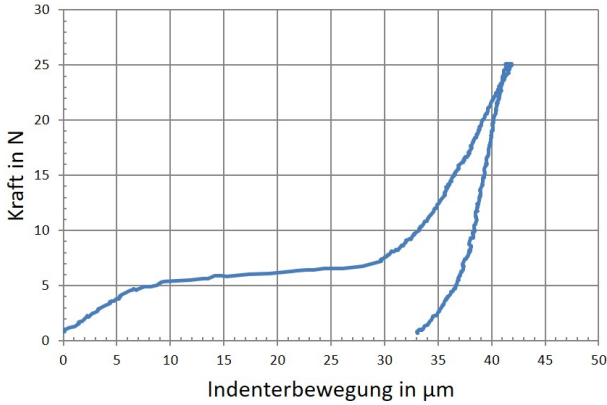


Abbildung 5.9: Indenterbewegung eines fehlerhaften Versuchs

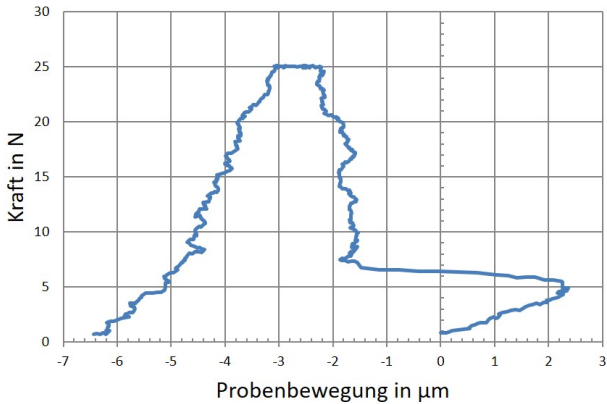


Abbildung 5.10: Probenbewegung eines fehlerhaften Versuchs

Grundsätzlich ist der zugrunde liegende Mechanismus der gleiche wie bei dem Kippen, bedingt durch den Probenspanner. Lediglich das Ausmaß

der Indenter- und Probenbewegung und somit der Fehler in der Kraft-Eindringtiefe-Kurve weichen signifikant voneinander ab. Diese Kurve ist in in Abbildung 5.11 dargestellt.

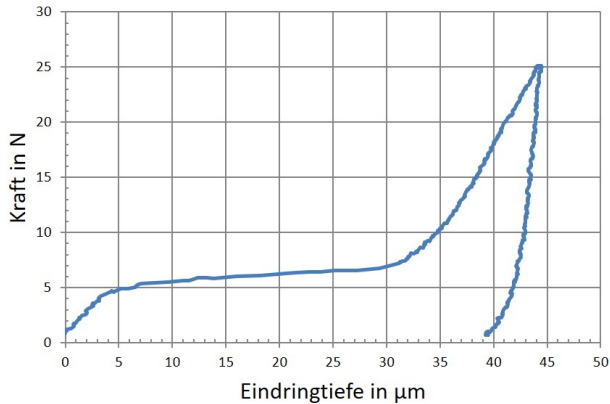


Abbildung 5.11: Fehlerhafte Kraft-Eindringtiefe-Kurve, bedingt durch eine nicht plane Grundfläche der Probe

Insgesamt macht dies die Notwendigkeit einer sorgfältigen Präparation der zu untersuchenden Proben ersichtlich. In der Metallografiezelle und der Materialprüfzelle ist hierzu jeweils ein sog. Fotostopfen vorhanden, durch den eine qualitative Betrachtung der präparierten Flächen möglich ist, vgl. Abbildung D.5. Hiermit können die präparierten Flächen in Bezug auf gravierende Fehler bewertet werden. Jedoch ist eine Bewertung der Parallelität der Auflagefläche zur Indentationsfläche der Probe nicht möglich. Des Weiteren ist auf den sorgsamsten Transport und die Handhabung der Proben in der Heißen Zelle und das Einlegen der zu untersuchenden Probe in den Probenhalter zu achten, um ein mögliches Verkippen der Probe und somit das Auftreten fehlerhafter Kraft-Eindringtiefe-Kurven auf ein Minimum reduzieren.

Abschließend kann festgehalten werden, dass ein Kippen der Probe während der Belastung relativ einfach anhand der Form der Kraft-Eindringtiefe-

Kurve zu erkennen ist. Dieser Effekt kann entsprechend der Probenpräparation bei mehreren Indentationsversuchen an einer Probe auftreten. Der Setzeffekt bedingt durch den Probenspanner tritt lediglich beim ersten Versuch an der entsprechenden Probe auf, da die Verspannung zwischen Probe und Spanner aufgelöst wird. Anschließende Versuche sollten fehlerfrei sein und eine gute Wiederholbarkeit aufweisen. Grundsätzlich ist ein Zusammenspiel beider Effekte nicht auszuschließen und eine genaue Aussage über eine grundsätzlich fehlerbehaftete Form der Kraft-Eindringtiefe-Kurven kann nicht getroffen werden. Insgesamt müssen alle Ergebnisse von Indentationsversuchen bezüglich der besprochenen Effekte auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurven kritisch betrachtet und ausgewertet werden.

Einfluss der Probenauflage

Bedingt durch die optische Eindringtiefenmessung und der damit einhergehenden Bedingung, dass die Fokusebenen der Probe und des Indenters in der gleichen optischen Ebene liegen müssen, ist die Positionierung der Indents auf der Probe in y -Richtung fest vorgegeben.

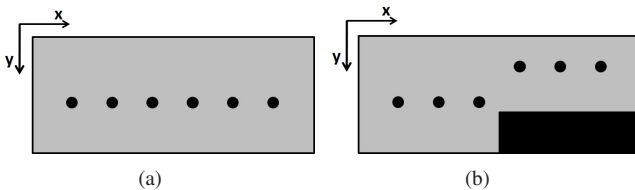


Abbildung 5.12: (a) Probe normal (b) Probe gefräst

Abbildung 5.12 (a) ist eine Draufsicht auf eine halbe Kerbschlagbiegeprobe. Um den Einfluss eines möglichen Kippens der Heizplatte zu untersuchen, wurde eine Probe speziell präpariert. Ein Teil der Probe, in Abbildung 5.12 (b) schwarz eingefärbt, ist um 2 mm abgefräst. Somit ist es möglich, Indentationsprüfungen in zwei unterschiedlichen x -Positionen durchzuführen.

Diese wurden mittels eines Rockwell-Indenters durchgeführt. In Abbildung 5.13 sind für jede getestete x-Position jeweils zwei Kraft-Eindringtiefe-Kurven dargestellt. Es konnte kein systematischer Fehler aufgrund der y-Position festgestellt werden.

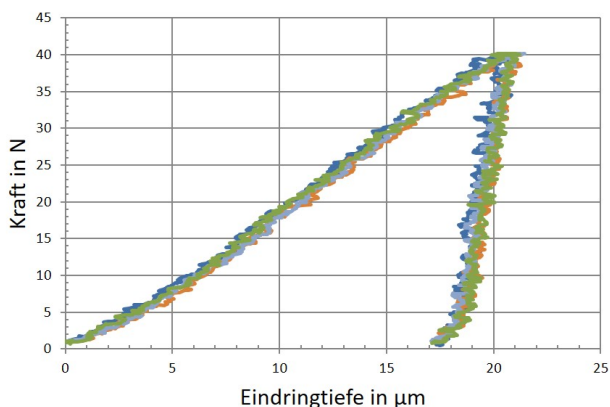


Abbildung 5.13: Jeweils zwei Kraft-Eindringtiefe-Kurven für beide geprüften x-Positionen auf der Probe bei 400 °C mit einem kugelförmigen Rockwell-Indenter

Es kann davon ausgegangen werden, dass es zu keiner Kippbewegung der Probenauflage kommt, die zu einem systematischen Fehler in der optischen Messmethode führt.

Zudem wird durch die Ergebnisse gezeigt, dass die Wiederholbarkeit der mittels der Hochtemperaturindentationsanlage ermittelten Ergebnisse neben dem Vickers-Indenter auch für den Rockwell-Indenter mit kugelförmiger Spitze gilt. Somit kann die Bauweise der für die Anlage speziell angefertigten Hochtemperaturindenter für unterschiedliche Spitzengeometrien als praktikabel angesehen werden.

Hochtemperaturuntersuchungen

In diesem Abschnitt werden Untersuchungen gezeigt, die zum Ziel haben die Funktionalität der Anlage und der Eindringkörper vor der Versetzung der Anlage in die Heiße Zelle zu bestätigen. Es soll im Rahmen von instrumentierten Eindringversuchen gezeigt werden, dass das temperaturabhängige Materialverhalten mittels der Hochtemperaturindentationsanlage wiedergegeben werden kann. Es soll hier keine explizite Aussage über das Materialverhalten gemacht werden, sondern eine qualitative Aussage über die Prüftemperaturabhängigkeit der Untersuchungen getroffen werden. Von Relevanz ist hierbei das Aufzeigen der Funktionalität der Anlage in ihrem Grenzbereich bei Temperaturen um $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Eine detaillierte Untersuchung und Quantifizierung des Materialverhaltens von EUROFER wird im nächsten Abschnitt 5.3 vorgenommen.

Es wurden Tests bis zu einer Temperatur von $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ an EUROFER-Anl-Proben durchgeführt. Aufgrund der hohen Temperaturen wird von einer hohen plastischen Verformung des Materials durch die Indentation ausgegangen. Aus diesem Grund und bedingt durch die geringe Probengröße wurde eine geringe Prüfkraft von 21 N gewählt, um vor allem bei Temperaturen von $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ eine gegenseitige Beeinflussung der Indents untereinander zu verhindern. In Abbildung 5.14 sind repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Prüftemperaturen von $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufgetragen, die mit einer Vickersspitze aus Saphir ermittelt wurden.

Es zeigt sich, dass das temperaturabhängige Materialverhalten durch die Versuche in plausibler Weise wiedergegeben werden kann. Die steigende Prüftemperatur bewirkt einen Anstieg der Eindringtiefe der Indenterspitze im Material. Dies lässt sich mit steigender Temperatur durch eine Abnahme des Widerstandes des Materials gegen plastische Verformung, ausgedrückt durch die Fließspannung, erklären. Somit sinkt die Steigung der Belastungskurve mit ansteigender Prüftemperatur.

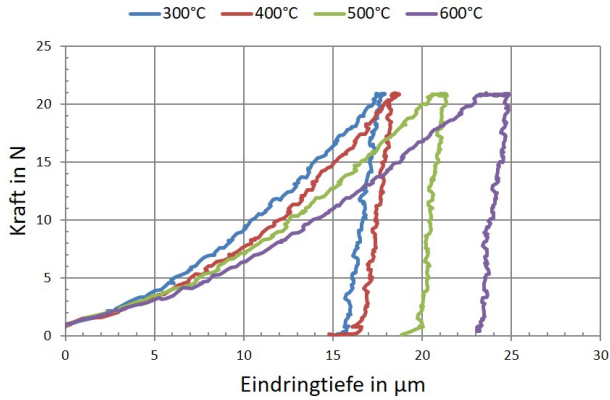


Abbildung 5.14: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-Anl bei Prüftemperaturen von 300 °C bis 600 °C für eine Vickersspitze aus Saphir

Für Prüfungen mit kugelförmigen Indenterspitzen zeigt sich ebenfalls eine gute Abbildung des temperaturabhängigen Materialverhaltens, siehe Abbildung 5.15. Es sei darauf hingewiesen, dass ein direkter Vergleich der hier dargestellten Kraft-Eindringtiefe-Kurven mit anderen Versuchen nicht ohne Weiteres möglich ist, da der hier verwendete Eindringkörper aus Saphir einen Radius von ca. 210 µm aufweist.

Wie für den Vickers-Indenter zeigt sich auch hier ein deutlicher Einfluss der Prüftemperatur auf das Materialverhalten. Neben der Zunahme der Eindringtiefe zeigt sich mit steigender Temperatur ein ausgeprägtes Kriechverhalten während der Haltephasen bei maximaler Prüfkraft für 500 °C und 600 °C. Besonders deutlich zeigt sich dies in Abbildung 5.15 schon ab einer relativ kurzen Haltephase von 15 Sekunden für Temperaturen ab 500 °C. In [104] wird eine Temperatur von 375 °C angegeben, ab der ein Kriechverhalten von EUROFER relevant wird. Da in Abbildung 5.15 bei 400 °C kein ausgeprägtes Kriechverhalten zu erkennen ist, wird davon ausgegan-

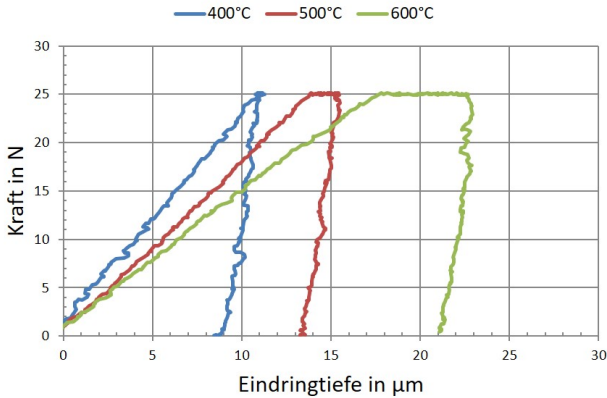


Abbildung 5.15: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-WB bei Prüftemperaturen von 400 °C bis 600 °C für einen Rockwell-Indenter mit Saphirspitze

gen, dass bei dieser Temperatur eine Haltezeit von 15 Sekunden zu kurz ist, um ein relevantes Kriechverhalten zu beobachten.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Hochtemperaturindention bis 600 °C möglich ist und somit die valide Prüfung von potenziellen Strukturmaterialien für die Anwendung in zukünftigen Fusionsreaktoren mittels der Anlage gegeben ist. Die ursprünglich festgelegte Zieltemperatur von 650 °C ([3][4]) wurde bei Heizversuchen erreicht und hatte anschließend keinerlei negative Auswirkungen auf den weiteren Betrieb der Anlage. Sie kann somit als mögliche Prüftemperatur für zukünftige Untersuchungen angenommen werden.

Fazit

Die im vorhergehenden Abschnitt dargestellten Ergebnisse der instrumentierten Eindringprüfungen an EUROFER bilden die Basis für die Untersuchungen von bestrahlten Proben im fernhantierten Betrieb.

Folgende Erkenntnisse konnten aus den Untersuchungen mittels der Hochtemperaturindentationsanlage gewonnen werden:

- Die Wiederholbarkeit der Kraft-Eindringtiefe-Kurven aufeinanderfolgender Versuche ist mittels der Anlage gegeben.
- Die Kraft-Eindringtiefe-Kurven müssen bezüglich einer unzulässigen Probenbewegung kritisch ausgewertet werden.
- Die Bauweise der Hochtemperaturindenter ist für unterschiedliche Spitzengeometrien praktikabel.
- Das temperaturabhängige und zeitabhängige Verhalten von EUROFER lässt sich mit der Anlage bis zu $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ und grundsätzlich auch höher beschreiben.

5.3 Experimentelle Untersuchungen von EUROFER mittels fernhantierten Betriebes

Im folgenden Abschnitt werden die Messergebnisse präsentiert, die mittels des endgültigen Anlagenaufbaus der Hochtemperaturindentationsanlage in der Heißen Zelle erzielt wurden. Für diese Untersuchungen wurde ein Rockwell-Indenter mit verrundeter Spitze aus Diamant mit einem nominalen Radius von $200\text{ }\mu\text{m}$ verwendet. Eine Vermessung von REM-Aufnahmen der Kugelspitze ergab einen Radius von $196\text{ }\mu\text{m}$. Dieser Wert wird für die Auswertungen der Messergebnisse angewendet und wurde auch für die vergleichenden Simulationsrechnungen verwendet, siehe Kapitel 4.3. Aufgrund der Verwendung einer Diamantspitze wurde eine maximale Prüftemperatur von $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ festgelegt.

Um eine übersichtliche Darstellung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven zu gewährleisten, wird pro Prüftemperatur jeweils nur eine repräsentative Kurve in den Abbildungen des folgenden Kapitels dargestellt. Im Rahmen der Untersuchungen wurde versucht, die Härtewerte auf der Basis von min. drei

Prüfungen pro Prüfzustand zu ermitteln. Aufgrund der geringen Probengröße und beschränkten Anzahl bestrahlter Proben war dies nicht bei allen Prüfzuständen möglich. Entsprechende Proben sind in den Tabellen der Härtewerte H.5 bis H.19 mit einem * gekennzeichnet. In Tabelle H.4 sind die untersuchten Proben mit ihren jeweiligen Bestrahlungszuständen aufgelistet.

Alle für die Bestimmung der Härtewerte genutzten experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven sind in Abhängigkeit der Prüf- und Bestrahlungstemperatur in den Abbildungen E.15 bis E.35 dargestellt.

5.3.1 Untersuchungen an unbestrahlten Proben

Zunächst wurden Untersuchungen an unbestrahlten EUROFER-Proben im Anlieferungszustand bei maximalen Belastungen von 25 N mit 0,5 N/s und 40 N mit 1 N/s durchgeführt. Dies hatte zum einen das Ziel, die Funktionsfähigkeit der Anlage in der Heißen Zelle zu bestätigen. Zum anderen dienten die Daten als Referenz für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen an bestrahlten EUROFER-Anl-Proben.

Für die Versetzung der Anlage an ihren Einsatzort in der Materialprüfzelle war es notwendig, den Anlagenverbund für einen reibungslosen Transport in seine Teilkomponenten zu zerlegen und im Kontrollbereich des FML wieder aufzubauen. Aus diesem Grund war es unerlässlich, die valide Funktion aller Teilkomponenten zunächst an unbestrahltem EUROFER-Anl mit bekanntem Materialverhalten zu bestätigen und eine Datengrundlage als Referenz für die Untersuchungen an bestrahlten Proben zu schaffen. Darüber hinaus konnte so ein Einfluss der im fernhantierten Betrieb deutlich längeren Medien- und Signalleitungen untersucht werden.

Einfluss der Prüftemperatur

Zunächst wurde der Einfluss der Prüftemperatur auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurven betrachtet. In Abbildung 5.16 sind die entsprechenden Kurven für

25 °C, 200 °C, 300 °C und 400 °C mit einer maximalen Kraft von 25 N dargestellt. Für den Vergleich wurden alle Kurven auf die Kraft 0,8 N, entsprechend des detektierten Aufsetzpunkts der Prüfzyklen, referenziert.

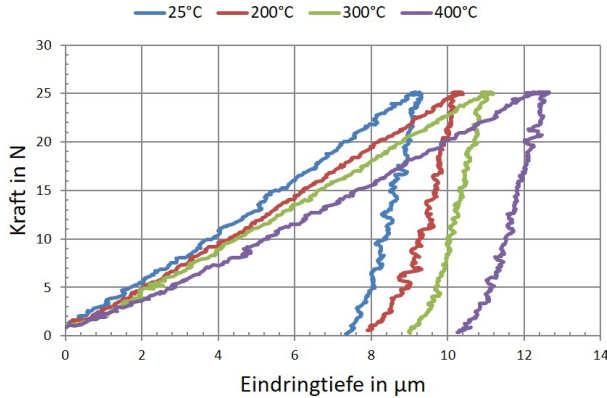


Abbildung 5.16: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von unbestrahltem EUROFER-AnI für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

Es ist deutlich eine konstante Zunahme der Eindringtiefe für eine steigende Prüftemperatur von 25 °C bis 400 °C festzustellen. Dies deckt sich mit den Beobachtungen anhand der Versuche vor der Versetzung der Anlage im vorherigen Abschnitt. Die Steigung der Entlastungsgeraden ist bei einem qualitativen Vergleich nahezu konstant. Dieses Verhalten ist unabhängig von der zuvor aufgetragenen plastischen Verformung des Materials und spiegelt das elastische Materialverhalten wieder. Im Vergleich mit der maximalen Eindringtiefe bei Raumtemperatur steigt diese bei 200 °C um 12 %, bei 300 °C um 20 % und bei 400 °C um 36 % an, vgl. Tabelle 5.3.

Anhand der Versuche bei 400 °C werden die Schwankungen der Ergebnisse bei gleichbleibenden Versuchsbedingungen an einer Probe aufgezeigt. Diese sind in Abbildung 5.17 dargestellt. Für diese verwendeten Kurven ergibt sich eine mittlere maximale Eindringtiefe bei 25 N von 12,6 μm und eine

Tabelle 5.3: Maximale Eindringtiefe nach Haltephase der temperierten Eindringversuche bei 25 N

Prüftemperatur	max. Eindringtiefe
25 °C	9,3 μm
200 °C	10,4 μm
300 °C	11,2 μm
400 °C	12,6 μm

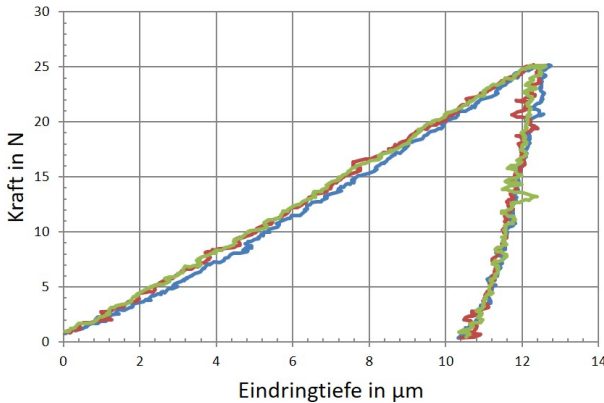


Abbildung 5.17: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

Standardabweichung von 0,06 μm auf Basis von drei Versuchen an einer Probe. In [3] wird eine Auflösung des optischen Messsystems der Hochtemperaturindentationsanlage von 100 nm angegeben. Somit liegt die Standardabweichung der hier betrachteten Messungen gleicher Versuchsbedingungen im Bereich der Auflösung des optischen Systems. Dies erschwert es, die Ursachen für die Schwankungen der Messungen zu ermitteln.

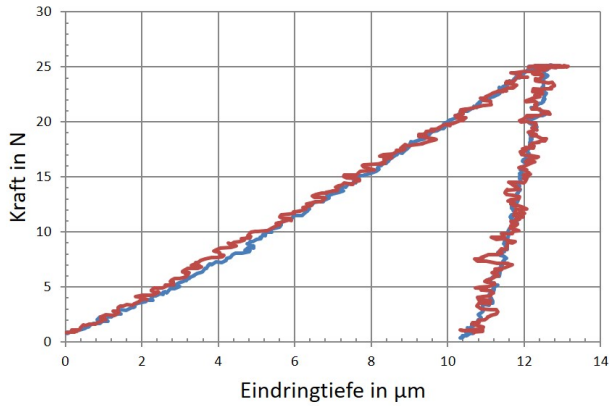


Abbildung 5.18: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C vor (rot) und (blau) nach der Versetzung der Anlage von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

Weiterhin wird anhand dieser Tests ein Vergleich mit Indentationsergebnisse aus Versuchen vor dem Versetzen der Anlage in die Heiße Zelle durchgeführt. In Abbildung 5.18 sind die entsprechenden Kurven dargestellt, rot für den Anlagenaufbau vor und blau nach der Versetzung der Anlage. Der Verlauf beider Kurven zeigt eine sehr gute Übereinstimmung im Belastungsanteil sowie Entlastungsanteil. Die Tatsache, dass das Materialverhalten von EUROFER-Anl bei beiden Aufbauten der Anlage in gleicher Weise wiedergegeben wird, zeigt die valide Gesamtfunktion der Anlage im fernhantierten Betrieb. Die höhere systematische Schwankung der roten Kurve ist auf die Druckschwankungen des bei diesem Test verwendeten Kühlaggregats zurückzuführen. An einer weiteren Probe wurden Versuche mit einer Belastungsgeschwindigkeit von 1 N/s und einer maximalen Belastung von 40 N durchgeführt. Repräsentative Kurven der Versuche sind in Abbildung 5.19 dargestellt. Im Vergleich mit der maximalen Eindringtiefe bei Raumtemperatur steigt diese bei 200 °C um 16 %, bei 300 °C um 23 % und bei 400 °C um 34 % an, vgl. Tabelle 5.4.

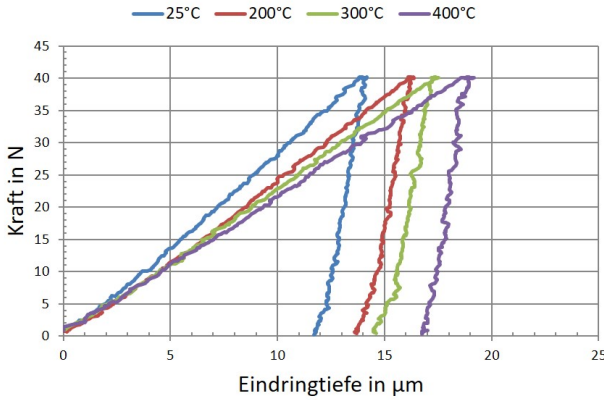


Abbildung 5.19: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

Tabelle 5.4: Maximale Eindringtiefe nach Haltephase der temperierten Eindringversuche bei 40 N

Prüftemperatur	max. Eindringtiefe
25 °C	14,2 µm
200 °C	16,4 µm
300 °C	17,5 µm
400 °C	19,0 µm

In Tabelle 5.5 sind die Eindringtiefen bei 25 N für die Kraft-Eindringtiefe-Kurven der Abbildungen 5.16 und 5.19 aufgelistet. Hier zeigt sich, dass beide Versuchsreihen ein übereinstimmendes Materialverhalten von EUROFER-Anl abbilden.

In Abbildung 5.20 sind die Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C für eine Belastung von 40 N dargestellt. Für diese Kurven ergibt sich eine mittlere maximale Eindringtiefe bei 40 N von 19,1 µm und eine Standardabweichung von 0,5 µm.

Tabelle 5.5: Eindringtiefe bei Erreichen von 25 N der temperierten Eindringversuche aus Abbildung 5.16 und 5.19

Prüftemperatur	Eindringtiefe $F_{max} = 25\text{ N}$	Eindringtiefe $F_{max} = 40\text{ N}$
25 °C	9,1 μm	8,9 μm
200 °C	10,3 μm	10,35 μm
300 °C	11,1 μm	11,0 μm
400 °C	12,3 μm	11,6 μm

chung von 0,13 μm , ermittelt für die Eindringtiefe bei maximaler Belastung von 40 N auf Basis von drei Versuchen.

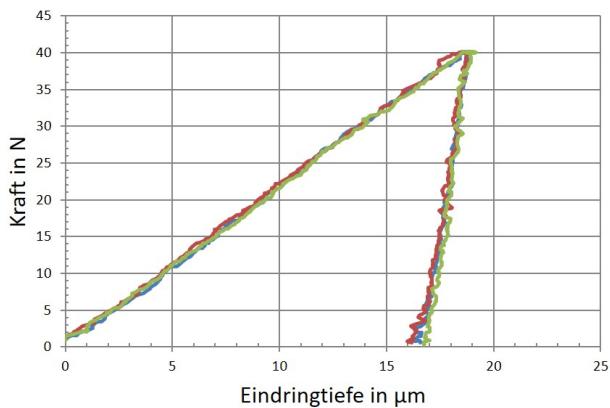


Abbildung 5.20: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

Insgesamt zeigt sich durch die Untersuchungen eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit der Härte des EUROFER-Anl, eine Bestätigung der Beobachtungen aus Abschnitt 5.2.3.

In Bezug auf die Wiederholbarkeit der Ergebnisse wurde gezeigt, dass die

Standardabweichungen der maximalen Eindringtiefe im Bereich der Messgenauigkeit des optischen Systems liegt. Des Weiteren bestätigen die vorgestellten Untersuchungen eine korrekte Funktion aller Teilkomponenten der Hochtemperaturindentationsanlage in der Heißen Zelle. Somit ist ein stabiler fernhantierter Betrieb der Anlage gewährleistet und eine valide Prüfumgebung für zukünftige Untersuchungen gegeben.

Bestimmung der Härte des unbestrahlten EUROFER

Aus den Datensätzen der ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven wurden unterschiedliche Härtewerte für einen kugelförmigen Rockwell-Indenter mit einem realen Radius von $196 \mu\text{m}$ ermittelt:

- Härte nach der Definition von Meyer durch optische Vermessung
- Martenshärte für einen kugelförmigen Eindringkörper auf Basis der Kraft-Eindringtiefe-Kurven
- Eindringhärte für einen kugelförmigen Eindringkörper auf Basis der Kraft-Eindringtiefe-Kurven

Die Härte nach Meyer ist definiert als der Quotient der maximalen Belastung und der projizierten Kontaktfläche zwischen Indenter und Probe. Die Kontaktfläche wurde im Rahmen dieser Arbeit durch die optische Vermessung der resultierenden Eindrücke ermittelt. Die projizierte Kontaktfläche entspricht einer Kreisfläche und kann direkt aus den gemessenen Durchmessern der Eindrücke berechnet werden. Diese Härte wird im Rahmen dieser Arbeit als Meyerhärte bezeichnet, vgl. Gleichung 2.12.

Die Martenshärte ist in DIN EN ISO 14577 [56] lediglich für den Vickers- und Berkovich-Indenter definiert. Unter der Annahme einer idealen Kugelform wird diese Härte im Rahmen dieser Arbeit auch unter Verwendung eines kugelförmigen Eindringkörpers ermittelt. Bei dieser Härte-Definition

wird die reale Oberfläche zwischen Indenter und Probe verwendet, die mittels der Flächenfunktion der Kugel berechnet werden kann, vgl. Gleichung 2.6. Mit den kontinuierlich aufgezeichneten Daten und den daraus ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven können Härten für geometrisch ähnliche Indents, also bei gleichen Eindringtiefen, ermittelt werden. Hier ist zu beachten, dass bei der Martenshärte das plastische wie auch das elastische Materialverhalten berücksichtigt wird.

Die Eindringhärte ist in DIN EN ISO 14577 [56] definiert, vgl. Kapitel 2.3.2. Die von Oliver und Pharr [59] entwickelte Methode nutzt ein Potenzgesetz zur Beschreibung des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurven, durch das sich die Kontakttiefe zwischen Probe und Eindringkörper bestimmen lässt. Die Berechnung dieser Härtewerte basiert auf der Definition nach Meyer, vgl. Gleichung 2.7. Field und Swain [79] haben vorgeschlagen, die Kontakttiefe zwischen Indenter und Probe unter der Annahme einer komplett elastischen Rückverformung während der Entlastung der Indentationsversuche zu ermitteln. Hierzu wird die analytische Lösung nach Hertz angewendet. Die Kontakttiefe der Indentation ergibt sich als Mittelwert der Eindringtiefe bei maximaler Belastung und der resultierenden Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung. Diese Werte können direkt aus der Kraft-Eindringtiefe-Kurve ermittelt werden. In Kapitel 4 wurde anhand der Simulationen gezeigt, dass mit der Methode nach Field und Swain und der Methode nach Oliver und Pharr vergleichbare Werte ermittelt werden. Aufgrund der deutlich einfacheren Auswertung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven wird im Folgenden auf die Methode nach Field und Swain für die Ermittlung der Kontakttiefe zurückgegriffen. Die Zahlenwerte der einzelnen Härtewerte sind in den Tabellen H.5 bis H.19 aufgetragen.

In Abbildung 5.21 sind die ermittelten Meyer-, Martens- und Eindringhärtewerte für Versuche an unbestrahltem EUROFER-Anl dargestellt. Diese entsprechen der Versuchsreihe der in Abbildung 5.19 dargestellten Kraft-Eindringtiefe-Kurven.

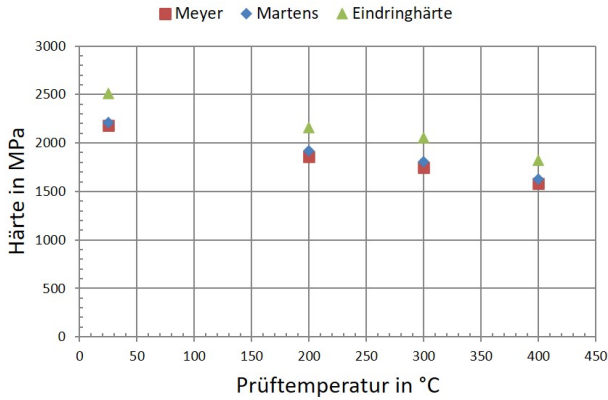


Abbildung 5.21: Meyer-, Martens- und Eindringshärte ermittelt für Versuche an unbestrahltem EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen

Für die unterschiedlichen Härtewerte zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der Temperaturabhängigkeit der Härte. Bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C sinkt die Meyerhärte um 27 %, die Martenshärte um 27 % und die Eindringshärte um 27 % der jeweiligen Härte bei Raumtemperatur ab.

In Tabelle 5.6 und H.5 bis H.7 ist für alle Härtewerte das Absinken der Härtewerte über den gesamten Prüftemperaturbereich aufgelistet.

Tabelle 5.6: Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur normiert auf den Wert bei Raumtemperatur

Härte	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
Meyer	100 %	85 %	80 %	73 %
Martens	100 %	87 %	82 %	73 %
Eindringshärte	100 %	86 %	82 %	73 %

Die Tatsache, dass die aus den optischen Vermessungen der Eindrücke berechneten Meyerhärten und die aus den Daten der Kraft-Eindringtiefe-

Kurven ermittelten Martens- und Eindringhärten eine übereinstimmende Temperaturabhängigkeit von EUROFER-Anl aufweisen, zeigt, dass die durch die instrumentierte Eindringprüfung ermittelten Daten als valide angesehen werden können.

Ferner wurde untersucht, in welchem Maße sich die Kraftabhängigkeit der Härte, ermittelt mittels kugelförmigen Eindringkörpern, auf den temperaturabhängigen Verlauf der Materialhärte auswirkt. Hierzu wurde die Martenshärten zum einen bei jeweils der maximalen Belastung und somit nicht geometrisch ähnlichen Eindrücken ausgewertet. Zum anderen wurde die Martenshärte bei jeweils einer Eindringtiefe von $10\ \mu\text{m}$ ermittelt. In Abbildung 5.22 sind diese Härten vergleichend dargestellt, vgl. Tabelle H.7 und H.8. Als Datengrundlage dient auch hier die Versuchsreihe der Kraft-Eindringtiefe-Kurven aus Abbildung 5.19.

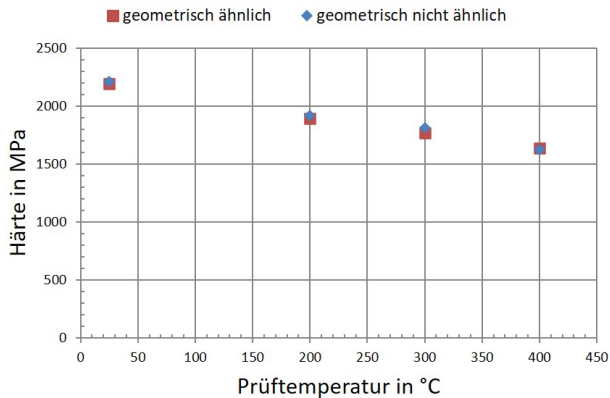


Abbildung 5.22: Martenshärten für geometrisch ähnliche ($h=10\ \mu\text{m}$) und geometrisch nicht ähnliche ($F=F_{max}$) Eindrücke für unbestrahlten EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen

Die Härtewerte liegen in einer sehr guten Übereinstimmung in Bezug auf die Temperaturabhängigkeit. In absoluten Härtewerten liegt die maximale Abweichung bei $300\ ^\circ\text{C}$ bei ca. 2,4 %, siehe Tabelle 5.7.

Tabelle 5.7: Prozentuale Abweichung der Härtewerte von geometrisch ähnlichen und nicht geometrisch ähnlichen Eindrücken

25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
0,6 %	1,2 %	2,4 %	0,3 %

Grundsätzlich zeigt sich, dass die aus geometrisch ähnlichen Eindrücken bestimmten Härtewerte geringer sind als die aus geometrisch nicht ähnlichen Eindrücken. Ein mögliche Erklärung hierfür kann die Kraftabhängigkeit der Kugelhärte sein. Mit einer steigenden Prüfkraft sinkt der berechnete Härtewert des Materials. Ein solches Verhalten wurde für Metalle ebenfalls von Gibmeier beobachtet [111]. Die Tatsache, dass sich diese Abweichung bei 400 °C nicht zeigt, wird auf statistische Messschwankungen zurückgeführt. Im Vergleich zum temperaturabhängigen Abfallen der Härtewerte von EUROFER-Anl (Tabelle 5.6) wird deutlich, dass diese Abweichungen keinen signifikanten Einfluss auf die Bewertung des temperaturabhängigen Verhaltens des Materials aufweisen.

Insgesamt zeigt sich durch die Berechnung der unterschiedlichen Härtewerte eine vergleichbare Temperaturabhängigkeit des Materialverhaltens. In absoluten Werten unterscheiden sich diese Werte jedoch deutlich voneinander. Dies ist bedingt durch die unterschiedlichen Definitionen der Härten in Bezug auf die unterschiedliche Bestimmung der Kontaktfläche. Zum anderen wird das Aufwurfverhalten des Material nur bei der Meyerhärte, die auf der optischen Vermessung der verbleibenden Eindrücke beruht, berücksichtigt. Dies wird im Abschnitt 6 genauer diskutiert.

5.3.2 Untersuchungen an bestrahlten Proben

Folgend werden die Untersuchungen von bestrahlten Proben in der Anlage vorgestellt. Es standen Proben mit unterschiedlichen Bestrahlungstempera-

turen zur Verfügung, die mit einer nominellen Zielschädigung von 15 dpa im Rahmen des HFR IIB-Programms bestrahlt wurden.

Ziel dieser Untersuchungen ist eine Betrachtung des Bestrahlungseinflusses auf das Material EUROFER in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur und der Prüftemperatur. Des Weiteren werden die Möglichkeiten von Wärmebehandlungen zur Ausheilung der Bestrahlungsschädigung und anschließender Prüfung direkt in der Hochtemperaturindentationsanlage untersucht.

Einfluss der Bestrahlungs- und Prüftemperatur

In diesem Abschnitt werden bestrahlter EUROFER-Anl bei Bestrahlungstemperaturen von 300 °C, 400 °C und 450 °C bei verschiedenen Prüftemperaturen untersucht und die Ergebnisse mit dem unbestrahlten Zustand verglichen. Ein Teil der bestrahlten Proben konnte an einem optischen Mikroskop innerhalb der Zelle untersucht und somit die resultierenden Eindrücke der Indentationsversuche vermessen werden. Hieraus konnten, neben der Eindringhärte und der Martenshärte, die Härte nach der Definition nach Meyer in Abhängigkeit von der Prüftemperatur für die verschiedenen Bestrahlungstemperaturen berechnet werden.

Es wurde versucht, für die einzelnen Bestrahlungszustände einen relativ großen Prüftemperaturbereich abzubilden. Grundsätzlich sollte für jeden Parameter die Bewertung auf min. drei Tests beruhen. Bei einigen Prüftemperaturen war dies jedoch aufgrund von Störungen während der Versuche und der begrenzten Anzahl der zur Verfügung stehenden bestrahlten Proben nicht möglich.

Bestrahlungstemperatur von 300 °C

In Abbildung 5.23 sind repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurven für eine bei 300 °C bestrahlte Probe bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C dargestellt.

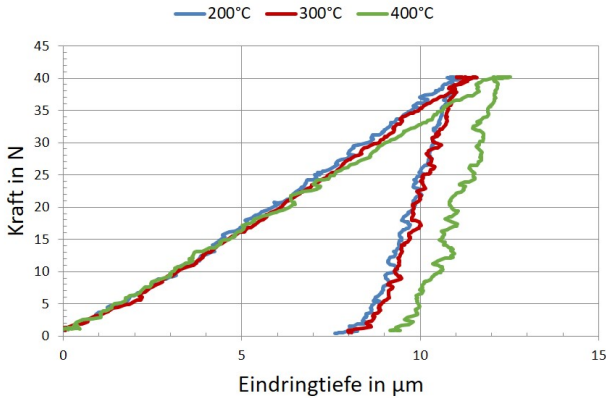


Abbildung 5.23: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 300 °C bestrahltem EUROFER-AnI

Hier ist deutlich eine Abnahme der Eindringtiefe und somit eine starke Verfestigung von EUROFER-AnI im Vergleich zum unbestrahlten Zustand über den gesamten Temperaturbereich zu beobachten, vgl. Abbildung 5.19. Bei einer Temperatur von 400 °C wird lediglich noch eine Eindringtiefe von 12,5 μm erreicht. Bei dieser Prüfserie war eine eindeutige Aussage für die Bewertung bei Raumtemperatur nicht möglich. Es wird vermutet, dass dies durch einen Einfluss der Auflagefläche der Probe ein Messfehler entstanden ist.

In Abbildung 5.24 sind die Härtewerte für die in Abbildung 5.23 dargestellten Kraft-Eindringtiefe-Kurven aufgetragen. Aufgrund des erwähnten Messfehlers bei Raumtemperatur steht hier lediglich die Meyer-Härte auf Basis der vermessenen Eindrücke zur Verfügung. Um trotzdem einen Vergleichswert angeben zu können, wurden die Martens- und die Eindringhärte bei Raumtemperatur auf Basis eines simulierten Indentationsexperiments abgeschätzt. Im Vergleich zum unbestrahlten Zustand ist eine signifikante Erhöhung aller Härtewerte zu erkennen, vgl. Abbildung 5.21.

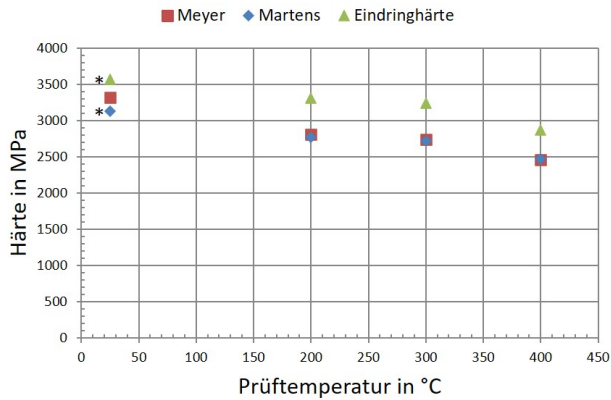


Abbildung 5.24: Meyer-, Martens- und Eindringshärte ermittelt für Versuche an bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

Es ist eine im Vergleich zum unbestrahlten Zustand ebenfalls kontinuierliche Abnahme der Härtewerte zu beobachten. Bis zu einer Prüftemperatur 400 °C sinkt die Meyerhärte um 26 %, die Martenshärte um 21 % und die Eindringshärte um 20 % der jeweiligen Härte bei Raumtemperatur ab. In Tabelle 5.8 ist das prozentuale Absinken der Härtewerte über den gesamten Prüftemperaturbereich übersichtlich dargestellt. Die Absolutwerte sind die Tabelle H.11 bis H.13 aufgelistet.

Tabelle 5.8: Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C

Härte	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
Meyer	100 %	85 %	83 %	74 %
Martens	100 %	89 %	87 %	79 %
Eindringshärte	100 %	93 %	90 %	80 %

Bestrahlungstemperatur von 400 °C

In Abbildung 5.25 sind repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurven für eine bei 400 °C bestrahlte Probe bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C dargestellt.

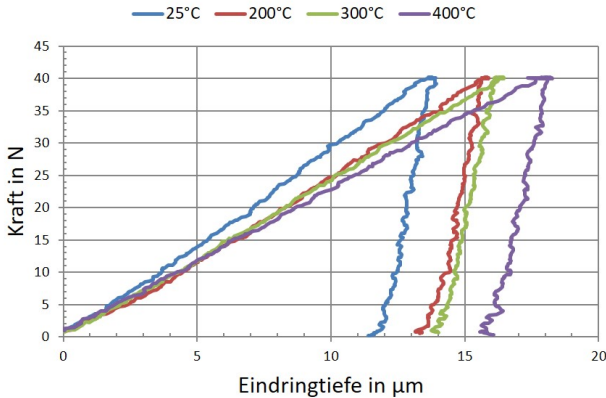


Abbildung 5.25: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl

Die Eindringtiefe steigt bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C von 13,9 μm auf 18,3 μm an. Insgesamt ist über den gesamten Prüftemperaturbereich eine nur noch geringe Verringerung der Eindringtiefe im Vergleich zum unbestrahlten Zustand zu beobachten, vgl. Abbildung 5.19. Im Vergleich zur Bestrahlungstemperatur von 300 °C ist eine messbare Verringerung der Verfestigung von EUROFER-Anl bei allen Prüftemperaturen zu beobachten.

In Abbildung 5.26 sind für die Versuchsreihe der in Abbildung 5.25 dargestellten Kraft-Eindringtiefe-Kurven die entsprechenden Härtewerte aufgetragen. Auch bei dieser Bestrahlungstemperatur von 400 °C ist eine kontinuierliche Abnahme mit steigender Prüftemperatur deutlich zu erkennen. Bis zu einer Prüftemperatur 400 °C sinkt die Meyerhärte um 25 %, die Martenshärte um 25 % und die Eindringhärte um 26 % der jeweiligen Härte bei

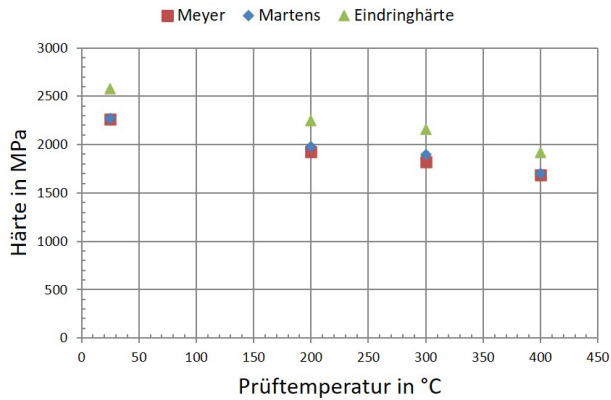


Abbildung 5.26: Meyer-, Martens- und Eindringshärte ermittelt für Versuche an bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen

Raumtemperatur ab. In Tabelle 5.9 ist das prozentuale Absinken der Härtewerte über den gesamten Prüftemperaturbereich übersichtlich dargestellt. Die Absolutwerte sind die Tabelle H.14 bis H.16 aufgelistet.

