

**Dämpfung elastischer Schwingungen
in α -Eisen-Kohlenstoff**

(Snoek-Effekt)

**Aufbau eines Versuchs
für das Materialphysikalische Praktikum**

**Zulassungsarbeit
im Rahmen des ersten Staatsexamens
für das
Lehramt an Gymnasien**

vorgelegt von

Walter Schmucker

**angefertigt am
Lehrstuhl für Experimentalphysik I
der Universität Augsburg
bei**

Prof. Dr. Ferdinand Haider

Juni 1998

Inhalt

0. Einleitung	4
1. Allgemeine Grundlagen	6
1.1. Kohlenstoff in α-Eisen	6
1.1.1. Phasendiagramm von Eisen-Kohlenstoff	6
1.1.2. Oktaederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter	7
1.1.3. Tetraederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter	8
1.1.4. Besetzung der interstitiellen Lücken in α -Eisen-Kohlenstoff.....	8
1.2. Interstitielle Diffusion (Zwischengittermechanismus)	9
1.3. Elastizität und Anelastizität	12
1.3.1. Definitionen	12
1.3.2. Modellierung anelastischen Verhaltens.....	13
1.3.2.1 Voigt-Modell	14
1.3.2.2 Maxwell-Modell	15
1.3.2.3 Drei-Parameter-Modell (anelastischer Standard-Festkörper).....	17
1.4. Kinetik der Punkt-Defekt-Relaxation für die Oktaederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter	23
1.4.1. Mathematische Betrachtung	24
1.4.2. Anschauliche Deutung.....	25
1.5. Der Snoek-Effekt	26
1.5.1. Mathematische Betrachtung	26
1.5.2. Anschauliche Deutung.....	27
1.5.3. Änderung der Resonanzfrequenz (Kramer-Kronig-Relation)	30
1.5.4. Bestimmung des Kohlenstoffgehalts einer Probe.....	32

2. Versuchsaufbau	33
2.1. Grundsätzliches	33
2.2. Mögliche Variation: Messung der elastischen Nachwirkung	35
2.3. Messung der Auslenkung mittels des PSD	36
2.4. Bestimmung des logarithmischen Dekrements	38
2.5. Temperaturmessung	39
2.6. Fehlerquellen und Verbesserungsmöglichkeiten	39
2.6.1. AD-Wandlerkarte	39
2.6.2. Temperaturgradient im Ofen	40
3. Probenpräparation	41
3.1. Aufkohlen der Probe	41
3.1.1. Aufkohlen mit Gas (Gas Carburizing)	41
3.1.2. Aufkohlen mit festem Kohlenstoff (Pack Carburizing)	42
3.1.3. Untersuchungen an nicht aufgekohlten Proben.....	43
3.2. Verteilung des Kohlenstoffs im Volumen der Probe	44
3.3. Stickstoff in α-Eisen	45
4. Meßergebnisse	47
4.1. Bestimmung der zu messenden Größen	47
4.2. Diskussion der Meßergebnisse - Fehlerbetrachtung	49
4.2.1. Wanderungsenergie	49
4.2.2. Diffusionskoeffizient.....	50
4.2.3. Dämpfung	51
4.2.4. ϑ - T -Diagramm.....	52
4.2.5. Kohlenstoffgehalt der Probe.....	54
4.2.6. Änderung der Resonanzfrequenz	54

5. Anlage eines Praktikumsversuchs - Versuchsdurchführung	56
5.1. Vorbereitung der Studenten	56
5.1.1. Versuchsanleitung für Studenten.....	56
5.1.2. Vorbereitungsgespräch	57
5.2. Versuchsdurchführung	57
5.2.1. Einbau der Probe	57
5.2.2. Justierung der Apparatur	58
5.2.3. Auswertungsprogramm	60
5.2.4. Durchführung der Messung.....	61
5.3. Auswertung der Messung - Erstellen des Protokolls	62
5.4. Erster Praktikumsdurchgang	63
5.4.1. Dauer des Versuchs - Zeitplan	63
5.4.2. Meßergebnisse der Praktikanten.....	64
6. Zusammenfassung	66
7. Literaturverzeichnis	67
Danksagung	70
Erklärung des Verfassers	72
Anhang A: Hinweise für den Versuchsbetreuer	73
Anhang B: Technische Daten	77
Anhang C: Auszug aus der Versuchsanleitung	80

0. Einleitung

Trotz der Entwicklung zahlreicher neuer Werkstoffe in den letzten Jahren besitzen Stähle immer noch eine herausragende Bedeutung. Die Beobachtung der Dämpfung elastischer Schwingungen in α -Eisen mit interstitiell eingelagerten Atomen (Snoek-Effekt) stellt einen bereits klassischen Versuch dar. Speziell wurde α -Eisen-Kohlenstoff untersucht.