Tabelle 5.9: Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 400 °C

Härte	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
Meyer	100 %	85 %	80 %	75 %
Martens	100 %	87 %	84 %	75 %
Eindringshärte	100 %	87 %	84 %	74 %

Bestrahlungstemperatur von 450 °C

In Abbildung 5.27 sind repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurven für eine bei 450 °C bestrahlte Probe bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C dargestellt.

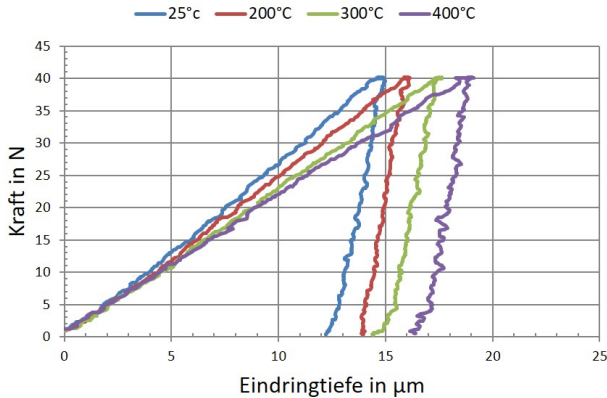


Abbildung 5.27: Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl

Es zeigt sich, wie schon im unbestrahlten Zustand des EUROFER-Anl, ein ausgeprägter Einfluss der Prüftemperatur auf die Eindringtiefe und somit auf den Widerstand des Materials gegen plastische Verformung. Die Eindringtiefe steigt bis zu einer Prüftemperatur von 400 °C von 14,9 µm auf 19,1 µm an. Bei einem Vergleich mit den temperaturabhängigen Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl (vgl. Abbildung 5.19), ist insgesamt eine gute Übereinstimmung zu erkennen. Dies lässt darauf schließen, dass es bei einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C zu keiner signifikanten Verfestigung von EUROFER-Anl kommt.

In Abbildung 5.28 sind für die Versuchsreihe der in Abbildung 5.27 gezeigten Kraft-Eindringtiefe-Kurven die Härtewerte aufgetragen. Die Zahlenwerte sind den Tabellen 5.10 und H.17 bis H.19 aufgetragen. Für alle Härten ist

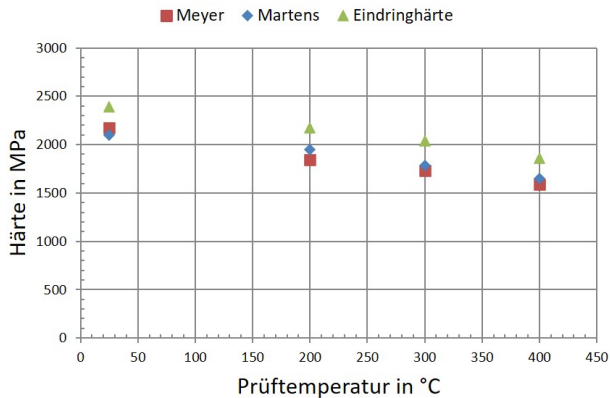


Abbildung 5.28: Meyer-, Martens- und Eindringshärte ermittelt für Versuche an bei 450 °C bestrahlten EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen

eine kontinuierliche Abnahme mit steigender Prüftemperatur deutlich zu erkennen. Bis zu einer Prüftemperatur 400 °C sinkt die Meyerhärte um 27 %, die Martenshärte um 21 % und die Eindringshärte um 22 % der jeweiligen Härte bei Raumtemperatur ab.

Tabelle 5.10: Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C

Härte	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
Meyer	100 %	85 %	80 %	73 %
Martens	100 %	93 %	85 %	79 %
Eindringshärte	100 %	91 %	85 %	78 %

Insgesamt kann für alle Bestrahlungstemperaturen eine relativ konstante Abnahme der Härtewerte mit steigender Prüftemperatur beobachtet werden. Eine detaillierte und vergleichende Betrachtung der verschiedenen Bestrah-

lungszustände erfolgt in Kapitel 6. Dennoch lässt sich hier bereits anhand der gezeigten Ergebnisse sagen, dass sich das bestrahlungsinduzierte Verfestigungsverhalten des Materials EUROFER sowie die entsprechenden Temperaturabhängigkeiten durch die instrumentierte Eindringprüfung untersuchen und quantifizieren lassen.

5.3.3 Einfluss von Nachbestrahlungswärmebehandlungen

Die durch die Bestrahlung erzeugten Defekte führen im Atomgitter zu sog. Frenkel-Paaren aus Leerstellen und Zwischengitteratomen, die zu einer Verfestigung des Materials führen. Durch die Wärmebehandlungen eines so geschädigten Materials ist es möglich, diese Gitterdefekte auszuheilen. Die hohen Temperaturen erhöhen die Beweglichkeit der Zwischengitteratome und erlauben es ihnen, durch das Gitter zu wandern und sich an Leerstellen anzulagern. Diese Leerstellen stellen für die Atome eine energetisch günstigere Position dar. Durch eine ausreichende Temperatur und Haltezeit ist es somit möglich das geschädigte Material in seinen ursprünglichen Zustand zu versetzen, also bestrahlungsinduzierte Materialschädigungen rückgängig zu machen.

Derartige Untersuchungen wurden schon anhand von Ermüdungsversuchen, Zugversuchen und Eindringversuchen bei Raumtemperatur an EUROFER durchgeführt, siehe [46][42][45]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Möglichkeit von Wärmebehandlungen direkt in der Hochtemperaturindentationsanlage untersucht.

Ein Vorteil besteht hier in der Möglichkeit, die Wärmebehandlung in der Anlage selbst durchzuführen und die Proben direkt im Anschluss zu untersuchen. Hierzu wurden zwei Hälften einer Kerbschlagbiegeprobe aus EUROFER-Anl verwendet, die bei einer Temperatur von 300 °C mit einer Zielschädigung von 15 dpa bestrahlt wurden. Es wurden folgende Nachbestrahlungswärmebehandlungen in der Anlage durchgeführt:

- 500 °C über 3 Stunden

- 550 °C über 3 Stunden

Diese Werte wurden in Anlehnung an die in [46] und [4] verwendeten Parameter ausgewählt. Ein Unterschied besteht jedoch in den Aufheiz- bzw. Abkühlphasen der Wärmebehandlungen. Diese zwei Phasen wurden verkürzt, um den zeitlichen Aufwand zu reduzieren und somit eine Durchführung der Indentationstests direkt im Anschluss an die Wärmebehandlung durchführen zu können.

Aufgrund der Erkenntnisse aus den vorhergehenden Untersuchungen und bedingt durch die Tatsache, dass für jede Wärmebehandlung lediglich eine halbe Kerbschlagbiegeprobe zur Verfügung stand, wurden die Prüfungen auf 25 °C und 400 °C als Prüftemperaturen beschränkt. Somit konnten mindestens drei valide Versuche pro Prüftemperatur sichergestellt werden. Die Härtewerte dieser Untersuchungen sind in Tabelle H.22 und H.23 aufgetragen.

Wärmebehandlung bei 500 °C

In Abbildung 5.29 sind die prüf temperaturabhängigen Kraft-Eindringtiefe-Kurven, die an bestrahltem EUROFER-Anl nach einer Wärmebehandlung von 500 °C ermittelt wurden, dargestellt.

Für diese Kraft-Eindringtiefe-Kurven ergeben sich für 25 °C eine mittlere maximale Eindringtiefe von 12,8 μm mit einer Standardabweichung von 0,1 μm und für 400 °C eine mittlere maximale Eindringtiefe von 15,5 μm mit einer Standardabweichung von 0,12 μm . Im Vergleich zum ursprünglichen bestrahlten Zustand (siehe Abbildung 5.23) ist eine Erhöhung der Eindringtiefe zu erkennen und somit eine Kompensation der bestrahlungsinduzierten Materialverfestigung durch die Wärmebehandlung ersichtlich. Die Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten Zustands sind in Abbildung 5.19 dargestellt.

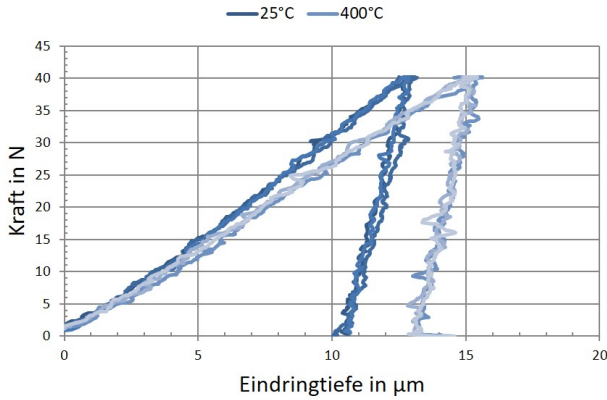


Abbildung 5.29: Kraft-Eindringtiefe-Kurven einer bei 300 °C bestrahlten EUROFER-Anl-Probe nach einer Wärmebehandlung von 500 °C/3 h, durchgeführt mit einem Rockwell-Indenter bei einer maximale Belastung 40 N

Wärmebehandlung bei 550 °C

In Abbildung 5.30 sind die prüf temperaturabhängigen Kraft-Eindringtiefe-Kurven, die an der bestrahlten EUROFER-Anl-Probe nach einer Wärmebehandlung von 550 °C ermittelt wurden, dargestellt.

Hier ergeben sich für die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für 25 °C eine mittlere maximale Eindringtiefe von 13,7 µm mit einer Standardabweichung von 0,1 µm und für 400 °C eine mittlere maximale Eindringtiefe von 18,1 µm mit einer Standardabweichung von 0,14 µm. Im Vergleich zu der Wärmebehandlung bei 500 °C ist hier eine weitere Erhöhung der Eindringtiefen für beide Prüftemperaturen zu erkennen.

Berechnete Härtewerte

Aus den ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven wurden die Werte für die Martenshärte und die Eindringhärte ermittelt. Die entsprechenden Härtewer-

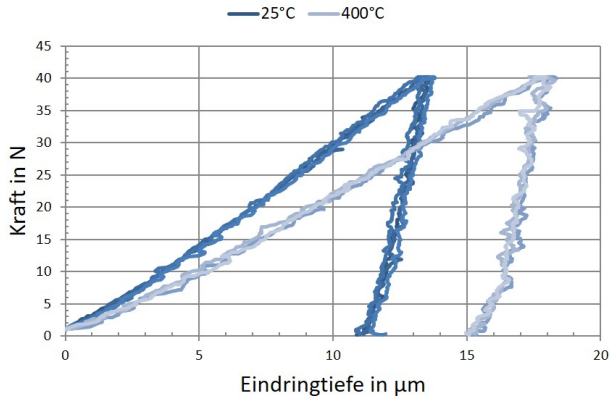


Abbildung 5.30: Kraft-Eindringtiefe-Kurven einer bei 300 °C bestrahlten EUROFER-Anl-Probe nach einer Wärmebehandlung von 550 °C/3 h, durchgeführt mit einem Rockwell-Indenter bei einer maximale Belastung 40 N

te sind Tabelle 5.11 und 5.12 zusammen mit den Werten des ursprünglichen Bestrahlungszustandes (300 °C) vor der Wärmebehandlung sowie des unbestrahlten Zustandes von EUROFER-Anl aufgelistet.

Tabelle 5.11: Vergleich der Martenshärte von EUROFER-Anl (bestrahlt bei 300 °C)

Härte	bestrahlt	500 °C/3 h	550 °C/3 h	unbestrahlt
25 °C	3126 MPa	2415 MPa	2264 MPa	2211 MPa
400 °C	2463 MPa	2003 MPa	1717 MPa	1623 MPa

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Härtewerte im Vergleich zum bestrahlten Ursprungszustand durch beide Wärmebehandlungen deutlich verringert werden. Die Behandlung mit 550 °C zeigt für beide Prüftemperaturen eine Rückführung der Härtewerte annähernd zum unbestrahlten Zustand von EUROFER-Anl. Diese Beobachtung deckt sich mit den Erkenntnissen der Eindringversuche bei Raumtemperatur aus [4].

Tabelle 5.12: Vergleich der Eindringhärte von EUROFER-Anl (bestrahlt bei 300 °C)

Härte	bestrahlt	500 °C/3 h	550 °C/3 h	unbestrahlt
25 °C	3570 MPa	2741 MPa	2569 MPa	2510 MPa
400 °C	2866 MPa	2240 MPa	1948 MPa	1823 MPa

Neben dem Einfluss der Wärmebehandlung auf das Materialverhalten von EUROFER-Anl zeigen diese Untersuchungen die grundsätzliche Durchführbarkeit von effektiven Wärmebehandlungen direkt in der Hochtemperaturindentationsanlage und somit die Vielseitigkeit der Anlage in Bezug auf Untersuchungen bestrahlter Materialien.

5.4 Mikroskopische Untersuchungen der Indenterspitzen

Die Form und Flächenfunktion des verwendeten Eindringkörpers spielt für die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit von Indentationsexperimenten bei Hochtemperatur eine wichtige Rolle. Im Zuge der Verwendung der Indenter kann es durch mechanische Belastungen und besonders bei erhöhten Testtemperaturen durch thermisch-mechanische Belastungen zu geometrischen Veränderungen oder Beschädigungen der Spitze kommen. Zudem können chemische Reaktionen zwischen Spitzen- und Probenmaterial durch Diffusionsprozesse und Bildung von Eisenkarbiden bei einer Diamant-Stahl-Kombination zu einer Zerstörung der Indenterspitze führen, siehe [83][3]. Aus diesen Gründen wurde im Rahmen dieser Arbeit die Obergrenze für die Einsetzbarkeit von Diamant auf 400 °C festgelegt. Daher sei hier auf die möglichen Einflussfaktoren auf die Geometrie und die Oberfläche der Eindringkörper in Bezug auf die Hochtemperaturindentation eingegangen.

Ein Rockwell-Eindringkörper mit kugelförmiger Diamantspitze wurde vor dem ersten Einsatz sowie nach etwa 100 Indentationsversuchen bis zu ei-

ner maximalen Prüftemperatur von $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ untersucht. Hierzu wurden ein Rasterelektronenmikroskop (REM - ZEISS EVO MA 10) sowie ein Laser-Scanning-Mikroskop (LSM - Typ VK-9710K der Firma KEYENCE) verwendet.

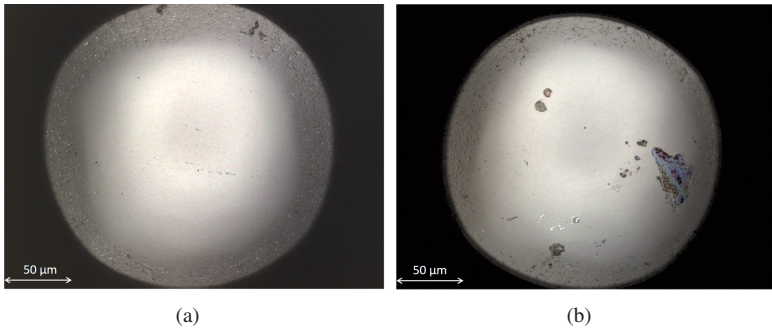


Abbildung 5.31: (a) Oberflächenkontur einer kugelförmigen Diamantspitze vor dem ersten Einsatz und (b) nach etwa 100 Indentationsversuchen bis zu einer maximalen Prüftemperatur von $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop; die Flecken in Teilabbildung (b) sind Verunreinigungen der Oberfläche die keine Einfluss auf die Eindringprüfung ausüben

In Abbildung 5.31 sind die Oberflächenkonturen, die mittels des Laser-Scanning-Mikroskops bestimmt wurden, dargestellt. Anhand dieser Messungen wurde der Radius der Indenterspitze vermessen. Nach der Verwendung der Indentationsspitze ergab sich keine signifikante Veränderung des Spitzenradius. In Bezug auf die Oberflächen der Spitze sind hier keine gravierende Veränderungen der Oberflächenqualität zu beobachten.

Ein weiterer Faktor, der insbesondere bei der Hochtemperaturindentation eine Rolle spielt, sind Ablagerungen des Probenmaterials auf der Eindringkörperspitze. Im Rahmen dieser Arbeit ist es während des Verfahrens des Probenstisches bei einer Prüftemperatur von $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ durch ein Kratzen des Indenters über die Probenoberfläche zu einer EUROFER-Ablagerung auf

der Eindringspitze gekommen. In Abbildung 5.32 ist eine mikroskopische Aufnahme mittels LSM der entsprechenden Eindringspitze dargestellt.

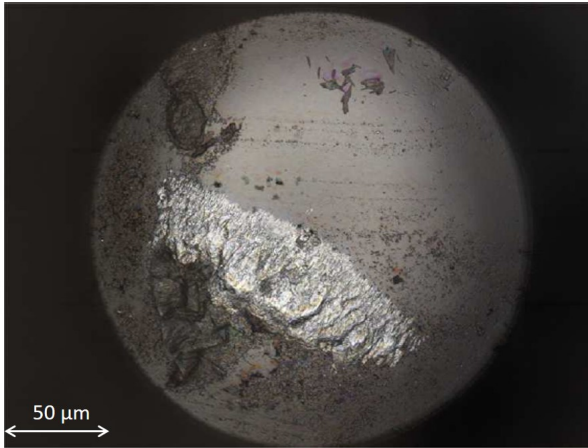


Abbildung 5.32: Rockwell-Eindringkörper mit EUROFER-Ablagerung, erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop

Eine solche Ablagerung ist nicht entfernbar und macht den Eindringkörper unbrauchbar. Als ausreichender Abstand des Indenters von der Probenoberfläche sind im Rahmen dieser Arbeit $2 \mu\text{m}$ ermittelt worden, um einen durch die thermischen Dehnungen in der Indentationsanlage bedingten ungewollten Kontakt zwischen Probe und Eindringkörper zu verhindern.

An Spitzen aus Saphir wurden keine relevanten Veränderungen der Spitzenqualität aufgrund der erhöhten Prüftemperaturen von bis zu 600°C festgestellt. Es hat sich jedoch gezeigt, dass Saphirspitzen deutlich empfindlicher auf mechanische Einwirkungen reagieren als Spitzen aus Diamant. Saphir ist im Vergleich zu Diamant deutlich druckempfindlicher, weshalb für Saphir keine mechanische Fixierung der Spitze im Grundkörper des Indenters praktikabel ist [112]. Somit kann durch eine unsachgemäße Handhabung die Saphirspitze signifikant beschädigt werden. In Abbildung 5.33 (a) ist ein Ausbruch einer Saphirspitze dargestellt, bedingt durch ein Krat-

zen/Schleifen der Spitze über eine Metallfläche. Generell ist also eine sorgsame Handhabung, vor allem in Hinsicht auf die Fernhandtierung in der Heißen Zelle, von großer Bedeutung.

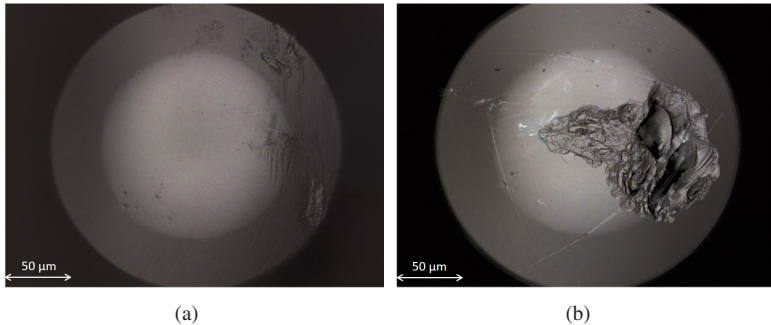


Abbildung 5.33: (a) Unbeschädigter kugelförmiger Rockwell-Indenter aus Saphir
(b) Kugelförmiger Rockwell-Indenter aus Saphir mit Ausbruch,
erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop

Eine regelmäßige Untersuchung der Qualität der eingesetzten Spitzen ist somit unerlässlich, um eine valide Auswertung der Indentationsergebnisse zu gewährleisten. Der Betrieb der Hochtemperaturindentationsanlage in der Heißen Zelle limitiert die Möglichkeiten der Untersuchung der Indentationsspitzen. Direkt in der Materialprüfzelle ist eine grobe optische Überprüfung mittels einer Kamera mit einer maximal 40-fachen Vergrößerung möglich. So können mögliche Ausbrüche oder Ablagerungen identifiziert werden. Vorteilhaft hierbei ist, dass keinerlei Schleusarbeiten innerhalb des Kontrollbereichs nötig sind und diese Methode somit den geringsten Aufwand darstellt. Eine exakte Vermessung der unterschiedlichen Spitzengeometrien ist jedoch nicht möglich. Um eine geometrische Veränderung des Radius eines Rockwell-Indenters oder der Öffnungswinkel der Vickersindenter festzustellen, sind Versuche an einem Material mit bekannten Eigenschaften bei Raumtemperatur und eine anschließende Vermessung der Eindrücke zu empfehlen. Auf diese Weise kann eine Veränderung der Spitzen

über eine systematische Abweichung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven sowie der resultierenden Durchmesser bzw. Diagonalen festgestellt werden.

6 Diskussion der Untersuchungen von EUROFER

Im Rahmen des folgenden Kapitels werden die experimentellen Ergebnisse sowie die Erkenntnisse aus den numerischen Simulationen des Indentationsverfahrens diskutiert und gegenübergestellt.

Aus den vorhandenen Ergebnissen werden die Möglichkeiten der Einsetzbarkeit der Hochtemperaturindentationsanlage im fernhantierten Betrieb besprochen und somit auch die Grenzen der Anlage festgelegt.

6.1 Diskussion der numerischen Berechnungen

Im folgenden Abschnitt werden anhand der numerischen Berechnungen (vgl. Kapitel 4.3) die Parameter des Radius des kugelförmigen Eindringkörpers sowie das elastische Verhalten der Eindringkörperspitze bezüglich der Materialien Diamant und Saphir besprochen und die verschiedenen Einflussfaktoren, die sich auf die Ergebnisse auswirken, diskutiert und in Relation gesetzt. Folgend werden die experimentellen Ergebnisse mit den simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven verglichen und die Qualität der experimentellen Untersuchungen diskutiert. Abschließend werden die mittels der Hochtemperaturindentationsanlage ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven und der daraus berechneten Härten mit den simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven verglichen. Hieraus werden die Qualität der experimentellen Ergebnisse bestimmt und die Grenzen der Anwendung der Hochtemperaturindentationsanlage festgelegt.

6.1.1 Einfluss der Spitzenparameter

Spitzenradius

Der Einfluss des Spitzenradius eines kugelförmigen Rockwell-Indenters wurde numerisch untersucht. Nach der Normung der instrumentierten Eindringprüfung [56] ergibt sich für einen nominellen Radius von $200\ \mu\text{m}$ eine zulässige Toleranz von $20\ \mu\text{m}$.

Eine Abweichung des Radius führt bei maximaler Belastung von $40\ \text{N}$ zu einer Eindringtiefenvariation bei einem Radius $180\ \mu\text{m}$ um $7,5\%$ und bei einem Radius von $220\ \mu\text{m}$ um $8,4\%$ vom Wert des nominellen Radius.

Im Vergleich hierzu weicht die maximale Eindringtiefe bei $40\ \text{N}$ für einen Radius von $200\ \mu\text{m}$ bei einer Prüftemperatur von $300\ ^\circ\text{C}$ um 15% im Vergleich zur Eindringtiefe bei $25\ ^\circ\text{C}$ ab. Dies zeigt die Gefahr, dass eine nicht identifizierte Abweichung des Spitzenradius bei einer vergleichenden Betrachtungen von Eindringtiefen und Härtewerten fälschlicherweise als ein temperaturbedingter Einfluss interpretiert wird. Dies würde zu einer fehlerhaften Beurteilung des Materialverhaltens führen.

Dies wirkt sich direkt auf die Bestimmung der Materialhärte aus. Wird für eine Härteberechnung aus der Eindringtiefe die Variation des Radius nicht berücksichtigt, führt dies zu stark abweichenden Härtewerten, vgl. Tabelle 6.1. Es zeigt sich, dass ein zunehmender Radius mit ansteigenden Härtewerten einhergeht.

Tabelle 6.1: Vergleich der Materialhärte unter Verwendung des nominellen Kugelradius auf Basis numerischer Simulationen

	Martenshärte	Eindringhärte
$180\ \mu\text{m}$	2013 MPa	2212 MPa
$200\ \mu\text{m}$	2164 MPa	2381 MPa
$220\ \mu\text{m}$	2363 MPa	2605 MPa

Durch die Annahme des nominellen Radius für die Härtebestimmung, können sich somit signifikante Unterschiede in den berechneten Härtewerten entstehen. Für beide Härtewerte zeigen sich übereinstimmende prozentuale Abweichungen in Abhängigkeit vom Radius. Bei $180\ \mu\text{m}$ ergibt sich eine Abweichung der Härte von ca. -7% und bei $220\ \mu\text{m}$ von ca. $+9\%$.

Unter Berücksichtigung des jeweiligen realen Radius ergeben sich die Härtewerte der Tabelle 6.2:

Tabelle 6.2: Vergleich der Materialhärte unter Verwendung des realen Kugelradius auf Basis numerischer Simulationen

	Martenshärte	Eindringhärte
$180\ \mu\text{m}$	2237 MPa	2468 MPa
$200\ \mu\text{m}$	2164 MPa	2381 MPa
$220\ \mu\text{m}$	2148 MPa	2361 MPa

Hier fallen die Abweichungen deutlich geringer aus, ca. $+3,4\%$ bei $180\ \mu\text{m}$ und ca. $-0,8\%$ bei $220\ \mu\text{m}$. Auch hier ist keine Korrelation von Radius und Härtewert zu beobachten. Eine direkte Umwertung von Härtewerten anhand von Änderungen des Radius ist somit nicht in einer einfachen Form möglich. Jedoch ist hierbei ein entgegengesetztes Verhalten als zu der Berechnung mit dem nominellen Radius von $200\ \mu\text{m}$ zu erkennen. Hier werden mit zunehmendem Radius sinkende Härtewerte ermittelt.

Um mit der gemessenen Eindringtiefe vergleichbare Härtewerte zu ermitteln, zum Beispiel nach einem Wechsel des Eindringkörpers, ist daher eine genaue Kenntnis des Radius und somit eine Vermessung der Eindringspitzen vor dem Einschleusen in die Materialprüfzelle von essenzieller Bedeutung.

Spitzenmaterial

Der Einfluss des elastischen Materialverhaltens des Eindringkörpers auf die gemessene Eindringtiefe und somit auf die aus der Kraft-Eindringtiefe-

Kurve bestimmten Härtewerte sei im Folgenden besprochen. Für Saphir ergibt sich hierbei eine um ca. 2 % größere gemessene Eindringtiefe bei einer Belastung von 40 N. Der geringere Elastizitätsmodul des Saphir im Vergleich zum Diamant macht sich in einer geringeren Steigung des Entlastungsanteils der Kurve bemerkbar. So ergibt sich für Saphir eine geringere resultierende Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung als für Diamant. In Tabelle 6.3 sind die für EUROFER mittels der simulierten Kurven (vgl. Abbildung 4.8) berechneten Härtewerte für beide Spitzenmaterialien aufgelistet.

Tabelle 6.3: Vergleich der Materialhärte in Abhängigkeit vom Spitzenmaterial auf Basis numerischer Simulationen

	Martenshärte	Eindringhärte
Diamant	2164 MPa	2381 MPa
Saphir	2120 MPa	2361 MPa

Unter dieser Betrachtung zeigt sich, dass für die Martens- sowie die Eindringhärte mit Saphirspitze geringfügig geringere Härtewerte ermittelt werden. Dies ist auf die höhere elastische Verformung der Spitze zurückzuführen. Die Abweichungen der Eindringtiefe liegen in einer ähnlichen Größenordnung wie die Wegauflösung der optischen Eindringtiefenmessung. Somit ist davon auszugehen, dass der Unterschied von Diamant und Saphir nur schwer durch die Hochtemperaturindentationsanlage abgebildet werden kann, da statistische Schwankungen der Experimente in einem größeren Ausmaß auftreten können.

6.1.2 Vergleich der Experimente mit den Simulationen des Indentationsverfahrens

Nachfolgend werden die experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-Anl mit den numerisch berechneten Kurven verglichen. Für den

Vergleich wurden die Simulationen auf Basis von experimentellen Zugversuchsdaten von EUROFER im Anlieferzustand verwendet. Hierzu standen im unbestrahlten Zustand die Prüftemperaturen $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ sowie die Bestrahlungszustände bei $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ zur Verfügung, siehe Kapitel 4.3.

Insgesamt muss im Zuge des Vergleichs zwischen Simulation und Experiment im Rahmen dieser Arbeit auf die Einschränkungen des Simulationsmodells hingewiesen werden. Folgende Punkte sind zu beachten:

- Kein zeitabhängiges Materialverhalten
- Ideale Form der kugelförmigen Spitze des Eindringkörpers
- Keine kinematische Verfestigung des Materialverhaltens

Für die im Folgenden vergleichenden Untersuchungen wurde jeweils eine experimentelle Kraft-Eindringtiefe-Kurve einer Messreihe ausgewählt, um eine übersichtliche Darstellung zu gewährleisten und um die vergleichenden Werte für den Eindringmodul zu berechnen. Die experimentellen Ergebnisse sind in Kapitel 5.3 sowie in den Abbildungen E.15 bis E.35 dargestellt.

Belastungsanteil der Kurve

In Abbildungen 6.1 und 6.2 ist ein direkter Vergleich der Kraft-Eindringtiefe-Kurven der numerisch berechneten und der experimentellen Ergebnisse von unbestrahltem EUROFER-Anl bei einer Prüftemperatur von $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ für zwei unterschiedliche Prüfzyklen (40 N mit 1 N/s und 25 N mit $0,5\text{ N/s}$) dargestellt.

Es zeigt sich für den Belastungsanteil eine sehr gute Überlagerung der Kurven der Experimente mit denen der numerischen Simulation. Die Tatsache der Übereinstimmung der Kurvenformen ohne systematische Abweichung der experimentellen Kurve zeigt, dass die Steifigkeiten der Maschinenkomponenten der Hochtemperaturindentationsanlage außerhalb des Messbereiches des optischen Systems keinen Einfluss auf die gemessene Eindringtiefe

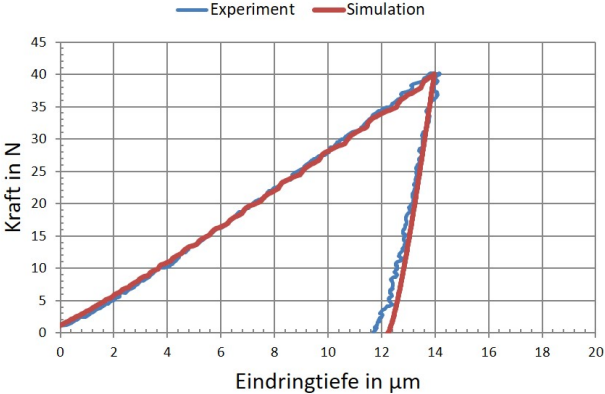


Abbildung 6.1: Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 40 N

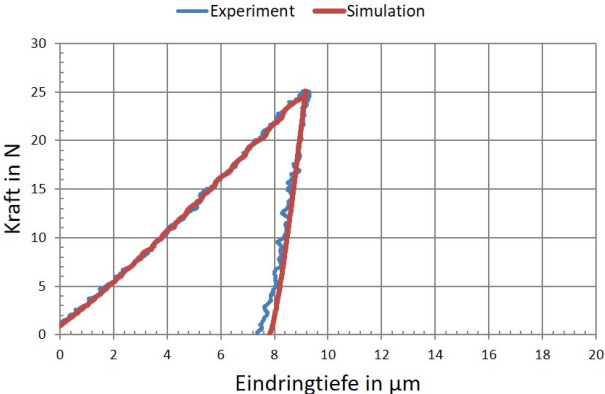


Abbildung 6.2: Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 25 N

haben. Hierdurch bestätigt sich die Validität der experimentell ermittelten Eindringtiefen bei steigender Prüfkraft bis zur maximalen Belastung.

Dies zeigt sich ebenfalls für Untersuchungen bei einer Prüftemperatur von $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Anhand der Abbildungen 6.3 und 6.4 wird dies mit einem weiteren Vergleich bei 40 N und 25 N deutlich. Dies bestätigt die Validität der Messmethode auch bei erhöhten Temperaturen und die Tatsache, dass das Phänomen der thermischen Drift der Kurve aufgrund von thermischen Ausdehnungen der einzelnen Anlagenbauteile sich nicht signifikant auf die Messung der Eindringtiefe auswirkt.

Für die Belastungen 25 N mit $0,5\text{ N/s}$ und 40 N mit 1 N/s ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Kurven.

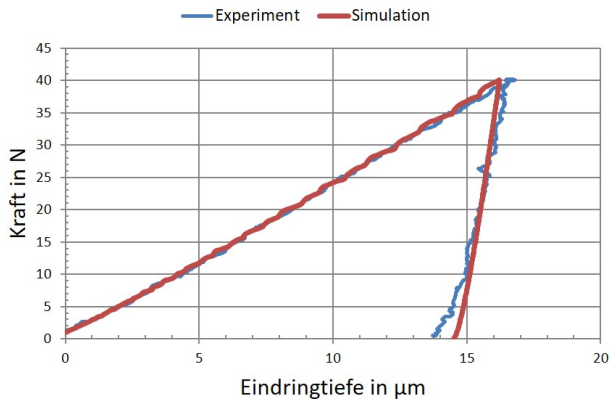


Abbildung 6.3: Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 40 N

Für die bestrahlten Zustände von EUROFER-Anl hat sich ebenfalls eine sehr gute Übereinstimmung des Belastungsanteils der experimentellen und simulierten Kurven gezeigt. Für die Bestrahlungszustände bei $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, geprüft bei der entsprechenden Prüftemperatur, ist dies in den Abbildungen 6.5, 6.7 und 6.8 dargestellt. Diese Vergleiche zeigen deut-

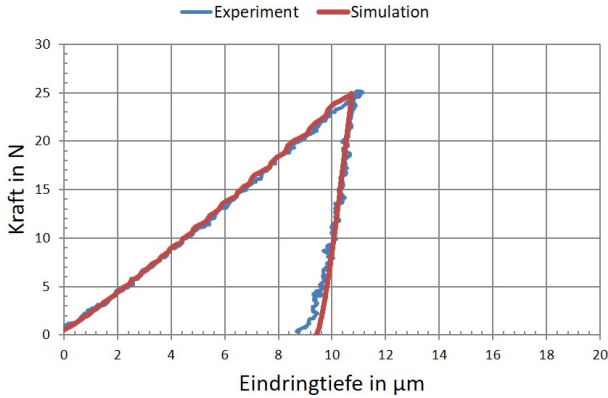


Abbildung 6.4: Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 300 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 25 N

lich, dass mittels der Hochtemperaturindentationsanlage im fernhantierten Betrieb das bestrahlungsabhängige Verfestigungsverhalten des EUROFER korrekt wiedergegeben wird.

In Abbildung 6.6 ist der Bestrahlungszustand bei 250 °C für die Prüftemperatur 25 °C dargestellt. Hier zeigen sich im Belastungsbereich anfänglich geringe Abweichungen zwischen Experiment und Simulation. Diese gleichen sich jedoch zum Ende der Belastungsphase hin wieder an. Hierbei wird davon ausgegangen, dass dies auf einem Effekt beruht, der möglicherweise durch Oberflächenfehler der Indentationsprobe oder eine Kippbewegung der Probe während der Lastaufbringung bedingt wurde. Des Weiteren sei darauf hingewiesen, dass für die Simulation lediglich die Daten eines Zugversuchs zur Verfügung standen. Weitere Experimente wurden bei dieser Prüftemperatur aufgrund der geringen Anzahl bestrahlter Zugproben nicht durchgeführt.

Da bei den numerischen Berechnungen kein viskoses Materialverhalten berücksichtigt wurde, kann somit auch kein Materialkriechen betrachtet wer-

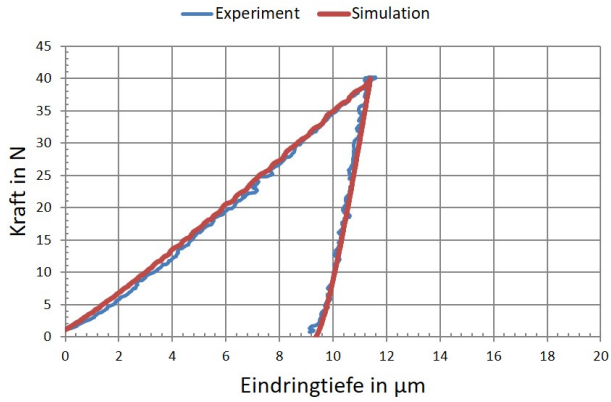


Abbildung 6.5: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 250°C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 250°C

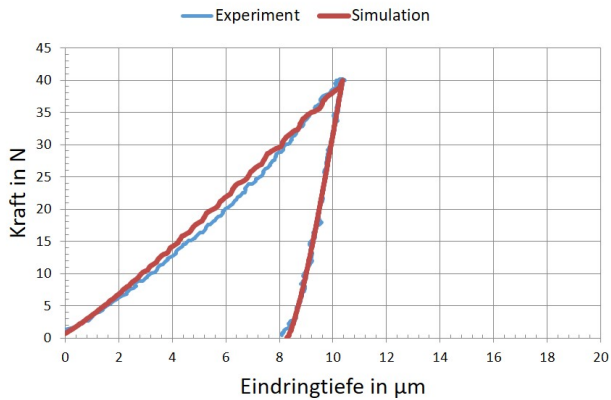


Abbildung 6.6: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 250°C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 25°C

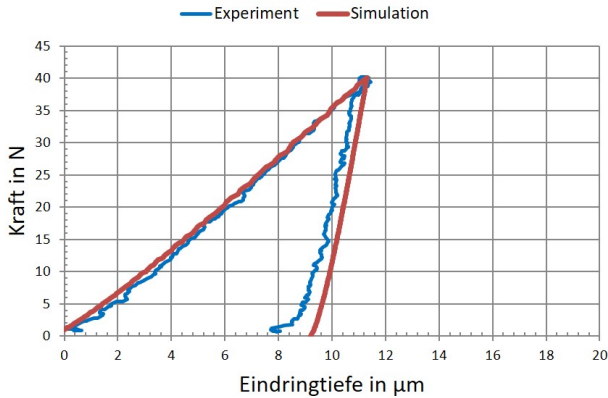


Abbildung 6.7: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-An1 bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 300 °C

den. In Abbildung 6.8 ist zu erkennen, dass bis zum Erreichen der Prüfkraft von 40 N eine sehr gute Übereinstimmung von Experiment und Simulation vorliegt. Bei den experimentellen Kurven erhöht sich zusätzlich die Eindringtiefe während der Haltephase. Dies lässt darauf schließen, dass hier Materialkriechen relevant wird.

Ein Vergleich zwischen Simulation und Experiment lässt sich zudem anhand der Martenshärte, die auf der maximalen Eindringtiefe basiert, durchführen, vgl. Tabelle 6.4. Für die hier betrachteten Materialzustände zeigt sich insgesamt eine gute Übereinstimmung der Härtewerte. Lediglich bei der unbestrahlten Probe und einer Testtemperatur von 300 °C ist eine höhere Abweichung von ca. 6 % zu erkennen. Hierbei weisen die experimentellen Kurven eine allgemein bei 40 N höhere Eindringtiefe auf (vgl. Abbildung 6.3), die zu geringeren Härtewerten führen.

Es ist keine systematische Abweichung der Härtewerte zu erkennen. Die vorhandenen Abweichungen sind somit auf Messschwankungen zurückzuführen.

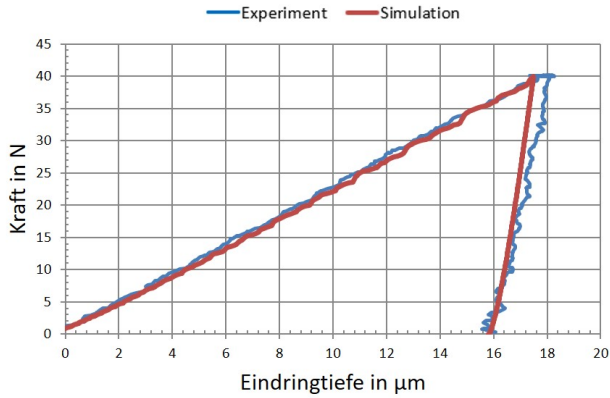


Abbildung 6.8: Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 400 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 400 °C

Tabelle 6.4: Vergleich der Martenshärte von Simulation und Experiment

	Experiment	Simulation
Unbestrahlt 25 °C	2211 MPa	2209 MPa
Unbestrahlt 300 °C	1809 MPa	1920 MPa
Bestrahlt/geprüft bei 250 °C	2659 MPa	2672 MPa
Bestrahlt/geprüft bei 300 °C	2713 MPa	2737 MPa

Entlastungsanteil der Kurve

Für die Entlastungsanteile der Kraft-Eindringtiefe-Kurven, anhand derer sich das elastische Verhalten des Materials sowie des Eindringkörpers veranschaulichen lässt, sind zwischen den experimentellen Ergebnissen und den Simulationen Abweichungen zu erkennen. Aufgrund der guten Übereinstimmung des Belastungsanteils von Simulation und Experimenten wird davon ausgegangen, dass dies nicht auf eine Nachgiebigkeit von Anlagen-

komponenten zurückzuführen ist. Dies wird auch aufgrund der optischen Messmethode ausgeschlossen, da hier prinzipbedingt lediglich die zwischen den Messpunkten liegenden Bauteile eine Rolle spielen. Eine thermische Drift wird ebenfalls ausgeschlossen, da bei Versuchen bei Prüftemperaturen von 300 °C und 400 °C ebenfalls keine signifikanten Unterschiede der Belastungskurven zu erkennen sind. Darüber hinaus treten die Abweichungen ebenfalls bei Versuchen bei Raumtemperatur auf.

Es ist ersichtlich, dass oberhalb von ca. 50 % der maximalen Belastung die simulierten und experimentellen Kurven einander im Allgemeinen relativ gut überlagern. Bei geringen Kraftbereichen driften die Kurven jedoch auseinander. Dies könnte durch eine Kippbewegung der Probe verursacht werden, die durch die optische Messeinrichtung als Probenbewegung interpretiert wird und somit zu einer verfälschten Eindringtiefe führt. Es wird vermutet, dass die Probenbewegung auf eine unzureichende Präparation der Grundfläche der Probe zurückzuführen ist.

Huber [74] hat den Einfluss kinematischer Verfestigung auf den Be- und Entlastungsanteil von Krafteindringtiefen untersucht und hat beobachtet, dass sich bei linearer Materialverfestigung ein deutlicher Unterschied zwischen rein isotroper und rein kinematischer Verfestigung ergibt. Außerdem hat er gezeigt, dass bei nicht-linearer Materialverfestigung, wie im Rahmen dieser Arbeit angewendet, der kinematische Anteil keine relevanten Auswirkungen auf die Belastungskurve hat. Beim Entlastungsanteil der Krafeindringtiefe-Kurve war der Einfluss des kinematischen Anteils sehr gering, und eine Quantifizierung konnte von Huber nicht durchgeführt werden.

Somit wird davon ausgegangen, dass die Ursache der im Rahmen dieser Arbeit beobachteten Abweichungen zwischen Simulation und Experiment durch Probenbewegungen dominiert werden. Dies wird durch die Tatsache plausibilisiert, dass die Abweichungen in nicht konstanten Größenordnungen auftreten. Diese Tatsache lässt sich weder über eine stets gleiche vernachlässigte kinematische Verfestigung noch über einen systematischen Mess- oder Rechenfehler erklären.

Anhand der Bestrahlungstemperatur von 300 °C (vgl. Abbildung 6.7 und E.36) ergibt sich die Problematik eines systematischen Fehlers bei der anfänglichen Entlastung. Alle untersuchten Versuche zeigen bei Beginn der Entlastung nach der Haltephase bei maximaler Kraft einen sehr starken Abfall der Eindringtiefe auf. Dieser kann nicht mit der Steifigkeit des Probenmaterials erklärt werden. Dies hat direkten Einfluss auf die Berechnung der Eindringhärte, da hierbei die Kontakttiefe zwischen Eindringkörper und Probe auf Basis der Entlastungskurve abgeschätzt wird, vgl. Tabelle 6.5. Dementsprechend ist auch die Abweichung zwischen Simulation und Experiment für 300 °C Bestrahlungs- und Prüftemperatur am höchsten.

Tabelle 6.5: Vergleich der Eindringhärte von Simulation und Experiment

	Experiment	Simulation
Unbestrahlt 25 °C	2510 MPa	2434 MPa
Unbestrahlt 300 °C	2054 MPa	2109 MPa
Bestrahlt/geprüft bei 250 °C	3017 MPa	3003 MPa
Bestrahlt/geprüft bei 300 °C	3234 MPa	3089 MPa

Grundsätzlich ist bei den Härtewerten kein systematisches Muster der Abweichungen zu erkennen. Diese hängen von der Qualität der einzelnen experimentellen Entlastungskurven sowie von der Anzahl der pro Materialzustand zur Verfügung stehenden Versuche ab. Insgesamt werden die Verhältnisse der verschiedenen Materialzustände zueinander mittels Experimenten und Simulation in gleicher Weise wiedergegeben.

Anhand der Simulationsergebnisse wurde in Kapitel 4.3.6 gezeigt, dass der Eindringmodul, abhängig von dem für die Ausgleichsrechnung verwendeten Bereich der Entlastungskurve, variieren kann. Trotzdem ist die Bestimmung des Eindringmoduls ausreichend genau, um das elastische Materialverhalten mit dem anderer Werkstoffe zu vergleichen und EUROFER in der Gruppe der metallischen Werkstoffe einzuordnen.

Im Gegensatz zu den idealen Entlastungskurven der Simulationen sind bei den experimentellen Kurven die Schwankungen in Bezug auf die Qualität der Kurve zu berücksichtigen. Um dies zu untersuchen, wurden diejenigen experimentellen Ergebnisse, für die Simulationsvergleichswerte vorhanden waren, herangezogen. Die Form und Qualität des Entlastungsbereichs wirkt sich deutlich auf den berechneten Eindringmodul aus. Durch die auf Basis der Methode nach DIN EN ISO 14577 [56] ermittelten Werte des Eindringmoduls für die in Abbildung 6.4 dargestellten Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl, lässt sich dies verdeutlichen, vgl. Tabelle 6.6. Für die Kraft-Eindringtiefe-Kurven in Abbildung 6.2 und 6.1 war eine Auswertung des Eindringmoduls nicht eindeutig möglich.

Tabelle 6.6: Eindringmodul von unbestrahltem EUROFER-Anl aus Simulation und Experiment bei 300 °C und 25 N (vgl. Abbildung 6.4)

Auswertebereich	Simulation	Experiment
25 N - 0 N	212 GPa	158 GPa
23 N - 0 N	215 GPa	185 GPa
23 N - 3 N	-	196 GPa
23 N - 5 N	209 GPa	186 GPa
23 N - 7 N	-	197 GPa
23 N - 10 N	204 GPa	210 GPa

Für die Simulation zeigt sich der schon besprochene Einfluss des Auswertebereichs der Entlastungskurve, siehe Tabelle 4.3. Der Bereich von 23 N bis 5 N repräsentiert am besten den in der DIN EN ISO 14577 empfohlenen Auswertebereich der Entlastungskurve von 98 % bis 20 % von F_{max} . Es ergeben sich für den Eindringmodul höhere Werte als für den entsprechenden Elastizitätsmodul von 202 GPa bei 300 °C. Dies ist auf das Aufwurfverhalten des EUROFER am Indenterrand zurückzuführen, der zu einer Überschätzung des Eindringmoduls führt [68][113].

Für die Ergebnisse der experimentellen Kurve zeigen sich deutlich größere Schwankungen. Aufgrund der verschiedenen Einflüsse des experimentellen Aufbaus auf die Qualität der Kurve werden deutlich unterschiedliche Werte für den Eindringmodul berechnet. Zum einen weisen die experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei geringeren Kräften eine deutlich geringere Steigung im Vergleich zur Simulation auf. Des Weiteren sind bei allen experimentellen Messkurven systematische Schwankungen oder ein „Zittern“ zu beobachten. Dies bedingt, dass kleine Änderungen des Auswertebereichs zu relativ großen Änderungen des berechneten Eindringmoduls führen. Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen haben sich Druckschwankungen des Kühlsystems als kritischer Einflussfaktor für die Qualität der Kraft-Eindringtiefe-Kurven herausgestellt.

Durch einen qualitativen Vergleich der Kurven in Abbildung 6.4 zeigt sich, dass die experimentellen und simulierten Kurven unterhalb einer Kraft von ca. 5 N stetig auseinanderdriften. Allgemein hat sich gezeigt, dass die experimentellen Kurven bei geringen Kraftbereichen deutlich von den idealen simulierten Kurven abweichen können und somit diese Bereiche für eine Bewertung des elastischen Materialverhaltens nur bedingt geeignet sind. Für vergleichende Untersuchungen sollte somit derselbe Auswertebereich verwendet werden.

Für die Proben einer Bestrahlungstemperatur von 250 °C wird eine sehr gute Übereinstimmung der Entlastungskurve erzielt, vgl. die Abbildungen 6.5 und 6.6. Anhand dieser Kurven wurde untersucht, inwiefern die Temperaturabhängigkeit des elastischen Materialverhaltens bewertbar ist.

Tabelle 6.7 zeigt die simulierten und experimentell bestimmten Eindringmoduli aufgelistet. Für die Simulationen wurden für 25 °C 217 GPa und für 250 °C 205 GPa als Elastizitätsmodul verwendet, vgl. Tabelle 4.1. Für die experimentellen Ergebnisse zeigen sich über alle Auswertebereiche bei 250 °C geringere Werte als bei 25 °C . Dies bestätigt die Tatsache der Verminderung des Elastizitätsmoduls von EUROFER-Anl bei steigender Tem-

Tabelle 6.7: Eindringmodul von bestrahltem EUROFER-Anl (250 °C Bestrahlungstemperatur) aus Simulation und Experiment bei einer Prüftemperatur von 25 °C und 250 °C mit einer maximalen Kraft von 40 N (vgl. Abbildungen 6.5 und 6.6)

Auswertebereich	Sim 25 °C	Exp 25 °C	Sim 250 °C	Exp 250 °C
38 N - 5 N	-	235 GPa	-	211 GPa
38 N - 10 N	223 GPa	229 GPa	215 GPa	202 GPa
38 N - 15 N	220 GPa	217 GPa	213 GPa	183 GPa
38 N - 20 N	216 GPa	158 GPa	209 GPa	144 GPa

peratur. Daneben zeigen die ermittelten Eindringmoduli eine kontinuierliche Abnahme mit Verkleinerung des Auswertebereichs.

Trotz der qualitativ sehr guten Übereinstimmung der experimentellen und simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven in den Abbildungen 6.5 und 6.6 zeigt sich, dass die berechneten Eindringmoduli auf Basis der experimentellen Kurven deutliche Schwankungen und Abweichungen im Vergleich zu den simulierten Ergebnissen aufweisen können. Dies bestätigt die Beobachtung, dass die Variationen in der Qualität der Entlastungskurve einen signifikanten Einfluss auf die Auswertung aufweisen. Eine exakte Bestimmung des Eindringmoduls ist somit auch hier nur bedingt möglich. Es zeigen sich signifikante Schwankungen des Eindringmoduls in Abhängigkeit vom gewählten Auswertebereich. Die Größenordnung des Elastizitätsmoduls lässt sich jedoch auf Basis des Eindringmoduls abschätzen.

Eine Auswertung der vergleichenden Versuche bei Bestrahlungstemperatur von 300 °C aus Abbildung 6.7 war aufgrund der experimentellen Entlastungskurve zu Beginn der Entlastung nicht eindeutig möglich. Die Kraft-Eindringtiefe-Kurve des bei 400 °C bestrahlten EUROFER-Anl zeigt im Anfangsbereich der Entlastung in Bezug auf die Steigung der Entlastungskurve eine Übereinstimmung mit der Simulation, vgl. Abbildung E.37. Unterhalb einer Kraft von 30 N zeigt sich jedoch eine deutliche Abweichung.

Des Weiteren zeigt sich eine Abweichung der Eindringtiefe nach der Haltephase bei maximaler Kraft zwischen Experiment und Simulation, vgl. 6.8. Somit waren diese Versuche nicht geeignet, sie in dem in DIN EN ISO 14577 vorgegebenen Rahmen auszuwerten.

Anhand der Auswertung des Eindringmoduls der experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurven hat sich eine präzise Bestimmung als problematisch erwiesen, da die Berechnungsmethode des Eindringmoduls sehr sensibel auf die Qualität der Kurve reagiert. Dies ist im Allgemeinen bedingt durch die Schwankungen der Messkurve aufgrund der systembedingten Einflüsse der Hochtemperaturindentationsanlage. Folgende Punkte sind hierbei relevant:

- Präparationsqualität der Probenaufflagefläche
- Druck des Kühlmittelflusses
- Geschwindigkeit der Entlastung
- Fester Sitz des Eindringkörpers in der Indentationssäule
- Relativ geringe Wegauflösung des optischen Messsystems
- Hohe Abhängigkeit des berechneten Eindringmoduls vom gewählten Auswertebereich

Trotz der Einschränkungen ist eine Abschätzung des elastischen Materialverhaltens auf Basis der Kraft-Eindringtiefe-Kurven möglich. Diese sollten jedoch mit besonderer Vorsicht bewertet werden. Der hohe Einfluss des gewählten Auswertebereichs der Entlastungskurve macht eine automatisierte Auswertung der Kurven nur schwer möglich. Jede Kraft-Eindringtiefe-Kurve muss individuell betrachtet und sorgfältig interpretiert werden. Grundsätzlich ist im Rahmen von bestrahlten Proben im FML eine zusätzliche Untersuchung der halben Kerbschlagbiegeprobe mittels einer konventionellen Härteprüfmaschine möglich. Aufgrund deren höherer Wegauflösung lassen sich mit dieser bei Raumtemperatur Referenzwerte für den Eindringmodul

ermitteln, anhand derer die Ergebnisse der Hochtemperaturindentationsanlage verifiziert werden können.

Einfluss der Wahl des Aufsetzpunkts

Aufgrund der Festlegung einer Kraftschwelle von 0,8 N für den Aufsetzpunkt des Indenters, wurde die Eindringtiefe bis zu dieser Kraftschwelle untersucht und ein Korrekturwert festgelegt, vgl. Kapitel 4.3.5. Hierzu wurden die simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven der entsprechenden Prüftemperaturen herangezogen.

Anhand der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurve für EUROFER-Anl im unbestrahlten Zustand bei 25 °C und einer Belastung von 40 N ist dies dargestellt, siehe Abbildung 6.9.

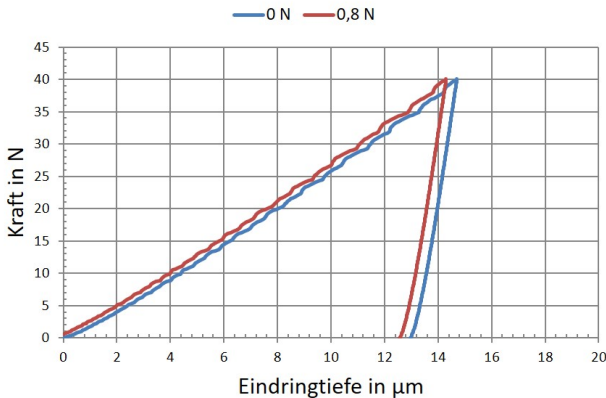


Abbildung 6.9: Vergleich der simulierten Daten für unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C mit Aufsetzpunkten bei 0 N und 0,8 N für einen Rockwell-Indenter

Bei 0,8 N wird eine Eindringtiefe von 0,54 µm erreicht und entspricht ca. 3,6 % der maximalen Eindringtiefe. Entsprechend wirkt sich dies auf die aus der Kraft-Eindringtiefe-Kurve berechneten Härtewerte aus, vgl. Tabelle 6.8.

Es wird deutlich, dass es im Falle einer Vernachlässigung der Nullpunktkorrektur zu einer Überschätzung der Materialhärte kommt.

Tabelle 6.8: Härtewerte in Abhängigkeit des Nullpunkts

	Eindringhärte	Martenshärte
Aufsetzpunkt bei 0 N	2434 MPa	2210 MPa
Aufsetzpunkt bei 0,8 N	2528 MPa	2292 MPa

Da grundsätzlich nicht für alle experimentellen Untersuchungen simulierte Daten zur Verfügung stehen können, muss eine Möglichkeit der Nullpunktkorrektur gefunden werden, die ohne numerische Berechnung auskommt. Durch die kontinuierliche Aufzeichnung der experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Daten stehen hierzu prinzipbedingt auch die Daten vor Erreichen der Kraftschwelle zur Verfügung. Im Gegensatz zum eigentlichen kraftgeregelten Prüfzyklus ab 0,8 N ist im Bereich davor die Bewegung der Indentationssäule weggeregelt.

In Abbildung 6.10 sind eine simulierte und eine experimentelle Kurve in diesem Bereich vergleichend dargestellt und der Wert bei 0,8 N für beide Kurven als Nullpunkt gesetzt. Der Wert des realen Aufsetzpunkts der experimentellen Kurve liegt bei $-0,76 \mu\text{m}$ und der simulierten Kurve bei $-0,65 \mu\text{m}$. Die Differenz der Werte von $0,11 \mu\text{m}$ liegt in der Größordnung der Wegauflösung des optischen Messsystems von $0,1 \mu\text{m}$. Somit ist eine Korrektur der Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit den experimentellen Daten zwischen 0 N und 0,8 N innerhalb der Grenzen des optischen Messsystems möglich.

Grundsätzlich ist auch ein Herabsetzen der Kraftschwelle von 0,8 N möglich, jedoch nicht zu empfehlen. Durch eine scheinbare Messung eines Kraftanstiegs, der nicht durch einen Kontakt zwischen Probe und Eindringkörper begründet ist, sondern durch Messschwankungen aufgrund von beispielsweise Druckschwankungen im Kühlkreislauf, kann es zu Problemen bei der Steuerung des Prüfzyklus kommen. Neben verfälschten Datensät-

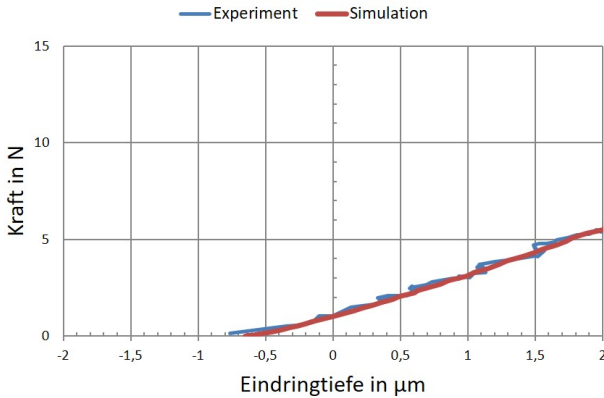


Abbildung 6.10: Vergleich der simulierten und experimentellen Daten für unbestrahlten EUROFER-An1 bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter

zen kann dies im schlimmsten Fall eine Beschädigung des Eindringkörpers zur Folge haben. Für eine Korrektur der Kraft-Eindringtiefe-Kurven können entweder die experimentellen Daten zwischen 0 N und 0,8 N oder simulierte Daten in diesem Kraftbereich angewendet werden.

6.2 Diskussion der experimentellen Untersuchungen

In diesem Abschnitt werden die verschiedenen mit der Hochtemperaturindenterationsanlage ermittelten Härtewerte verglichen und diskutiert. Es werden die Ergebnisse in Hinblick auf die Prüftemperatur, die Bestrahlungstemperatur und die damit einhergehende Veränderung des Materialverhaltens durch die Neutronenbestrahlung besprochen. Weiterhin werden unterschiedlich ermittelte Härtewerte verglichen und gezeigt, dass mit allen Werten das temperaturabhängige Materialverhalten von EUROFER sowie das Verfestigungsverhalten durch Neutronenbestrahlung abgebildet werden kann. Die Ergebnisse werden in Bezug zu Materialkennwerten weiterer Prüfverfahren gesetzt.

6.2.1 Wiederholbarkeit der Ergebnisse

Für die Untersuchung bestrahlter Materialien und im Besonderen die Hochtemperaturindentation spielt eine ausreichende Datenbasis eine wichtige Rolle. Nur mit einer solchen kann eine verlässliche Aussage über das Materialverhalten getroffen werden. Im Rahmen der Hochtemperaturindentation bestrahlter Proben muss hierbei ein Kompromiss getroffen werden.

Im Gegensatz zu konventionellen Anlagen zur Untersuchung nicht bestrahlter oder nicht toxischer Materialien lässt sich bei der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Materialien eine signifikant geringere Anzahl von Versuchen durchführen. Bedingt durch die relativ geringe Größe der halben Kerbschlagbiegeproben waren im Rahmen dieser Arbeit im Mittel neun Eindringprüfungen auf einer Probe möglich. Diese Anzahl ist von der Indentergeometrie, der Belastung der Versuche und von der plastischen Verformung in der Bruchzone der Kerbschlagbiegeproben abhängig. Die insgesamt geringe zur Verfügung stehende Anzahl solcher bestrahlter Proben stellt eine weitere Limitierung in der Versuchsplanung dar. Außerdem müssen bei der Versuchsplanung weitere Untersuchungsmethoden berücksichtigt werden, wie beispielsweise fraktografische Untersuchungen, für die ein Erhalten der Bruchflächen der Kerbschlagbiegeproben nötig ist.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde für alle untersuchten Bestrahlungszustände des EUROFER eine möglichst breite Abbildung des Materialverhaltens über den gesamten Temperaturbereich umgesetzt. Grundsätzlich ist jedoch eher der Materialzustand bei gleicher Prüf- und Bestrahlungstemperatur von Interesse, da dies die späteren realen Einsatzbedingungen im Reaktor abbildet. Es hat sich eine gute Wiederholbarkeit der Ermittlung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven gezeigt. Dies wurde anhand der experimentellen Ergebnisse von Hochtemperaturuntersuchungen bei 400 °C für verschiedene Belastungen dargestellt.

Im Rahmen der Beschränkungen durch die Hochtemperaturindentation und bei dem Ziel, in einem möglichst großen Temperaturbereich zu prüfen, sind

vier Versuche pro Prüftemperatur ein guter Kompromiss zwischen Datenmenge und dem Parameter Prüftemperatur.

Aus diesem Grund sollten für eine ausreichende Anzahl von Versuchen bei gleichen Versuchsbedingungen pro Probe jeweils nur zwei Prüftemperaturen anhand einer halben Kerbschlagbiegeprobe untersucht werden. Somit lassen sich im Mittel jeweils vier Versuche pro Temperatur durchführen und dadurch eine statistisch verwertbare Aussage treffen. Lokale Materialeinflüsse, die bei einem einzelnen Versuch zu signifikanten Abweichungen vom homogenen Materialverhalten führen können, werden somit weitestgehend ausgeklammert.

Grundsätzlich ist eine optische Vermessung der Eindrücke zusätzlich zu den instrumentierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven zu empfehlen. Somit können der Erkenntniswert in Bezug auf das Aufwurfverhalten abgeschätzt und dadurch zusätzlich Informationen über das Materialverhalten erzeugt werden. Zudem können in diesem Zuge die Eindrücke nach Artefakten untersucht werden, die gegebenenfalls einen Rückschluss auf Beschädigungen der Eindringkörperspitze zulassen.

Die relativ einfache Wiederholbarkeit der Probenpräparation ermöglicht es, geprüfte Proben erneut zu untersuchen. Jedoch ist dies nicht beliebig oft möglich, da nach einem zu hohen Materialabtrag die Resthöhe der Probe nicht mehr für die optische Eindringtiefmessung ausreicht.

6.2.2 Temperaturabhängigkeit der Härte von EUROFER

Im Rahmen dieser Arbeit wurde EUROFER bei verschiedenen Prüftemperaturen untersucht. Die dargestellten Ergebnisse haben gezeigt, dass sich das Materialverhalten mittels der Hochtemperaturindentationsanlage abbilden lässt. Für unbestrahlten EUROFER wurde die Materialhärte in Relation mit der temperaturabhängigen Zugfestigkeit gesetzt.

In Abbildung 6.11 sind die Änderungen der Vickers- und Brinellhärte sowie der Zugfestigkeit (jeweils bezogen auf den entsprechenden Wert bei Raumtemperatur) über die Prüftemperatur aufgetragen.

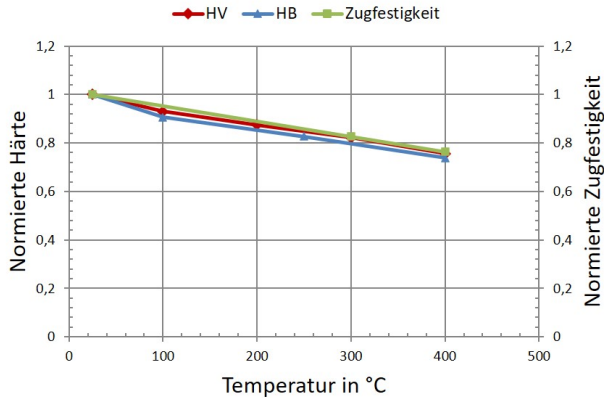


Abbildung 6.11: Normierte Werte der Vickers-, Brinellhärte und Zugfestigkeit von unbestrahltem EUROFER-WB in Abhängigkeit von der Prüftemperatur, bezogen auf die Raumtemperatur

Trotz der, bedingt durch die verschiedenen Formen der Eindringkörper, unterschiedlichen Verformungen des Probenmaterials unterhalb des Indenters kann ein vergleichbarer Verlauf des Materialverhaltens beobachtet werden. Somit kann darauf geschlossen werden, dass eine Bewertung des temperaturabhängigen Materialverhaltens von EUROFER mittels eines kugelförmigen Rockwell-Indenters und eines Vickers-Indenters durch den Kennwert der Materialhärte erfolgen kann. Weiterhin zeigt dies, dass die Anwendung der speziell gefertigten Indenter für die Anwendung bei Hochtemperatur praktikabel ist.

Es ist eine gute Übereinstimmung des temperaturabhängigen Verhaltens der Festigkeit von EUROFER-WB, ausgedrückt durch die Zugfestigkeit, und der Härtewerte zu erkennen. Bis zu einer Temperatur von 400 °C fallen die Zugfestigkeit und die Vickershärte um 24 % und die Brinellhärte um 27 %

der entsprechenden Werte bei Raumtemperatur ab. Das beobachtete Verhalten von EUROFER-WB liegt in der Größenordnung der empirischen Tabellenwerte von Vergütungsstählen im normalgeglühten Zustand und niedriglegierter Stähle der DIN EN ISO 18265 „Metallische Werkstoffe- Umwertung von Härtewerten“ [114]. Für Tabellenwerte der DIN EN ISO 18265 im gleichen Größenbereich der Kennwerte von EUROFER-WB ist ein sehr ähnlicher Zusammenhang zwischen der Härte und Zugfestigkeit zu erkennen. Diese Tatsache plausibilisiert die Korrektheit der Korrelation zwischen den temperaturabhängigen Härtewerten und der Zugfestigkeit des EUROFER-WB. Jedoch muss hierbei beachtet werden, dass die Änderungen bei den Untersuchungen an EUROFER-WB temperaturbedingt sind und im Gegensatz hierzu die Werte der DIN EN ISO 18265 allgemein für Stähle verschiedener Zugfestigkeiten ermittelt wurden.

In Abbildung 6.12 sind die Zugfestigkeit und die Vickershärte der rostfreien Stahllegierung NAS 660 (SUH 660, UNS S66286) [115] in Abhängigkeit von der Prüftemperatur aufgetragen. Es ist ersichtlich, dass sich Härte und Zugfestigkeit über die Temperatur in gleicher Weise verändern, sowohl für die absoluten als auch prozentualen Werte. Dieser Zusammenhang stimmt mit den Beobachtungen des temperaturabhängigen Materialverhaltens von EUROFER überein. Zu beachten ist, dass die in Abbildung 6.12 dargestellten Daten einen Temperaturbereich bis 1000 °C abdecken.

Anhand der Härtewerte auf Basis der Kraft-Eindringtiefe-Kurven und optischen Vermessungen von unbestrahltem EUROFER-Anl wird ersichtlich, dass für die verschiedenen ermittelten Härtewerte für Temperaturen von 25 °C bis 400 °C ein übereinstimmendes Absinken beobachtet werden kann. In Abbildung 6.13 sind die auf den jeweiligen Wert bei 25 °C normierten Härtewerte über die Prüftemperatur aufgetragen, vgl. Tabelle 5.6. Alle Werte weisen bis 400 °C eine übereinstimmende kontinuierliche Abnahme der normierten Härte auf.

Die Eindringhärte und Martenshärte sind Werte, die direkt anhand der Kraft-Eindringtiefe-Kurven berechnet wurden, während dem entgegen die Mey-

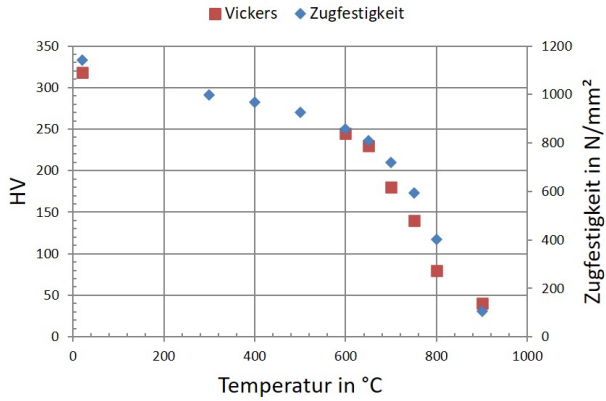


Abbildung 6.12: Vergleich der Vickershärte und der Zugfestigkeit der Legierung NAS 660 in Abhängigkeit von der Prüftemperatur [115]

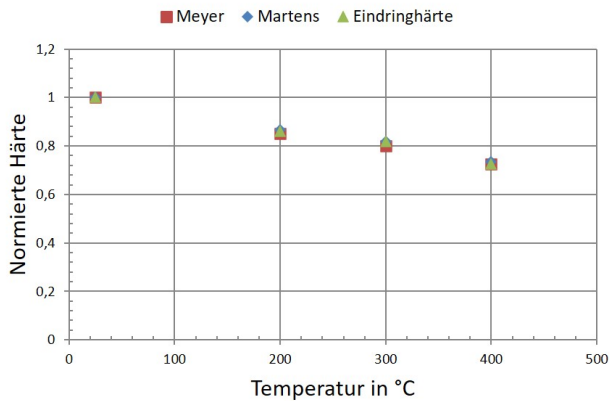


Abbildung 6.13: Normierte Härtewerte bei 40 N für unbestrahlten EUROFER-Anl aus Abbildung 5.21

erhärte auf einer optischen Vermessung der Eindrücke unter Berücksichtigung von Pile-Up- und Sink-In-Effekten beruht. Die Tatsache, dass alle Härtewerte ein übereinstimmendes temperaturabhängiges Materialverhalten beschreiben, bestätigt die Validität der mittels der optischen Messtechnik ermittelten Kraft-Eindringtiefe-Kurven. Anhand der Kraft-Eindringtiefe-Kurven macht sich die sinkende Materialhärte durch ein Ansteigen der Eindringtiefen bemerkbar. So zeigt sich z.B. in Abbildung 5.19 für EUROFER-Anl bei einer Belastung von 40 N mit steigender Temperatur ein Anstieg der Eindringtiefe, vgl. Tabelle 6.9.

Tabelle 6.9: Anstieg der relativen maximalen Eindringtiefe mit steigender Prüftemperatur

25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
100 %	116 %	124 %	136 %

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Kriechverhalten des EUROFER nicht explizit untersucht. Anhand von Kraft-Eindringtiefe-Kurven in Abbildung 5.14 und 5.15 konnte gezeigt werden, dass bei Temperaturen oberhalb von 400 °C ein ausgeprägtes Kriechen des EUROFER-Anl bei relativ geringen Haltezeiten von 10 s und 15 s beobachtet wird. Vor allem bei 600 °C ist ein sehr hoher Kriechanteil an der gesamten Eindringtiefe zu erkennen. Aufgrund der geringen Anzahl der Indentationsversuche bei 500 °C und 600 °C war es nicht möglich, das Kriechverhalten anhand der Kraft-Eindringtiefe-Kurven valide zu quantifizieren. Dennoch kann das grundsätzliche Kriechverhalten, dass ab einer Temperatur von 375 °C [104] technisch relevant wird, mittels der Hochtemperaturindentationsanlage wiedergegeben und untersucht werden.

Kraftabhängigkeit der Kugelhärte

Im Folgenden wird die Kraftabhängigkeit der Härtebestimmung mittels eines kugelförmigen Eindringkörpers betrachtet. Im Gegensatz zu selbstähnlichen Eindringkörpern liegt bei einem kugelförmigen Indenter kein konstantes Verhältnis zwischen Eindringkraft und Eindringfläche vor. Somit ergeben sich bei unterschiedlichen Belastungen abweichende Härtewerte.

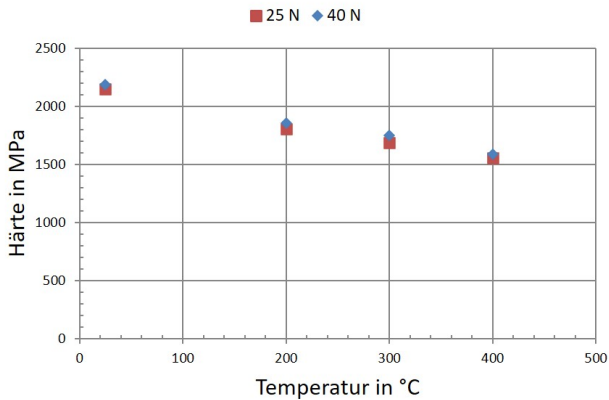


Abbildung 6.14: Meyerhärte von EUROFER-Anl für eine Belastung von 25 N und 40 N

Anhand der ermittelten Meyerhärte von EUROFER-Anl bei einer maximalen Belastung von 25 N und 40 N wird dieser Sachverhalt in Abbildung 6.14 veranschaulicht. Es zeigt sich, dass es bei einer kleineren Belastung zu etwas geringeren Härtewerten kommt. Dieses Verhalten lässt sich über den gesamten Prüftemperaturbereich beobachten. Die Härtewerte bei 25 N liegen im Schnitt um 2,6 % niedriger als die bei 40 N.

Dieses grundsätzliche kraftabhängige Verhalten der Kugelhärte wurde in ähnlicher Weise in [111] für einen Feinkornbaustahl beobachtet. Hier wurde dies in Bezug auf unterschiedliche Lastspannungszustände und deren Einfluss auf die Materialhärte untersucht.

Für eine Beurteilung des Materialverhaltens von EUROFER in Abhängigkeit von der Temperatur zeigt sich die mit einem kugelförmigen Eindringkörper ermittelte Härte trotz ihrer Kraftabhängigkeit als geeignet.

Jedoch ist für einen Vergleich mit anderen Materialien und somit eine Einordnung des Materialverhaltens in bekannte Literaturwerte mit einem kugelförmigen Eindringkörper nicht ohne weiteres möglich. Für die Bestimmung eines allgemeingültigen temperaturabhängigen Härtewertes ist die Verwendung eines selbstähnlichen Eindringkörpers, wie einer Vickerspyramide, zu empfehlen, da hier kein Einfluss der Prüfkraft auf den Härtewert vorliegt.

6.2.3 Vergleich der berechneten Härtewerte

Es wurde gezeigt, dass alle ermittelten Härtewerte in übereinstimmender Weise mit steigender Prüftemperatur abfallen, vgl. Abbildung 6.13. Dies macht deutlich, dass das temperaturabhängige Materialverhalten von allen Härtewerten in korrekter Weise wiedergegeben wird.

Bei einer Betrachtung der absoluten Werte der Härten wurde jedoch gezeigt, dass es hier zu signifikanten Unterschieden der Ergebnisse kommt, siehe Abbildung 5.21. In folgender Abbildung 6.15 wird dieser Sachverhalt mittels auf die Meyerhärten der jeweiligen Prüftemperatur normierten temperaturabhängigen Martens- und Eindringhärte veranschaulicht.

Es wird deutlich, dass die Werte der Eindringhärte über den gesamten Temperaturbereich deutlich höher sind, zwischen 15 % und 17 %, als die Meyerhärte. Die Martenshärte zeigt demgegenüber zwischen 1 % und 3 % höhere Werte. Diese Unterschiede lassen sich auf die verschiedenen Ansätze der Ermittlung der Härte zurückführen:

- Abbildung der plastischen oder elastisch-plastischen Verformung
- Verwendung der realen oder projizierten Kontaktfläche
- Methode zur Ermittlung der Kontaktfläche

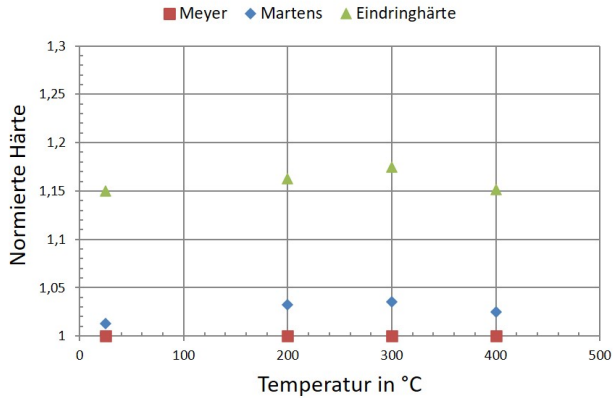


Abbildung 6.15: Auf die Meyerhärte normierte Härtewerte von unbestrahltem EUROFER-Anl bei 40 N

- Berücksichtigung von Aufwurfeffekten des Materials am Indenter-
rand

Grundsätzlich ist die Berechnung bei der Meyerhärte sowie der Eindringhärte gleich. Sie ist der Quotient von maximaler Kraft und projizierter Fläche des Eindrucks nach Entlastung. Hier wird somit lediglich das plastische Verhalten des Materials beschrieben. Die Ermittlung des Eindrucks ist jedoch unterschiedlich. Bei der Meyerhärte werden die resultierenden Eindrücke der Indentationsversuche mittels eines optischen Mikroskops vermessen und aus den Durchmessern die Fläche berechnet. Hier wird davon ausgegangen, dass die Kontaktfläche zwischen Indenter und Probe dem resultierenden Eindruck entspricht.

Die Eindringhärte wird über die Anwendung der Hertzschen Kontaktgleichungen auf den Entlastungsteil der Kraft-Eindringtiefe-Kurve ermittelt. Bei dieser Methode kann ein mögliches Aufwurfverhalten des Materials nicht berücksichtigt werden. Somit wird ggf. ein zu geringer Kontaktradius ermittelt, der wiederum zu einer Überschätzung der Materialhärte führt.

Um das Aufwurfverhalten von EUROFER zu quantifizieren, kann der in Kapitel 2.3.3 besprochene Faktor c^2 berechnet werden. Hierzu wird angenommen, dass der Radius der vermessenen optischen Eindrücke gleich dem Kontaktradius a_c des entsprechenden Eindringversuchs ist. Dieser wird mit dem über die Entlastungskurve ermittelten Kontaktradius a ins Verhältnis gesetzt, dass gilt:

$$c^2 = \frac{a_c^2}{a^2} \quad (6.1)$$

Für unbestrahlten EUROFER-Anl ergeben sich bei einer Belastung von 40 N für c^2 die Werte der Tabelle 6.10

Tabelle 6.10: Werte für c^2 zur Bewertung des Aufwurfverhaltens von unbestrahltem EUROFER-Anl

Temperatur	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
c^2	1,134	1,162	1,173	1,160

Die Tatsache, dass c^2 einen Wert größer als Eins einnimmt, bestätigt das Auftreten eines Materialaufwurfs während der Eindringversuche an EUROFER im Anlieferungszustand bei allen Prüftemperaturen. Diese Tatsache erklärt, dass sich die Absolutwerte der Meyer- und Eindringhärte deutlich unterscheiden. In [116] wurden für verschiedene Stahlsorten Werte für c bzw. c^2 in ähnlicher Größenordnung ermittelt. Grundsätzlich kann die Qualität des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurve die ermittelten Härtewerte zusätzlich beeinflussen. Hierauf wird im weiteren Verlauf gesondert eingegangen.

Die Martenshärte wird in der Regel direkt im Punkt der maximalen Kraft der Kraft-Eindringtiefe-Kurve bestimmt. Da dieser Wert unter Last ermittelt wird, spiegelt er das elastische und plastische Verhalten des Materials wider. Als Kontaktfläche wird hierbei nicht die projizierte, sondern die reale

Fläche verwendet. Diese wird über die Gleichung der Kugeloberfläche entsprechend der gemessenen Eindringtiefe ermittelt. Hierbei wird jedoch, wie bei der Eindringhärte, das Aufwurfverhalten des Materials nicht berücksichtigt.

6.2.4 Bestrahlungsinduzierte Verfestigung von EUROFER

Bisher wurde das temperaturabhängige Verhalten des unbestrahlten EUROFER betrachtet. Nun sollen die experimentellen Ergebnisse unter Berücksichtigung der Bestrahlung und ihrer Temperatur betrachtet und die einzelnen Verfestigungszustände untereinander verglichen werden.

Bei einer Betrachtung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur wird eine deutliche Verringerung der Eindringtiefen bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C und damit eine ansteigende Härte des EUROFER-Anl beobachtet. Dieser Sachverhalt wird in Abbildung 6.16 anhand der Meyerhärte aufgezeigt.

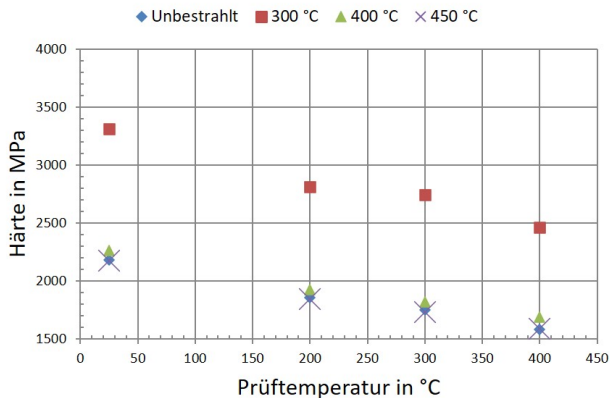


Abbildung 6.16: Meyerhärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen

Hier wird deutlich, dass der Verfestigungseinfluss bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C am größten ist. Dies spiegelt sich in einer deutlichen Erhöhung der Härte im Vergleich zum unbestrahlten Zustand des EUROFER-Anl wider. Dies ist ein Verhalten, das über den gesamten Prüftemperaturbereich zu beobachten ist. Für die Bestrahlungstemperatur 400 °C ist die Verfestigung deutlich geringer, und bei 450 °C zeigt sich keine signifikante Abweichung zu den Härtewerten des unbestrahlten Zustands.

In Abbildung 6.17 ist dieser Vergleich der einzelnen Bestrahlungszustände für die Martenshärte dargestellt. Hierbei zeigt sich insgesamt ein übereinstimmendes Verhalten mit der Meyerhärte. Auch hier ist deutlich zu erkennen, dass die größte Verfestigung über den gesamten Prüftemperaturbereich bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C auftritt. Jedoch zeigt sich, dass sich hier die Bestrahlungstemperaturen 400 °C und 450 °C sowie der unbestrahlte Zustand nicht so klar voneinander abgrenzen lassen wie es bei der Meyerhärte der Fall ist. Dies wird auf die Tatsache zurückgeführt, dass Toleranzen bei der Auswertung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven zu einer Ungenauigkeit führen.

In Abbildung 6.18 sind die entsprechenden Werte für die Eindringhärte aufgetragen. Auch hier werden das Temperatur- und das Verfestigungsverhalten korrekt abgebildet. Lediglich bei einer Prüftemperatur von 25 °C und einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C wird ein augenscheinlich zu geringer Wert für die Härte ermittelt, da dieser deutlich unter dem von unbestrahltem EUROFER-Anl bei 25 °C liegt. Bei den Prüftemperaturen 200 °C, 300 °C und 400 °C zeigen der unbestrahlte sowie der bei 450 °C bestrahlte Zustand annähernd übereinstimmende Härtewerte. Dies bestätigt den durch die Meyerhärte ermittelten Sachverhalt, dass sich das Verhalten des Bestrahlungszustands bei 450 °C über den gesamten Prüftemperaturbereich mit dem Verhalten des unbestrahlten Zustands deckt.

Betrachtet man die unterschiedlichen Bestrahlungszustände über den gesamten Prüftemperaturbereich, wird ersichtlich, dass die Temperaturabhängigkeit der Materialhärte aller Bestrahlungszustände ein sehr ähnliches Ver-

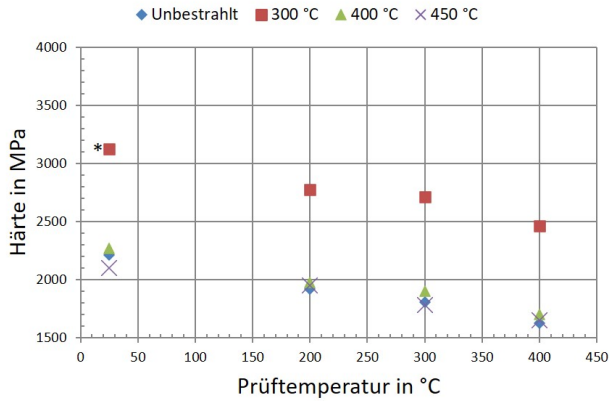


Abbildung 6.17: Martenshärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

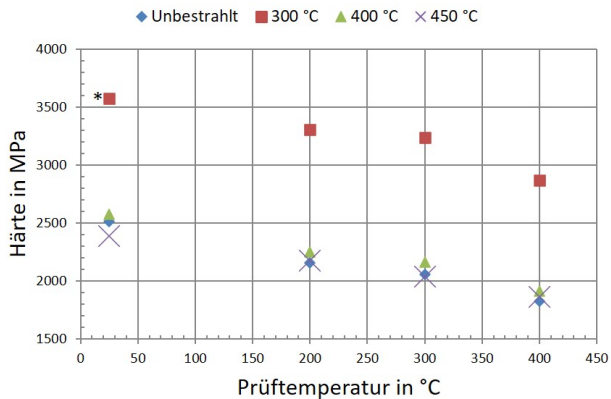


Abbildung 6.18: Eindringhärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

halten aufweist. In Abbildung 6.19 ist dies anhand des relativen Abfalls der Meyerhärte für alle Bestrahlungszustände veranschaulicht. Für die jeweilige Bestrahlungstemperatur sind die Härtewerte auf den Wert bei 25 °C normiert.

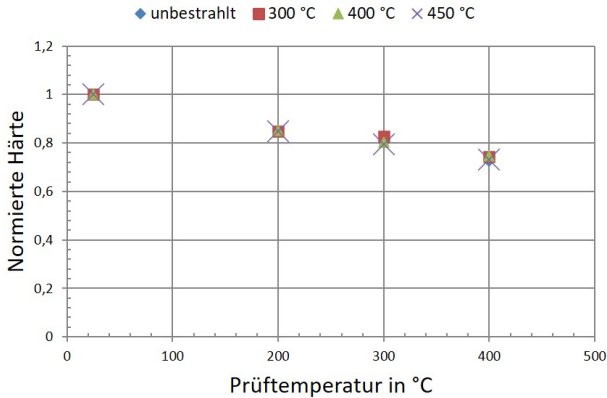


Abbildung 6.19: Normierte Meyerhärte für alle Bestrahlungstemperaturen bei 40 N

In Abbildung 6.20 sind die Härtewerte von EUROFER-AnI aufgetragen, die den statischen Betriebszuständen bei der Fusion entsprechen. Die Prüftemperaturen entsprechen den Bestrahlungstemperaturen. Zu beachten ist, dass bei 25 °C der unbestrahlte Zustand und bei der Bestrahlungstemperatur von 450 °C, aufgrund der festgelegten Einsatzgrenze der Diamantspitzen, eine Prüftemperatur von 400 °C verwendet wurde.

Es ist deutlich zu erkennen, dass die höchsten Härtewerte bei der Bestrahlungstemperatur von 300 °C ermittelt werden und somit hier die Verfestigung des EUROFER-AnI am größten ist. Nach diesem mit steigender Temperatur anfänglichen starken Härteanstieg fallen die Härtewerte ab 400 °C deutlich unter den Wert des unbestrahlten Materials bei Raumtemperatur. Damit zeigt sich, dass es bei Bestrahlungstemperaturen von 400 °C und höher zu einem Rückgang der Materialverfestigung kommt und somit

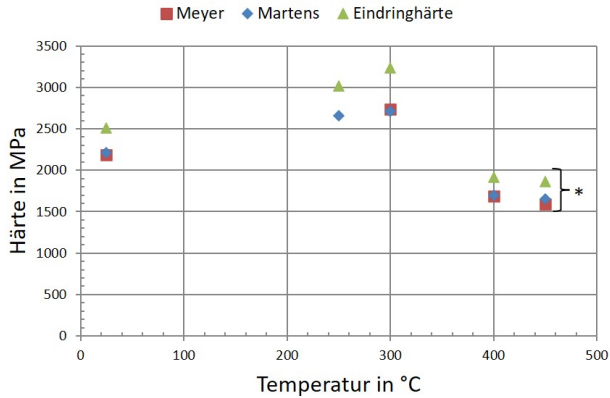


Abbildung 6.20: Härtewerte für alle Bestrahlungszustände bei 40 N; mit * gekennzeichnete Härtewerte wurden bei 400 °C geprüft

EUROFER-Anl oberhalb von 300 °C keine weitere Verfestigung erfährt. Dies kann durch einen zeitgleich ablaufenden Verfestigungs- und Ausheilmechanismus erklärt werden. Hier wird auch deutlich, dass alle drei unterschiedlichen Härtewerte geeignet sind, die bestrahlungsinduzierte Verfestigung von EUROFER zu beschreiben.

Um zu beurteilen, ob das Aufwurfverhalten sich mit einer möglichen bestrahlungsinduzierten Verfestigung des EUROFER-Anl systematisch verändert, wurden anhand der optisch vermessenen Eindruckdurchmesser und der mittels der Kraft-Eindringtiefe-Kurven bestimmten Kontaktradien Werte für c^2 ermittelt, vgl. Tabelle 6.11.

Aus den Ergebnissen kann keine systematische Entwicklung des Aufwurfverhaltens von EUROFER-Anl in Abhängigkeit vom Bestrahlungszustand gefunden werden.

In Abbildung 6.21 sind die ermittelte Meyerhärte von EUROFER-Anl und die Ergebnisse von Mikrohärtmessungen von EUROFER-Anl bei den Bestrahlungszuständen 300 °C, 400 °C und 450 °C aufgetragen. Die Mikrohärt-

Tabelle 6.11: Werte für c^2 zur Bewertung des Aufwurfverhaltens von bestrahltem EUROFER-Anl

Bestrahlungstemperatur	Prüftemperatur			
	25 °C	200 °C	300 °C	400 °C
300 °C	-	1,177	1,179	1,166
400 °C	1,145	1,166	1,199	1,145
450 °C	1,103	1,177	1,175	1,177

temessungen wurden mittels eines Vickers-Eindringkörpers am FML durchgeführt. Es zeigt sich, dass eine Übereinstimmung des Verlaufs der Härte- werte in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur besteht.

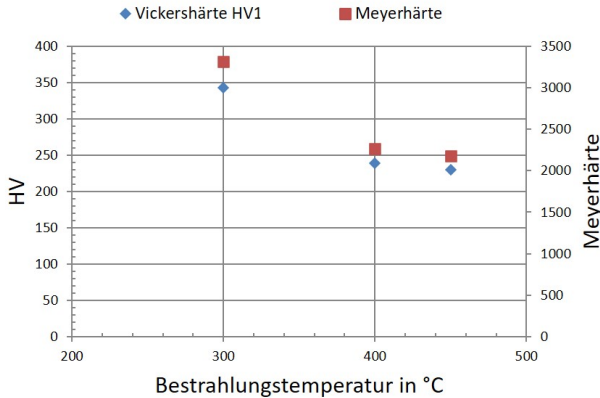


Abbildung 6.21: Vergleich der Meyer- und Vickershärte des unbestrahlten EUROFER-Anl und bei den Bestrahlungstemperaturen 300 °C, 400 °C und 450 °C bei einer Prüftemperatur von 25 °C

Für beide Härteverläufe zeigt sich ein übereinstimmender Abfall mit einer über 300 °C steigenden Bestrahlungstemperatur. Normiert auf den Zustand bei 300 °C zeigen bei Härte werte einen sehr ähnlichen prozentualen Abfall,

siehe Tabelle 6.12. Dies zeigt, dass das Materialverhalten in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur durch die Vickers- und die Meyerhärte in gleicher Weise abgebildet wird.