Von J. L. Snoek erschienen in den Jahren 1938 und 1939 mehrere Aufsätze¹ zur magnetischen Nachwirkung in Eisen-Kohlenstoff bzw. Eisen-Stickstoff. Im Jahr 1941 veröffentlichte er seine Forschungen zur elastischen Nachwirkung in diesen Werkstoffen.² Er führte zwei Versuche durch: Zum einen legte er eine longitudinale periodische Spannung an die Proben an, zum anderen führte er ein Torsionsexperiment durch. Letzteres Experiment wurde im Rahmen dieser Arbeit mit nur unwesentlichen Veränderungen nachgebaut.

Bereits Snoek erkannte, daß ein linearer Zusammenhang zwischen Dämpfung und Kohlenstoff- bzw. Stickstoffgehalt besteht. Doch erst über zehn Jahre später wurden genauere Versuche zur Ermittlung des Proportionalitätsfaktors durchgeführt, so daß mittels des Snoek-Effekts auch eine quantitative Bestimmung des Kohlenstoffgehalts möglich wurde. Eine dieser Untersuchungen stammt von Wolfgang Wepner und wurde 1956 veröffentlicht.³ Lange Zeit wurde der Snoek-Effekt zur Ermittlung des Kohlenstoffgehalts von Stahl eingesetzt.

In der vorliegenden Arbeit wurde der Snoek-Effekt als Praktikumsversuch für das materialphysikalische Praktikum aufbereitet. Es war also nicht das Ziel dieser Arbeit, möglichst genaue Werte zu bestimmen. Das Verhalten von Eisen-Kohlenstoff ist ohnehin eines der am besten untersuchten⁴. Vielmehr kam es darauf an, einen für ein Praktikum geeigneten Versuchsaufbau zu verwirklichen. Dabei war es wichtig, den Versuch zum einen benutzerfreundlich zu gestalten. Dazu trägt vor allem das Auswertungsprogramm bei, das dem Benutzer das stupide Ausmessen der Schwingung abnimmt. Zum anderen sollte der physikalische Inhalt des Versuchs für den

¹ In: Physica **5** [1938] und Physica **6** [1939].

² Snoek, Effekt.

³ Wepner, Ermittlung. Hier finden sich auch Hinweise zu weiteren Untersuchungen und theoretischen Abschätzungen für den Umrechnungsfaktor.

⁴ Vgl. Le Claire, Diffusion, 482.

Durchführenden durchschaubar sein. Es ist hoffentlich gelungen, zwischen diesen beiden Anforderungen die Balance zu halten.

Im umfangreichen ersten Teil dieser Arbeit werden die allgemeinen Grundlagen dargestellt. Dabei wurde versucht, alle wesentlichen Aspekte zu behandeln, so daß eine sinnvolle Versuchsdurchführung möglich ist, ohne weitere Literatur studieren zu müssen.

Im praktischen Teil werden der Versuchsaufbau, die Probenpräparation, die Meßergebnisse und die Durchführung des Praktikums beschrieben. Dieser Teil soll künftigen Versuchsbetreuern die Arbeit erleichtern. Da der erste Praktikumsdurchgang bereits stattfand während diese Arbeit noch im Entstehen war, sind auch Erfahrungen aus diesem Probedurchgang und die Meßergebnisse der Praktikanten wiedergegeben.

Im Anhang finden sich schließlich einige praktische Hinweise für den Versuchsbetreuer, die technischen Daten der verwendeten Geräte und ein Auszug aus der Versuchsanleitung für Studenten. Die gesamte Versuchsanleitung für Studenten liegt der Arbeit als Kopiervorlage bei.