Tabelle 6.12: Prozentualer Abfall der Vickers- und Meyerhärte bei 25 °C

Bestrahlungstemperatur	300 °C	400 °C	450 °C
Meyer	100 %	70 %	67 %
Vickers	100 %	68 %	66 %

6.2.5 Vergleich der Härteuntersuchungen mit Zugversuchsdaten

Im Folgenden soll untersucht werden, ob eine direkte Korrelation zwischen dem Materialparameter Zugfestigkeit und 0,2 %-Dehngrenze sowie den ermittelten Härten besteht.

Zunächst wird der Zusammenhang für EUROFER-Anl im unbestrahlten Zustand betrachtet. In Abbildung 6.22 sind die Härtewerte und die Zugfestigkeit von EUROFER-Anl in Abhängigkeit von der Prüftemperatur aufgetragen.

Für alle Materialparameter zeigt sich ein kontinuierlicher und korrelierender Abfall mit steigender Prüftemperatur. Dies zeigt, dass sich für EUROFER-Anl die temperaturabhängige Änderung der Zugfestigkeit mittels einer Bestimmung der Materialhärte beschreiben lässt. Es ist zu erkennen, dass die Dehngrenze unempfindlicher auf die steigende Temperatur reagiert als die Zugfestigkeit. Dies bedeutet, dass mit steigender Temperatur das Streckgrenzenverhältnis ansteigt.

Um den Zusammenhang dieser Materialparameter zu beschreiben, werden die Meyerhärte und die Zugfestigkeit von unbestrahltem EUROFER-Anl gegenübergestellt, siehe Abbildung 6.23. Für die Zugversuchskennwerte wer-

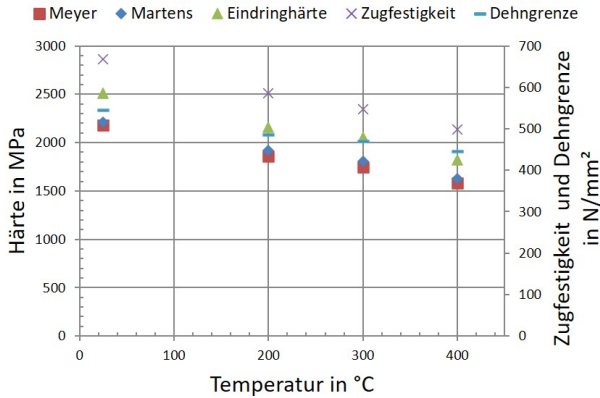


Abbildung 6.22: Vergleich der Härtewerte und der Zugfestigkeit sowie 0,2 %-Dehngrenze von unbestrahltem EUROFER-Anl in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

den zum einen die experimentellen Daten aus [106] und die berechneten Werte des RCC-MRx-Code [104] verwendet, siehe Tabelle H.1.

Es ist zu erkennen, dass sich in sehr guter Näherung ein linearer Zusammenhang zwischen der Materialärte und der Zugfestigkeit feststellen lässt. Diese Korrelation zeigt sich für die experimentellen Werte und die des RCC-MRx-Codes. Lediglich die Zugfestigkeit des RCC-MRx-Codes liegt ein wenig oberhalb der experimentellen Werte. Für die weiteren Vergleiche werden die Daten des RCC-MRx-Codes verwendet, da hier Werte für eine breite Anzahl an Testtemperaturen vorliegen. In Abbildung 6.24 und 6.25 ist dieser Zusammenhang für alle im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Härtewerte dargestellt. Es zeigt sich, dass für alle Härten ein linearer Zusammenhang der Materialhärte und der Zugfestigkeit bzw. Dehngrenze zu beobachten ist. Somit können bis zu einer Temperatur von 400 °C die Zugfestigkeit und die Dehngrenze anhand der verschiedenen Kugelhärten mittels Geradengleichungen in sehr guter Näherung abgeschätzt werden.

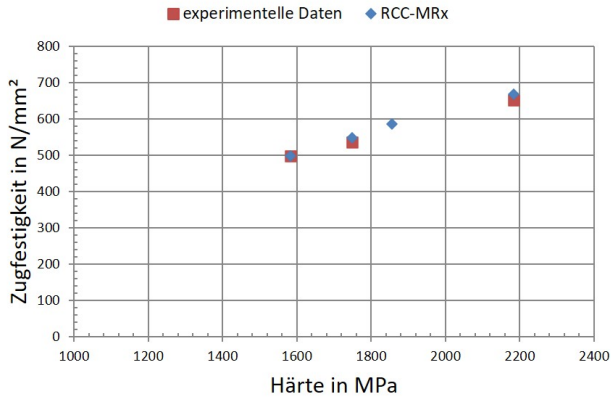


Abbildung 6.23: Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und der Meyerhärte von unbestrahltem EUROFER-An1

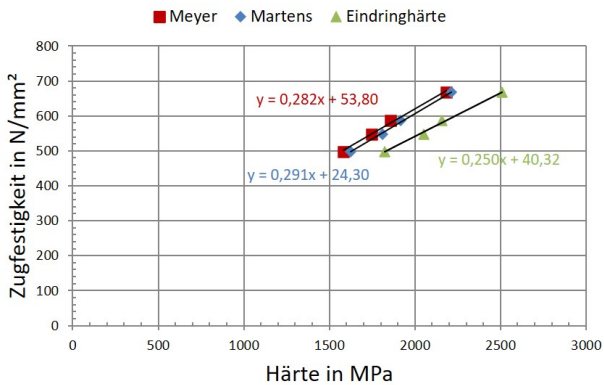


Abbildung 6.24: Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem EUROFER-An1 und dessen Zugfestigkeit

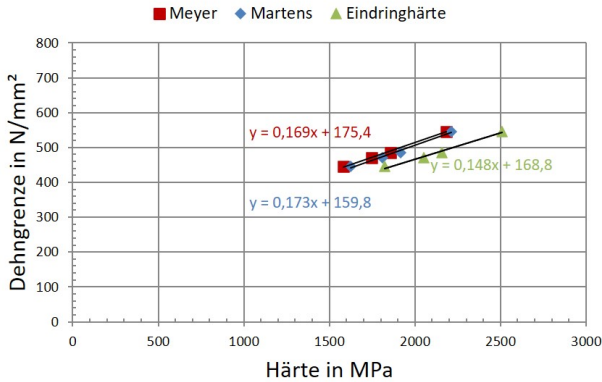


Abbildung 6.25: Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem EUROFER-Anl und dessen 0,2 %-Dehngrenze

In Tabelle 6.13 sind die realen Zugfestigkeiten und die mittels der Geradengleichungen aus Abbildung 6.24 berechneten Werte gegenübergestellt. Die größten Abweichungen sind bei einer Temperatur von 200 °C zu beobachten.

Tabelle 6.13: Vergleich der realen Zugfestigkeiten R_m und den mittels der entsprechenden Geradengleichung berechneten Werten (vgl. Abbildung 6.24)

Prüftemperatur	R_m	$R_{m-Meyer}$	$R_{m-Martens}$	$R_{Eindringsh.}$
25 °C	668	669,4	667,7	667,8
200 °C	586	577,3	582,1	579,9
300 °C	548	546,8	550,8	553,7
400 °C	498	500,4	496,7	496,1

In Tabelle 6.14 sind die entsprechenden Ergebnisse der Geradengleichungen aus Abbildung 6.25 für die Dehngrenze $R_{p0,2}$ aufgelistet. Auch hier ist

eine sehr gute Übereinstimmung der berechneten und der realen Werte zu erkennen.

Tabelle 6.14: Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und den mittels den entsprechenden Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.25) berechneten Werten

Prüftemperatur	$R_{p0,2}$	$R_{p0,2-Meyer}$	$R_{p0,2-Martens}$	$R_{Eindringh.}$
25 °C	546	544,3	542,3	540,3
200 °C	486	489,1	491,4	488,2
300 °C	471	470,8	472,8	472,7
400 °C	445	443	440,6	438,6

Es zeigt sich, dass sich mittels des relativ einfachen Zusammenhangs linearer Gleichungen die Zugfestigkeiten und Dehngrenzen auf Basis der Materialhärte in guter Näherung berechnen lassen.

Weiterhin bleibt zu prüfen, ob die Linearität des Zusammenhangs zwischen Materialhärte und Zugfestigkeit auch für noch höhere Temperaturen und andere fusionsrelevante Materialien wie z.B. EUROFER-ODS ihre Gültigkeit behält.

Um zu untersuchen, ob die durch die Hochtemperaturindentationsanlage ermittelten Härtewerte das bestrahlungsinduzierte Verfestigungsverhalten von EUROFER-Anl in korrekter Weise abbilden, werden hierzu die Werte der Dehngrenzen und der Zugfestigkeit (vgl. Tabelle H.2) für den entsprechenden Bestrahlungszustand herangezogen und mit der Materialhärte verglichen, siehe Abbildung 6.26.

Beide Verläufe der Härtewerte zeigen qualitativ eine gute Übereinstimmung mit dem Verlauf der Zugfestigkeit und der Dehngrenze. Dies zeigt, dass neben der Temperaturabhängigkeit auch der Bestrahlungseinfluss auf EUROFER-Anl durch die Hochtemperaturindentationsanlage in korrekter Weise beschrieben werden kann.

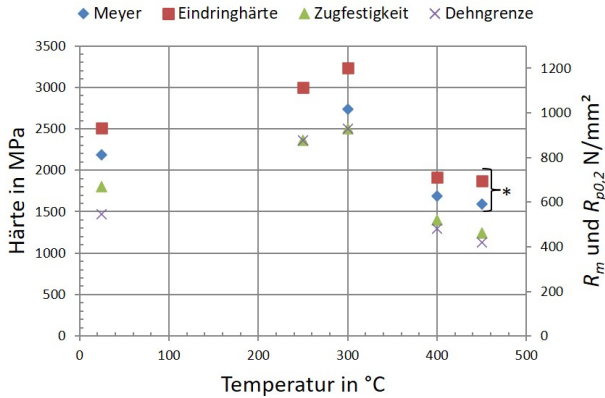


Abbildung 6.26: Vergleich der bestrahlungsinduzierten Änderung der Meyer- und Eindhärte mit der Zugfestigkeit von EUROFER-Anl; mit * gekennzeichnete Härtewerte wurden bei 400 °C geprüft

In Abbildung 6.27 und 6.28 ist der direkte Zusammenhang zwischen Zugfestigkeit bzw. 0,2 %-Dehngrenze und den Härtewerten des unbestrahlten Zustands für die Prüftemperaturen 25 °C, 200 °C, 300 °C und 400 °C sowie der bestrahlten Zustände von EUROFER-Anl gezeigt. Bei Letzteren entspricht die Bestrahlungstemperatur der Prüftemperatur sowie für die Bestrahlungstemperaturen 250 °C und 300 °C sind Werte für eine Prüftemperatur von 25 °C berücksichtigt worden.

Für die verschiedenen Härtewerte ist ein übereinstimmender Verlauf zu erkennen. In guter Näherung lässt sich hierbei wie beim unbestrahlten Zustand ein linearer Zusammenhang zwischen Härtewerten und Zugfestigkeit festlegen, vgl. Abbildung 6.27. Lediglich bei einzelnen Materialzuständen sind größere Abweichungen zu erkennen.

In Bezug auf die Dehngrenze lässt sich aus den bestrahlten und unbestrahlten Materialzuständen kein einheitlicher linearer Zusammenhang finden. Die in Abbildung 6.28 dargestellten Geradengleichungen liefern keine ad-

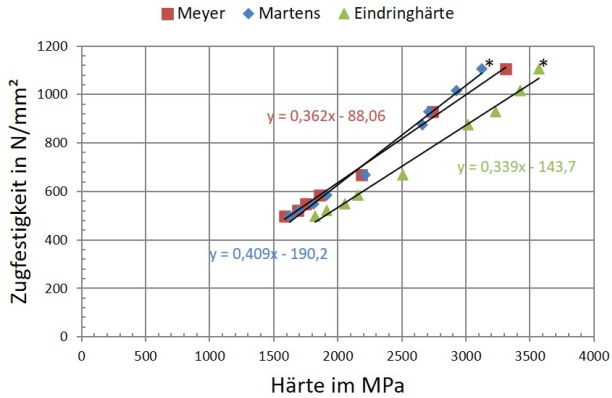


Abbildung 6.27: Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-9k und dessen Zugfestigkeit; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

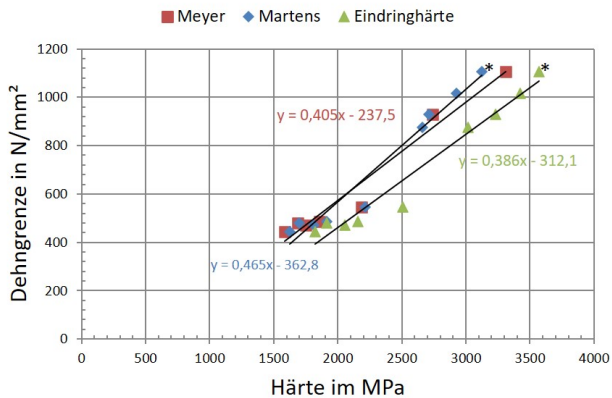


Abbildung 6.28: Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-9k und dessen 0,2 %-Dehngrenze; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

äquate Beschreibung des unbestrahlten Zustands von EUROFER-Anl mehr. Bestrahlt und unbestrahlt sollten gesondert betrachtet werden.

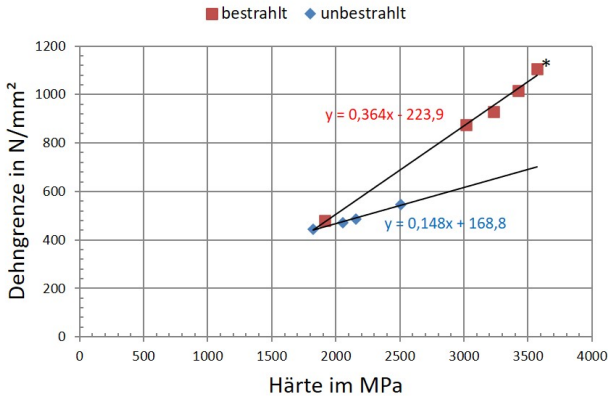


Abbildung 6.29: Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der 0,2 %-Dehngrenze, für unbestrahlten und bestrahlten Zustand von EUROFER-Anl getrennt dargestellt; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

In Abbildung 6.29 ist deutlich zu erkennen, dass die linearen Approximationen den unbestrahlten und bestrahlten EUROFER-Anl gut abbilden.

Der experimentell ermittelte Zusammenhang von Zugfestigkeit bzw. Dehngrenze und Materialhärte kann durch einen Vergleich mit simulierten Daten verifiziert werden. In den Abbildungen 6.30 und 6.31 sind ein solcher Vergleich in Bezug auf die Eindringhärte dargestellt. Es zeigt sich, dass die experimentellen und simulierten Werte das Materialverhalten in guter Übereinstimmung abbilden. Die Werte der aus den Simulationen berechneten Härten sind in Tabelle G.10 aufgelistet.

In Tabelle 6.15 sind die realen Werte den berechneten Zugfestigkeiten der verschiedenen Härtewerte entsprechend Abbildung 6.27 gegenübergestellt. Insgesamt lassen sich mit dem linearen Zusammenhang die Zugfestigkeiten der verschiedenen Materialzustände des unbestrahlten und bestrahlten

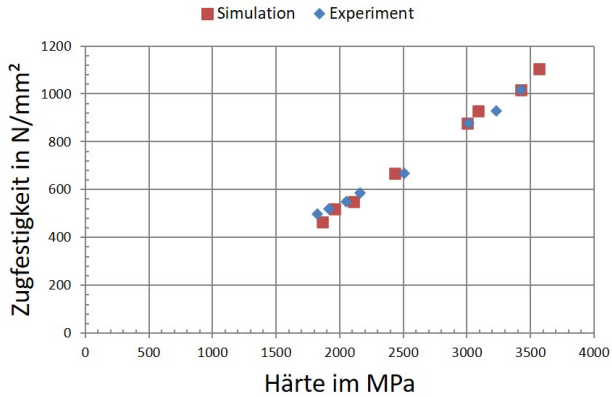


Abbildung 6.30: Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der Zugfestigkeit von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-An1 für simulierte und experimentelle Daten

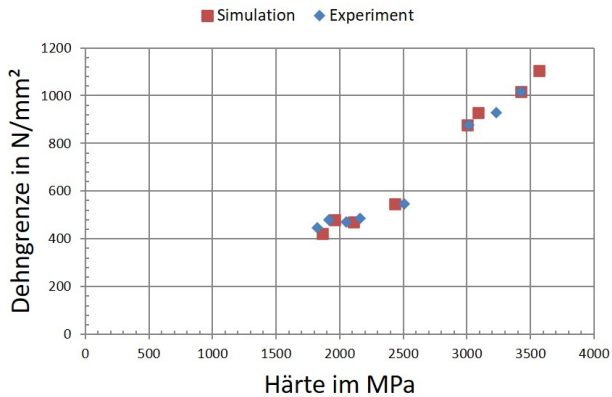


Abbildung 6.31: Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der 0,2 %-Dehngrenze von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-An1 für simulierte und experimentelle Daten

EUROFER-Anl in guter Näherung zu den realen Daten abschätzen. Die berechneten Dehngrenzen entsprechend der Geraden aus Abbildung 6.28 und Abbildung 6.29 sind in Tabelle H.20 und Tabelle H.21 aufgetragen.

Tabelle 6.15: Vergleich der realen Zugfestigkeiten und den mittels den entsprechenden Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.27) berechneten Werten

Prüft./Bestrahlungst.	R_m	$R_{m-Meyer}$	$R_{m-Martens}$	$R_{m-Eindringh.}$
25 °C / -	668	702	714	707
200 °C / -	586	584	593	588
300 °C / -	548	545	550	553
400 °C / -	498	485	474	474
25 °C / 250 °C	1017	-	1006	1017
250 °C / 250 °C	876	-	897	879
25 °C / 300 °C	1106	1111	1088	1067
300 °C / 300 °C	930	904	919	953
400 °C / 400 °C	521	523	504	505

Es wurde gezeigt, dass mittels der Härtewerte das bestrahlungsinduzierte Verfestigungsverhalten von EUROFER-Anl in korrekter Weise wiedergegeben wird. Neben einer rein qualitativen Aussage über das Materialverhalten ist es möglich, den Parameter der Zugfestigkeit R_m mittels eines einfachen Zusammenhangs in Form einer einzigen Geradengleichung je Härteprüfverfahren auf Basis der Materialhärte abzuschätzen. Sowohl im unbestrahlten als auch bestrahlten Zustand lassen sich mit einer solchen Formulierung Werte in guter Übereinstimmung mit den realen Zugfestigkeiten ermitteln. Bezüglich der Dehngrenze $R_{p0,2}$ ist eine lineare Beschreibung ebenfalls möglich. Jedoch müssen hierbei der unbestrahlte und bestrahlte Materialzustand separat betrachtet werden. Insgesamt wurde gezeigt, dass es mittels relativ einfacher Zusammenhänge möglich ist, auf Basis temperierter Untersuchungen der Materialhärte weitere Materialparameter abzuschätzen und

Rückschlüsse auf das Werkstoffverhalten von EUROFER zu ziehen. Die dargestellten Zusammenhänge zwischen Härte und Festigkeit stellen somit ein robustes Modell für die Mehrheit der für EUROFER im späteren Einsatz relevanten Materialzustände dar. Mit diesem Modell ist es theoretisch denkbar, auf Basis von wenigen Zugversuchsdaten mittels Härteuntersuchungen in einem breiten Bereich relevante Zustandsparameter zu ermitteln, ohne den großen Aufwand einer Vielzahl zerstörender Zugversuche zu betreiben. Somit wäre es möglich, die Anzahl bestrahlter Proben und somit die Menge radioaktiven Materials zu reduzieren.

Es muss jedoch beachtet werden, dass die hier ermittelten Zusammenhänge zwischen Zugfestigkeit bzw. Dehngrenze und Materialhärte empirischer Natur sind und auf die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Materialzustände von EUROFER beschränkt sind. Eine Extrapolation dieses Zusammenhangs für andere Bestrahlungszustände und Prüftemperaturen außerhalb des jeweils untersuchten Parameterbereichs ist nicht zulässig bzw. muss zukünftig noch validiert werden. Eine Anwendung linearer Zusammenhänge bei höheren Prüftemperaturen und weiteren für die Fusion relevanten Materialien, z.B. EUROFER-ODS und Wolfram, muss in Zukunft überprüft werden.

6.2.6 Wärmebehandlungen innerhalb der Anlage

Neben der Ermittlung der Materialhärte ist mit der Hochtemperaturinduktionsanlage direkt in der Vakuumkammer die Möglichkeit von Wärmebehandlungen der Proben gegeben. Es wurde gezeigt, dass die Materialverfestigung bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C maximal ausgeprägt ist und es bei einer Erhöhung der Temperatur zu deutlich geringerer Verfestigung kommt, was auf eine parallele temperaturbedingte Ausheilung der Verfestigung im Material zurückgeführt wird.

Für eine praktische Anwendung von EUROFER spielt somit die Möglichkeit einer Kompensation bzw. Ausheilung der bestrahlungsinduzierten Materialschädigung durch Wärmebehandlungen eine Rolle.

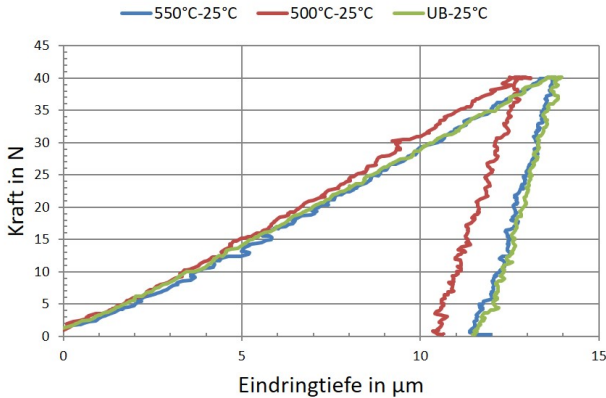


Abbildung 6.32: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C Prüftemperatur für die Bestrahlungstemperatur 300 °C im wärmebehandelten sowie unbestrahlten Zustand

In den Abbildungen 6.32 und 6.33 sind für die Prüftemperaturen 25 °C und 400 °C jeweils die Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-Anl im unbestrahlten und wärmebehandelten Zustand vergleichend dargestellt. Für den Vergleich wurde bei 300 °C bestrahlter EUROFER-Anl herangezogen.

Für 25 °C zeigt sich für den unbestrahlten Versuch und den bestrahlten und bei 550 °C/3 h ausgeheilten Versuch eine sehr gute Übereinstimmung der Kurven. Hier findet somit eine vollständige Ausheilung der Materialverfestigung des EUROFER-Anl statt. Nach einer Wärmebehandlung von 500 °C/3 h ist eine deutlich geringere Eindringtiefe zu erkennen, die auf eine trotz Wärmebehandlung verbleibende Verfestigung des EUROFER-Anl zurückzuführen ist.

Bei einer Prüftemperatur von 400 °C ist grundsätzlich das gleiche Materialverhalten zu beobachten. Zwischen den zwei Wärmebehandlungen ist hier

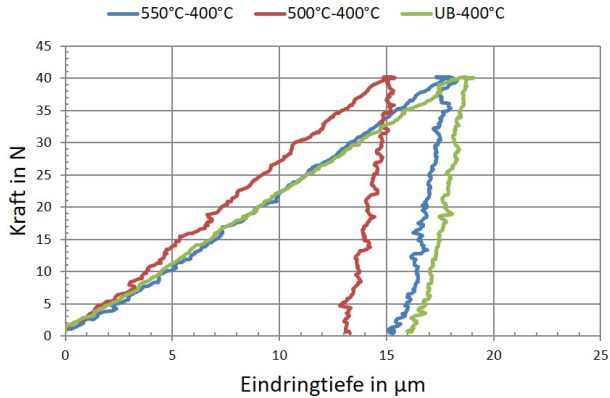


Abbildung 6.33: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C Prüftemperatur für die Bestrahlungstemperatur 300 °C im wärmebehandelten sowie unbestrahlten Zustand

ebenfalls ein deutlicher Unterschied der Eindringtiefen zu erkennen. Lediglich die Übereinstimmung zwischen unbestrahltem Zustand und bestrahltem mit Wärmebehandlung bei 550 °C/3 h zeigt eine Abweichung. Jedoch ist diese im Vergleich zum 500 °C/3 h-Zustand deutlich geringer. An EUROFER sollten weitere Wärmebehandlungen mit stetig steigender Dauer bei 550 °C durchgeführt werden.

Auf Basis der Kraft-Eindringtiefe-Kurven wurden die Eindringhärte sowie die Martenshärte berechnet. Diese Werte sind in den Abbildungen 6.34 und 6.35 über die Prüftemperatur aufgetragen. Zudem wurden hier Härtewerte des bei 300 °C bestrahlten EUROFER-Anl bei einer Prüftemperatur von 25 °C auf Basis von Simulationsrechnungen hinzugefügt, da hierzu keine experimentellen Daten zur Verfügung standen.

Anhand dieser Härtewerte zeigt sich im Vergleich mit dem bestrahlten Zustand deutlich, dass Wärmebehandlungen in einer signifikanten Reduzierung der Materialverfestigung resultieren. Dies zeigt sich auch bei der Wärmebehandlung bei 500 °C/3 h, jedoch fällt das Ausmaß der Kompensati-

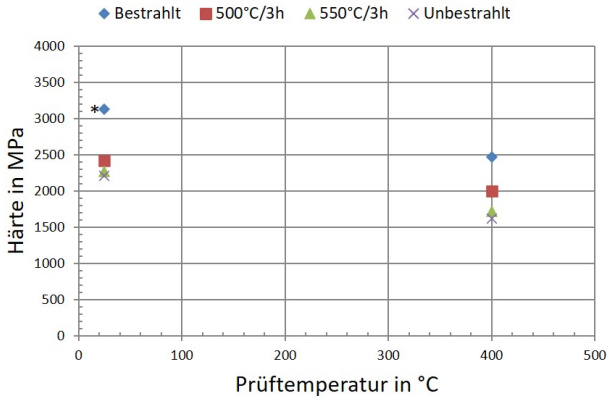


Abbildung 6.34: Martenshärte von unbestrahltem und bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl und entsprechender Wärmebehandlungen bei 500 °C/3 h und 550 °C/3 h; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

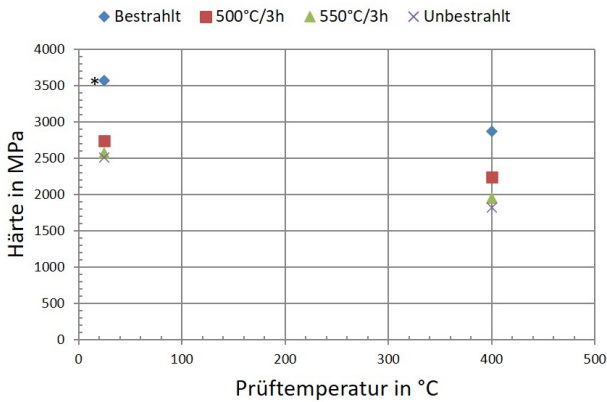


Abbildung 6.35: Eindringhärte von unbestrahltem und bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl und entsprechender Wärmebehandlungen bei 500 °C/3 h und 550 °C/3 h; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet

on der Verfestigung deutlich geringer aus als bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}/3\text{ h}$. Es liegen die Härtewerte in guter Übereinstimmung mit den Härten des unbestrahlten EUROFER-Anl.

Somit ist es mit der Hochtemperaturanlage möglich, relativ unkompliziert Wärmebehandlungen in den Versuchsablauf einzubauen. Diese einfache Möglichkeit mit anschließender direkter Prüfung der Probe bietet qualitative und quantitative Aussagen über die Auswirkungen von Wärmebehandlungen mit variablen Parametern auf das Materialverhalten verschiedener bestrahlter Materialien. Dies ist ein deutlicher Vorteil gegenüber den bisherigen Untersuchungen in diesem Bereich, da hier stets die Wärmebehandlung nicht lokal in der Prüfmaschine durchgeführt wurde und somit eine separate Anlage genutzt werden musste. Somit ist es möglich, die Untersuchungen im bestrahlten Zustand sowie nach der Wärmebehandlung auf der identischen Probe durchzuführen.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden folgende Ziele verfolgt:

- Ertüchtigung der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb in einer Heißen Zelle; Versetzung der Anlage in die Materialprüfzelle des FML sowie die Verifikation der fernhantierten Funktionsfähigkeit
- Verifikation der experimentellen Ergebnisse mittels numerischer Simulation des Indentationsverfahrens und Untersuchung des Einflusses von Form und Material des Eindringkörpers
- Charakterisierung von bestrahltem EUROFER mit verschiedenen Prüf- sowie Bestrahlungstemperaturen sowie deren Einordnung in bekannte Literaturwerte und Ergebnisse anderer Prüfverfahren
- Untersuchung der Möglichkeit von Ausheilwärmebehandlungen direkt in der Hochtemperaturindentationsanlage zur Kompensation von Bestrahlungsschäden

Mit den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen und dargestellten Ergebnissen wurde gezeigt, dass das Ziel der Entwicklung und Umsetzung einer Hochtemperaturindentationsanlage für die fernhantierte Untersuchung bestrahlter Materialien für die Kernfusion erfolgreich abgeschlossen wurde. Bestrahlte und toxische Materialien können nun im Hinblick auf die Abhängigkeit ihrer Eigenschaften von der Temperatur und des Einflusses der Bestrahlung charakterisiert werden.

In Bezug auf den fernhantierten Betrieb in einer Heißen Zelle musste für die technische Umsetzung einzelner Funktionen der Anlage darauf geachtet werden, dass die Genauigkeitsanforderungen erfüllt sowie eine robuste und mit den Manipulatoren handhabbare Bedienung gewährleistet werden. Besonders kritisch waren hier die Möglichkeit des Wechselns des Eindringkörpers mittels Manipulatoren sowie die sichere Messung der Temperatur am Eindringkörper während der Versuche. Diese funktionellen Unzulänglichkeiten wurden mit entsprechenden technischen Weiterentwicklungen der Indentationsanlage gelöst. Die Umsetzung des Gesamtverbunds aus Hochtemperaturindentationsanlage, den nötigen Peripheriegeräten und dem Grundgestell erlaubt einen raschen und unkomplizierten Ein- und Ausbau der Anlage im Kontrollbereich. Somit ist ein Austausch mit anderen Prüfanlagen möglich, und eine flexible Nutzung des Arbeitsplatzes in der Materialprüfzelle bleibt gewährleistet. Des Weiteren ermöglicht dies, Wartungsarbeiten der Anlage in einem vertretbaren Zeitrahmen und Aufwand durchzuführen. Der sichere und valide Betrieb der Anlage wird durch die gewählten technischen Lösungen gewährleistet und ermöglicht somit einen kontinuierlichen Betrieb der Anlage innerhalb der Heißen Zelle.

Mittels der numerischen Simulation des Indentationsverfahrens wurde die korrekte Ermittlung der Kraft-Eindringtiefe-Daten durch die Hochtemperaturindentationsanlage validiert. Die Ergebnisse der Simulationen zeigen, dass das Materialverhalten von EUROFER in seiner Abhängigkeit von der Prüftemperatur sowie dem Bestrahlungszustand und somit die entsprechende Materialverfestigung mittels der Hochtemperaturindentationsanlage in adäquater Weise wiedergegeben wird.

Der Einfluss der nach Norm für den Versuch zulässigen Abweichungen des Radius eines kugelförmigen Eindringkörpers ist signifikant. Mit steigender Prüfkraft steigen auch die Abweichungen der Eindringtiefe an. Somit ist eine Bestimmung des realen Spitzenradius selbst innerhalb der festgelegten Grenzen des Regelwerks relevant. Dementgegen wirkt sich das unterschied-

liche Materialverhalten der Saphir- und Diamantspitzen deutlich geringfügiger aus, muss für eine valide Auswertung des Eindringmoduls aber ebenfalls berücksichtigt werden.

Die experimentellen Untersuchungen des reduziert aktivierbaren Stahls EUROFER zeigen die Möglichkeiten der Hochtemperaturindentationsanlage auf. Grundsätzlich sinkt die ermittelte Härte mit steigender Prüftemperatur. Die Korrelation der prüf temperatur- und bestrahlungsabhängigen Eigenschaften mit den Ergebnissen aus Zugversuchen zeigt das Leistungsvermögen der Hochtemperaturindentation auf. Mittels der Kraft-Eindringtiefe-Kurven und aus den resultierenden Eindrücken lassen sich Härtewerte des Materials berechnen, die das Verfestigungsverhalten von EUROFER beschreiben.

Zwischen den ermittelten Härtewerten und den klassisch ermittelten Werten der Dehngrenze und der Zugfestigkeit konnte für EUROFER im unbestrahlten und bestrahlten Zustand jeweils ein linearer Zusammenhang bestimmt werden, wodurch es grundsätzlich möglich ist, Kennwerte des Zugversuchs auf Basis der Eindringprüfung abzuschätzen.

Über die optische Vermessung der Eindrücke und der Eindringtiefe der Kraft-Eindringtiefe-Kurven kann eine Aussage über das Aufwurfverhalten am Indenterrand eines Materials getroffen werden.

Neben dem plastischen Materialverhalten, ausgedrückt durch die Materialhärte, wurde anhand der Kraft-Eindringtiefe-Kurven das elastische Verhalten des Materials untersucht. Eine grundsätzliche Abschätzung des Elastizitätsmoduls von EUROFER lässt sich mittels des Eindringmoduls unter strenger Berücksichtigung der Qualität der Kraft-Eindringtiefe-Kurven aus den Eindringversuchen durchführen.

Mittels innerhalb der Hochtemperaturindentationsanlage durchgeführten Wärmebehandlungen bestrahlter EUROFER-Proben und direkt anschließenden Indentationsversuchen wurde die Ausheilung bestrahlungsinduzierter Materialverfestigung von EUROFER betrachtet. Der Grad der Aushei-

lung in Abhängigkeit von der verwendeten Temperatur und der Zeit der Behandlung wurde untersucht und mit Literaturwerten verglichen sowie eine Korrelation aufgezeigt. Es wurde gezeigt, dass sich die Hochtemperaturindendationsanlage eignet, um Ausheileffekte quantitativ zu beurteilen.

Anhand der durchgeführten systematischen experimentellen Untersuchungen wurden die Grenzen und Einschränkungen der Hochtemperaturindendationsanlage aufgezeigt, die bei den Versuchsplanungen, -durchführungen und -auswertungen berücksichtigt werden müssen.

Die Qualität der Kraft-Eindringtiefe-Kurven wird in hohem Maß von Einflüssen auf das optische Messsystem bestimmt. Hier hat sich gezeigt, dass ein unsteter Kühlmittelfluss durch die schwankenden Drücke zu einer Streuung der Eindringtiefedaten führen kann. Dies spielt besonders bei der Auswertung der Entlastungskurve in Bezug auf das elastische Materialverhalten eine Rolle. Der Entlastungsanteil der experimentellen Kurven ist somit als kritisch zu betrachten und bedarf im Rahmen der Auswertungen einer besonders sorgfältigen Bewertung. Zudem kann es durch Kippbewegungen der Probe zu Fehlinterpretationen kommen, durch die es zu einer scheinbaren Zunahme der Eindringtiefen kommt, die gegebenenfalls eine Auswertung der Kraft-Eindringtiefe-Daten verfälscht oder grundsätzlich unmöglich macht.

Aufgrund der geringen Größe der halben Kerbschlagbiegeproben ist die mögliche Anzahl von Versuchen pro Probe deutlich begrenzt. Aus diesem Grund wird empfohlen, pro Probe lediglich zwei Prüftemperaturen zu verwenden, um für jede Temperatur eine ausreichende Anzahl von Versuchen durchzuführen, da bei allen Versuchsreihen mit fehlerhaften Prüfungen zu rechnen ist. Dies spielt vor allem in Bezug auf die geringe Anzahl bestrahlter Proben und die hohen Kosten derselben eine besondere Rolle.

Insgesamt ist mit der technischen Erweiterung der Anlage, ihrer Versetzung an ihren Standort in der Materialprüfzelle des FML und die Verifikation

des fernhantierten Betriebs das Projekt „Entwicklung und Umsetzung einer Hochtemperaturindentationsanlage für die Untersuchung bestrahlter Materialien für die Kernfusion“ abgeschlossen.

Zukünftig kann mit der Karlsruher Hochtemperaturindentationsanlage ein wichtiger Beitrag zur Materialentwicklung in der Fusionsforschung geleistet werden. Weiterführend zu den hier vorgestellten Untersuchungen an bestrahltem EUROFER können dessen weiterentwickelte Version EUROFER-ODS, SiC-Keramiken sowie bestrahlter Wolfram als Kandidat für den DIVERTOR von Fusionsreaktoren untersucht und charakterisiert werden. Außerdem können mit scharfen Eindringkörpern, z.B. einer sog. Cubecorner-Spitze, bruchmechanische Untersuchungen durchgeführt werden. Untersuchungen in einem Temperaturbereich zwischen 50 °C und 150 °C könnten genutzt werden, um mit variablen Belastungsgeschwindigkeiten den Übergang von sprödem zu duktilem Verhalten von EUROFER zu bestimmen.

Es wurden eine Einrichtung und ein Arbeitsplatz geschaffen, die zu diesem Zeitpunkt weltweit einzigartig sind und es erlauben, mit relativ geringem Aufwand im Vergleich zu anderen Prüfmethoden das temperaturabhängige Verhalten von potentiellen Strukturmaterialien zukünftiger Fusionsreaktoren zu charakterisieren. Die Anlage erweitert die Möglichkeiten der Untersuchungen bestrahlter Materialien durch die temperierte zerstörungsfreie Prüfung bereits geprüfter Proben, wodurch der Erkenntnisgewinn bei gleichbleibender Menge bestrahlter Proben signifikant gesteigert wird. Im Zusammenspiel mit weiteren Indentationsanlagen, Universalprüfmaschinen, Kerbschlaganlagen und der metallografischen sowie elektronenmikroskopischen Untersuchung bestrahlter Proben steht am FML eine vielfältige Materialcharakterisierung zur Verfügung, die es ermöglicht, ein umfassendes Bild der mechanischen und mikrostrukturellen Eigenschaften fusionsrelevanter Werkstoffe zu schaffen.

A Stand der Technik der instrumentierten Eindringprüfung

A.1 Randbedingungen nach DIN EN ISO 14577

Für die Durchführung der Experimente und Auswertung der Ergebnisse werden verschiedene Genauigkeitsanforderungen und Randbedingungen festgelegt [56]. Diese müssen bei der Versuchsdurchführung eingehalten und bei der Auswertung berücksichtigt werden, um eine Vergleichbarkeit verschiedener Versuchsreihen zu gewährleisten. Zunächst werden die durch die Norm vorgegebenen Randbedingungen beschrieben und die besonderen Einflüsse, die speziell in Bezug auf den Aufbau der Hochtemperaturindentationsanlage eine Rolle spielen, besprochen.

Probe

Für eine normgerechte Prüfung muss die Probe eine Dicke von mindestens dem Zehnfachen der Eindringtiefe oder dem Dreifachen des Eindruckdurchmessers aufweisen. Damit wird ein Einfluss der Probenaufgabe auf die Versuchsergebnisse verhindert. Des Weiteren kann sich die Qualität der Probenoberfläche signifikant auf die Messgenauigkeit der Versuchsergebnisse auswirken. Für Versuche nach der Norm muss für die Oberflächenrauheit die Beziehung $h > 20 R_a$ eingehalten werden. R_a ist der arithmetische Mittenrauwert und wird für Stahl kraftabhängig mit $0,08 \mu\text{m}$ bis $2,2 \mu\text{m}$ angegeben [117][56]. Besonders in Bezug auf die Präparation bestrahlter Proben ist auf eine Praktikabilität der Präparationsmethode in Hinsicht auf die Fernhandhabung zu achten sowie deren Einsatzgrenzen zu berücksichtigen. In Be-

zug auf das optische Messsystem der Hochtemperaturindentationsanlage ist für eine Anwendung besonders auf eine ausreichend plane Grundfläche der Probe zu achten, da eine Kippbewegung der Probe zu signifikanten Fehlern bei der Eindringtiefenmessung führen kann.

Eindringkörper

Fertigungsbedingt unterliegen die Eindringkörperspitzen aller Geometrien gewissen Toleranzen, und somit weicht die reale Flächenfunktion von der idealen Form ab [117]. Pyramidenförmige Eindringkörper weisen einen gewissen Grad einer Verrundung der Spitze auf und die Radien kugelförmiger Eindringspitzen können von ihren nominellen Werten in Abhängigkeit der Fertigungstoleranzen abweichen. Des Weiteren führen Abnutzungen der Eindringspitzen während der Prüfungen zu einer Veränderung der Spitzengeometrie. Aus diesen Gründen müssen die Eindringkörper in regelmäßigen Abständen untersucht und verifiziert werden. Die Flächenfunktion lässt sich durch direkte Messung z.B. mittels eines Rasterelektronenmikroskops und durch indirekte Messung mittels Eindringprüfungen an zertifizierten Referenzmaterialien mit bekannten mechanischen Eigenschaften, z.B. Quarzglas, bestimmen [117][56]. In DIN EN ISO 14577 [56] ist festgelegt, dass für Eindringtiefen $h < 6 \mu\text{m}$ die Auswertung der Versuche auf Basis der realen Flächenfunktion des Eindringkörpers stattfinden muss. Für größere Eindringtiefen können die theoretischen idealen Formen angenommen werden. Grobe Beschädigungen der Spitzen, z.B. Ausbrüche, können durch optische Mikroskopie der Spitzen sowie der resultierenden Eindrücke in der Probe festgestellt werden.

Versuchsdurchführung

Bei der Messung der Eindringtiefe ist die Steifigkeit der gesamten Anlage zu berücksichtigen. Da die Bauteile einer Indentationsanlage endliche Steifigkeiten aufweisen, können elastische Verformungen der einzelnen Kom-

ponenten während der Versuche zu fehlerhaften Messungen führen. In Bezug auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurve wirkt sich dies durch eine vermeintliche Erhöhung der Eindringtiefe und eine Verringerung der Steigung der Tangente an der Entlastungskurve aus. Somit müssen die kraftabhängige Nachgiebigkeit der gesamten Anlage ermittelt und alle Kraft-Eindringtiefe-Kurven dementsprechend korrigiert werden. Durch DIN EN ISO 14577 können hierzu verschiedene Verfahren unter der Verwendung von isotropen und homogenen Referenzmaterialien mit bekannten mechanischen Eigenschaften angewendet werden. In Bezug auf die Hochtemperaturindentationsanlage werden, bedingt durch die Bestimmung der Eindringtiefe auf Basis der Relativbewegung von Eindringkörper und Probe, die relevanten Steifigkeiten auf die Komponenten zwischen den zwei Messpunkte und somit lediglich auf die Eindringkörperspitze beschränkt [3].

Thermische Instabilitäten haben einen signifikanten Einfluss auf die Anlage und somit auch auf das in der Anlage verwendete Messsystem. Der Einfluss, der auf die Kraft-Eindringtiefe-Kurve wirkt und diese somit verfälscht, wird als thermische Drift bezeichnet. Besonders bei instrumentierten Eindringprüfungen bei erhöhten Temperaturen verlangt die thermische Drift eine besondere Aufmerksamkeit und eine ausreichend genaue Temperaturregelung der Heizungen. Bestimmt werden kann die thermische Drift durch die Messung der Eindringtiefe bei konstanter Kraft nahe des Nullpunktes oder eines Punktes der Entlastungskurve bei 10 % bis 20 % der maximalen Prüfkraft bei ausreichend langer Haltezeit. Hieraus lässt sich die Driftgeschwindigkeit ermitteln [117][56][118]. Für die im Rahmen dieser Arbeit mit der Hochtemperaturindentationsanlage durchgeführten Versuche wurde der Einfluss der thermischen Drift durch die Anwendung eines optischen Verfahrens für die Messung der Eindringtiefe prinzipbedingt deutlich beschränkt. Lediglich die Eindringkörperspitze sorgt für eine Verschiebung durch thermische Ausdehnung, die bei der Auswertung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve korrigiert werden muss.

Der Nullpunkt eines Versuchs muss für jeden Datensatz einer Kraft-Eindringtiefe-Kurve ermittelt werden. Dieser bestimmt den ersten Kontakt zwischen Eindringkörper und Probenoberfläche. Hierzu werden in der Norm zwei Verfahren angegeben [56]:

- Der Nullpunkt wird durch eine polynomiale Kurvenanpassung und Extrapolation der Belastungskurve bei geringer Eindringtiefe ermittelt. Um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten, wird der Bereich der Kurvenanpassung auf die Messwerte bis 10 % der maximalen Eindringtiefe beschränkt. Der erste Messpunkt muss bei weniger als 2 % der maximalen Prüfkraft oder weniger als 5 % der maximalen Eindringtiefe liegen.
- Der Nullpunkt wird durch das Erreichen einer definierten Kraftschwelle oder eines Anstiegs der Kontaktsteifigkeit ermittelt. Die Schrittweite der Kraftmessung wird für den Makrobereich mit $F_{max} \cdot 10^{-4}$ angegeben.

Für den Makro- und Mikrobereich muss die Unsicherheit der Bestimmung des Nullpunktes maximal bei 1 % von F_{max} liegen. Durch eine Anpassung der Annäherungsgeschwindigkeit des Eindringkörpers an die Probe kann die Unsicherheit der Nullpunktbestimmung beeinflusst werden [56][117].