1. Allgemeine Grundlagen

1.1. Kohlenstoff in α -Eisen

1.1.1. Phasendiagramm von Eisen-Kohlenstoff

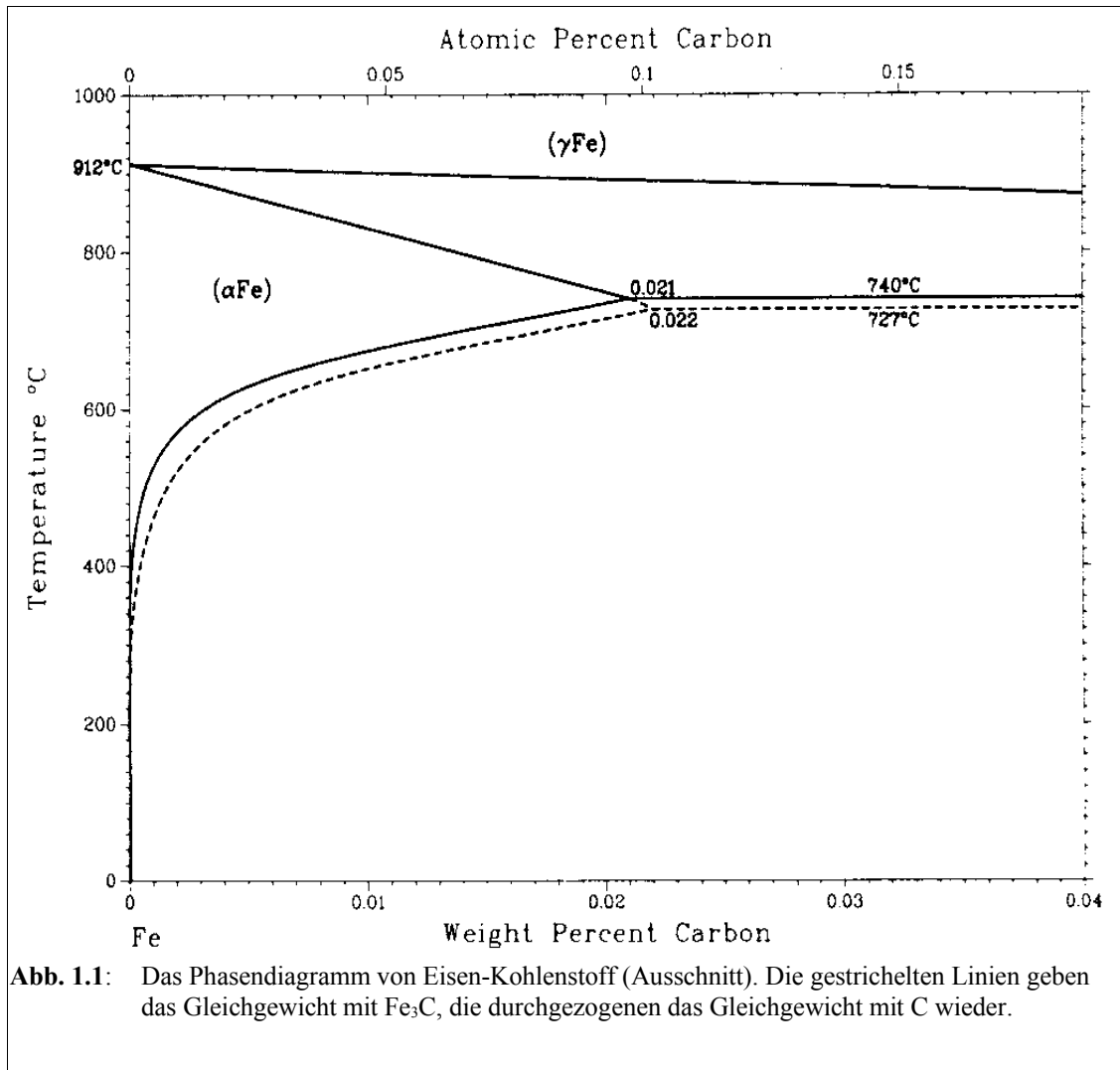
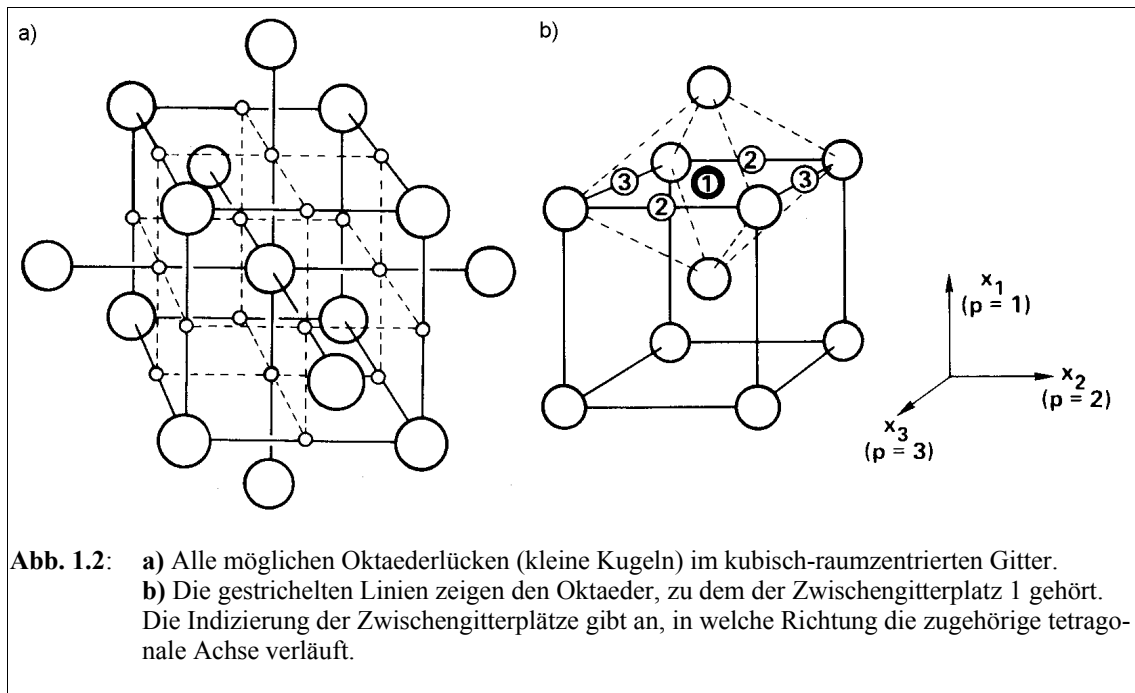


Abb. 1.1: Das Phasendiagramm von Eisen-Kohlenstoff (Ausschnitt). Die gestrichelten Linien geben das Gleichgewicht mit Fe_3C , die durchgezogenen das Gleichgewicht mit C wieder.

Aus dem Phasendiagramm von Eisen-Kohlenstoff (Abb. 1.1) geht hervor, daß in α -Eisen maximal 0,021 Gew% (= 0,098 At%) Kohlenstoff gelöst werden kann, und zwar bei 740°C. Bei Raumtemperatur dagegen ist die Löslichkeit von Kohlenstoff in Eisen nahezu null.

Kohlenstoff löst sich interstitiell in Eisen. Dazu stehen im kubisch-raumzentrierten Gitter prinzipiell zwei Plätze zur Verfügung: die Oktaederlücke und die Tetraederlücke.

1.1.2. Oktaederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter



Oktaederlücken finden sich zwischen allen Gitteratomen, die voneinander den Abstand der Gitterkonstanten a haben, d. h. auf allen Kanten- und Flächenmitten (Abb. 1.2a). Sie

haben also die Koordinaten $\left(0,0,\frac{1}{2}\right)$ und $\left(\frac{1}{2},\frac{1}{2},0\right)$ usw. Pro Einheitszelle existieren sechs Oktaederlücken. Der Oktaeder ist jedoch nicht regulär, denn die Länge der vier

Kanten der Grundfläche beträgt a , die der acht übrigen $\frac{\sqrt{3}}{2}a$. Die Hauptachse des Oktaeders ist also kürzer als bei einem regulären Oktaeder derselben Grundfläche.