Die plastische Verformung des Probenmaterials kann zu Änderungen im Material führen, die sich nicht nur auf die unmittelbare Eindringstelle beschränken. Es können Spannungen in das Material eingebracht werden, die die mechanischen Eigenschaften des Materials beeinflussen. Die Mittelpunkte aufeinanderfolgender Eindrücke müssen nach der Norm einen Abstand von mindestens dem Fünffachen des größten Eindruckdurchmessers aufweisen. Von Grenzflächen und freien Oberflächen, z.B dem Probenrand, ist das Dreifache des Eindruckdurchmesser als Abstand festgelegt [56].

B Hochtemperaturindentationsanlage

B.1 Optische Eindringtiefenmessung

Bedingt durch die hohen Testtemperaturen von bis zu $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ist eine Messung der Eindringtiefe auf Basis berührender kapazitiver und induktiver Methoden, wie sie häufig in konventionelle Indentationsanlagen für die instrumentierte Eindringprüfung verwendet werden, nicht möglich. Thermisch induzierte Dehnungen in den Messsystemen bei hohen Temperaturen würden die Eindringtiefe übersteigen und auch nach Kompensation zu erheblichen Messfehlern führen. Aus diesem Grund wurde eine optische Messmethode entwickelt, die eine berührungslose Bestimmung der Eindringtiefe an Referenzflächen nahe am Aufsetzpunkt ermöglicht, siehe [3][4].

Die Basis der entwickelten Messmethode bildet die digitale Bild-Korrelation *DIC* (*Digital image correlation*). Hierbei wird die Bewegung eines starren Körpers ermittelt, indem die Bewegung mit einer Digitalkamera in einer Bildfolge kontinuierlich aufgezeichnet wird. Anschließend kann durch einen Vergleich der Grauwerte der aufeinander folgenden Bilder die Bewegung in horizontaler sowie vertikaler Richtung ermittelt werden. Hierzu wird das erste Bild der Bildreihe, das sog. Initialbild, in einzelne Bereiche unterteilt. Diese Bereiche werden durch sog. Marker repräsentiert und beinhalten jeweils eine Grauwertmatrix des entsprechenden Bildbereiches. Die folgenden Bilder der Bildreihe werden entsprechend der Grauwertmatrizen der Marker abgesucht und daraus die Bewegung des Starrkörpers, die zwischen der Aufnahme zweier Bilder stattgefunden hat, berechnet. Über die gesamte Bildserie ergibt sich entsprechend die vollständige Bewegung des beobachteten Starrkörpers.

Um hieraus die Eindringtiefe eines Indentationsexperiments zu bestimmen, wird zunächst die Bewegung der Probe und des Eindringkörpers separat mittels *DIC* ermittelt und anschließend die Relativbewegung bestimmt. Mit einem zusätzlichen Kriterium für die Festlegung des ersten Kontakts zwischen Probe und Eindringkörper kann die Eindringtiefe ermittelt werden. Im Rahmen dieser Arbeit dient eine Kraftschwelle von 0,8 N als Kriterium, vgl. [3].

In Abbildung B.1 ist der grundsätzliche Aufbau des optischen Systems dargestellt.

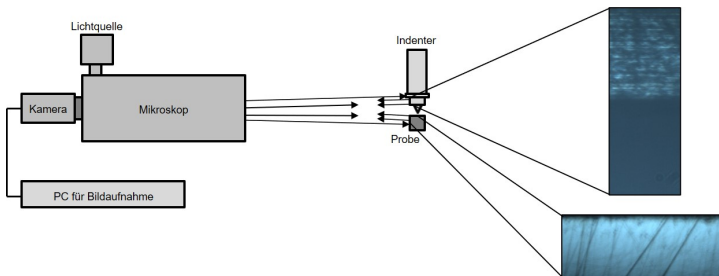


Abbildung B.1: Schematische Darstellung des Aufbaus des optischen Messsystems, (rechts) Realbilder als Grundlage der DIC

Der Aufbau des optischen Messsystems besteht aus einer Kamera *PL-B782G* der Firma *PIXELINK*, einem Fernfeldmikroskop *QM-100* der Firma *QUESTAR*, einem LED-Strahler *HLV2-22-SW-3W* der Firma *CCS* für die Ausleuchtung von Indenter und Probe und einem Computer mit speziell entwickelter Steueroberfläche in der Softwareumgebung *LABVIEW*.

Die gesamte Auswertung der mit der Hochtemperaturindentationsanlage durchgeführten Versuche findet in einem dem eigentlichen Experiment folgenden Prozess statt. Die Bildkorrelation der Bildreihen, die Berechnung der Bewegungen von Probe und Eindringkörper sowie die endgültige Ermittlung der Kraft-Eindringtiefe-Kurven findet mittels des Programms *MATLAB* und einer entsprechenden Skriptbibliothek statt. Die Wegauflösung der

DIC beträgt ca. 100 nm und ist in etwa 10 mal so hoch wie die optische Auflösung des Systems [3].

B.2 Eindringkörper für Hochtemperaturanwendung

Für die Hochtemperaturanwendung der Indentation wurden speziell angepasste Eindringkörper in Zusammenarbeit mit der Firma SYNTON MDP entwickelt, siehe [3]. Hierbei mussten verschiedene Anforderungen an den Eindringkörper berücksichtigt werden.

- Hochtemperaturanwendung
- Fernhantierte Handhabung innerhalb einer Heißen Zelle
- Zuverlässige Beheizung des Indenters
- Eignung für die optische Eindringtiefenmessung

Diese Eindringkörper sind zweiteilig ausgeführt. Sie bestehen aus der eigentlichen Eindringspitze und aus einem Grundkörper aus Titan-Zirkon-Molybdän (TZM), einer Legierung auf Molybdän-Basis mit 0,4-0,55 % Ti, 0,06-0,12 % Zr und 0,01-0,03 % C [119].

TZM wurde aufgrund seiner guten Bearbeitbarkeit, des relativ geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten sowie der hohen Festigkeit bis in den Hochtemperaturbereich als Konstruktionswerkstoff für den Grundkörper des Eindringkörpers gewählt [3].

Als Spitzenmaterialien wurden im Rahmen dieser Arbeit zum einen aufgrund seiner hohen Festigkeit Diamant und zum anderen Saphir wegen seiner chemischen Beständigkeit bei hohen Temperaturen verwendet. Die unterschiedlichen temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften von Diamant und Saphir müssen für eine valide Auswertung der Indentationsexperimente berücksichtigt werden.

In Abhängigkeit vom verwendeten Spitzenmaterial müssen verschiedene Fixierungssysteme für die Befestigung der Eindring Spitze im Grundkörper angewendet werden. Die Saphirspitze muss aufgrund einer im Vergleich zu Diamant geringeren Druckfestigkeit mittels eines Hochtemperaturklebstoffes im TZM-Grundkörper fixiert werden, siehe Abbildung B.2. Hierfür wird *Ceramabond 865* der Firma AREMCO verwendet. Dieser Keramikklebstoff ist bis zu Temperaturen von 3000 °C mechanisch und chemisch beständig, siehe Abbildung F.2.

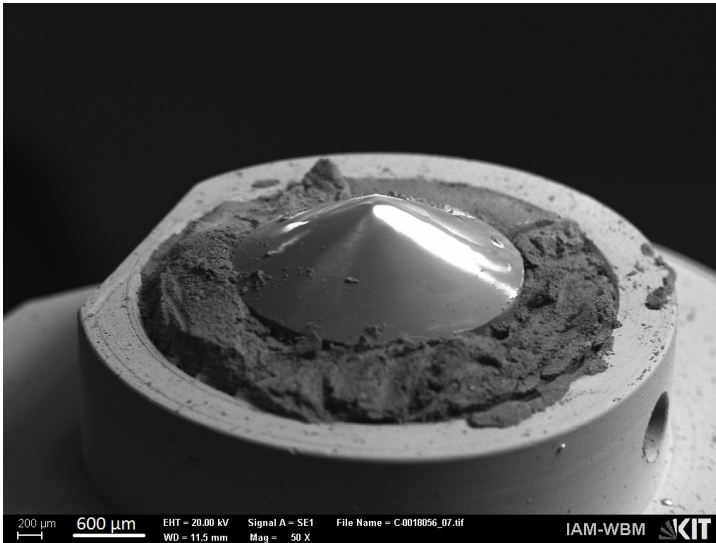


Abbildung B.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Eindringkörpers mit kugelförmig verrundeter Saphirspitze

Die Diamantspitze wird mittels einer Spannzange und einer Klemmhülse aus TZM im Grundkörper befestigt. Die Spannzange wird durch die aufgedrückte Hülse zusammengedrückt und fixiert somit die Diamantspitze innerhalb des Grundkörpers, vgl Abbildung B.3.

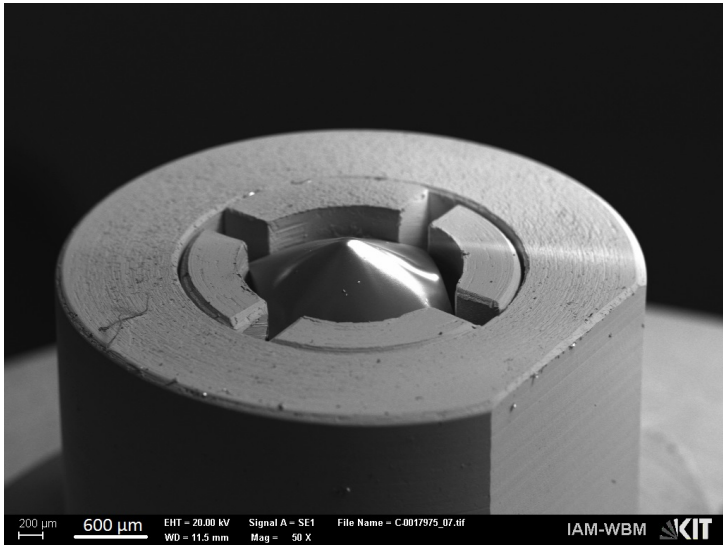


Abbildung B.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Eindringkörpers mit kugelförmig verrundeter Diamantspitze

Als Spitzegeometrien wurden im Rahmen dieser Arbeit zum einen Spitzen in Form von Rockwellkegeln mit einer kugelförmig verrundeten Spitze mit einem Radius von $200\ \mu\text{m}$ verwendet. Mit einem Öffnungswinkel des Kegels von 120° ergibt sich ein Übergang von Kugel zu Kegel bei einer Höhe von $26,79\ \mu\text{m}$. Dies entspricht einem Durchmesser des Eindrucks von $200\ \mu\text{m}$ und setzt die Grenze für die Anwendung der Indentation mittels der kugelförmig verrundeten Eindringkörperspitze fest. Zusätzlich wurden Vickersspitzen mit einer vierseitigen pyramidischen Form mit einem Öffnungswinkel von 122° eingesetzt. Der gesamte Eindringkörper wird in eine Aufnahmhülse, die innerhalb der Indentationssäule verbaut ist, geführt. Hier wird der Eindringkörper mittels einer Innensechskantschraube fixiert, indem diese auf eine entsprechende Klemmfläche am Eindringkörper eine Druckkraft aufbringt. Zusätzlich sorgt diese Schraubenfixierung für eine

korrekte Ausrichtung der Reflexionsfläche des Eindringkörpers im rechten Winkel zur Sichtachse des optischen Messsystems. Auf nötige Anpassungen der Indentergeometrie bezüglich der fernhantierten Anwendung der Anlage in einer Heißen Zelle des FML wird in Kapitel C.2 im Detail eingegangen.

B.3 Temperierung von Probe und Eindringkörper

Um eine möglichst genaue Temperierung des Eindringkörpers und der Probe während der Experimente zu gewährleisten, ist die Anlage mit zwei lokalen Heizsystemen ausgestattet, die die Probe und den Eindringkörper separat beheizen. Es werden keramische Heizelemente aus Si_3N_4 der Firma BACH RESISTOR CERMAICS GMBH verwendet, die mit 230 V Wechselspannung versorgt werden und eine maximale Gesamtheizleistung von 700 W liefern [3].

Für die Temperierung ist die Heizplatte direkt in den Probenstisch eingefasst und dient der Probe als Auflagefläche, womit eine direkte Beheizung der Probe gewährleistet wird. Die Heizplatte bietet eine ausreichende Festigkeit, um den Druckbelastungen während der Indentationsversuche standzuhalten. Der Eindringkörper wird mittels einer in Form geschliffenen keramischen Heizpatrone, die in der Indentationssäule integriert ist, auf Betriebstemperatur erhitzt. Um Wärmeverluste zu reduzieren und eine freie Wärmeabstrahlung von den Heizelementen zu verhindern, sind der Probenstisch sowie der beheizte Teil der Indentationssäule mit Isolationskeramik umgeben.

Für die Messung der aktuellen Temperaturen an Eindringkörper und Probe sind mehrere Thermoelemente vom Typ K mit der Materialpaarung Nickel-ChromNickel in der Prüfkammer verbaut. Ein durch den Probenanschlag geführtes Thermoelement misst die Temperatur an der Anschlagfläche der Probe und gibt somit die Proben temperatur auf Höhe der Indentationsstelle wieder. Zusätzlich ist ein weiteres Thermoelement an der Unterseite der Heizplatte positioniert und gibt deren Temperatur an [3].

Die Temperatur des Eindringkörpers mit Diamantspitze wird am TZM-Schaft direkt über der Spitze gemessen, da aufgrund des sehr kleinen Volumens der Diamantspitze die Temperatur von TZM-Körper und Spitze als gleich angenommen wird. Das Thermoelement wird mittels einer Bohrung von 0,5 mm im TZM-Schaft fixiert. Im Falle der Saphirspitze wird die Temperatur direkt am Kristall gemessen.

Die Temperaturen an der Anschlagfläche der Proben und der Spitze des Eindringkörpers werden als Regelgrößen für die Heizleistung des entsprechenden Heizelements genutzt. Ein Regler mit proportionalem, integrierendem und differenzierendem Anteil (PID-Regler) übernimmt nach dem Prinzip der Pulsweitenmodulation die temperaturkontrollierte Steuerung der Heizelemente. Somit lassen sich die Temperaturen an der Indentationsstelle auf 1 °C genau einstellen [3].

Um während der Versuche stationäre thermische Bedingungen an der Indentationsstelle zu gewährleisten und um eine Überhitzung der mechanischen und der elektronischen Bauteile der Indentationsanlage zu verhindern, ist ein Kühlsystem notwendig. In der Indentationssäule oberhalb des Eindringkörpers und im Probentisch unterhalb der Probeaufnahme sind Kühlkanäle eingebracht.

C Modifikationen der Hochtemperaturindentationsanlage für den fernhantierten Betrieb

C.1 Validierung der Bedienbarkeit mittels Simulationswand

Um Anlagen in Hinblick auf ihre Tauglichkeit bezüglich der Fernhantierung in einer Heißen Zelle zu überprüfen, steht am FML eine Simulationswand zur Verfügung. Diese ist ein maßstabsgetreues Abbild einer Bleiwand einer Heißen Zelle des FML und ist mit einem Fenster mit den Dimensionen eines Bleiglasfensters von 700 mm x 400 mm ausgestattet. An der Wand können die verschiedenen Arten von Manipulatoren angebracht werden, die baugleich an den Heißen Zellen verwendet werden. Für die Validierung der Hochtemperaturindentationsanlage wurden die Manipulatoren des Typs WÄLSCHMILLER A200 an die Simulationswand angebracht, siehe Abbildung F.1.

Mit dem simulierten fernhantierten Betrieb der Anlage sollten die folgenden Fragestellungen geklärt bzw. Anforderungen überprüft werden:

- Zugänglichkeit aller relevanten Bereiche der Hochtemperaturindentationsanlage mittels Manipulatoren
- Einsehbarkeit aller wesentlichen Elemente der Anlage für den Bediener außerhalb der Heißen Zelle
- Positionierung und Fixierung einer halben Kerschlagbiegeprobe in der Probenaufnahme

- Einstellung der Kameraposition und der Fokussierung für die Eindringtiefmessung
- Ein- und Ausbau der Eindringkörper
- Festlegung der Position der gesamten Anlage in der Heißen Zelle
- Dimensionierung eines Unterbaus für die Anlage
- Klärung des Bedarfs an zusätzlichen Werkzeugen

In Abbildung C.1 ist der Testaufbau mit Simulationswand und Hochtemperaturindentationsanlage dargestellt. Die Anlage wurde auf einem Hubtisch aufgebaut, um ihre Position in alle Raumrichtungen anpassen zu können. Dementsprechend wurde ein Bereich um die Anlage herum definiert und abgegrenzt, der den Dimensionen des zu Verfügung stehenden Arbeitsbereichs innerhalb der Materialprüfzelle entspricht.

An diesem Testaufbau wurden alle relevanten Tätigkeiten durchgeführt, die für einen reibungslosen Betrieb notwendig sind, und entsprechend den oben aufgelisteten Anforderungen und Fragestellungen untersucht und bewertet. Hieraus konnten Konflikte in Funktion und Anlagendesign identifiziert und entsprechende Lösungen entwickelt und umgesetzt werden.

Zugänglichkeit und Einsehbarkeit

Zunächst wurden die drei mit Manipulatoren zu bedienenden Bereiche der Anlage,

- Probenstisch
- Kamera und Fernfeldmikroskop der Eindringtiefmessung
- Belüftungsventil der Vakuumpumpe

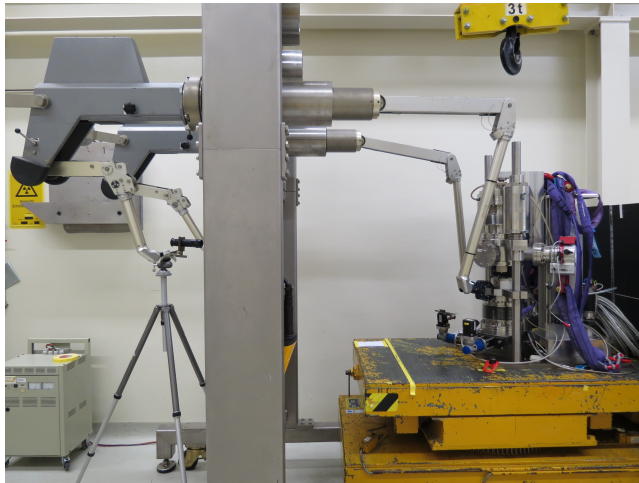


Abbildung C.1: Versuchsaufbau für die Verifizierung der Anlage für den Heißen Betrieb; die gelbe Markierung auf dem Hubtisch definiert die Position der Innenkante des Förderbandes an der Vorderwand der Heißen Zelle

hinsichtlich ihrer Zugänglichkeit und Einsehbarkeit durch den Bediener untersucht. Hier wurde eine Positionierung des Probenbrettes auf einer Höhe von 1570 mm mit dem Zellenboden als Bezugspunkt festgelegt. Für den Abstand der Anlage von der Bedienwand erwies sich ein Wert von ca. 610 mm als praktikabel.

Um die Zugänglichkeit des Probenbrettes zu gewährleisten, musste die Druckmessröhre in Bezug auf ihre Position an der Vakuumblocke angepasst werden. Des Weiteren hat sich gezeigt, dass das Einlegen einer halben Kerbschlagprobe direkt mittels der Manipulatorhände nicht möglich ist, da zum einen deren zwei Finger für die kleinen Probenabmessungen deutlich zu groß sind und zum anderen kein sicherer Zugang der Hände zum Probenbrett möglich ist, ohne gleichzeitig die Sicht auf selbigen einzuschränken, vgl. Abbildung C.2. Die Hinzunahme einer Pinzette als Werkzeug ist für die sichere Handhabung der zu untersuchenden Proben unerlässlich.

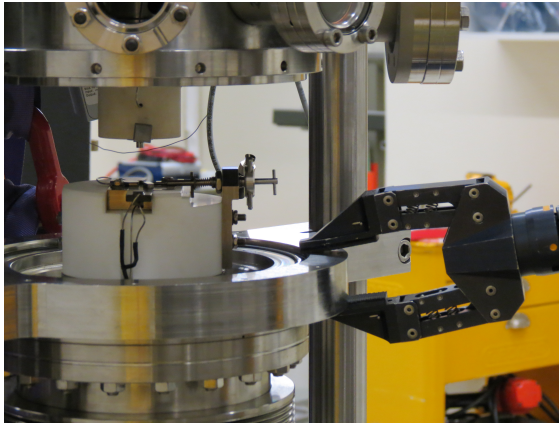


Abbildung C.2: Probentisch und Indentationssäule der Anlage im Größenvergleich zur Manipulatorhand bei geöffneter Vakuumglocke

Für die Belüftung der Vakuumkammer dient eine Öffnung an der Turbopumpe, die mit einer entsprechenden Schraube mit Dichtring geöffnet oder verschlossen werden kann. Es hat sich gezeigt, dass die Schraube mechanisch nicht mit einem Manipulator zu handhaben ist und die Sicht auf die Turbopumpe zum großen Teil durch die Führungssäule der Hochtemperaturindentationsanlage eingeschränkt wird. Aus diesem Grund wurde für die Belüftung ein elektronisch steuerbares Flutventil der Firma PFEIFFER VACUUM GMBH verbaut. Dieses wird direkt mit der Steuereinheit der Turbopumpe verbunden und ist somit über die softwarebasierte Steuerung ansprechbar.

Kamera und Mikroskop der Eindringtiefmessung sind auf einem Lineartisch montiert, dessen Verfahrmöglichkeit in Sichtrichtung des optischen Systems die Fokussierung auf Indenter und Probe ermöglicht. Dieser Lineartisch wird durch die Drehbewegung einer Spindel bewegt, die mittels eines Manipulators justiert werden muss [3]. Der Angriffspunkt der Spindel erwies sich jedoch für die Manipulatorhand als unzugänglich. Aus diesem

Grund wurde die Spindel mit einer für die Fernhantierung optimierten Mechanik erweitert, mit der eine ausreichend genaue Einstellung des Fokus des optischen Systems möglich ist, vgl Abbildung E.5.

Neben der Zugänglichkeit der zu bedienenden Elemente direkt an der Anlage ist ein Zugang der Manipulatoren zu den umgebenden Arbeitsbereichen (Ablage für Probenbehälter und zusätzliche Werkzeuge) ebenfalls gewährleistet.

Untergestell

Für die Gesamtanlage wurde eine Grundgestell entworfen und von der Firma HKE GMBH gebaut. Folgenden Anforderungen musste das Grundgestell genügen:

- Fixieren der Anlage auf validierte Position in Heiße Zelle ohne Einstellarbeiten
- Unterbringung der nötigen Peripheriegeräte der Hochtemperaturinduktionsanlage
- Transport und Versetzung der Anlage als Gesamtverbund aus Indentationsanlage, Peripheriegeräten und Grundgestell
- Arbeitsbereich für Probenlagerung und Vorbereitungsarbeiten für Indentationsexperimente
- Anschluss an Aufsetzpunkte des Kerbschlagpendel-Tisches
- Durchgängigkeit durch die obere Deckenluke der Materialprüfzelle
- Ausbalancierbarkeit über ein Hebegeschirr, da die Anlage und somit der Schwerpunkt nicht mittig stehen

Als Grundlage für die Dimensionierung dienten die Erkenntnisse aus dem simulierten fernhantierten Betrieb. Die hieraus festgelegte Positionierung

der Anlage innerhalb der Heißen Zelle diente als Randbedingung für die Festlegung der Abmaße des Grundgestells. In Abbildung C.3 ist eine virtuelle 3D-Ansicht des Unterbaus dargestellt.

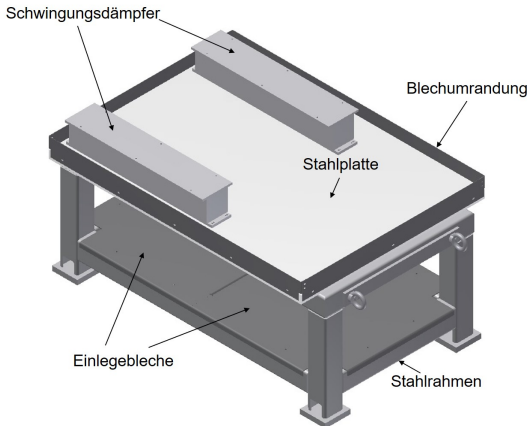


Abbildung C.3: CAD-Abbildung des Untergestells der Hochtemperaturindentationsanlage für den heißen Betrieb der Fa. HKE GMBH

Das Untergestell besteht aus einem geschweißten Stahlrahmen aus Vierkantrohrprofilen des Materials St 45-2. Darauf ist eine massive Stahlplatte geschweißt, die der Aufnahme der Schwingungsdämpfer und der Hochtemperaturindentationsanlage dient, sowie weiteren Platz für Stromversorgungseinheiten einzelner Komponenten der Anlage bereithält. Umrandet wird diese Platte mit Blechen aus Edelstahl als Sicherheitsbarriere für die Fernhandlung. Somit kann ein Verlust von Proben und Werkzeugen durch Herabfallen vom Tisch auf den Zellenboden und somit dem Manipulator nicht erreichbare Stellen zum großen Teil vermieden werden. Die gesamte Konstruktion wurde mit einem Lack als Rostschutz versiegelt. Diese Lackierung ist lösemittelbeständig, und somit ist eine Dekontaminierbarkeit des Untergestells gewährleistet. Für den unteren Teil des Gestells wurden passende Einlegebleche angefertigt, um ausreichend Stauraum für Peripheriegeräte

und Verkabelung der Anlage zu schaffen. Zudem sind an dem Untergestell vier Anschlagpunkte vorgesehen. An diesen kann der gesamte Anlagenverbund an einem Deckenkran befestigt werden und in einem Stück in die Materialprüfzelle versetzt werden. Hierauf wird genauer in Kapitel 3.4 eingegangen.

C.2 Modifikation des Eindringkörpers

Für den Eindringkörper wurde zu großen Teilen das Konzept übernommen, wie es in [3] vorgeschlagen und umgesetzt wurde. Indentationsversuche bei erhöhten Temperaturen und eine genauere Betrachtung in Bezug auf die Nutzung in einer Heißen Zelle haben gezeigt, dass entsprechende Anpassungen des Eindringkörpers und dessen Temperaturmessung dennoch unerlässlich sind.

Temperaturmessung an der Eindringkörperspitze

Für Versuchsreihen an unbestrahlten Proben außerhalb des Kontrollbereichs mittels der Hochtemperaturindentationsanlage wurde für die Messung der Temperatur des Eindringkörpers das entsprechende Thermoelement in die vorgesehene Bohrung am Eindringkörper eingeführt, vgl. Kapitel B.2. Durch die Federwirkung des Thermoelements wurde das Element auf seiner Position gehalten. Diese Befestigung ist jedoch aus folgenden Gründen für den fernhantierten Betrieb nicht geeignet:

- Eine sichere Fixierung des Thermoelements am Eindringkörper ist nicht gewährleistet
- Eine Handhabung des Thermoelements mit Manipulatoren ist lediglich sehr eingeschränkt möglich

- Thermoelement und Bohrung am Eindringkörper sind in Einbauposition durch das Zellenfenster auch mit optischer Unterstützung eines Fernglases nicht eindeutig erkennbar

Der erstgenannte Punkt ist ein kapitaales Problem, da ein unkontrolliertes Ablösen des Thermoelements einen für die Heizungssteuerung scheinbaren Temperaturabfall bedeutet und die Steuerung diesen mit einer Erhöhung der Heizleistung auszugleichen versucht. Im schlimmsten Fall würde dies zur Zerstörung des Hezelements führen, wodurch eine aufwendige Reparatur einen langen Stillstand der gesamten Anlage zur Folge hätte.

Außerdem verhindern die optische Einschränkung sowie die Unvereinbarkeit mit der Fernhantierung eine Nutzung der bisherigen Lösung der Temperaturmessung im Heißen Betrieb, da für einen Wechsel des Eindringkörpers ein Entfernen und Befestigen des Thermoelements am Eindringkörper nötig ist.

Es wurde eine Lösung erarbeitet, die einen fernhantierten Wechsel des Eindringkörpers und eine sichere Fixierung des Thermoelements gewährleistet. Hierzu wurde die Messmethode mittels eines Thermoelements vom Typ K, eine Nickel-ChromNickel-Paarung, lokal an der Eindringkörperspitze beibehalten.

Für die sichere Befestigung des Temperaturfühlers am Eindringkörper wurde ein Konzept für eine ringförmige Halterung entwickelt und umgesetzt. Diese ist in Abbildung C.4 dargestellt.

Der Haltering besteht aus einem an einer Seite geöffneten Ring aus Vanadium mit einer Breite von 2 mm. Mittels einer Schraubverbindung wird der Ring kraftschlüssig mittels Klemmung am Eindringkörper befestigt. An diesen Ring wird das Thermoelement durch Löten temperaturbeständig angebracht. Somit ist eine sichere Befestigung des Thermoelements am Eindringkörper über den gesamten Prüftemperaturbereich der Indentationsanlage gewährleistet.

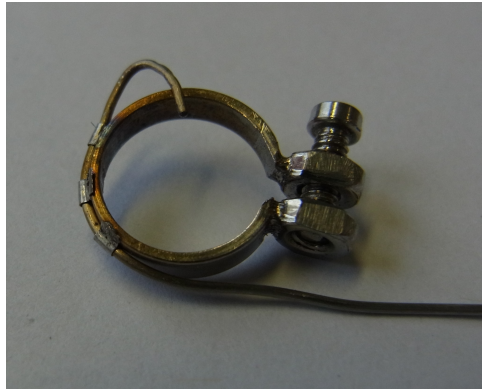


Abbildung C.4: Haltering mit Thermoelement

Um einen fernhantierten Wechsel des Eindringkörpers zu ermöglichen, wurde das Thermoelement innerhalb der Vakuumkammer zweigeteilt. Beide Hälften werden über eine sog. Push-Pull-Steckverbindung der Firma LEMO ELEKTRONIK GMBH gekoppelt, die ein Trennen und Verbinden mittels Manipulatoren erlaubt, vgl. E.4.

Innerhalb der Steckverbindungen sind die Enden der Thermoelemente mittels Harz vergossen, um einen störungsfreien Signalfluss zu gewährleisten. Dieses Harz hat eine thermische Obergrenze von ca. $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ [120]. Da diese Steckverbindung in der Vakuumprüfkammer in unmittelbarer Nähe der beheizten Probe und des Eindringkörpers positioniert und somit deren Wärmestrahlung ausgesetzt ist, ist dies aufgrund der hohen Prüftemperaturen der Anlage als kritisch zu betrachten. Um einen möglichen Ausfall der Temperaturmessung zu überprüfen und die entstehenden Temperaturen an der Steckverbindung zu verifizieren, wurden Heizversuche durchgeführt.

Für eine Temperatur der Probe und des Eindringkörpers von $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat sich über die Dauer einer Stunde eine Temperatur an der Steckverbindung von max. $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ ergeben. Diese liegt deutlich unter dem Wert von $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, bei dem eine Zersetzung des Vergussmittels beginnt. Weitere Versuche mit

Temperaturen an der Probe von bis zu 650 °C, der maximalen Einsatztemperatur der Anlage und in der Vakuumkammer durchgeführte Wärmebehandlungen von Indentationsproben bei 550 °C über eine Dauer von drei Stunden haben keine Zerstörung der Steckverbindung zur Folge gehabt. Somit haben sich der hier vorgestellte Haltering und das zweiteilige Thermoelement als für den fernhantierten Betrieb praktikabel erwiesen.

Bei einem Wechsel des Eindringkörpers ist es lediglich nötig, den Indenter aus der Indentationssäule zu entfernen und die Steckverbindung des Thermoelements zu lösen. Ein Entfernen des Halteringes ist nicht notwendig, da jeder neue Eindringkörper zusammen mit einem befestigten Haltering in die Heiße Zelle eingeschleust wird.

Ein Fehler der Temperaturmessung am Eindringkörper aufgrund der Erwärmung der Push-Pull-Steckverbindung und somit schwankender Thermospannungen ist auszuschließen, da mittels dieser Steckverbindung zwei Thermoelemente des gleichen Typs miteinander verbunden werden. Die Verbindung des Thermoelementes mit einer Ausgleich- bzw. Messleitung geschieht an einem Flansch der Vakuumprüfkammer mittels einer gasdichten Durchführung.

Zum einen wird angenommen, dass sich die Steckverbindungen gleichmäßig aufwärmen und somit an beiden Thermoelementenden dieselben Temperaturen herrschen und sich gegebenenfalls eine Schwankung der Thermospannung selbst korrigiert. Zum anderen bildet der hier verwendete konstruktive Aufbau ein sog. „zweiköpfiges“ Thermoelement, siehe [121]. Der erste Kopf wird von der oben erwähnten Steckverbindung gebildet, die das Thermoelement in zwei Elemente aufteilt und der Strahlungswärme des Probenstückes und des Indenters ausgesetzt ist. Der zweite Kopf wird von der gasdichten Durchführung am Flansch der Vakuumprüfkammer gebildet. Die hier herrschende Temperatur ist deutlich geringer als die am ersten Kopf. Ein solcher zweiteiliger Kopf gilt prinzipiell als relativ unempfindlich gegenüber Temperatureinflüssen. Ein gravierender Messfehler der Temperatur am Eindringkörper, bedingt durch die hohen Temperaturen in der Vaku-

umprüfkammer, kann aufgrund des konstruktiven Aufbaus des Thermoelements minimiert werden.

Geometrie des Eindringkörpers

Bei Untersuchungen an unbestrahlten Proben hat sich gezeigt, dass es bei hohen Prüftemperaturen durch eine Kombination von mechanischer und thermischer Belastung dazu kommen kann, dass sich die kraftschlüssige Schraubenfixierung, die den Eindringkörper in der Indentationssäule befestigt, lösen kann. Dies ist schematisch in Abbildung C.5 dargestellt.

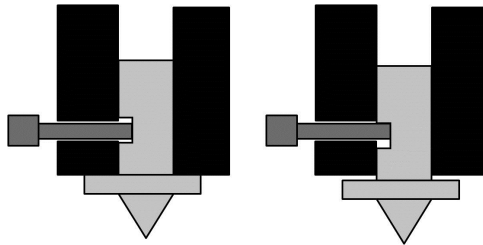


Abbildung C.5: Schematische Darstellung des Lösen der Fixierung des Eindringkörpers bedingt durch kombinierte mechanische und thermische Belastung

Das Lösen der Verbindung hat zur Folge, dass sich der Eindringkörper aus der Indentationssäule herausbewegen kann. Somit entsteht zwischen Indentationssäule und Eindringkörper ein Spalt. Bei einer erneuten Anfahrt und Aufsetzen auf die Probe muss dieser Spalt zunächst durch die Bewegung der Indentationssäule überwunden werden. Dies kann abhängig vom verbleibenden Kraftschluss zwischen Schraube und Indenterfläche sehr abrupt geschehen und hat einen hohen Kraftanstieg zur Folge.

Bei einem Indentationsexperiment hat dies zur Folge, dass es beim Aufsetzen des Eindringkörpers auf die Probe zu erheblichen Problemen bei der Kraftregelung des Experiments kommt, resultierend in einem Kraftüberschwinger, da es der Maschinensteuerung nicht möglich ist, einen abrupt

hohen Kraftanstieg auszugleichen, siehe Abbildung C.6. Die direkte Auswirkung auf die Form der entsprechenden Kraft-Eindringtiefe-Kurve ist in Abbildung C.7 zu erkennen. Solche Versuche müssen äußerst kritisch betrachtet werden.

Bedingt durch die begrenzte Aufnahmefrequenz der Kamera und der alternierenden Bildaufnahme von Indenter und Probe kann es dazu kommen, dass es bei sehr schnell ablaufenden Vorgängen, wie dem oben beschriebenen Kraftüberschwinger, nicht möglich ist, das exakte Eindringtiefeverhalten während des Experimentes mit dem optischen System zu bestimmen. Somit kann es zu atypischen Effekten bei der Kraft-Eindringtiefe-Kurve kommen, die nicht mit dem Verlauf der Kraft-Zeit-Kurve korrelieren. Zum Beispiel ist in Abbildung C.6 nach dem Kraftüberschwinger trotz eines Kraftabfalls in der Kraft-Eindringtiefe-Kurve weiterhin ein Anstieg der Eindringtiefe zu erkennen.

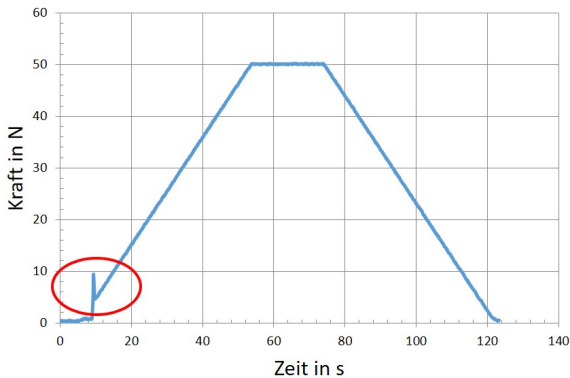


Abbildung C.6: Kraft-Zeit-Kurve; Kraft geregelt mit 1 N/s Belastungsgeschwindigkeit

Um ein solches Ablösen des Eindringkörpers zu verhindern, wurde an die Klemmfläche am Grundkörper des Indenters eine Fase von 45 °C eingebracht. Eine ebensolche Fase ist auch an der Spitze der Klemmschraube vor-

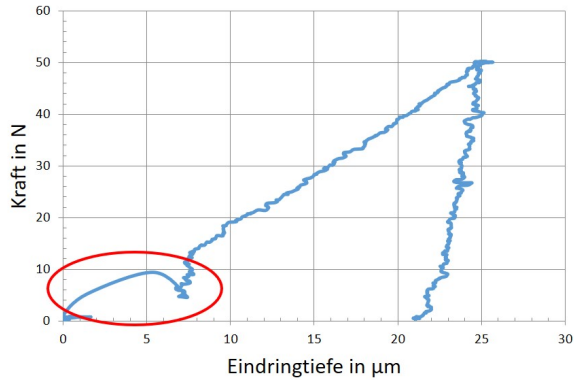


Abbildung C.7: Kraft-Eindringtiefe-Kurve; Kraft geregelt mit 1 N/s Belastungsgeschwindigkeit

handen, und somit dient zur Fixierung neben einem Kraftschluss zwischen Schraube und Indenter auch ein Formschluss, der ein signifikantes Lösen des Eindringkörpers aus der Indentationssäule verhindert. Diese Lösung ist auch für den Austausch eines Indenters von Vorteil, da sich der Eindringkörper durch ein Festziehen der Schraube automatisch in die Indentationssäule bewegt. In Abbildung C.8 ist die endgültige Ausführung eines Eindringkörpers mit kugelförmiger Rockwellspitze aus Diamant dargestellt.

Des Weiteren wurde die für die Fixierung verwendete Innensechskantschraube ersetzt. Ein Anziehen und Lösen dieser Schraube war lediglich mit Hilfe eines für die Manipulatorenfinger optimierten Innensechskantschlüssels möglich. Bedingt durch die eingeschränkte Einsehbarkeit der Schraube durch den Bediener und das reduzierte taktile Feedback bei der Fernhandhabung ist es nicht eindeutig feststellbar, ab wann ein Formschluss zwischen Schraube und Schlüssel vorhanden ist. Ein Wechsel des Eindringkörpers wird also deutlich erschwert.

Als Lösung wurde eine Schraube entworfen, die eine werkzeugfreie Befestigung des Eindringkörpers erlaubt, siehe Abbildung C.9 und Abbildung F.6.

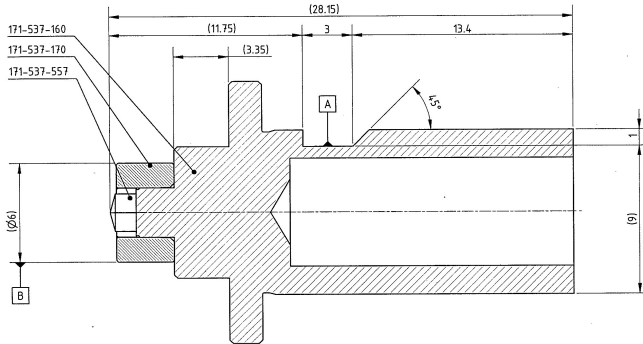


Abbildung C.8: Technische Zeichnung eines Eindringkörpers mit kugelförmiger Rockwellspitze aus Diamant

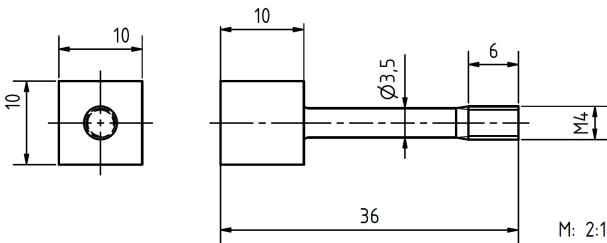


Abbildung C.9: Technische Zeichnung einer Schraube aus TZM für optimierte fernhantierte Fixierung des Eindringkörpers in der Indentations säule

Der würfelförmige Kopf der Schraube wurde so ausgelegt, dass dieser eine sichere Fernhandlung gewährleistet und gleichzeitig kein optisches Hindernis für den Bediener darstellt. Gefertigt wurde diese Schraube, so wie der Eindringkörper selbst, aus TZM.

Alle geometrischen Veränderungen am Eindringkörper haben lediglich den Grundkörper betroffen. Die Befestigungsmethode der Eindringspitzen im Grundkörper wurden beibehalten, vgl. Abschnitt B.2.

D Validierung der Hochtemperaturindentationsanlage und der Infrastruktur der Heißen Zelle

D.1 Signal,- Energie- und Medienfluss

Für den Betrieb der Hochtemperaturindentationsanlage in einer Heiße Zelle sind umfangreiche Vorbereitungen der Anlage in Bezug auf deren zuverlässige Funktionalität im fernhantierten Betrieb nötig. Dies betrifft neben der schon besprochenen Manipulatorbedienung folgende Punkte:

- Signalverbindung der Anlage innerhalb der Zelle mit den entsprechenden Steuereinheiten außerhalb der Zelle
- Energieversorgung der Anlage und aller Peripheriegeräte
- Medienversorgung der Anlage mit Druckluft und Kühlwasser

Signalfluss

Um eine Verbindung der Steuereinheiten außerhalb der Zelle mit entsprechenden Endgeräten in der Zelle herzustellen, müssen an den Wanddurchführungen die Kabelverbindungen mit speziellen gasdichten Steckverbindungen der S-Serie der Firma LEMO ELEKTRONIK GMBH ausgestattet werden. Hierzu ist lediglich eine begrenzte Anzahl an Zugängen in die Materialprüfzelle hinein und heraus vorhanden. Diesbezüglich wurden die Positionen aller funktionalen Teilelemente der Anlage innerhalb und außerhalb der Heißen Zelle festgelegt und die Anzahl der nötigen Signalleitungen ermittelt. Insgesamt sind 19 einzelne Kabelverbindungen in die Heiße Zelle

für den Betrieb der Anlage nötig. Aufgrund der räumlichen Trennung von Anlagenkomponenten innerhalb und außerhalb der Heißen Zelle sind entsprechende Kabellängen von bis zu 25 m nötig.

Um vor der Versetzung der Anlage die uneingeschränkte Funktionalität der Verkabelung für den Heißen Betrieb zu gewährleisten, wurden alle relevanten Steckverbindungen mit zugehörigen Kupplungen, entsprechend den in der Wanddurchführung der Heißen Zelle verbauten Steckverbindungen, verbunden. Dieser Aufbau wurde außerhalb des Kontrollbereichs in Bezug auf die Qualität der Signalflüsse getestet und auf mögliche Einflüsse der Steckverbindungen auf die Signalgüte hin überprüft.

Des Weiteren wurde das Verkabelungskonzept entsprechend den funktionellen Anforderungen der Kerbschlaganlage angepasst. Somit werden ein relativ unkomplizierter und kurzfristiger Austausch beider Anlagen in der Materialprüfzelle möglich und eine hohe Flexibilität des Zellenarbeitsplatzes erreicht.

Energiefluss

Für die Energieversorgung aller nötigen Peripheriegeräte innerhalb der Zelle werden zwei separate Anschlüsse benötigt. Die Kamera der optischen Eindringtiefmessung, die Druckmessröhre der Vakuumkammer, das Vibrations-Isolations-System und die Turbomolekularpumpe werden zusammen über einen Anschluss versorgt. Die Membranvorpumpe benötigt aufgrund ihrer Positionierung in der Heißen Zelle und der daraus folgenden Unvereinbarkeit mit der Fernhantierung einen separaten Anschluss. Somit kann diese unabhängig von allen anderen Geräten über das Bedienpult außerhalb der Zelle angesteuert werden.

Medienfluss

Für die zwei Druckluftzylinder der Anlage, die die Teilfunktionen „Vakuumkraft-Ausgleichsregelung“ und „Öffnen und Schließen der Vakuumkammer“ er-

füllen, wird Druckluft von min. 4600 mbar benötigt. Die hauseigene Druckluftversorgung des FML ist mit einem Arbeitsdruck von 6000 mbar für diesen Zweck ausreichend. Für die Druckluftanschlüsse innerhalb der Zelle wurden sog. Schnellkupplungsverbindungen der Firma SWAGELOK verbaut. Diese können mittels Manipulatoren gehandhabt werden und verhindern durch ihre Eigenschaft der Selbstschließung bei Trennung der Kupplungsverbindung das unkontrollierte Austreten des entsprechenden Mediums innerhalb der Heißen Zelle.

Wie in Kapitel B.3 beschrieben, ist es aufgrund der hohen Prüftemperaturen der Anlage notwendig, diese mit einer Kühlung auszustatten. Aufgrund des begrenzten Bauraumes innerhalb der Heißen Zelle wurde das Kühlaggregat, ein *UKS 3000* der Firma LAUDA mit einer Kühlleistung von 3400 W, außerhalb der Zelle positioniert. Dies erlaubt eine unkomplizierte Bedienung der Kühlung sowie die rasche Durchführung von möglichen Reparaturen. Für die Versorgung der Anlage in der Heißen Zelle mit dem Kühlmedium Wasser wurden Kühlleitungen verlegt. Als Verbindungsstücke werden in der Zelle ebenfalls selbstschließende Schnellkupplungsverbindungen der Firma SWAGELOK verwendet.