Damit ist klar, daß auch der Abstand des Zentrums von den Eckatomen unterschiedlich

ist: zu den Spitzen beträgt er nur $\frac{a}{2}$, zu den Ecken der Grundfläche jedoch $\frac{\sqrt{2}}{2}a$. Die

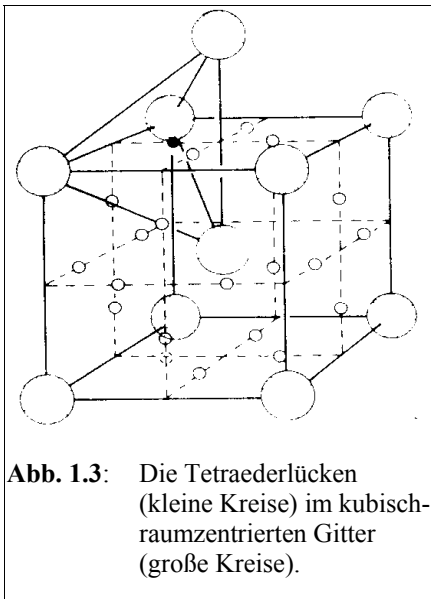
Punktsymmetrie der Oktaederlücke ist also tetragonal, wobei die vierzählige Symmetrieachse die Hauptachse ist.¹ Da im Fall interstitieller Defekte die Defektsymmetrie gleich der Symmetrie der Zwischengitterplätze ist,² liegt hier ein Defekt mit tetragonaler Symmetrie vor. Die tetragonale Achse fällt dabei mit einer Würfelachse zusammen,

¹ Nowick/Berry, Relaxation, 226f.; Borg/Dienes, Introduction, 269-271.

² Nowick/Berry, Relaxation, 177.

weshalb die Oktaederlücken in drei (kristallographisch identische) Gruppen eingeteilt werden können, die nach den drei Würfelachsen benannt sind: Plätze mit tetragonaler Achse in x_1 -Richtung werden künftig als 1-Plätze bezeichnet, entsprechend 2- und 3-Plätze (Abb. 1.2b).

1.1.3. Tetraederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter



Daneben existieren Tetraederlücken, und zwar auf den Würfelflächen mit den Koordinaten $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{4})$ usw. (Abb. 1.3). Pro Einheitszelle sind es zwölf Stück. Der Tetraeder ist ebenfalls nicht regulär, da zwei Kantenlängen a , vier dagegen $\frac{\sqrt{3}}{2}a$ betragen.

Der Abstand aller vier Gitteratome vom Zentrum des Tetraeders ist jedoch gleich groß und beträgt $\frac{\sqrt{5}}{4}a$. Die Symmetrie der Tetraederlücke ist wie die der Oktaederlücke tetragonal.³

1.1.4. Besetzung der interstitiellen Lücken in α -Eisen-Kohlenstoff

Setzt man kugelförmige Eisenionen voraus, die sich berühren, erhält man für den Radius einer Kugel, die gerade noch in der Oktaederlücke Platz hätte, $0,07a$, für die Tetraederlücke dagegen $0,13a$. Der Radius des C-Atoms beträgt etwa $0,28a_{\text{Eisen}}$. Obwohl die Tetraederlücke nahezu doppelt so groß ist wie die Oktaederlücke, wird die Tetraederlücke praktisch nicht besetzt. Dies liegt offenbar an der Anisotropie der Oktaederlücke: Wird sie von einem C-Atom besetzt, müssen im wesentlichen zwei Atome in eine Raumrichtung, wird die Tetraederlücke besetzt müssen vier Gitteratome in drei Raumrichtungen verschoben werden.⁴ Da eine einachsige Verzerrung weniger Verzerrungsenergie kostet als eine dreiachsige, ist die Besetzung der Oktaederlücken energetisch günstiger.

Damit ist auch klar, daß die Besetzung eines 1-Platzes hauptsächlich eine Dehnung des Gitters entlang der x_1 -Achse bewirkt, entsprechend bei 2- bzw. 3-Plätzen.

³ Nowick/Berry, Relaxation, 229.