In unmittelbarer Nähe zum Kühlaggregat wurde eine Mischstation installiert, die es erlaubt, den Vor- und Rücklauf des Kühlkreislaufes zu regeln. Mittels eines Bypasses kann der Eingangsdruck in der Kühlleitung angepasst werden. Um die Beschädigung der Anlage aufgrund eines unbemerkten Ausfalls der Kühlung zu verhindern, wird das Kühlmedium am Rücklauf des Kreislaufs mittels eines Durchflusswächters *Kobold KAL-D* der Firma KOBOLD überwacht. Dieser wurde zusätzlich mit einem elektronischen Relais mit der Steuerung der Heizelemente der Indentationsanlage gekoppelt. Bei einem unbemerkten Ausfall der Kühlung und somit einem Absinken des Durchflusses des Kühlmediums wird die Stromversorgung der Heizelemente automatisch ausgeschaltet und somit die Anlage gegen unkontrolliertes Überhitzen geschützt.

Alle Signal-, Energie- und Medienleitungen werden durch ein sog. Strahlenlabyrinth in das Innere der heißen Zelle geführt. Die Leitungen werden dabei durch einen mehrfach geknickten Schacht geführt, um das Austreten ionisierender Strahlung zu verhindern. Zusätzlich zu der speziellen Führung der Leitungen wird der Kabelschacht mittels einer Bleischüttung gefüllt und damit abgeschirmt.

D.2 Funktionsvalidierung der Anlage für fernhantierten Betrieb

Nach dem erfolgreichem Einbau und der Verkabelung der Anlage in der Materialprüfzelle sowie der Vorbereitung des Arbeitsplatzes und der Peripheriegeräte außerhalb der Heißen Zelle wurde die Anlage in Bezug auf die Signalgüte und die Funktionalität der einzelnen Komponenten überprüft.

Heizung

Für die Funktionsfähigkeit der Heizelemente des Eindringkörpers und der Probe ist lediglich die Stromversorgung dieser Elemente zu überprüfen. Dies wurde mit einem jeweiligen und kombinierten Aufheizen des Eindringkörpers und der Probe auf eine Regeltemperatur von 100 °C überprüft. Darüber hinaus bestätigt die erfolgreiche Durchführung von Indentationsexperimenten und Wärmebehandlungen von bis zu 550 °C die Funktionsfähigkeiten, siehe Kapitel 5.

Vakuumpumpensystem

Bei einer Funktionsüberprüfung des Pumpensystems hat sich gezeigt, dass der fernhantierte Betrieb keinerlei negativen Einfluss auf die Erzeugung des Vakuums hat. Im Vergleich mit dem Betrieb der Anlage vor der Versetzung zeigt sich, dass zum einen geringere Kammerdrücke erreicht werden und diese zusätzlich in einer kürzeren Zeitspanne erzeugt werden. Dies wird auf

den geringen Verschmutzungsgrad der Heißen Zelle im Vergleich zum Labor außerhalb des Kontrollbereichs zurückgeführt, da die Zuluft der Zellen zusätzlich mittels Absolutfiltern gereinigt wird. Hierdurch kommt es in der Vakuumkammer zu einer geringeren Ablagerung von Fremdstoffen, die durch das Pumpensystem abgeführt werden müssen.

Bildaufnahme für Eindringtiefmessung

Bei der Bildaufnahme müssen im fernhantierten Betrieb gewisse Einschränkungen in Kauf genommen werden. Bedingt durch die in der Materialprüfzelle für die Verbindung von Kamera und Steuerungscomputer verwendeten sehr langen Messleitungen, kommt es zu einer Verringerung der maximalen Datenübertragungsrate. Dies hat zur Folge, dass im Vollbildmodus der Kamera die anfallenden Datenmengen nicht mehr zuverlässig übertragen werden können.

Dies spielt jedoch bei der Aufzeichnung während der Indentationsversuche bislang keine Rolle, da hier lediglich Ausschnitte des Vollbildes der Kamera, jeweils 696 Pixel x 264 Pixel, verwendet werden. Die hierbei anfallenden geringeren Datenmengen erlauben auch im fernhantierten Betrieb der Anlage eine Aufnahmegeschwindigkeit von 10 Hz.

Ein Vergleich der Datensätze, die mit dem Testaufbau außerhalb des Kontrollbereichs und im Betrieb der Anlage innerhalb der Heißen Zelle gewonnen worden sind, hat in Bezug auf die Aufnahmegeschwindigkeit keinen systematischen Fehler, bedingt durch den fernhantierten Betrieb, aufgezeigt.

Verifizierung der Dämpferfunktionalität

Um das Vibrations-Isolations-System auf mögliche Beschädigungen durch den Transport in die Heiße Zelle zu untersuchen, wurde ein ruhender Eindringkörper mittels des optischen Messsystems hinsichtlich seiner vibrationsbedingten Bewegung, relativ zum optischen System bei aktiver sowie passiver Dämpfung, betrachtet, vgl. Abbildungen D.1 und D.2.

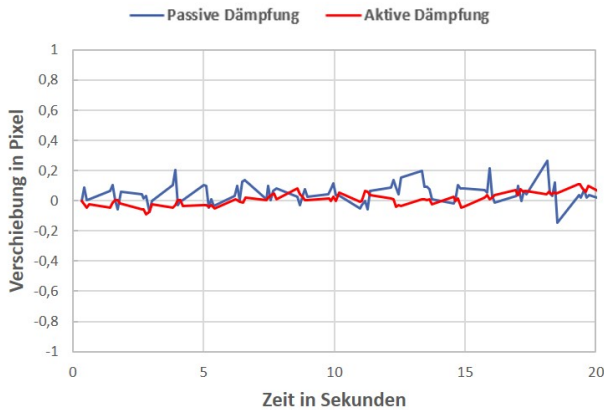


Abbildung D.1: Bewegung in horizontaler Richtung bei passiver und aktiver Dämpfung

Es ist zu erkennen, dass die aktive Dämpfung einen signifikanten Beitrag zur Entkopplung des Anlagenverbundes in horizontaler sowie vertikaler Richtung beiträgt. Im Vergleich zu den in [3] präsentierten Ergebnissen zeigen sich hier schon bei passiver Dämpfung deutlich geringere horizontale Bewegungen. Dieser Unterschied ist begründet durch die höhere Gesamtsteifigkeit des Anlagenverbundes in der Heißen Zelle im Vergleich zum vormaligen Anlagenaufbau außerhalb des Kontrollbereichs.

Wechselwirkung mit anderen Anlagen

Neben der Hochtemperaturanlage wird in der Materialprüfzelle des FML eine Universalprüfmaschine für die Durchführung von Zugversuchen und Ermüdungsversuchen an bestrahlten Proben bei erhöhten Temperaturen betrieben. Um eine gegenseitige Beeinflussung der Anlagen ausschließen zu können wurden beide Anlagen parallel betrieben und die Testergebnisse in Bezug auf systematische Anormalitäten untersucht.

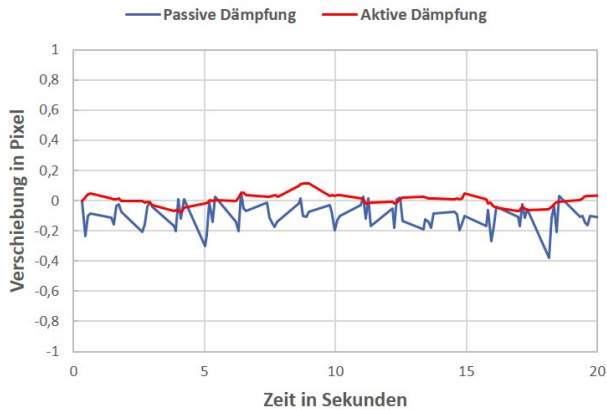


Abbildung D.2: Bewegung in vertikaler Richtung bei passiver und aktiver Dämpfung

Es konnten anhand der Messergebnisse der jeweiligen Anlagen keine besonderen Abweichungen festgestellt werden. Somit ist ein paralleler Betrieb beider Anlagen in der Materialprüfzelle möglich und eine höchst mögliche Effizienz des Betriebes der Materialprüfzelle gewährleistet.

Ein Betrieb des Deckenkrans des FML ist während der Prüfphasen der Hochtemperaturindentationsanlage nicht möglich. Hierdurch würden Schwingungen in die Gebäudestruktur des FML eingebracht, die sich über den Aufbau der Heißen Zellen als kritische Schwingungen in die Struktur der Anlage ausbreiten würden.

Kühlung und Kühlkreislauf

Bei einem Eingangsdruck von 0,4 bar am Zulauf des Kühlkreislaufes außerhalb der Heißen Zelle ist noch ein stetiger Durchfluss für die Abführung der durch die Heizelemente in die Anlage eingebrachten Wärme gewährleistet. Der in [3] festgestellte Einfluss des Kühlmittelflusses auf die Kraftmessdose innerhalb der Vakuumprüfkammer der Anlage konnte bestätigt werden.

Dieser ist stark vom Druck des Kühlmittels abhängig. Um diesen Einfluss so gering wie möglich zu halten und trotzdem eine ausreichende Wärmeabfuhr in der Anlage zu gewährleisten, wurde ein Eingangsdruck von 0,4 bar am Zulauf festgelegt. Hier kommt es beim Einschalten des Kühlaggregats zu einem Absinken der gemessenen Kraft an der inneren Kraftmessdose von ca. 1,8 N. Dieser Vorgang ist reversibel, und dementsprechend steigt die Kraft an der Messdose beim Ausschalten der Kühlung um den gleichen Betrag. Somit bleibt der Kraft-Nullpunkt der Messdose erhalten.

D.3 Präparation bestrahlter Proben

Ein großer Vorteil der instrumentierten Eindringprüfung ist die relativ einfache Präparation der zu untersuchenden Proben. Abhängig vom zu untersuchenden Material ist hierbei ein mehrstufiges Anschleifen und ein anschließendes Polieren der Indentationsfläche ausreichend. Im Falle der Hochtemperaturindentationsanlage muss zusätzlich eine Seitenfläche der Probe präpariert werden, um eine optimale Ausleuchtung für die Bildaufnahme der optische Eindringtiefmessung zu erreichen.

Für die Präparation bestrahlter Proben wird dieses relativ simple Verfahren, bedingt durch die eingeschränkte Bedienbarkeit der Fernhantierung, erschwert. Des Weiteren sind aufgrund der Radioaktivität der zu bearbeitenden Materialien besondere Maßnahmen in Bezug auf Schleifrückstände zu berücksichtigen, da deren Verschleppung zu verhindern ist.

Für die metallografische Präparation von Proben steht im FML eine eigene Zelle mit zwei fernhantierten Arbeitsplätzen bereit. In Abbildung D.3 sind die Arbeitsplätze durch die entsprechenden Bleiglasfenster der Zelle dargestellt. In Teilabbildung (a) sind die für die Fernhantierung optimierte universelle Präparationsanlage der Firma STRUERS, die zum Schleifen und Polieren der bestrahlten Proben verwendet wird, sowie ein Ultraschallbad zum Reinigen und Ausbetten der präparierten Proben dargestellt. Teilabbildung (b) zeigt den Arbeitsbereich für die Vorbereitungsarbeiten, wie das

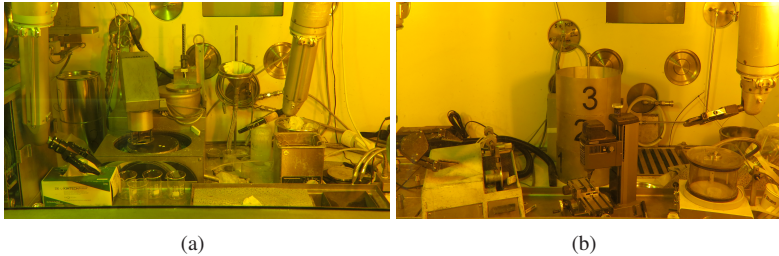


Abbildung D.3: (a) Metallografischer Arbeitsplatz zum Polieren und Schleifen aktivierter Proben. (b) Arbeitsplatz für Vorbereitungsarbeiten wie Einbetten der Proben in Präparationsringe und mechanische Bearbeitung der Proben

Einbetten der Proben in spezielle Präparationsringe (siehe Abbildung E.7) und Geräte zum mechanischen Bearbeiten der Proben. An diesem Arbeitsplatz können zusätzlich benötigte Arbeitsmittel (Einbettmittel, Probenbehälter) direkt in die Zelle eingeschleust werden. Prinzipiell kann eine metallografische Probenpräparation in folgende Teilschritte aufgeteilt werden:

- Entfernung der Bruchfläche von der Probe
- Abziehen der Auflagefläche der Probe
- Probe in Einbettring einlegen
- Probe mit auflösbarem Harz fixieren
- Metallografische Präparation der Seitenfläche der Probe, um eine optimale Ausleuchtung für die optische Eindringtiefenmessung zu gewährleisten
- Trennen von Probe und Ring durch Lösungsmittel
- Probe erneut gedreht in Einbettring einlegen
- Probe mit auflösbarem Harz fixieren

- Metallografische Präparation der Indentationsfläche
- Trennen von Probe und Ring durch Lösungsmittel
- Dekontamination der präparierten Proben

Die Abtrennung der Bruchfläche der Probe hat zwei Gründe. Zum einen sollen die Bruchflächen für spätere fraktografische Untersuchungen zur Verfügung stehen und werden nicht durch den Gebrauch der Proben für Indentationsexperimente beschädigt. Zum anderen ist es nötig, dass die Probe eine plane Auflagefläche bietet, damit es bei den Eindringprüfungen zu keinen störenden Bewegungen der Probe kommt. Aufgrund der hohen plastischen Deformation bei duktil brechenden Proben in der Bruchzone muss dieser Bereich der Probe entfernt werden. In Abbildung D.4 ist ein solcher Bereich auf der rechten Seite deutlich zu erkennen.

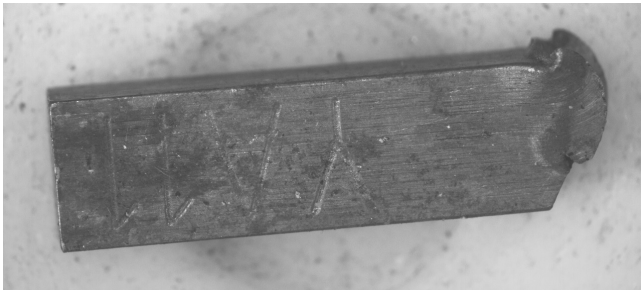


Abbildung D.4: Bestrahlte Hälfte einer bestrahlten Kerbschlagbiegeprobe mit plastischer Verformung durch den Kerbschlagversuch

Um die Auflagefläche der Proben vom evtl. vorhandenem Grat an den Rändern der Proben zu befreien, wird die Auflagefläche mehrmals über Schleifpapier abgezogen. Somit wird eine plane Fläche gewährleistet und eine ungewünschte Kippbewegung der Probe während der Indentationsversuche so gut wie möglich verhindert.

Für die Präparation der Indentations- und Reflexionsfläche wird ein mehrstufiges Schleif- und Polierverfahren mit folgenden Parametern durchgeführt:

- Anschleifen mit Schleifpapier einer Körnung von 220
- Feinschleifen mit einer Körnung von 1200 über eine Zeit von 10 min
- Politur mit $9\ \mu\text{m}$ -Emulsion über eine Zeit von 15 min
- Politur der Indentationsfläche mit einer $3\ \mu\text{m}$ -Emulsion über eine Zeit von 7 min

Die präparierten Flächen sind in Abbildung D.5 beispielhaft für eine bei $250\ ^\circ\text{C}$ bestrahlte Probe dargestellt. In Teilabbildung (a) ist die Reflexionsfläche mit einer $9\ \mu\text{m}$ -Politur und in Teilabbildung (b) die Indentationsfläche mit einer $3\ \mu\text{m}$ -Politur dargestellt.

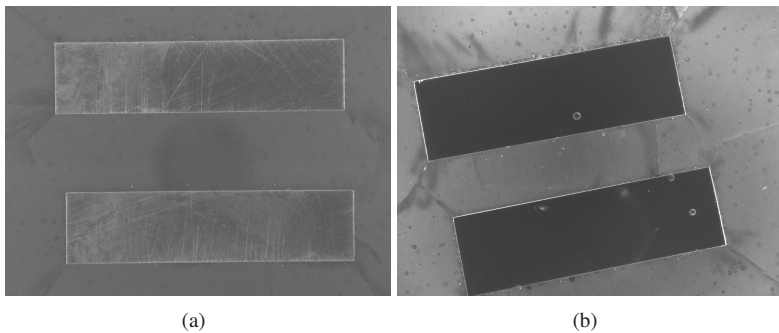


Abbildung D.5: (a) Polierte Reflexionsfläche für die optische Eindringtiefenmessung (b) Polierte Indentationsfläche der Hälften einer bestrahlten Kerbschlagbiegeprobe

Anschließend an die metallografische Präparation der Proben müssen diese zwingend dekontaminiert werden. Dies dient dazu, möglichst wenig lose

radioaktive Einzelpartikel in die Materialprüfzelle einzuführen und diese somit möglichst frei von Kontaminationen zu halten. Hierzu werden die Proben zunächst in das Fusionskeramiklabor des FML transportiert und dort in einem Ultraschallbad mehrfach gereinigt. Anschließend werden die Proben in sauberen Probenbehältern verwahrt und zur mechanischen Untersuchung in die Materialprüfzelle überführt.

Der Transport der aktiven Proben von Zelle zu Zelle innerhalb des Kontrollbereichs erfolgt mittels des hauseigenen Rohrpostsystems. Hierbei ist auf eine sichere Verwahrung der Proben in den Probenbehältern zu achten, um die polierten Flächen durch den Transport nicht zu beschädigen, da die Rohrpostkapsel prinzipbedingt mit hoher Geschwindigkeit und auf dem Kopf landet.

D.4 Optische Mikroskopie im Fusionsmateriallabor

Um die Informationen aus den instrumentierten Indentationsexperimenten zu erweitern, steht im FML ein abgeschirmtes Auflichtmikroskop der Firma OPTIQUE PETER zur Untersuchung bestrahlter Proben zur Verfügung. Hiermit ist es möglich, Bildaufnahmen bis zu einer tausendfachen Vergrößerung zu erstellen. Der optische Strahlengang wird mittels eines Spiegelsystems durch ein Strahlenlabyrinth geführt, so dass die Bildqualität nicht durch ein Bleiglasfenster geschwächt werden muss.

Dieses Mikroskop ist direkt an die Metallografiezelle angeschlossen, vgl. Abbildung D.6. Um indentierte Proben optisch zu untersuchen, müssen diese zunächst mittels des Rohrpostsystems von der Materialprüfzelle in die Metallografiezelle transportiert werden. Nach der optischen Aufnahme der Eindrücke auf den geprüften Proben lassen sich deren Durchmesser mit der Softwareanwendung ANALYSIS PRO der Firma OLYMPUS SOFTWARE IMAGING SOLUTIONS GMBH vermessen. Somit lassen sich die Indentationsexperimente auch entsprechend den konventionellen Auswertemethoden nach Vickers oder Brinell bewerten.



Abbildung D.6: Arbeitsplatz der optischen Mikroskopie an der Metallografiezelle

Anschließend an die optische Untersuchung der Eindrücke können die indentierten Flächen der Proben in der Metallografiezelle erneut präpariert werden. Das Probenmaterial kann so mit relativ geringem Aufwand erneut für weitere mechanische Werkstoffuntersuchungen genutzt werden.

Probenhalterung für optische Mikroskopie

Das Mikroskop verfügt über eine kreisförmige Probenaufnahme. Um die relativ kleinen Indentationsproben auf das Mikroskop auflegen zu können, ist ein spezieller Probenhalter notwendig.

Dieser wurde zweiteilig ausgeführt und bildet insgesamt die Form eines Zylinders, siehe Abbildung D.7 und Abbildung F.7. Auf der einen Seite des Zylinders ist eine Nut eingebracht, die auf eine halbe miniaturisierte Kerbschlagbiegeprobe ausgelegt ist. Die Probe wird in die Nut eingelegt, und mittels einer Innensechskantschraube werden die zwei Teile des Zylinders

zusammengeführt und somit die Probe kraftschlüssig im Probenhalter fixiert. Dies erlaubt eine sichere Handhabung und Untersuchung der Probe mittels des Auflichtmikroskops.

Die Dimensionen des Probenhalters wurden so gewählt, dass eine gute Handhabung mit einem Manipulator möglich ist. Des Weiteren wurde als Konstruktionswerkstoff Aluminium gewählt, was eine Fernhandhabung aufgrund des relativ geringen Gewichts zusätzlich erleichtert.

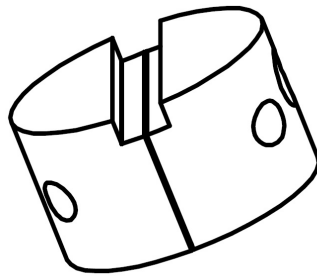


Abbildung D.7: Räumliche Ansicht der Mikroskophalterung von Kerbschlagbiegeproben für die optische Vermessung mittels des Auflichtmikroskops in der Metallografiezelle

E Ergänzende Abbildungen

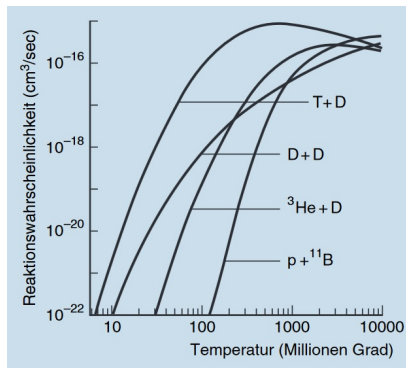


Abbildung E.1: Reaktionswahrscheinlichkeit für die Kernfusion unterschiedlicher Isotopenpaarungen in Abhängigkeit von der Temperatur [7]

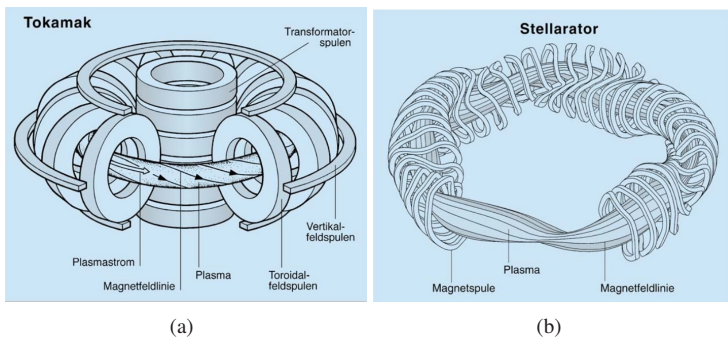


Abbildung E.2: Prinzipieller Aufbau des (a) Tokamak und (b) Stellarator [7]

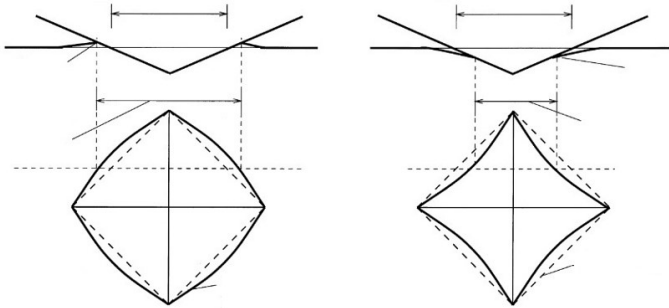


Abbildung E.3: Schematische Darstellung des Aufwurf- (links) und Einsinkverhaltens (rechts) für einen Vickers-Eindringkörper nach [122]

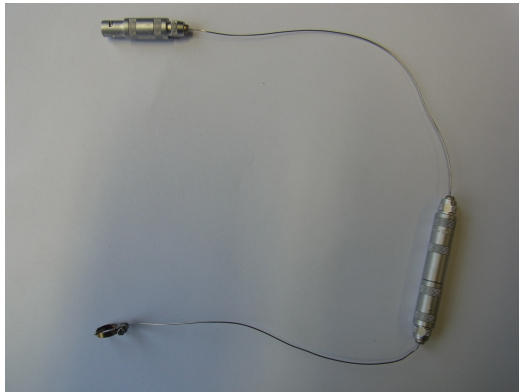


Abbildung E.4: Zweiteiliges Thermoelement für die fernhantierte Handhabung

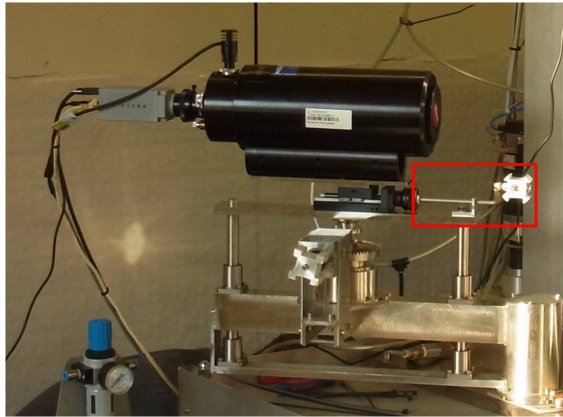


Abbildung E.5: Optisches Messsystem mit mechanischer Erweiterung zur Fernhand-
tierung im roten Rahmen

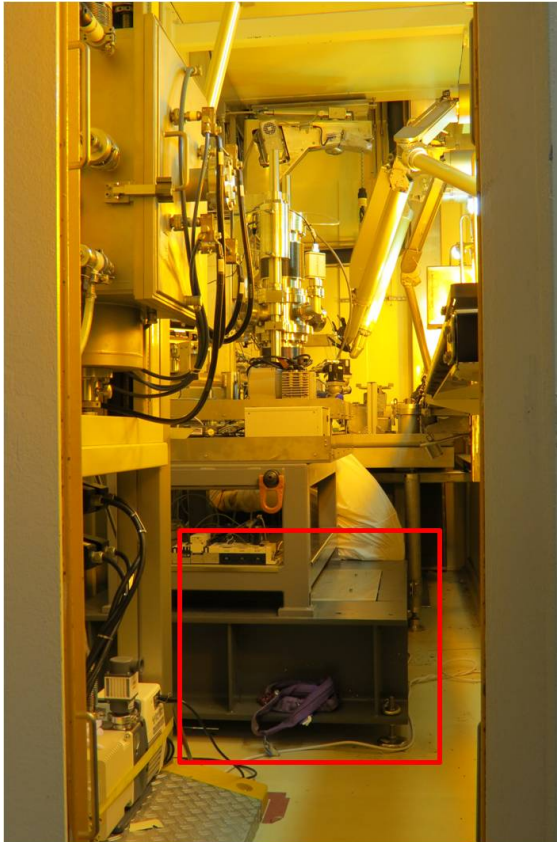


Abbildung E.6: Ansicht durch seitliche Interventionsöffnung der Materialprüfzelle; der rote Rahmen markiert das Podest

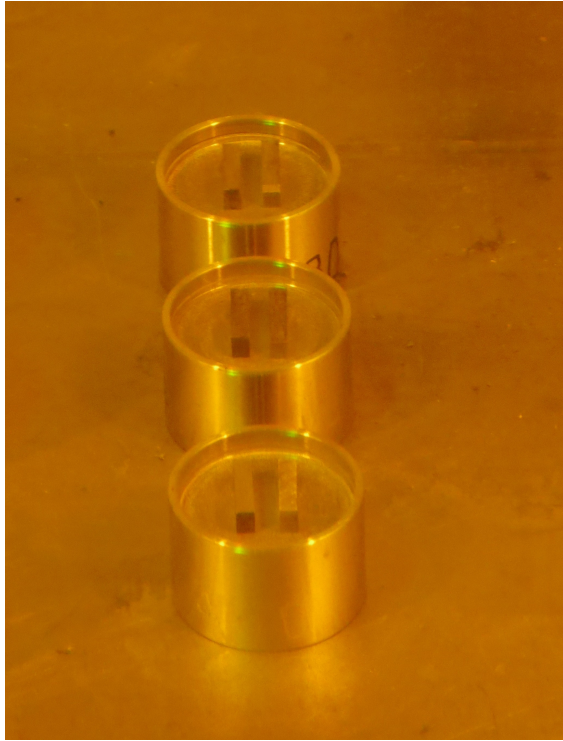


Abbildung E.7: Präparationsringe mit halben Kerbschlagbiegeproben

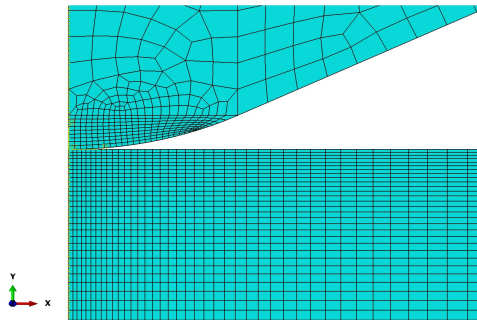


Abbildung E.8: Vernetzung des Modells im Kontaktbereich

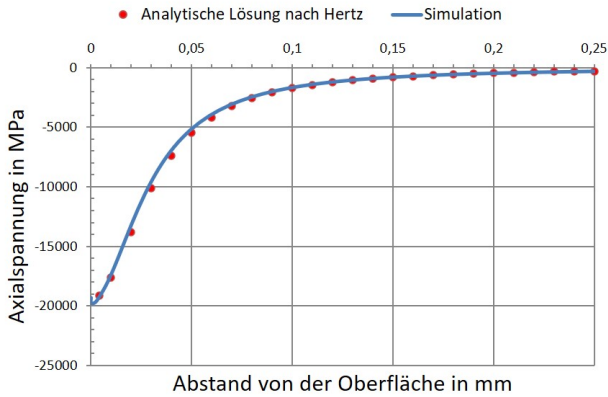


Abbildung E.9: Vergleich der Axialspannungen entlang der Symmetrieachse des Finite-Elemente-Modells zwischen analytischer Lösung und Simulation

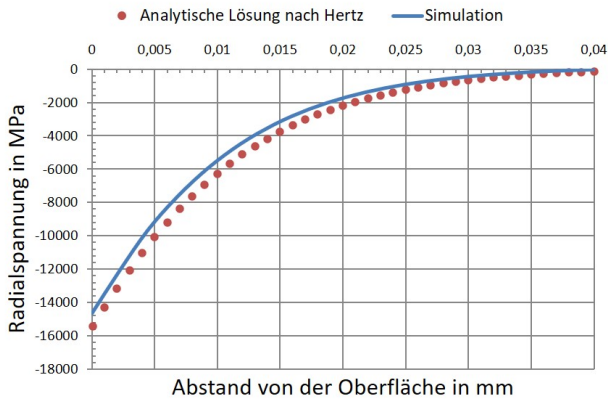


Abbildung E.10: Vergleich der Radialspannungen entlang der Symmetrieachse des Finite-Elemente-Modells zwischen analytischer Lösung und Simulation

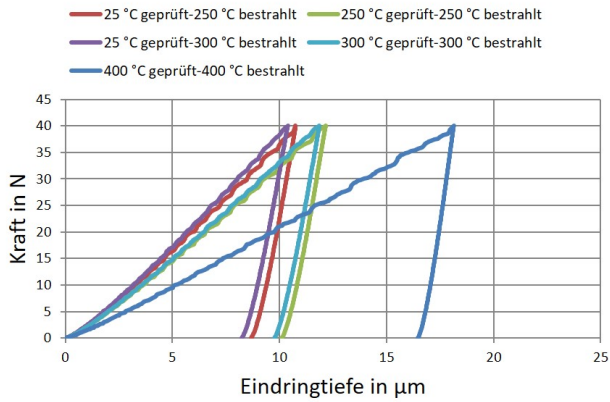


Abbildung E.11: Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven von bestrahltem EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen und Bestrahlungstemperaturen mit Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers

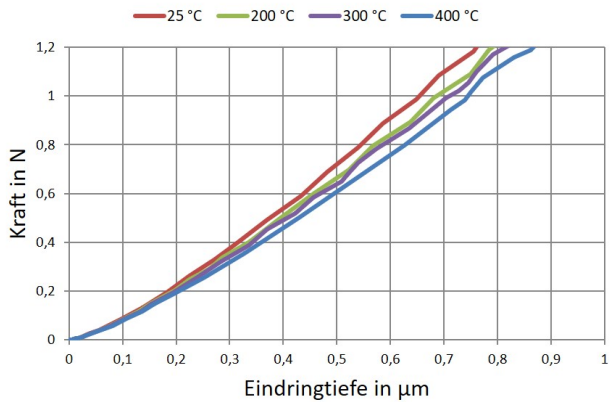


Abbildung E.12: Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei einer Prüftemperatur von 25 °C bis 400 °C und Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers auf Basis der Materialkennndaten des 2012 AFCEN RCC-MRx Code [104]

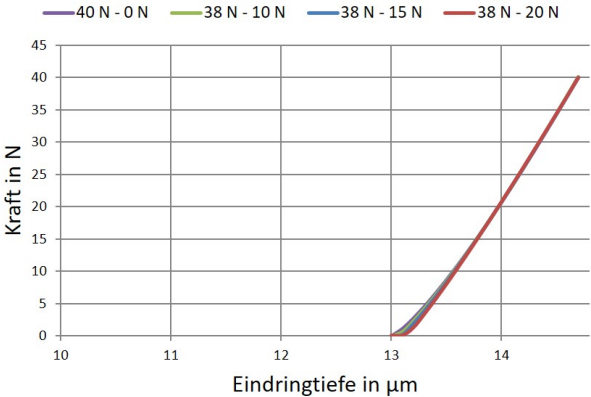


Abbildung E.13: Vergleich der durch das Fitting ermittelten Entlastungskurven für verschiedene Auswertungsbereiche

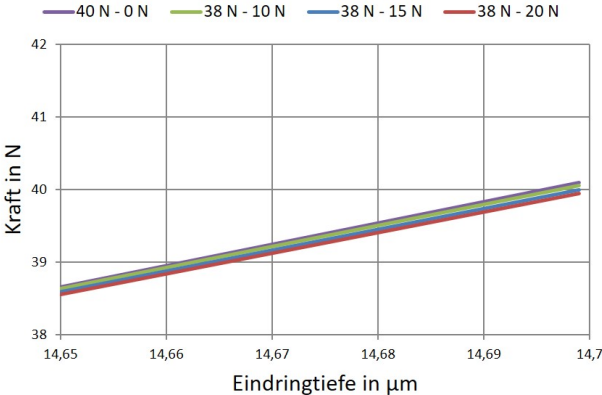


Abbildung E.14: Vergleich der durch das Fitting ermittelten Entlastungskurven für verschiedene Auswertungsbereiche

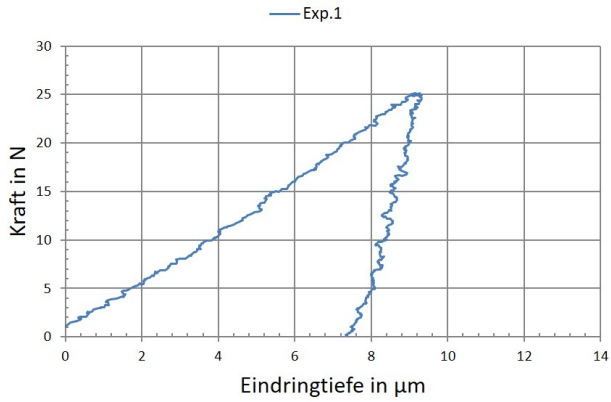


Abbildung E.15: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

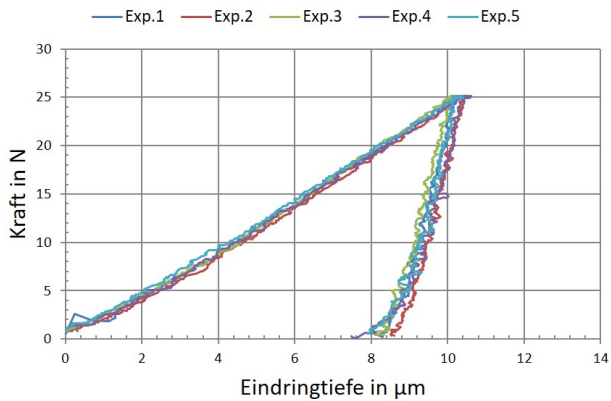


Abbildung E.16: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

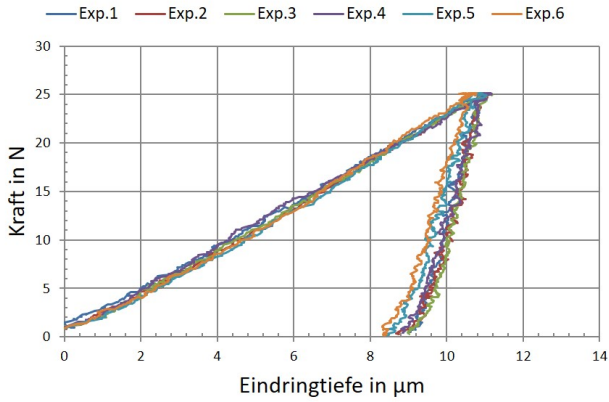


Abbildung E.17: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

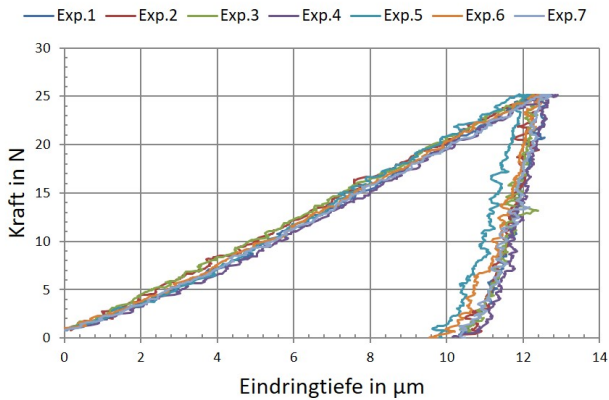


Abbildung E.18: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N

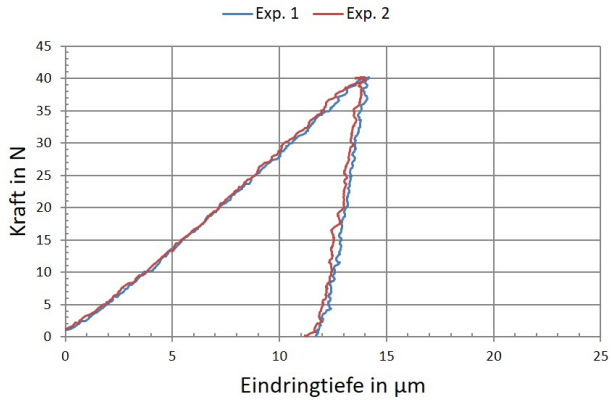


Abbildung E.19: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

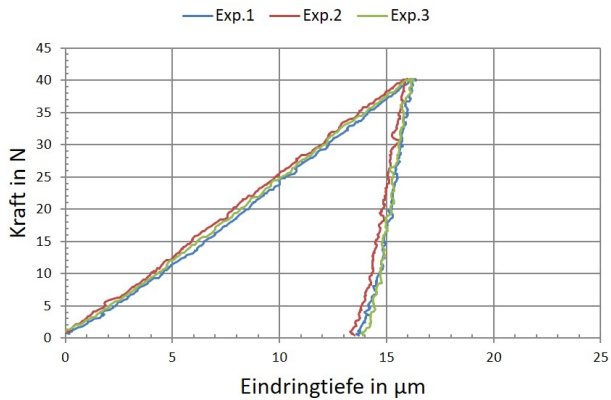


Abbildung E.20: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

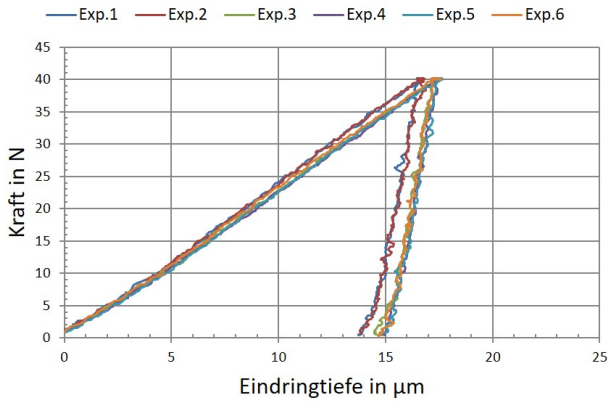


Abbildung E.21: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

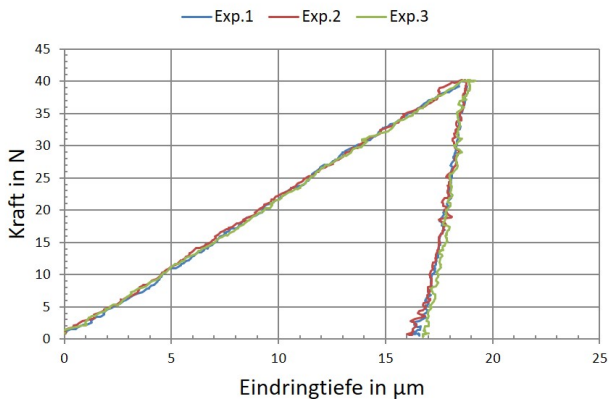


Abbildung E.22: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

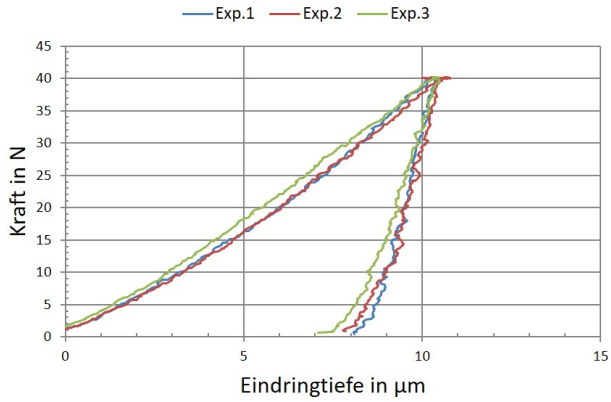


Abbildung E.23: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 250 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

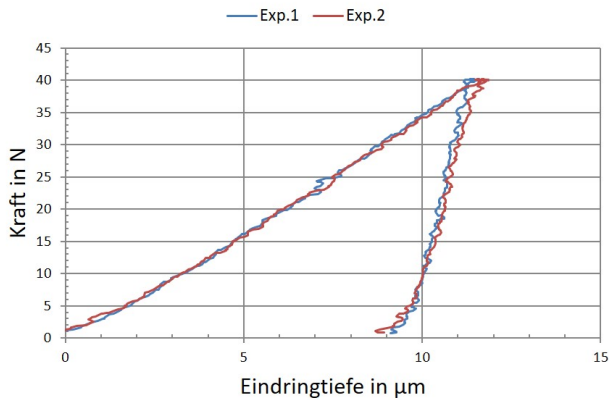


Abbildung E.24: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 250 °C von bei 250 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

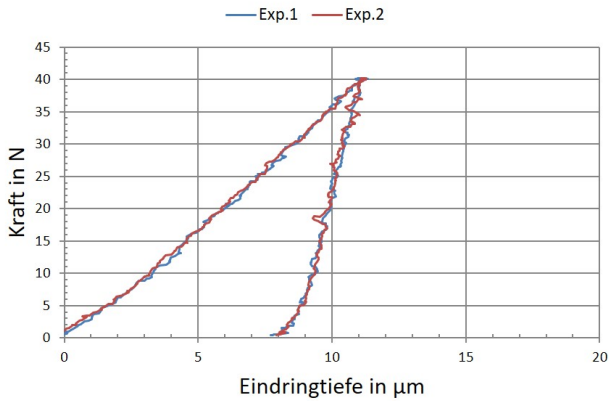


Abbildung E.25: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

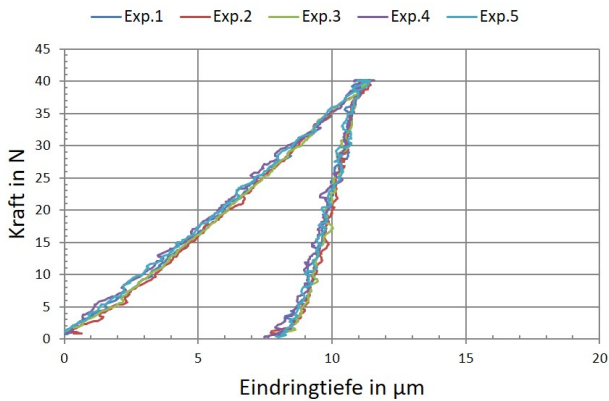


Abbildung E.26: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

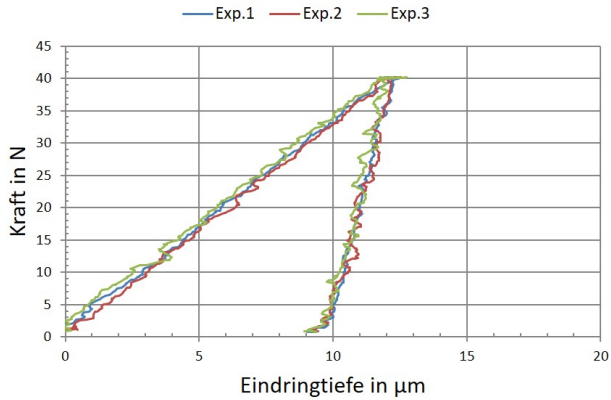


Abbildung E.27: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

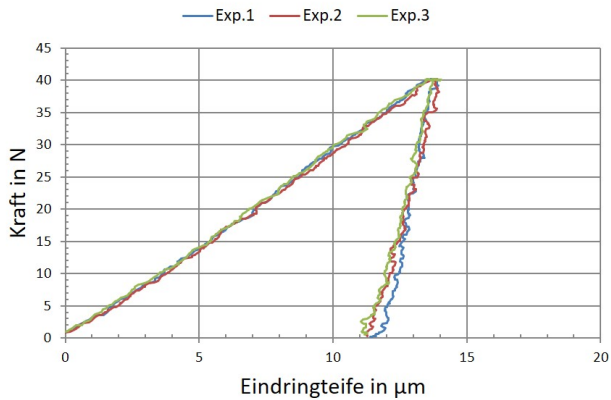


Abbildung E.28: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

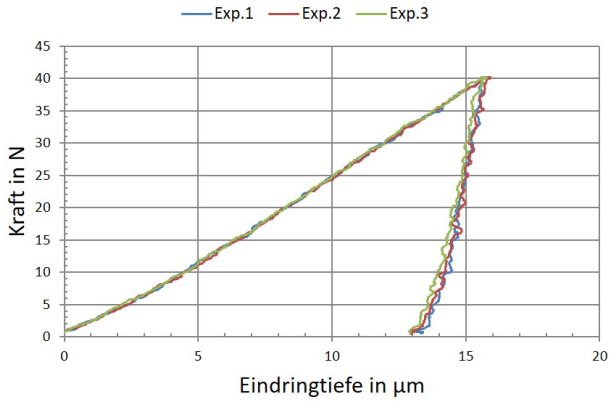


Abbildung E.29: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

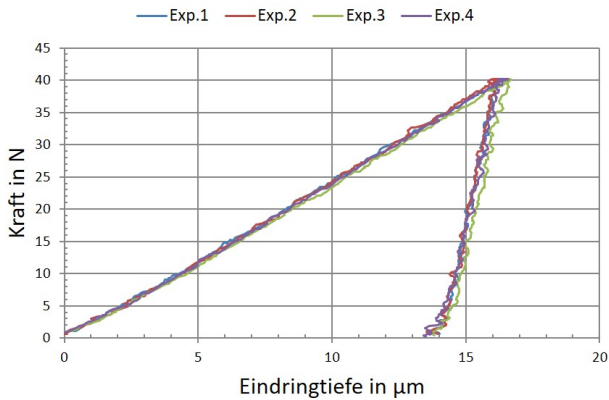


Abbildung E.30: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

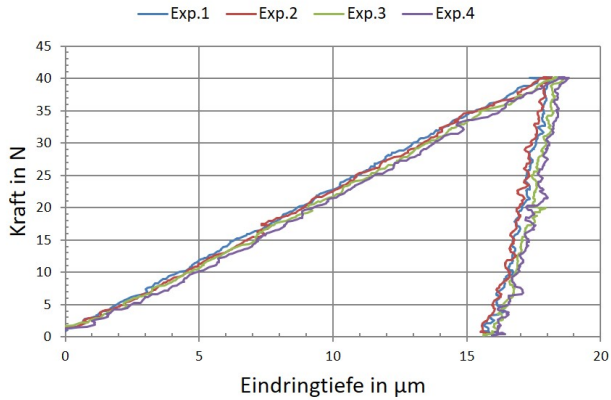


Abbildung E.31: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

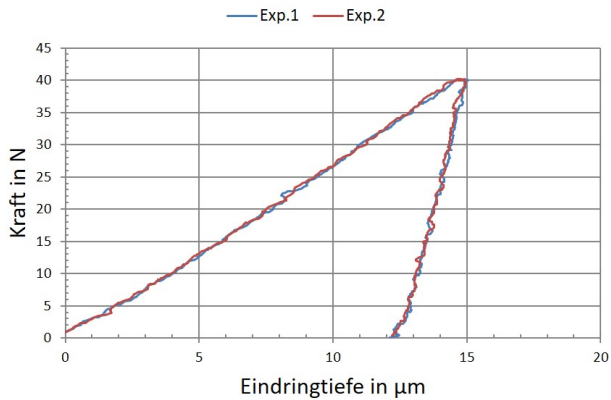


Abbildung E.32: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

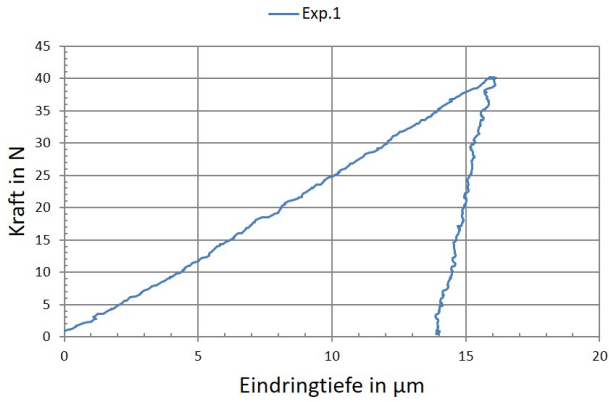


Abbildung E.33: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

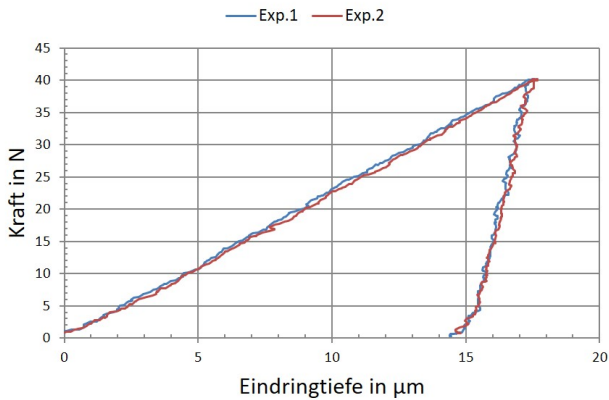


Abbildung E.34: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

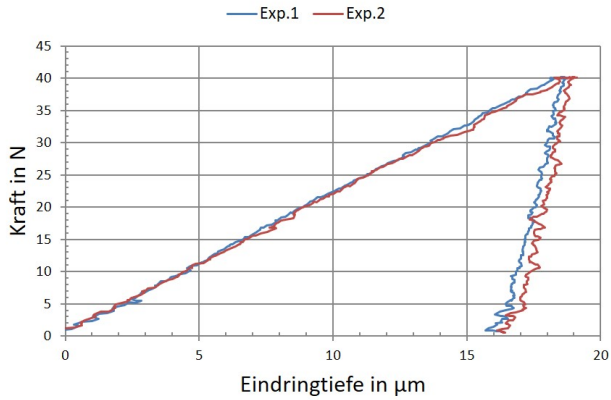


Abbildung E.35: Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N

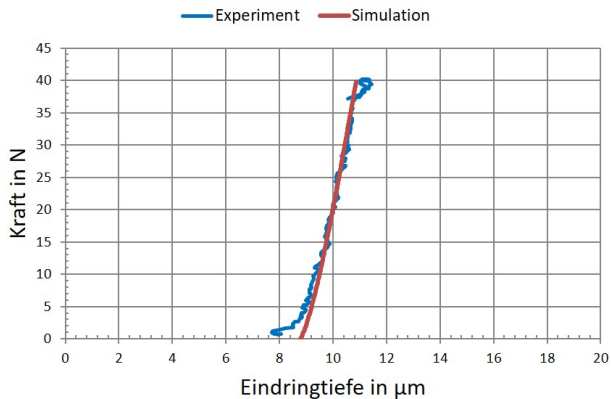


Abbildung E.36: Vergleich des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 300 °C; die Simulierte Entlastungskurve wurde für diese vergleichende Abbildung entsprechend der experimentellen Kurve verschoben

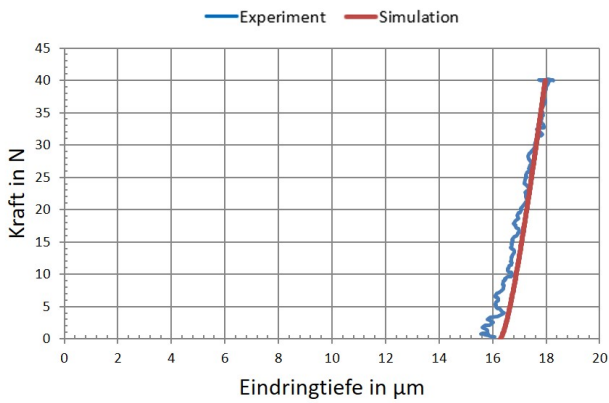


Abbildung E.37: Vergleich des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-An1 bei einer Bestrahlungstemperatur von $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von $400\text{ }^{\circ}\text{C}$; die Simulierte Entlastungskurve wurde für diese vergleichende Abbildung entsprechend der experimentellen Kurve verschoben

F Datenblätter

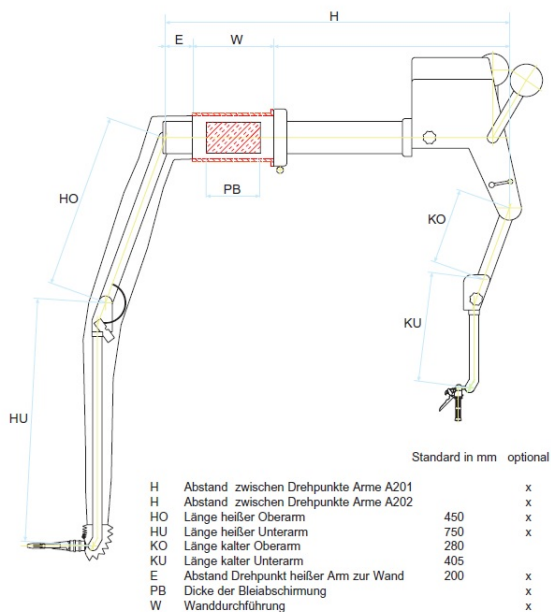


Abbildung F.1: Manipulator des Typs A200 der Firma Wälschmiller Engineering GmbH; „heißer Arm“ innerhalb der Zelle, „kalter“ Arm außerhalb der Zelle [123]

**Colourless Corundum Al_2O_3
(synthetic sapphire)**

Physical properties	crystalline structure	rhomboedral hexagonal single crystal
	composition	Al_2O_3
	purity	99,99%
	main impurities	$Na_2O, Si, Ca, Fe, Ga, Mg, Ti, Mn, Pb, Cu, Zn, Ni$
	cleavage	conchoidal
Thermal properties	density	3,99 - 3,98
	dislocation density	$10^8 - 10^9/m^2$
	melting point	2320 K
	softening point	2070 K
	specific heat	$7,5 \cdot 10^{-4} J/kg \cdot K$ at 300 K
Mechanical properties	thermal conductivity	$40 W / m \cdot K \perp$ at 300 K
	thermal expansion	$6,2 \cdot 10^{-6} / K$ // C-axis $5,4 \cdot 10^{-6} / K \perp$ C-axis
	hardness	Mohs 9 Knoop 2200 face // C-axis Knoop 1800 face \perp C-axis
	Young's modulus	$4,4 \cdot 10^{11} Pa$ at 300 K
	modulus of rupture	$4,0 \cdot 10^8 Pa$ at 300 K
Chemical properties	compressive strength	$2,1 \cdot 10^8 Pa$ at 300 K
	tensile strength	$1,9 \cdot 10^8 Pa$ at 300 K
	Poisson's constant	0,30
	acids and alkalis attack	0 at 570 K
	porosity	0
Electrical properties	dielectric constant	10,6 electric field // C-axis at 300 K 8,6 electric field \perp C-axis at 300 K
	electrical resistivity	$10^8 \Omega \cdot m$ at 770 K $10^4 \Omega \cdot m$ at 1270 K $10 \Omega \cdot m$ at 2270 K
Optical properties	refractive index n_D at 0,5893 μm	1,760 face // C-axis 1,769 face \perp C-axis
	dispersive power ($n_D - n_C$)	0,011 $\lambda_D=0,4861 \mu m$ $\lambda_C=0,6563 \mu m$
	transmission:	excellent
	- visible light	85% 0,75 - 5 μm 70% 5,5 μm
	- infrared	50% 6 μm 80% 0,4 - 0,3 μm
- ultraviolet	60% 0,28 μm 50% 0,2 μm disc thickness 1 mm	

Abbildung F.3: Datenblatt des Spitzenmaterials Saphir der Firma SYNTON-MDP AG

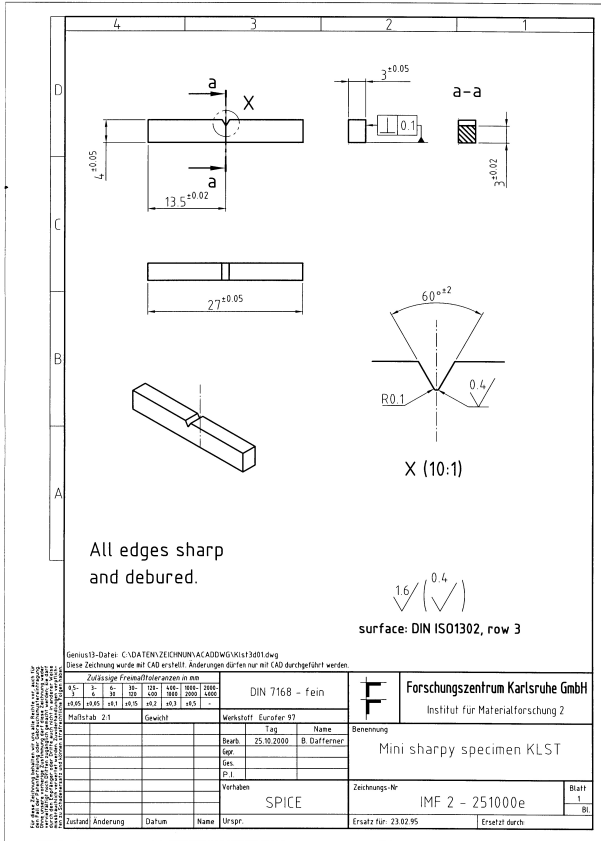


Abbildung F.4: Für die Eindringversuche verwendete Kerbschlagbiegeprobe [124]

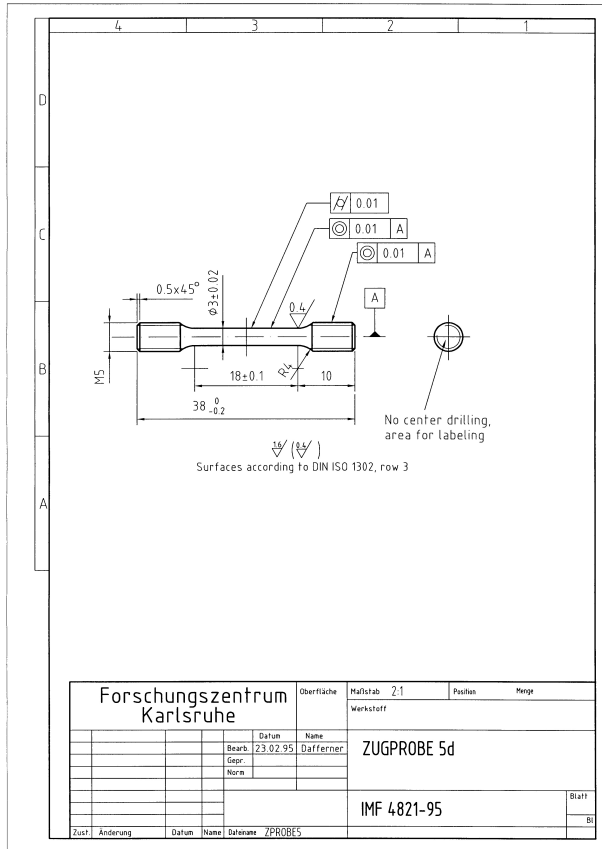


Abbildung F.5: Zugprobe, an der die für die Simulationen verwendeten Materialdaten ermittelt wurden [124]

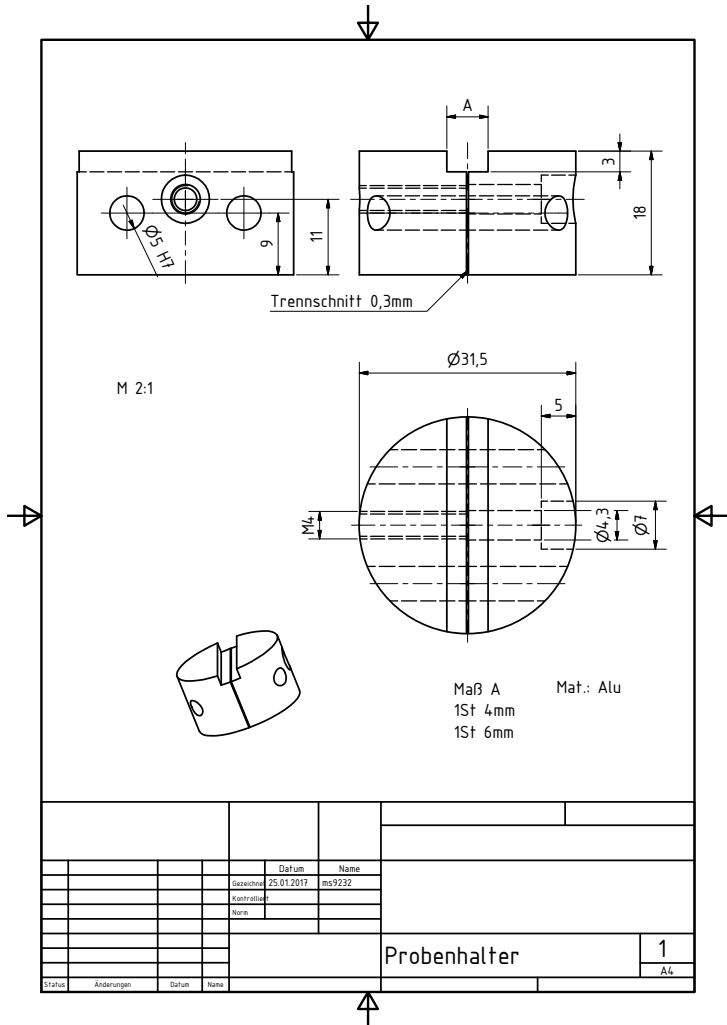


Abbildung F.7: Technische Zeichnung der Mikroskophalterung für Kerbschlagbiegeproben für die optische Vermessung mittels des Auflichtmikroskops in der Metallografiezelle

G Materialdaten für die Simulationen

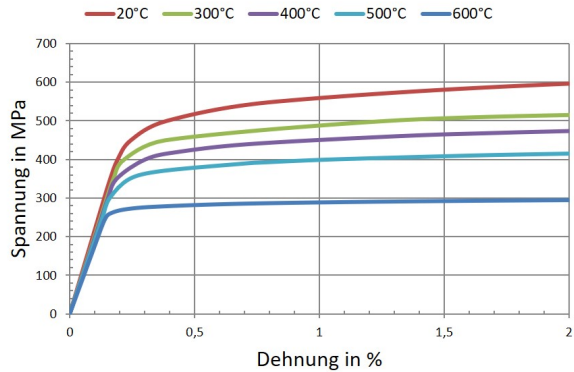


Abbildung G.1: Temperaturabhängige Spannungs-Dehnung-Kurven berechnet aus den Daten des *RCC-MRx-Code* [104]

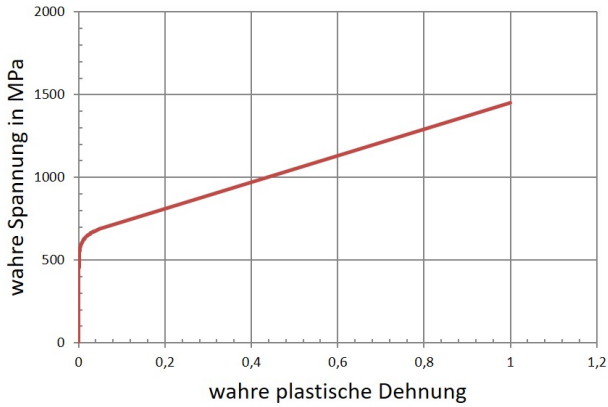


Abbildung G.2: Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0814ZV) bei 25 °C

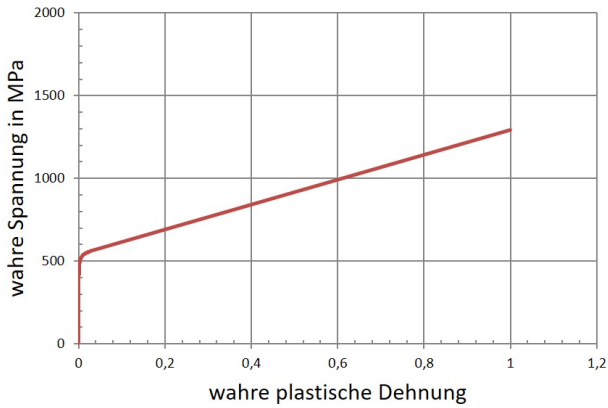


Abbildung G.3: Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0817ZV) bei 300 °C

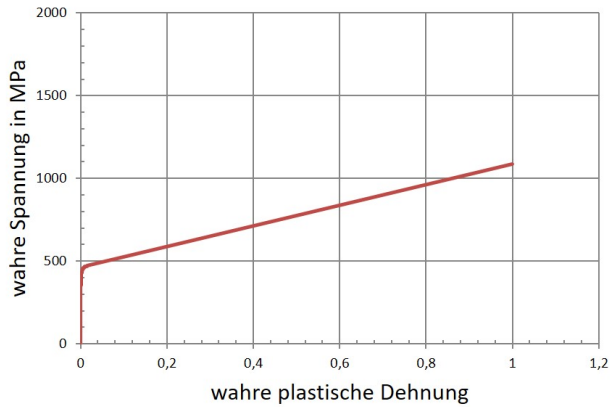


Abbildung G.4: Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0818ZV) bei 450 °C

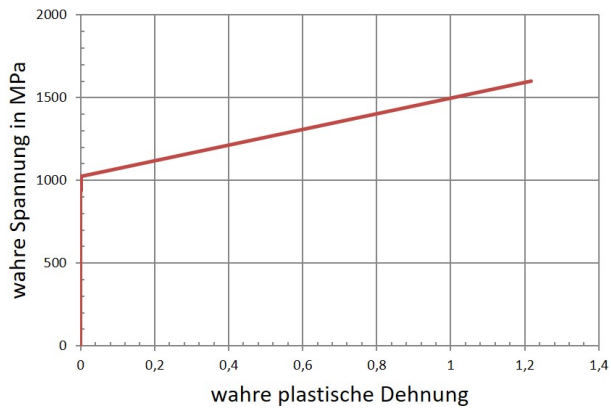


Abbildung G.5: Materialdaten für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0026ZV) bei 25 °C

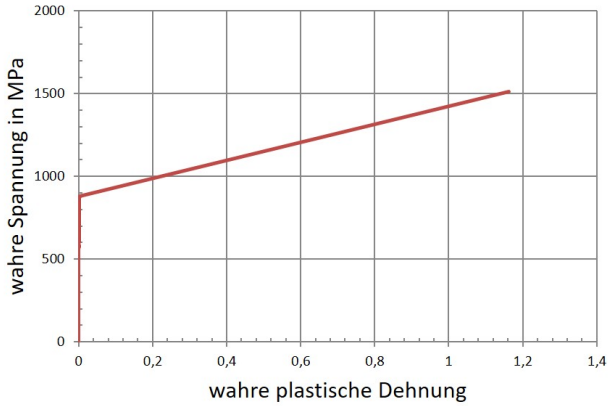


Abbildung G.6: Materialdaten für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0040ZV) bei 250 °C

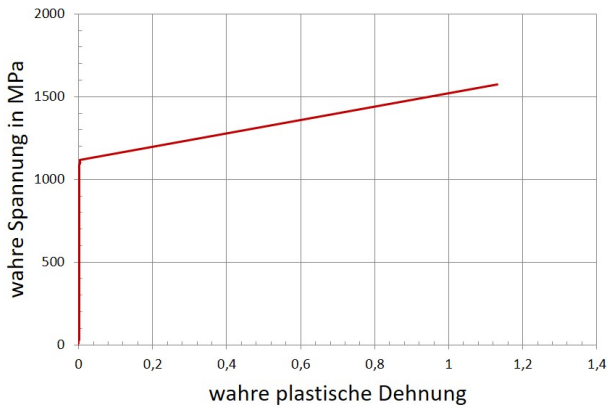


Abbildung G.7: Materialdaten für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0096ZV) bei 25 °C

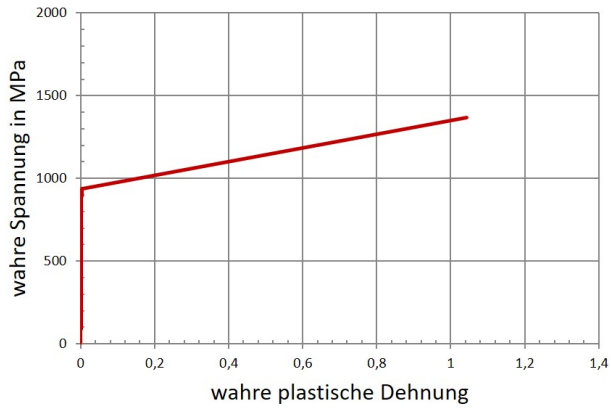


Abbildung G.8: Materialdaten für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0099ZV) bei 300 °C

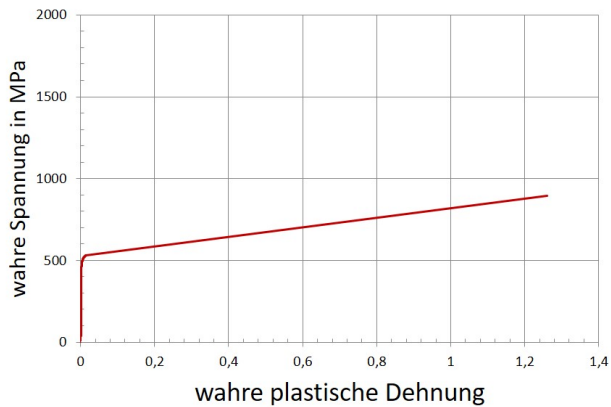


Abbildung G.9: Materialdaten für bei 400 °C bestrahlten EUROFER (0049ZV) bei 400 °C

Tabelle G.1: Werkstoffzustände von EUROFER der experimentellen Zugversuche

Prüftemp.	Bestrahlungstemp.	Probename	e-Pro-Nr.
25 °C	unbestrahlt	0814ZV	-
300 °C	unbestrahlt	0817ZV	-
450 °C	unbestrahlt	0818ZV	-
25 °C	250 °C	0026ZV	01195-0-0
250 °C	250 °C	0040ZV	01193-0-0
25 °C	300 °C	0096ZV	01198-0-0
300 °C	300 °C	0099ZV	01196-0-0
400 °C	400 °C	0049ZV	01202-0-0

Tabelle G.2: Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0814ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.2

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
373,4	374,2	0,20 %	0,00 %
504,6	506,4	0,35 %	0,11 %
557,3	560,2	0,52 %	0,26 %
598,3	604,4	1,03 %	0,75 %
627,5	640,2	2,02 %	1,71 %
640,9	660,4	3,04 %	2,69 %
R_m : 652,0	685,2	5,12 %	4,66 %
-	1452,7	-	100,00 %

Tabelle G.3: Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0817ZV) bei 300 °C entsprechend Abbildung G.3

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ε	$\varepsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
344,6	345,3	0,20 %	0,00 %
454,1	455,7	0,35 %	0,12 %
494,5	497,2	0,54 %	0,29 %
522,2	527,6	1,03 %	0,76 %
537,7	548,4	2,00 %	1,69 %
R_m : 542,3	558,1	2,91 %	2,60 %
-	1292,0	-	100,00 %

Tabelle G.4: Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0818ZV) bei 450 °C entsprechend Abbildung G.4

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ε	$\varepsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
312,0	312,6	0,20 %	0,00 %
385,9	387,1	0,30 %	0,10 %
444,1	447,1	0,68 %	0,44 %
456,4	461	1,00 %	0,76 %
461,8	468,9	1,53 %	1,28 %
R_m : 462,1	470,5	1,82 %	1,56 %
-	1085,6	-	100,00 %

Tabelle G.5: Stützpunkte für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0026ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.5

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
353,3	354,0	0,20 %	0,00 %
974,4	980,0	0,58 %	0,10 %
1000,0	1006,5	0,64 %	0,15 %
1015,1	1022,4	0,72 %	0,22 %
R_m : 1017,4	1025,3	0,78 %	0,28 %
-	1600,8	-	122,00 %

Tabelle G.6: Stützpunkte für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0040ZV) bei 250 °C entsprechend Abbildung G.6

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
300,1	301,4	0,20 %	0,00 %
753,1	756,0	0,47 %	0,10 %
836,2	840,9	0,56 %	0,15 %
867,8	873,6	0,67 %	0,24 %
R_m : 872,3	878,8	0,75 %	0,32 %
-	1512,0	-	116,00 %

Tabelle G.7: Stützpunkte für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0096ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.7

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
352,2	353,3	0,30 %	0,13 %
574,5	576,9	0,42 %	0,15 %
1073,5	1081,6	0,75 %	0,25 %
1096,0	1104,8	0,81 %	0,30 %
R_m : 1106,6	1116,8	0,92 %	0,40 %
-	1572,0	-	113,00 %

Tabelle G.8: Stützpunkte für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0099ZV) bei 300 °C entsprechend Abbildung G.8

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
241,3	241,9	0,22 %	0,10 %
547,5	549,8	0,43 %	0,15 %
899,2	906,0	0,75 %	0,30 %
925,4	931,2	0,85 %	0,39 %
R_m : 929,6	938,7	0,98 %	0,50 %
-	1368,2	-	104,00 %

Tabelle G.9: Stützpunkte für bei 400 °C bestrahlten EUROFER (0049ZV) bei 400 °C entsprechend Abbildung G.9

σ [MPa]	σ_w [MPa]	ϵ	$\epsilon_{w,pl}$
0,0	0,0	0,00 %	0,00 %
335,0	336,0	0,32 %	0,15 %
469,6	472,1	0,60 %	0,30 %
496,0	499,8	0,76 %	0,50 %
514,9	521,5	1,30 %	1,00 %
521,8	531,1	1,80 %	1,50 %
R_m : 522,1	532,0	1,91 %	1,62 %
-	894,7	-	126,00 %

Tabelle G.10: Eindringhärte der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl; Eindringkörper mit einem Radius von 196 μm

Bestrahlungstemp.	Prüftemp.	Härte [MPa]
unbestrahlt	25 °C	2434
unbestrahlt	300 °C	2108
unbestrahlt	450 °C	1864
250 °C	25 °C	3427
250 °C	250 °C	3003
300 °C	25 °C	3570
300 °C	300 °C	3090
400 °C	400 °C	1964

H Experimentelle Daten

Tabelle H.1: Temperaturabhängige Zugfestigkeit und Dehngrenze des unbestrahlten EUROFER-Anl des RCC-MRx-Codes [104]

Prüftemperatur	R_m [MPa]	$R_{p0.2}$ [MPa]
25 °C	668	546
200 °C	586	486
300 °C	548	471
400 °C	498	445
450 °C	465	422

Tabelle H.2: Temperaturabhängige Zugfestigkeit und Dehngrenze des bestrahlten EUROFER-Anl nach [36]

Bestrahlungstemp.	Prüftemp.	R_m [MPa]	$R_{p0.2}$ [MPa]
250 °C	250 °C	876	876
300 °C	300 °C	930	930
400 °C	400 °C	521	481
450 °C	450 °C	460	420

In den folgenden Tabellen werden durch das Symbol * die Experimente gekennzeichnet, bei denen weniger als drei valide Versuche für die Auswertung zur Verfügung standen.

Tabelle H.3: Vickershärte, Brinellhärte von EUROFER-WB und Zugfestigkeit aus [106]

Prüftemp.	HV	HB	R_m [MPa]
25 °C	206	196	630
100 °C	191	178	-
200 °C	1801	-	-
250 °C	-	162	-
300 °C	169 1	-	521
400 °C	156 2	145	481
500 °C	-	107	409

Tabelle H.4: Liste der untersuchten halben Kerbschlagbiegeproben

Bestrahlungstemp.	Probe	e-Pro-Nr.	Wärmebehandlung
unbestrahlt	EF02 2		Anlieferungszustand
unbestrahlt	EA28 1	2435-0-0	Anlieferungszustand
unbestrahlt	EA28 2	2436-0-0	Anlieferungszustand
unbestrahlt	FA19 1	2437-0-0	Anlieferungszustand
unbestrahlt	FA19 2	2438-0-0	Anlieferungszustand
250 °C	YA05 1	01067-1-#R	Anlieferungszustand
250 °C	YA05 2	01067-2-#R	Anlieferungszustand
300 °C	YA10 1	01072-1-0	Anlieferungszustand
300 °C	YA10 2	01072-2-0	Anlieferungszustand
300 °C	YA11 1	01073-1-#R	500 °C/3h
300 °C	YA11 2	01073-2-#R	550 °C/3h
400 °C	YA24 2	01086-1-0	Anlieferungszustand
400 °C	YA24 2	01086-2-0	Anlieferungszustand
450 °C	YA30 2	01092-1-0	Anlieferungszustand
450 °C	YA30 2	01092-2-0	Anlieferungszustand

Tabelle H.5: Meyerhärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

max. Prüfkraft	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
*25 N	25 °C	2149	10,6
25 N	200 °C	1803	52,4
25 N	300 °C	1684	63,3
25 N	400 °C	1554	20,7
* 40 N	25 °C	2183	13,6
* 40 N	200 °C	1856	1,0
40 N	300 °C	1748	5,1
40 N	400 °C	1584	10,7

Tabelle H.6: Eindringhärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

max. Prüfkraft	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 40 N	25 °C	2510	38,3
40 N	200 °C	2158	21,5
40 N	300 °C	2054	48,7
40 N	400 °C	1823	28,4

Tabelle H.7: Martenshärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand, ermittelt bei 40 N (geometrisch nicht ähnlich)

max. Prüfkraft	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 40 N	25 °C	2211	10,6
40 N	200 °C	1917	15,1
40 N	300 °C	1809	33,2
40 N	400 °C	1623	10,6

Tabelle H.8: Martenshärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand, ermittelt bei einer Eindringtiefe von $10\ \mu\text{m}$ (geometrisch ähnlich)

max. Prüfkraft	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 40 N	25 °C	2198	10,8
40 N	200 °C	1894	26,2
40 N	300 °C	1766	31,0
40 N	400 °C	1628	44,3

Tabelle H.9: Eindringhärte von bei 250 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	3424	6,5
* 250 °C	3017	14,0

Tabelle H.10: Martenshärte von bei 250 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand, ermittelt bei 40 N

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	2925	27,0
* 250 °C	2659	38,5

Tabelle H.11: Meyerhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	3313	38,5
200 °C	2810	36,8
300 °C	2740	37,2
400 °C	2459	37,3

Tabelle H.12: Eindringhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	3570 (simuliert)	-
* 200 °C	3306	33,9
300 °C	3234	25,5
400 °C	2866	32,6

Tabelle H.13: Martenshärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand, ermittelt bei 40 N

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	3126 (simuliert)	-
* 200 °C	2771	16,7
300 °C	2713	23,9
400 °C	2463	21,8

Tabelle H.14: Meyerhärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferungszustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	2262	37,0
200 °C	1924	31,6
300 °C	1818	21,5
400 °C	1687	15,4

Tabelle H.15: Eindringhärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	2575	23,9
200 °C	2251	8,5
300 °C	2161	15,8
400 °C	1915	13,2

Tabelle H.16: Martenshärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
25 °C	2267	18,5
200 °C	1976	4,9
300 °C	1899	14,6
400 °C	1698	20,7

Tabelle H.17: Meyerhärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 25 °C	2177	3,2
* 200 °C	1846	13,7
300 °C	1732	5,8
400 °C	1589	5,2

Tabelle H.18: Eindringhärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 25 °C	2389	3,5
* 200 °C	2174	-
* 300 °C	2036	2,1
* 400 °C	1860	44,4

Tabelle H.19: Martenshärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N

Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
* 25 °C	2099	9,6
* 200 °C	1950	-
* 300 °C	1782	6,9
* 400 °C	1650	29,7

Tabelle H.20: Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] und berechneten 0,2 %-Dehngrenze [MPa] der Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.28) der entsprechenden Härtewerte

Prüft./Bestrahlungst.	$R_{p0,2}$	$R_{p0,2-Meyer}$	$R_{p0,2-Martens}$	$R_{p0,2-Eindringh.}$
25 °C / -	546	647	665	657
200 °C / -	486	514	528	521
300 °C / -	471	471	479	481
400 °C / -	445	404	392	392
25 °C / 250 °C	1017	-	997	1009
250 °C / 250 °C	876	-	874	853
25 °C / 300 °C	1106	1104	1090	1066
300 °C / 300 °C	930	872	899	936
400 °C / 400 °C	481	446	427	427

Tabelle H.21: Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] und der aus den entsprechenden Eindringhärte auf Basis der Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.29) berechneten 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] für die getrennte Betrachtung des unbestrahlten und bestrahlten Materialzustands

Prüft./Bestrahlungst.	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_{p0,2-Eindringh.}$ [MPa]
25 °C / -	546	540
200 °C / -	486	488
300 °C / -	471	473
400 °C / -	445	439
25 °C / 250 °C	1017	1022
250 °C / 250 °C	876	875
25 °C / 300 °C	1106	1076
300 °C / 300 °C	930	953
400 °C / 400 °C	481	473

Tabelle H.22: Eindringhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl nach Wärmebehandlungen

Wärmebehandlung	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
500 °C/3 h	25 °C	2741	12,5
500 °C/3 h	400 °C	2240	14,3
550 °C/3 h	25 °C	2569	28,9
550 °C/3 h	400 °C	1948	10,6

Tabelle H.23: Martenshärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl nach Wärmebehandlungen ermittelt bei 40 N

Wärmebehandlung	Prüftemp.	Härte [MPa]	Standardabweichung
500 °C/3 h	25 °C	2415	18,0
500 °C/3 h	400 °C	2003	14,2
550 °C/3 h	25 °C	2264	15,8
550 °C/3 h	400 °C	1717	10,4

Bezeichnungen

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
CAD	Computer Aided Design
DBTT	ductile to brittle transition temperature
DEMO	DEMONstration Power Plant
DIC	Digital Image Correlation
dpa	displacement per atom
EUROFER-Anl	EUROFER im Anlieferzustand
EUROFER-WB	EUROFER im wärmenbehandelten Zustand
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	engl. focused ion beam, fokussierter Ionenstrahl
FML	Fusionsmateriallabor
HFR	High Flux Reactor
HTI	Hochtemperaturindentationsanlage
IAM-AWP	Institut für Angewandte Materialien - Angewandte Werkstoffphysik

IAM-WBM	Institut für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik
IFMIF	International Fusions Materials Irradiation Facility
ITER	International Thermonuclear Experimental Reactor
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
ODS	oxid dispersed strengthened
RAFM	reduziert-aktivierbar ferritisch-martensitisch
REM	Rasterelektronenmikroskop
TZM	Titan-Zirkon-Molybdän

Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
ε bzw. ε_m		Korrekturfaktor für verschiedene Eindringkörpergeometrien
ε		Dehnung
ε_r		repräsentative Dehnung
ε_w		wahre Dehnung
$\varepsilon_{w,pl}$		wahre plastische Dehnung
ν		Poissonzahl
ν_p		Poissonzahl der Probe
ν_i		Poissonzahl des Eindringkörpers

μ		Reibkoeffizient
σ_{ra}	N/m^2	Radialspannung
σ_r	N/m^2	repräsentative Spannung
σ_z	N/m^2	Axialspannung
σ	N/m^2	technische Spannung
σ_w	N/m^2	wahre Spannung
$\sigma_{w,pl}$	N/m^2	wahre plastische Spannung
a	m	Kontaktradius auf Basis der gemessenen Eindringtiefe
a_c	m	Kontaktradius
a'		Eindringdehnung
A	m^2	Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe
A_p	m^2	projizierte Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe
$A_s(h)$	m^2	Kontaktfläche zwischen Eindringkörper und Probe als Funktion der Eindringtiefe
A_0	m^2	Ausgangsquerschnittsfläche einer Zugprobe
A	m^2	aktuelle Querschnittsfläche einer Zugprobe
B		Materialparameter
B	m	Probenbreite
c^2		Aufwurffaktor

H Bezeichnungen

C	m/N	Kontakt nachgiebigkeit
C_0		temperaturabhängiger Parameter
D	m	Durchmesser des kugelförmigen Eindringkörpers
d	m	Durchmesser des resultierenden Eindrucks
D_0	m	Ausgangsdurchmesser einer Zugprobe
D	m	aktueller Durchmesser einer Zugprobe
E_{IT}	N/m ²	Eindringmodul
E_r	N/m ²	reduziertes Modul des Eindringkontakts
E_i	N/m ²	Modul des Eindringkörpers
E_p	N/m ²	Modul der Probe
F	N	Kraft
F	N	Prüfkraft
F_{max}	N	maximale Prüfkraft
H	N/m ²	allgemeine Bezeichnung der Härte
HB		Brinellhärte
HV		Vickershärte
HM	N/mm ²	Martenshärte
H_{IT}	N/mm ²	Eindringhärte
h	m	Eindringtiefe
h_c	m	Kontakttiefe
h_{el}	m	elastischer Anteil der Eindringtiefe

h_{max}	m	maximale Eindringtiefe
h_p	m	Eindringtiefe nach Entlastung
h_r	m	Tangententiefe
H	m	Probenhöhe
k		Materialkonstante
m		Materialexponent
m		Anpassungsparameter für ε bzw. ε_m
n		Verfestigungsexponent
n_0		temperaturabhängiger Parameter
p_0	N/m^2	maximaler Druck im Zentrum des Kontakts
p_m	N/m^2	Meyerhärte
R	m	Radius des kugelförmigen Eindringkörpers
R_a	m	Mittenrauwert
$R_{p0,2}$	N/m^2	0,2%-Dehngrenze
R_m	N/m^2	Zugfestigkeit
S	N/m	Kontaktsteifigkeit
T	m	Probtiefe
x		Materialexponent
X	m	Bewegung in X-Richtung
Y	m	Bewegung in Y-Richtung
z	m	Abstand von der Oberfläche

Abbildungsverzeichnis

2.1	Innere Bindungsenergie in Abhängigkeit der Massenzahl verschiedener Elemente [5]	8
2.2	Prinzipielle Darstellung der Fusion von Deuterium und Tritium nach [7]	9
2.3	Schematische Darstellungen eines Fusionskraftwerks nach dem Tokamak-Prinzip [10]	11
2.4	Querschnitt der Brennkammer des zukünftigen Forschungsreaktors ITER [13]	12
2.5	Kontaktdosisrate für EUROFER und weitere Werkstoffe in Abhängigkeit der Abklingzeit für eine Wandbelastung von $2,5 \text{ MW/m}^2$ [14]	18
2.6	Prüf temperaturabhängige Zugfestigkeit von EUROFER für verschiedene Wärmebehandlungszustände (unbestrahlt) [38]	21
2.7	Spannungs-Dehnungs-Kurven für unbestrahlten und bestrahlten EUROFER 97 im Anlieferzustand [36]	22
2.8	Kerbschlagarbeit in Abhängigkeit der Prüf temperatur für unterschiedliche Bestrahlungszustände bei einer mittleren Schädigung von 16.3 dpa und unbestrahlt für EUROFER im Anlieferzustand [44]	24
2.9	Probenhalter und Zusatzeinheiten der Trio-Bestrahlungskapsel des HFR IIB-Programms für die simultane Bestrahlung bei unterschiedlichen Temperaturen [44] (Bildursprung: HFR Petten) .	26
2.10	Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Brinell [57] . .	30
2.11	Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Vickers [58] .	32

2.12	Repräsentative Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit Belastungsanteil A und Entlastungsanteil B nach [56]	33
2.13	Schematische Darstellung des Aufwurf- (rechts) und Einsinkverhaltens (links) für einen kugelförmigen Eindringkörper nach [60]	38
3.1	Seitenansicht der Hochtemperaturindentationsanlage vor Einbau in die Heiße Zelle	55
3.2	Geöffnete Vakuumlöcke; zu erkennen sind der Probenstisch sowie die Indentationssäule innerhalb der Vakuum-Prüfkammer	56
3.3	Hälfte einer geprüften Kerbschlagbiegeprobe; deutlich zu erkennen sind die nach Indentationsexperimenten im Material verbliebenen Eindrücke	58
3.4	Materialprüfzelle des FML während einer Intervention mit geöffneten Zugängen für Wartungsarbeiten	62
3.5	(a) Sicht auf die Hochtemperaturindentationsanlage durch das Bleiglasfenster, (b) Manipulatorhand mit Pinzette und einer halben Kerbschlagprobe	65
3.6	Anlagenverbund mit allen Teilelementen, die in der Heiße Zelle untergebracht werden müssen	70
3.7	Anlagenverbund beim Einbau in die Materialprüfzelle über die Deckenöffnung; zur Sicherung und Überwachung ist ein Mitarbeiter direkt an der Zellenöffnung positioniert	72
3.8	Blick auf die Anlage in der Heißen Zelle durch das Bleiglasfenster in der Bedienwand; im Hintergrund das Stecktableau	73
3.9	Bedienplatz vor der Materialprüfzelle für die Bedienung mittels Manipulatoren und die computergestützte Steuerung aller Teilfunktionen der Indentationsanlage	75

4.1	Vernetztes Finite-Element-Modell für die Simulation der Eindringprüfung mittels einer kugelförmigen Rockwellspitze mit einem Radius von 0,2 mm	78
4.2	Ausschnitt des Finite-Elemente-Modells mit Halbkugel als Eindringkörper	80
4.3	Experimentelle Spannungs-Dehnungs-Kurven von unbestrahltem EUROFER für Prüftemperaturen bei 25 °C; technische Spannung und Dehnung	82
4.4	Experimentelle Spannungs-Dehnungs-Kurven von unbestrahltem EUROFER für Prüftemperaturen bei 25 °C; wahre Spannung und wahre plastische Dehnung	83
4.5	Vergleich der analytischen Lösung nach Hertz [77] und der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurve für elastisches Materialverhalten für einen Kugelradius des Eindringkörpers von 0,2 mm	87
4.6	Vergleich des elastischen Eindringtiefeverhaltens von Indenterspitze und Halbkugel	88
4.7	Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven für verschiedene Eindringspitzenradien bei 25 °C für EUROFER und Diamantspitze	89
4.8	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für die Indenterspitzenmaterialien Diamant und Saphir bei 25 °C und einem Spitzenradius von 200 μm	90
4.9	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für die Prüftemperaturen 25 °C, 300 °C und 450 °C	92
4.10	Experimentelle und simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER bei einer Prüftemperatur von 25 °C und Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers	97
5.1	Kerbschlagbiegeprobe [44]; alle Maße in mm	100

5.2	Härte nach Vickers und Brinell für EUROFER-WB [109]; vergleichend sind Literaturwerte für die Zugfestigkeit von EUROFER nach [106] aufgetragen	105
5.3	Drei Kraft-Eindringtiefe-Kurven eines Vickers-Eindringkörpers bei 300 °C	109
5.4	Drei Kraft-Eindringtiefe-Kurven eines Vickers-Eindringkörpers bei 400 °C	109
5.5	Prinzipielle Darstellung des Kippens der Probe durch den Probenspanner nach dem Einlegen der Probe	111
5.6	Vergleich von Kraft-Eindringtiefe-Kurven für einen validen Versuch (rot) sowie mit Setzeffekt behaftet (blau); Rockwell-Indenter	111
5.7	Vergleich der Probenbewegungen für einen validen Versuch (rot) sowie mit Setzeffekt behaftet (blau); Rockwell-Indenter	112
5.8	Prinzipielle Darstellung des Kippens während der Belastung aufgrund einer nicht planen Auflagefläche	113
5.9	Indenterbewegung eines fehlerhaften Versuchs	114
5.10	Probenbewegung eines fehlerhaften Versuchs	114
5.11	Fehlerhafte Kraft-Eindringtiefe-Kurve, bedingt durch eine nicht plane Grundfläche der Probe	115
5.12	(a) Probe normal (b) Probe gefräst	116
5.13	Jeweils zwei Kraft-Eindringtiefe-Kurven für beide geprüften x-Positionen auf der Probe bei 400 °C mit einem kugelförmigen Rockwell-Indenter	117
5.14	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-AnI bei Prüftemperaturen von 300 °C bis 600 °C für eine Vickersspitze aus Saphir	119
5.15	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für EUROFER-WB bei Prüftemperaturen von 400 °C bis 600 °C für einen Rockwell-Indenter mit Saphirspitze	120
5.16	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von unbestrahltem EUROFER-AnI für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	123

5.17	Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	124
5.18	Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C vor (rot) und (blau) nach der Versetzung der Anlage von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	125
5.19	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von unbestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	126
5.20	Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	127
5.21	Meyer-, Martens- und Eindringhärte ermittelt für Versuche an unbestrahltem EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen	130
5.22	Martenshärten für geometrisch ähnliche ($h=10\ \mu m$) und geometrisch nicht ähnliche ($F=F_{max}$) Eindrücke für unbestrahlten EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen	131
5.23	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl	134
5.24	Meyer-, Martens- und Eindringhärte ermittelt für Versuche an bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	135
5.25	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl	136
5.26	Meyer-, Martens- und Eindringhärte ermittelt für Versuche an bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen	137
5.27	Kraft-Eindringtiefe-Kurven für Indentationen mittels eines Rockwell-Indenters an bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl	138

5.28 Meyer-, Martens- und Eindringhärte ermittelt für Versuche an bei 450 °C bestrahlten EUROFER-Anl für verschiedene Prüftemperaturen	139
5.29 Kraft-Eindringtiefe-Kurven einer bei 300 °C bestrahlten EUROFER-Anl-Probe nach einer Wärmebehandlung von 500 °C/3 h, durchgeführt mit einem Rockwell-Indenter bei einer maximale Belastung 40 N	142
5.30 Kraft-Eindringtiefe-Kurven einer bei 300 °C bestrahlten EUROFER-Anl-Probe nach einer Wärmebehandlung von 550 °C/3 h, durchgeführt mit einem Rockwell-Indenter bei einer maximale Belastung 40 N	143
5.31 (a) Oberflächenkontur einer kugelförmigen Diamantspitze vor dem ersten Einsatz und (b) nach etwa 100 Indentationsversuchen bis zu einer maximalen Prüftemperatur von 400 °C, erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop; die Flecken in Teilabbildung (b) sind Verunreinigungen der Oberfläche die keine Einfluss auf die Eindringprüfung ausüben	145
5.32 Rockwell-Eindringkörper mit EUROFER-Ablagerung, erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop	146
5.33 (a) Unbeschädigter kugelförmiger Rockwell-Indenter aus Saphir (b) Kugelförmiger Rockwell-Indenter aus Saphir mit Ausbruch, erstellt mittels Laser-Scanning-Mikroskop	147
6.1 Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 40 N	154
6.2 Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 25 N	154

6.3	Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 300 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 40 N	155
6.4	Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei 300 °C für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Kraft von 25 N	156
6.5	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 250 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 250 °C	157
6.6	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 250 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 25 °C	157
6.7	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 300 °C	158
6.8	Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 400 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 400 °C	159
6.9	Vergleich der simulierten Daten für unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C mit Aufsetzpunkten bei 0N und 0,8N für einen Rockwell-Indenter	166
6.10	Vergleich der simulierten und experimentellen Daten für unbestrahlten EUROFER-Anl bei 25 °C für einen Rockwell-Indenter	168
6.11	Normierte Werte der Vickers-, Brinellhärte und Zugfestigkeit von unbestrahltem EUROFER-WB in Abhängigkeit von der Prüftemperatur, bezogen auf die Raumtemperatur	171
6.12	Vergleich der Vickershärte und der Zugfestigkeit der Legierung NAS 660 in Abhängigkeit von der Prüftemperatur [115]	173
6.13	Normierte Härtewerte bei 40 N für unbestrahlten EUROFER-Anl aus Abbildung 5.21	173

6.14 Meyerhärte von EUROFER-Anl für eine Belastung von 25 N und 40 N	175
6.15 Auf die Meyerhärte normierte Härtewerte von unbestrahltem EUROFER-Anl bei 40 N	177
6.16 Meyerhärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen	179
6.17 Martenshärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	181
6.18 Eindringhärte von EUROFER-Anl für alle Bestrahlungstemperaturen und für verschiedene Prüftemperaturen; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	181
6.19 Normierte Meyerhärte für alle Bestrahlungstemperaturen bei 40 N	182
6.20 Härtewerte für alle Bestrahlungszustände bei 40 N; mit * gekennzeichnete Härtewerte wurden bei 400 °C geprüft	183
6.21 Vergleich der Meyer- und Vickershärte des unbestrahlten EUROFER-Anl und bei den Bestrahlungstemperaturen 300 °C, 400 °C und 450 °C bei einer Prüftemperatur von 25 °C	184
6.22 Vergleich der Härtewerte und der Zugfestigkeit sowie 0,2 %-Dehngrenze von unbestrahltem EUROFER-Anl in Abhängigkeit von der Prüftemperatur	186
6.23 Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und der Meyerhärte von unbestrahltem EUROFER-Anl	187
6.24 Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem EUROFER-Anl und dessen Zugfestigkeit	187
6.25 Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem EUROFER-Anl und dessen 0,2 %-Dehngrenze	188
6.26 Vergleich der bestrahlungsinduzierten Änderung der Meyer- und Eindringhärte mit der Zugfestigkeit von EUROFER-Anl; mit * gekennzeichnete Härtewerte wurden bei 400 °C geprüft . .	190

6.27	Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-Anl und dessen Zugfestigkeit; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	191
6.28	Zusammenhang zwischen den Härtewerten von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-Anl und dessen 0,2 %-Dehngrenze; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet . . .	191
6.29	Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der 0,2 %-Dehngrenze, für unbestrahlten und bestrahlten Zustand von EUROFER-Anl getrennt dargestellt; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	192
6.30	Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der Zugfestigkeit von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-Anl für simulierte und experimentelle Daten	193
6.31	Zusammenhang zwischen der Eindringhärte und der 0,2 %-Dehngrenze von unbestrahltem und bestrahltem EUROFER-Anl für simulierte und experimentelle Daten	193
6.32	Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C Prüftemperatur für die Bestrahlungstemperatur 300 °C im wärmebehandelten sowie unbestrahlten Zustand	196
6.33	Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C Prüftemperatur für die Bestrahlungstemperatur 300 °C im wärmebehandelten sowie unbestrahlten Zustand	197
6.34	Martenshärte von unbestrahltem und bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl und entsprechender Wärmebehandlungen bei 500 °C/3 h und 550 °C/3 h; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	198
6.35	Eindringhärte von unbestrahltem und bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl und entsprechender Wärmebehandlungen bei 500 °C/3 h und 550 °C/3 h; simulierte Referenzwerte sind mit einem * gekennzeichnet	198

B.1	Schematische Darstellung des Aufbaus des optischen Messsystems, (rechts) Realbilder als Grundlage der DIC	212
B.2	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Eindringkörpers mit kugelförmig verrundeter Saphirspitze	214
B.3	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Eindringkörpers mit kugelförmig verrundeter Diamantspitze	215
C.1	Versuchsaufbaus für die Verifizierung der Anlage für den Heißen Betrieb; die gelbe Markierung auf dem Hubtisch definiert die Position der Innenkante des Förderbandes an der Vorderwand der Heißen Zelle	221
C.2	Probentisch und Indentationssäule der Anlage im Größenvergleich zur Manipulatorhand bei geöffneter Vakuumglocke	222
C.3	CAD-Abbildung des Untergestells der Hochtemperaturindentationsanlage für den heißen Betrieb der Fa. HKE GMBH	224
C.4	Haltering mit Thermoelement	227
C.5	Schematische Darstellung des Lösens der Fixierung des Eindringkörpers bedingt durch kombinierte mechanische und thermische Belastung	229
C.6	Kraft-Zeit-Kurve; Kraftgeregelt mit 1 N/s Belastungsgeschwindigkeit	230
C.7	Kraft-Eindringtiefe-Kurve; Kraftgeregelt mit 1 N/s Belastungsgeschwindigkeit	231
C.8	Technische Zeichnung eines Eindringkörpers mit kugelförmiger Rockwellspitze aus Diamant	232
C.9	Technische Zeichnung einer Schraube aus TZM für optimierte fernhantierte Fixierung des Eindringkörpers in der Indentationssäule	232
D.1	Bewegung in horizontaler Richtung bei passiver und aktiver Dämpfung	240

D.2	Bewegung in vertikaler Richtung bei passiver und aktiver Dämpfung	241
D.3	(a) Metallografischer Arbeitsplatz zum Polieren und Schleifen aktivierter Proben. (b) Arbeitsplatz für Vorbereitungsarbeiten wie Einbetten der Proben in Präparationsringe und mechanische Bearbeitung der Proben	243
D.4	Bestrahlte Hälfte einer bestrahlten Kerbschlagbiegeprobe mit plastischer Verformung durch den Kerbschlagversuch	244
D.5	(a) Polierte Reflexionsfläche für die optische Eindringtiefmessung (b) Polierte Indentationsfläche der Hälften einer bestrahlten Kerbschlagbiegeprobe	245
D.6	Arbeitsplatz der optischen Mikroskopie an der Metallografiezelle	247
D.7	Räumliche Ansicht der Mikroskophalterung von Kerbschlagbiegeproben für die optische Vermessung mittels des Auflichtmikroskops in der Metallografiezelle	248
E.1	Reaktionswahrscheinlichkeit für die Kernfusion unterschiedlicher Isotopenpaarungen in Abhängigkeit von der Temperatur [7]	249
E.2	Prinzipieller Aufbau des (a) Tokamak und (b) Stellarator [7] . .	249
E.3	Schematische Darstellung des Aufwurf- (links) und Einsinkverhaltens (rechts) für einen Vickers-Eindringkörper nach [122] . .	250
E.4	Zweiteiliges Thermoelement für die fernhantierte Handhabung .	250
E.5	Optisches Messsystem mit mechanischer Erweiterung zur Fernhantierung im roten Rahmen	251
E.6	Ansicht durch seitliche Interventionsöffnung der Materialprüfzelle; der rote Rahmen markiert das Podest	252
E.7	Präparationsringe mit halben Kerbschlagbiegeproben	253
E.8	Vernetzung des Modells im Kontaktbereich	253
E.9	Vergleich der Axialspannungen entlang der Symmetrieachse des Finite-Elemente-Modells zwischen analytischer Lösung und Simulation	254

E.10 Vergleich der Radialspannungen entlang der Symmetrieachse des Finite-Elemente-Modells zwischen analytischer Lösung und Simulation	254
E.11 Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven von bestrahltem EUROFER-Anl bei verschiedenen Prüftemperaturen und Bestrahlungstemperaturen mit Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers .	255
E.12 Simulierte Kraft-Eindringtiefe-Kurven des unbestrahlten EUROFER-Anl bei einer Prüftemperatur von 25 °C bis 400 °C und Diamant als Spitzenmaterial des Eindringkörpers auf Basis der Materialkenndaten des <i>2012 AFCEN RCC-MRx Code</i> [104]	255
E.13 Vergleich der durch das Fitting ermittelten Entlastungskurven für verschiedene Auswertungsbereiche	256
E.14 Vergleich der durch das Fitting ermittelten Entlastungskurven für verschiedene Auswertungsbereiche	256
E.15 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	257
E.16 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	257
E.17 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	258
E.18 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 25 N	258
E.19 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	259

E.20 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	259
E.21 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	260
E.22 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von unbestrahlten EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	260
E.23 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 250 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	261
E.24 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 250 °C von bei 250 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	261
E.25 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	262
E.26 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	262
E.27 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	263
E.28 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	263
E.29 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	264

E.30 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	264
E.31 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 400 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	265
E.32 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 25 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	265
E.33 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 200 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	266
E.34 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 300 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	266
E.35 Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 400 °C von bei 450 °C bestrahltem EUROFER-Anl für einen Rockwell-Indenter mit einer maximalen Belastung von 40 N	267
E.36 Vergleich des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 300 °C; die Simulierte Entlastungskurve wurde für diese vergleichende Abbildung entsprechend der experimentellen Kurve verschoben	267
E.37 Vergleich des Entlastungsanteils der Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl bei einer Bestrahlungstemperatur von 400 °C für einen Rockwell-Indenter bei einer Prüftemperatur von 400 °C; die Simulierte Entlastungskurve wurde für diese vergleichende Abbildung entsprechend der experimentellen Kurve verschoben	268

F.1	Manipulator des Typs A200 der Firma Wälschmiller Engineering GmbH; "heißer Arm" innerhalb der Zelle, „kalter“ Arm außerhalb der Zelle [123]	269
F.2	Datenblatt des Hochtemperaturklebstoffes Ceramabond 865 der Firma AREMCO [aremco.com]	270
F.3	Datenblatt des Spitzenmaterials Saphir der Firma SYNTON-MDP AG	271
F.4	Für die Eindringversuche verwendete Kerbschlagbiegeprobe [124]	272
F.5	Zugprobe, an der die für die Simulationen verwendeten Materialdaten ermittelt wurden [124]	273
F.6	Technische Zeichnung der Schraube für optimierte fernhandierte Fixierung des Eindringkörpers in der Indentationssäule	274
F.7	Technische Zeichnung der Mikroskophalterung für Kerbschlagbiegeproben für die optische Vermessung mittels des Auflichtmikroskops in der Metallografiezelle	275
G.1	Temperaturabhängige Spannungs-Dehnung-Kurven berechnet aus den Daten des <i>RCC-MRx-Code</i> [104]	277
G.2	Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0814ZV) bei 25 °C	278
G.3	Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0817ZV) bei 300 °C	278
G.4	Materialdaten für unbestrahlten EUROFER (0818ZV) bei 450 °C	279
G.5	Materialdaten für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0026ZV) bei 25 °C	279
G.6	Materialdaten für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0040ZV) bei 250 °C	280
G.7	Materialdaten für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0096ZV) bei 25 °C	280
G.8	Materialdaten für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0099ZV) bei 300 °C	281

G.9 Materialdaten für bei 400°C bestrahlten EUROFER (0049ZV)
bei 400°C 281

Tabellenverzeichnis

2.1	Spezifizierte chemische Zusammensetzung des RAFM-Stahls EUROFER 97 nach [34]	20
2.2	Geplante Randdaten von Forschungs- und kommerziellen Fusionsreaktoren [14]	28
4.1	Temperaturabhängiger Elastizitätsmodul von EUROFER 97 nach dem RCC-MRx Code [104]	81
4.2	Eindringtiefen der simulierten Versuche bei einer Kraft von 0,8 N für unterschiedliche Materialzustände des EUROFER . . .	93
4.3	Eindringmodul von unbetrahltm EUROFER bei Raumtemperatur und 300 °C	95
5.1	Ergebnisse der Indentationsexperimente zur Ermittlung der Vickershärte HV 2 von EUROFER-Anl bei Raumtemperatur . . .	103
5.2	Ergebnisse der Indentationsexperimente zur Ermittlung der Vickershärte HV 4 von EUROFER-Anl bei Raumtemperatur . . .	103
5.3	Maximale Eindringtiefe nach Haltephase der temperierten Eindringversuche bei 25 N	124
5.4	Maximale Eindringtiefe nach Haltephase der temperierten Eindringversuche bei 40 N	126
5.5	Eindringtiefe bei Erreichen von 25 N der temperierten Eindringversuche aus Abbildung 5.16 und 5.19	127
5.6	Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur normiert auf den Wert bei Raumtemperatur	130

5.7	Prozentuale Abweichung der Härtewerte von geometrisch ähnlichen und nicht geometrisch ähnlichen Eindrücken	132
5.8	Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 300 °C	135
5.9	Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 400 °C	137
5.10	Absinkende Härtewerte mit steigender Prüftemperatur bei einer Bestrahlungstemperatur von 450 °C	139
5.11	Vergleich der Martenshärte von EUROFER-Anl (bestrahlt bei 300 °C)	143
5.12	Vergleich der Eindringhärte von EUROFER-Anl (bestrahlt bei 300 °C)	144
6.1	Vergleich der Materialhärte unter Verwendung des nominellen Kugelradius auf Basis numerischer Simulationen	150
6.2	Vergleich der Materialhärte unter Verwendung des realen Kugelradius auf Basis numerischer Simulationen	151
6.3	Vergleich der Materialhärte in Abhängigkeit vom Spitzenmaterial auf Basis numerischer Simulationen	152
6.4	Vergleich der Martenshärte von Simulation und Experiment	159
6.5	Vergleich der Eindringhärte von Simulation und Experiment	161
6.6	Eindringmodul von unbestrahltem EUROFER-Anl aus Simulation und Experiment bei 300 °C und 25 N (vgl. Abbildung 6.4)	162
6.7	Eindringmodul von bestrahltem EUROFER-Anl (250 °C Bestrahlungstemperatur) aus Simulation und Experiment bei einer Prüftemperatur von 25 °C und 250 °C mit einer maximalen Kraft von 40 N (vgl. Abbildungen 6.5 und 6.6)	164
6.8	Härtewerte in Abhängigkeit des Nullpunkts	167
6.9	Anstieg der relativen maximalen Eindringtiefe mit steigender Prüftemperatur	174

6.10	Werte für c^2 zur Bewertung des Aufwurfverhaltens von unbestrahltem EUROFER-Anl	178
6.11	Werte für c^2 zur Bewertung des Aufwurfverhaltens von bestrahltem EUROFER-Anl	184
6.12	Prozentualer Abfall der Vickers- und Meyerhärte bei 25 °C . . .	185
6.13	Vergleich der realen Zugfestigkeiten R_m und den mittels der entsprechenden Geradengleichung berechneten Werten (vgl. Abbildung 6.24)	188
6.14	Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und den mittels den entsprechenden Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.25) berechneten Werten	189
6.15	Vergleich der realen Zugfestigkeiten und den mittels den entsprechenden Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.27) berechneten Werten	194
G.1	Werkstoffzustände von EUROFER der experimentellen Zugversuche	282
G.2	Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0814ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.2	282
G.3	Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0817ZV) bei 300 °C entsprechend Abbildung G.3	283
G.4	Stützpunkte für unbestrahlten EUROFER (0818ZV) bei 450 °C entsprechend Abbildung G.4	283
G.5	Stützpunkte für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0026ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.5	284
G.6	Stützpunkte für bei 250 °C bestrahlten EUROFER (0040ZV) bei 250 °C entsprechend Abbildung G.6	284
G.7	Stützpunkte für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0096ZV) bei 25 °C entsprechend Abbildung G.7	285
G.8	Stützpunkte für bei 300 °C bestrahlten EUROFER (0099ZV) bei 300 °C entsprechend Abbildung G.8	285

G.9	Stützpunkte für bei 400 °C bestrahlten EUROFER (0049ZV) bei 400 °C entsprechend Abbildung G.9	286
G.10	Eindringhärte der simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven von EUROFER-Anl; Eindringkörper mit einem Radius von 196 μm .	286
H.1	Temperaturabhängige Zugfestigkeit und Dehngrenze des unbestrahlten EUROFER-Anl des RCC-MRx-Codes [104]	287
H.2	Temperaturabhängige Zugfestigkeit und Dehngrenze des bestrahlten EUROFER-Anl nach [36]	287
H.3	Vickershärte, Brinellhärte von EUROFER-WB und Zugfestigkeit aus [106]	288
H.4	Liste der untersuchten halben Kerbschlagbiegeproben	289
H.5	Meyerhärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferzustand .	290
H.6	Eindringhärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	290
H.7	Martenshärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N (geometrisch nicht ähnlich)	290
H.8	Martenshärte von unbestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei einer Eindringtiefe von 10 μm (geometrisch ähnlich)	291
H.9	Eindringhärte von bei 250 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	291
H.10	Martenshärte von bei 250 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N	291
H.11	Meyerhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	291
H.12	Eindringhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	292
H.13	Martenshärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N	292
H.14	Meyerhärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	292

H.15 Eindringhärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	293
H.16 Martenshärte von bei 400 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N	293
H.17 Meyerhärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	293
H.18 Eindringhärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand	294
H.19 Martenshärte von bei 450 °C bestrahltem EUROFER im Anlieferzustand, ermittelt bei 40 N	294
H.20 Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] und berechneten 0,2 %-Dehngrenze [MPa] der Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.28) der entsprechenden Härtewerte	295
H.21 Vergleich der realen 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] und der aus den entsprechenden Eindringhärte auf Basis der Geradengleichungen (vgl. Abbildung 6.29) berechneten 0,2 %-Dehngrenzen [MPa] für die getrennte Betrachtung des unbestrahlten und bestrahlten Materialzustands	296
H.22 Eindringhärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl nach Wärmebehandlungen	296
H.23 Martenshärte von bei 300 °C bestrahltem EUROFER-Anl nach Wärmebehandlungen ermittelt bei 40 N	297

Literaturverzeichnis

- [1] K. Ehrlich. Materials research towards a fusion reactor. *Fusion Engineering and Design*, 56-57: 71–82, 2001.
- [2] B. van der Schaaf, F. Tavassoli, C. Fazio, E. Rigal, E. Diegele, R. Lindau, and G. LeMarois. The development of EUROFER reduced activation steel. *Fusion Engineering and Design*, 69(1-4): 197–203, 2003.
- [3] B. Albiński. *Instrumentierte Eindringprüfung bei Hochtemperatur für die Charakterisierung bestrahlter Materialien*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2013. DOI: 10.5445/KSP/1000041115.
- [4] I. Sacksteder. *Instrumented indentation for characterization of irradiated materials at room and high temperature*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2011. KIT Open ID: 1000023850.
- [5] G. Hasinger. *Kapitel: Stand der Fusionstechnik*. In: *Kraftwerkstechnik - Sichere und nachhaltige Energieversorgung - Band 2*. TK Verlag, Nietwerder, 2010.
- [6] W. Demtröder. *Experimentalphysik - Kern-, Teilchen- und Astrophysik, 3. Auflage*. Springer Spektrum, Wiesbaden, 2010.
- [7] Kernfusion-Berichte aus der Forschung, Folge 2, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching und Greifswald. 2002.
- [8] A. M. Bradshaw, T. Hamacher, and U. Fischer. Is nuclear fusion a sustainable energy form? *Fusion Engineering and Design*, 86(9-11): 2770–2773, 2011.

- [9] M. Kaufmann. *Plasmaphysik und Fusionsforschung, 2. Auflage*. Springer Spektrum, Wiesbaden, 2013.
- [10] FUSION BASICS: Kernfusion-Stand und Perspektiven, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching und Greifswald. 2015.
- [11] I. Milch. Sonnenfeuer im Labor. Wo steht die Fusionsforschung? *Kultur & Technik*, 2: 44 – 49, 2007.
- [12] K. Ikeda. Iter on the road to nuclear fusion. *Nuclear Fusion*, 50(1):014002, 2010.
- [13] ITER VACUUM VESSEL, <https://www.iter.org/album/Media/7> - Technical - aufgerufen am 27.08.2020.
- [14] K. Ehrlich. Die Entwicklung von Strukturmaterialien für die Kernfusion. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 34(1): 39–48, 2003.
- [15] N. Baluc. Materials for fusion power reactors. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, 48(12B): B165–B177, 2006.
- [16] N. Baluc, K. Abe, J.L. Boutard, V.M. Chernov, E. Diegele, S. Jitsukawa, A. Kimura, R.L. Klueh, A. Muroga, G.R. Odette, M.Q. Tran, B. van der Schaaf, Y. Wu, J. Yu, and S.J. Zinkle. Status of R&D activities on materials for fusion power reactors. *Nuclear Fusion*, 47(10): 696–717, 2007.
- [17] O.J. Weiß, E. Gaganidze, and J. Aktaa. Quantitative characterization of microstructural defects in up to 32 dpa neutron irradiated EUROFER97. *Journal of Nuclear Materials*, 426(1-3): 52–58, 2012.
- [18] C. Dethloff, E. Gaganidze, and J. Aktaa. Microstructural defects in EUROFER 97 after different neutron irradiation conditions. *Nuclear Materials and Energy*, 9: 471–475, 2016.
- [19] M. Klimenkov, E. Materna-Morris, and A. Möslang. Characterization of radiation induced defects in EUROFER 97 after neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3): 124–126, 2011.

- [20] U. Fischer, S. Simakov, U. v. Möllendorff, P. Pereslavitsev, and P. Wilson. Validation of activation calculations using the Intermediate Energy Activation file IEAF-2001. *Fusion Engineering and Design*, 69(1-4): 485–489, 2003.
- [21] R. Coppola, M. Klimenkov, A. Möslang, R. Lindau, and M. Valli. Experimental investigation of high He/dpa microstructural effects in neutron irradiated B-alloyed Eurofer97 steel by means of small angle neutron scattering (SANS) and electron microscopy. *Nuclear Materials and Energy*, 9: 194–198, 2016.
- [22] M. Klimenkov, A. Möslang, E. Materna-Morris, and H.-C. Schneider. Helium bubble morphology of boron alloyed EUROFER 97 after neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3): 52–57, 2013.
- [23] B. van der Schaaf, D.S. Gelles, S. Jitsukawa, A. Kimura, R.L. Klueh, A. Möslang, and G.R. Odette. Progress and critical issues of reduced activation ferritic-martensitic steel development. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287(Part 1): 52–59, 2000.
- [24] M. J. Norgett, M. T. Robinson, and M. I. Torrens. A proposed method of calculating displacement dose rates. *Nuclear Engineering and Design*, 33(1): 50–54, 1975.
- [25] R. Kurtz, K. Abe, V.M. Chernov, V.A. Kazakov, G.E. Lucas, H. Matsui, T. Muroga, G.R. Odette, D.L. Smith, and S.J. Zinkle. Critical issues and current status of vanadium alloys for fusion energy application. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287(Part 1): 70–78, 2000.
- [26] T. Muroga, J. M. Chen, V. M. Chernov, and R. J. Kurtz M. Le Flem. Present status of vanadium alloys for fusion applications. *Journal of Nuclear Materials*, 455(1-3): 263–268, 2014.

- [27] M. Rieth, S.L. Dudarev, S.M. Gonzalez de Vicente, J. Aktaa, T. Ahlgren, S. Antusch, D.E.J. Armstronga, M. Balden, N. Baluc, M.-F. Barthe, W.W. Basuki, M. Battabyal, C.S. Becquart, D. Blagoeva, H. Boldyryeva, J. Brinkmann, M. Celino, L. Ciupinski, J.B. Correia, A. De Backer, C. Domain, E. Gaganidze, C. García-Rosales, J. Gibsona, M.R. Gilbert, S. Giusepponi, B. Gludovatz, H. Greuner, K. Heinola, T. Höschen, A. Hoffmann, N. Holstein, F. Koch, W. Krauss, H.Li, S. Lindig, J. Linke, Ch. Linsmeier, P. López-Ruiz, H. Maier, J. Matejicek, T.P. Mishra, M. Muhammed, A. Mu noz, M. Muzyk, K. Nordlund, D. Nguyen-Manh, J. Opschoor, N. Ordas, T. Palacios, G. Pintuk, R. Pippan, J. Reiser, J. Riesch, S.G. Roberts, L. Romanera, M. Rosiński, M. Sanchez, W. Schulmeyer, H. Traxler, A. Ure na, J.G. van der Laana, L. Veleva, S. Wahlberg, M. Walter, T. Weber, T. Weitkamp, S. Wurster, M.A. Yar, J.H. You, and A. Zivelongh. Recent progress in research on tungsten materials for nuclear fusion applications in europe. *Journal of Nuclear Materials*, 432(1-3): 482–500, 2013.
- [28] A. Hasegawa, A. Kohyama, R.H. Jones, L.L. Snead, B. Riccardi, and P. Fenici. Critical issues and current status of SiC/SiC composites for fusion. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287(Part 1): 128–137, 2000.
- [29] Y. Katoh, L.L. Snead, C.H. Henager Jr., A. Hasegawa, A. Kohyama, B. Riccardi, and H. Hegeman. Current status and critical issues for development of SiC composites for fusion applications. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370(Part A): 659–671, 2007.
- [30] A.-A.F. Tavassoli, E. Diegle, R. Lindau, N. Luzginova, and H. Tani-gawa. Current status and recent research achievements in ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 455(1-3): 269–276, 2014.

- [31] K. Ehrlich, E.E. Bloom, and T. Kondo. International strategy for fusion materials development. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287(Part 1): 79–88, 2000.
- [32] H. Tanigawa, K. Shiba, H. Sakasegawa, T. Hirose, and S. Jitsukawa. Technical issues related to the development of reduced-activation ferritic/martensitic steels as structural materials for a fusion blanket system. *Fusion Engineering and Design*, 86(9-11): 2549–2552, 2011.
- [33] N. Baluc, D.S. Gelles, S. Jitsukawa, A. Kimura, R. L. Kluch, G.R. Odette, B. van der Schaaf, and J. Yu. Status of reduced activation ferritic/martensitic steel development. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370(Part A): 33–41, 2007.
- [34] R. Lindau, A. Möslang, M. Rieth, M. Klimiankou, E. Materna-Morris, A. Alamo, A.-A.F. Tavassoli, C. Cayron, A.-M. Lancha, P. Fernandez, N. Baluc, R. Schäublin, E. Diegele, G. Filacchioni, J.W. Rensman, B.v.d. Schaaf, E. Luconi, and W. Dietz. Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. *Fusion Engineering and Design*, 75-79: 989–996, 2005.
- [35] F. Tavassoli. Eurofer Steel, Development to Full Code Qualification. *Procedia Engineering*, 55: 300–308, 2013.
- [36] E. Materna-Morris, A. Möslang, and H.-C. Schneider. Tensile and low cycle fatigue 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.
- [37] E. Gaganidze, H.-C. Schneider, B. Dafferner, and J. Aktaa. Embrittlement behaviour of neutron irradiated RAFM steels. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370(Part A): 81–85, 2007.

- [38] R. Lindau, A. Möslang, and M. Schirra. Thermal and mechanical behaviour of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER. *Fusion Engineering and Design*, 61-62: 659–664, 2002.
- [39] A. Alamo, M. Horsten, X. Averty, E.I. Materna-Morris, M. Rieth, and J.C. Brachet. Mechanical behavior of reduced-activation and conventional martensitic steels after neutron irradiation in the range 250-450 °C. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287(Part 1): 353–357, 2000.
- [40] B. v. d. Schaaf, C. Petersen, Y.D. Carlan, J.W. Rensman, E. Gaganidze, and X. Averty. High dose, up to 80 dpa, mechanical properties of Eurofer 97. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388: 236–240, 2009.
- [41] P. Spätig, G.R. Odette, G.E. Lucas, and M. Victoria. On the mechanical properties of the advanced martensitic steel EUROFER 97. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311(Part 1): 536–539, 2002.
- [42] 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.
- [43] R. Lindau and M. Schirra. First results on the characterisation of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER. *Fusion Engineering and Design*, 58-59: 781–785, 2001.
- [44] 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, Karlsruhe, 2008. Wissenschaftliche Berichte FZKA 7371.
- [45] 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.

- [46] E. Gaganidze and C. Petersen. *Post irradiation examination of RAFM steels after fast reactor irradiation up to 71 dpa an < 340°C (ARBOR 2)*. KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2011. KIT Scientific Reports 7596.
- [47] A.-A.F. Tavassoli. Present limits and improvements of structural materials for fusion reactors - a review. *Journal of Nuclear Materials*, 302(2-3): 73–88, 2002.
- [48] A. Alamo, J.L. Bertin, V.K. Sharmardin, 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*, 367-370(Part A): 54–59, 2007.
- [49] L. Commin, M. Rieth, V. Widak, B. Dafferner, S. Heger, H. Zimmermann, and E. Materna-Morris ans R. Lindau. Characterization of ODS (Oxide Dispersion Strengthened) Eurofer/Eurofer dissimilar electron beam welds. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3): 552–556, 2013.
- [50] F. Bergner, G. Hlawacek, and C. Heintze. Helium-ion microscopy, helium-ion irradiation and nanoindentation of Eurofer 97 and ODS Eurofer. *Journal of Nuclear Materials*, 505: 267–275, 2018.
- [51] H.-C. Schneider, M. Rieth, B. Dafferner, H. Ries, and O. Romer. *Bestrahlungsprogramm MANITU - Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche mit den bis 0,8 dpa bestrahlten Werkstoffen der zweiten Bestrahlungsphase*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, 2000. Wissenschaftliche Berichte FZKA 6519.
- [52] C. Petersen, V. Shamardin, A. Fedoseev, Shimansky G. V. Efimov, and J. Rensman. The ARBOR irradiation project. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311(Part 2): 1655–1659, 2002.

- [53] K. Ehrlich and A. Möslang. IFMIF - an international fusion materials irradiation facility. *Nuclear Instruments and Methods in Physics and Research*, B 139(1-4): 72–81, 1998.
- [54] U. Fischer, S.P. Simakov, and P.P.H. Wilson. Transmutation behaviour of Eurofer under irradiation in the IFMIF test facility an fusion power reactors. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333(Part A): 228–232, 2004.
- [55] A. Möslang. IFMIF: the intense neutron source to quality materials for fusion reactors. *Comptes Rendus Physique*, 9(3-4): 457–468, 2008.
- [56] DIN - Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 14577 Metallische Werkstoffe - Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 1 bis 4*. Beuth Verlag, Berlin, 2015.
- [57] DIN - Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 6506 Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Brinell - Teil 1 bis 4*. Beuth Verlag, Berlin, 2015.
- [58] DIN - Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 6507 Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1 bis 4*. Beuth Verlag, Berlin, 2016.
- [59] 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.
- [60] X. Hernot, O. Bartier, Y. Bekouche, R. EL Abdi, and G. Mauvoisin. Influence of penetration depth and mechanical properties on contact radius determination for spherical indentation. *International Journal of Solids and Structures*, 43(14-15): 4136–4153, 2006.

- [61] N. Tabor. *The Hardness of Metals*. Clarendon Press, Oxford, 1951.
- [62] A.L. Norbury and T. Samuel. The recovery and sinking-in or piling-up of material in the brinell test, and the effect of these factors on the correlation of the brinell with certain other hardness tests. *Journal of Iron and Steel Institute*, 117(1928): 673–687, 1928.
- [63] J.R. Matthews. Indentation hardness and hot pressing. *Acta Metallurgica*, 28(3): 311–318, 1980.
- [64] R. Hill, B. Storakers, and A.B. Zdunek. A theoretical study of the brinell hardness test. *Proc. R. Soc. Lond.*, A 423(1865): 301–330, 1989.
- [65] J.S. Field and M.V. Swain. Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicrometer spherical indentations. *Journal of Materials Research*, 10(1): 101–112, 1995.
- [66] B. Taljat, T. Zacharia, and F. Kosel. New analytical procedure to determine stress-strain curve from spherical indentation data. *International Journal of Solids and Structures*, 35(33): 4411–4426, 1998.
- [67] 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.
- [68] 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.
- [69] 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.
- [70] Y-T. Cheng and C-M. Cheng. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *Journal of Applied Physics*, 84(3): 1284, 1998.

- [71] J-H. Ahn and D. Kwon. Derivation of plastic stress-strain relationship from ball indentations: Examination of strain definition and pileup effect. *Journal of Materials Research*, 16(11): 3170–3178, 2001.
- [72] B. D. Beake, A. J. Harris, J. Moghal, and D. E. J. Armstrong. Temperature dependence of strain rate sensitivity, indentation size effects and pile-up in polycrystalline tungsten from 25 to 950 °C. *Materials & Design*, 156: 278–286, 2018.
- [73] J. Chen, Y. Shen, W. Liu, B. D. Beake, X. Shi, Z. Wang, Y. Zhang, and X. Guo. Effects of loading rate on development of pile-up during indentation creep of polycrystalline copper. *Materials Science and Engineering: A*, 656: 216–221, 2016.
- [74] N. Huber. *Zur Bestimmung von mechanischen Eigenschaften mit dem Eindruckversuch*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, 1996. Wissenschaftliche Berichte FZKA 5850.
- [75] A.C. Fischer-Cripps. *Nanoindentation, 3. Auflage*. Springer-Verlag, New York, 2011.
- [76] E. Meyer. Untersuchungen über die Härteprüfungen und Härte Brinell Methoden. *Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure*, 52: 82–85, 1908.
- [77] H. Hertz. Über die Berührung fester elastischer Körper. *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, 92:156–171, 1881.
- [78] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the aximetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*, 3(1): 47–57, 1965.
- [79] J.S. Field and M.V. Swain. A simple predicitive model for spherical indentation. *Journal of Materials Research*, 8(2): 297–306, 1992.
- [80] V. L. Popov. *Kontaktmechanik und Reibung - Von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik, 2. Auflage*. Springer-Verlag, Wiesbaden, 2010.

- [81] T. Chudoba and N. M. Jennett. Higher accuracy analysis of instrumented indentation data obtained with pointed indenters. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41(21):215407, 2008.
- [82] 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 Material Science*, 19(6): 354–366, 2015.
- [83] J. Wheeler, R. Oliver, and T. Clyne. AFM observation of diamond indenters after oxidation at elevated temperatures. *Diamond and Related Materials*, 19(11): 1348–1353, 2010.
- [84] J. M. Wheeler, V. Maier, K. Durst, M. Göken, and J. Michler. Activation parameters of deformation of ultrafine-grained aluminium as determined by indentation strain rate jumps at elevated temperature. *Material Science and Engineering: A*, 585: 108–113, 2013.
- [85] H. Zhang, Y. Liu, L. Wang, F. Sun, X. Fan, and G. Zhang. Indentation hardness, plasticity and initial creep properties of nanosilver sintered joint. *Results in Physics*, 12: 712–717, 2019.
- [86] A. A. Dascăl. Experimental studies to assess stainless steel high temperature hardness. *Revista Facultad de Ingeniería*, 38(38): 119–127, 2006.
- [87] R. Montanari, G. Filacchioni, B. Iacovone, P. Plini, and B. Riccardi. High temperature indentation tests on fusion reactor candidate materials. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370(Part A): 648–652, 2007.
- [88] B. Riccardi, R. Montanari, L. F. Moreschi, A. Sili, and S. Storai. Mechanical characterisation of fusion materials by indentation test. *Fusion Engineering and Design*, 58-59: 755–759, 2001.

- [89] A. Donato, P. Gondi, 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*, 258-263(Part 1): 446–451, 1998.
- [90] A. Sawant, S. Tin, and J.-C. Zhao. High temperature nanoindentation of Ni-base superalloys. *Conference Paper: Superalloys 2008, Champion, USA*, pages 863–871, 2008.
- [91] J. Liu, W. Qiao, J. Liu, D. Xie, Z. Zhou, L. Wu, and L. Ma. High temperature indentation behaviors of carbon fiber composite pyramidal truss structures. *Composite Structures*, 131: 266–272, 2015.
- [92] I.-C. Choi, C. Brandl, and R. Schwaiger. Thermally activated dislocation plasticity in body-centered cubic chromium studied by high-temperature nanoindentation. *Acta Materialia*, 140:107–115, 2017.
- [93] R. Sánchez-Martín, C. Zambaldi, M. T. Pérez-Pardo, and J. M. Molina-Aldareguia. High temperature deformation mechanisms in pure magnesium studied by nanoindentation. *Scripta Materialia*, 104: 9–12, 2015.
- [94] J. S. K.-L. Gibson, S. G. Roberts, and D. E. J. Armstrong. High temperature indentation of helium-implanted tungsten. *Material Science and Engineering A*, 625: 380–384, 2015.
- [95] X. Xiao, D. Terentyev, A. Ruiz, A. Zinovev, A. Bakaev, and E. E. Zhurkin. High temperature nano-indentation of tungsten: Modelling and experimental validation. *Materials Science and Engineering: A*, 743: 106–113, 2019.
- [96] Y. Zhang, D. P. Mohanty, P. Seiler, T. Siegmund, J. J. Kruzic, and V. Tomar. High temperature indentation based property measurements of IN-617. *International Journal of Plasticity*, 96: 264–281, 2017.

- [97] S. A. Brinckmann, M. Frensemeier, C. M. Laursen, H. J. Maier, D. Britz, A. S. Schneider, F. Mücklich, and C. P. Frick. Effect of indentation temperature on nickel-titanium indentation-induced two-way shape-memory surfaces. *Materials Science and Engineering: A*, 675: 253–261, 2016.
- [98] C.-P. Park, J.-J. Lee, S.-K. Kang, Y.-C. Kim, K.-S. Woo, S.-W. Joen, and D. Kwon. Evaluation of high-temperature Vickers hardness using instrumented indentation system. *Materials Science and Engineering: A*, 650: 15–19, 2016.
- [99] Z. Qu, K. Wei, Q. He, R. He, Y. Pei, S. Wang, and D. Fang. High temperature fracture toughness and residual stress in thermal barrier coatings evaluated by in-situ indentation method. *Ceramics International*, 44(7): 7926–7929, 2018.
- [100] 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.
- [101] X.-S. Yang, H.-R. Zhai, H.-H. Ruan, S.-Q. Shi, and T.-Y. Zhang. Multi-temperature indentation creep tests on nanotwinned copper. *International Journal of Plasticity*, 104: 68–79, 2018.
- [102] A. Yonezu, H. Akimoto, S. Fujisawa, and X. Chen. Spherical indentation method for measuring local mechanical properties of welded stainless steel at high temperature. *Materials and Design*, 52: 812–820, 2013.
- [103] F. P. Bowden and D. Tabor. *Reibung und Schmierung fester Körper, I. Auflage*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1959.
- [104] AFCEN. *RCC-MRx Design and construction rules for mechanical components of nuclear installations*. AFCEN, Edition 2012.

- [105] Unveröffentlichte Versuchsergebnisse von EUROFER-Zugversuchen. Ansprechpartner: Dipl.-Ing. (ba) Siegfried Baumgärtner am Instituts für Angewandte Werkstoffe -Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) des Karlsruher Institut für Technologie (KIT).
- [106] M. Rieth, M. Schirra, A. Falkenstein, P. Graf, S. Heger, H. Kempe, R. Lindau, and H. Zimmermann. *EUROFER97 - Tensile, Charpy, Creep and Strucutral Tests*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, 2003. Wissenschaftliche Berichte FZKA 6911.
- [107] J. R. Davis. *Tensile Testing, Second Edition*. ASM International, Ohio, 2004.
- [108] Zwick Gmbh & Co. KG. *Produktinformation Universelle Härte-Prüfmaschine ZHU/zwickiLine*. Ulm, 2009.
- [109] J. Bredl, M. Dany, H.-C. Schneider, and O. Kraft. Instrumented indentation at elevated temperatures for the determination of material properties of fusion relevant materials. *Nuclear Materials and Energy*, 9: 502–507, 2016.
- [110] J. Bredl, M. Dany, B. Albiński, H.-C. Schneider, and O. Kraft. Influence of heat treatment and indenter tip material on depth sensing hardness tests at high temperatures of fusion relevant materials. *Fusion Engineering and Design*, 98-99: 1937–1940, 2015.
- [111] J. Gibmeier. *Zum Einfluss von Last- und Eigenspannungen auf die Ergebnisse instrumentierter Eindringhärteprüfungen*. Dissertation, Universität Kassel, 2004.
- [112] S. Hostettler. Persönliche Kommunikation, 2016. Synton-MDP AG.
- [113] E. Broitman. Indentation hardness measurement at macro-, micro- and nanoscale: A critical overview. *Tribology Letters*, 65(23):1–18, 2017.

- [114] DIN - Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 18265 Metallische Werkstoffe - Umwertung von Härtewerten*. Beuth Verlag, Berlin, 2013.
- [115] Mechanische Eigenschaften - NAS 660, www.nas-kotai.co.jp/en/leaflet/660.html - aufgerufen am 06.09.2018.
- [116] G. Das, S. Ghosh, S. Ghosh, and R. N. Ghosh. Material characterization and classification on the basis of materials pile-up surrounding the indentation. *Materials Science and Engineering*, 408(1-2): 158–164, 2005.
- [117] C. Ullner. Die Reihe DIN EN ISO 14577 - Erste weltweit akzeptierte Normen für die instrumentierte Eindringprüfung, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin. 2004.
- [118] T. Chudoba and F. Richter. Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results. *Surface and Coatings Technology*, 148(2-3): 191–198, 2001.
- [119] Datenblatt Molydän (Mo, TZM, ML), <https://www.whs-sondermetalle.de/de/werkstoffe/refraktaermetalle/mo-molybdaen.html> - aufgerufen am 15.05.2015.
- [120] J. Konrad. Persönliche Kommunikation, 2016. Karlsruher Institut für Technologie.
- [121] L. Körtvélyessy. *Thermoelement-Praxis: Neue theoretische Grundlagen und deren Umsetzung*, 3. Auflage. Vulkan Verlag, Essen, 1998.
- [122] A.E. Giannakopoulos and S. Sureh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Materialia*, 40(10): 1191–1198, 1999.
- [123] Persönliche Kommunikation, 2016. Wälschmiller Engineering GmbH.

- [124] H.-C. Schneider. *SPICE Irradiation Programme Status Report December 2000*. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, 2000. Interner Bericht PKF 31.02.02.