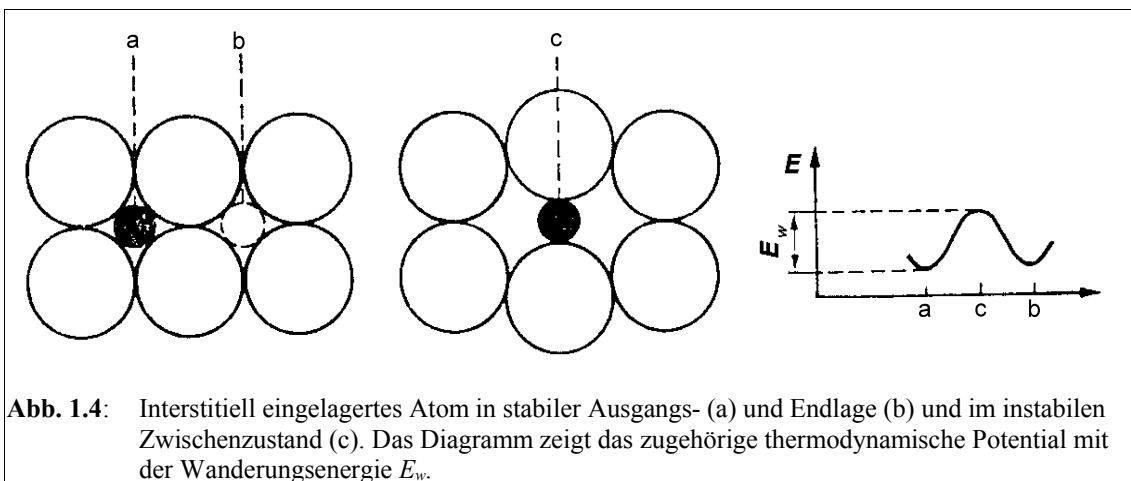
⁴ Haasen, Metallkunde, 95f.

1.2. Interstitielle Diffusion (Zwischengittermechanismus)⁵

Bei Bewegung eines interstitiell gelösten Atoms spricht man vom Zwischengittermechanismus der Diffusion. Ist die Legierung verdünnt genug (was bei Kohlenstoff in α -Eisen immer der Fall ist), ist die Diffusion unkorreliert, d. h. alle Nächste-Nachbar-Plätze sind gleichberechtigt. Damit ein Kohlenstoffatom zum nächsten Zwischengitterplatz springen kann, müssen die Nachbareisenatome zur Seite geschoben werden, d. h. die Diffusion bedarf der thermischen Aktivierung, damit die Wanderungs- oder Aktivierungsenergie E_w aufgebracht werden kann (Abb. 1.4). Die Wahrscheinlichkeit w , daß eine spontane Fluktuation der Energie E_w auftritt, ist durch die Boltzmann-Verteilung gegeben:

$$w(T) = \exp\left(-\frac{E_w}{kT}\right) \quad (1.1)$$

Um die Sprungfrequenz $\Gamma(T)$, d. i. die Frequenz, mit der ein C-Atom von einem bestimmten auf einen anderen bestimmten Zwischengitterplatz springt, zu erhalten, muß die Wahrscheinlichkeit w mit der Anklopfrequenz Γ_0 , d. i. die Frequenz der



thermischen Schwingungen des Atoms um seine Ruhelage, multipliziert werden. Die Größenordnung von Γ_0 beträgt $10^{13} \frac{1}{s}$. Somit erhält man für die Sprungfrequenz

$$\Gamma = \Gamma_0 \exp\left(-\frac{E_w}{kT}\right) \quad (1.2)$$

⁵ Vgl. hierzu: Haasen, Metallkunde, 144-151; Kittel, Einführung, 588f.

und für die mittlere Verweildauer $\bar{\tau}$ eines C-Atoms auf seinem Platz

$$\bar{\tau} = \frac{1}{4\Gamma} = \frac{1}{4\Gamma_0} \exp\left(\frac{E_w}{kT}\right) \quad (1.3)$$

Der Faktor $\frac{1}{4}$ rührt daher, daß die Anzahl der Sprungmöglichkeiten vier beträgt.

Mit der Einsteinrelation für den Diffusionskoeffizienten D ⁶

$$D = \frac{l^2}{6} \bar{\Gamma} \quad (1.4)$$

($l = \frac{a}{2}$: Sprungweite, $\bar{\Gamma} = 4\Gamma$: mittlere Sprungrate, d. i. die Rate, mit der ein C-Atom von seinem Platz auf irgendeinen Nächsten-Nachbar-Platz springt) erhält man:

$$D = \frac{a^2}{6} \Gamma = \frac{a^2}{6} \Gamma_0 \exp\left(-\frac{E_w}{kT}\right) \quad (1.5)$$

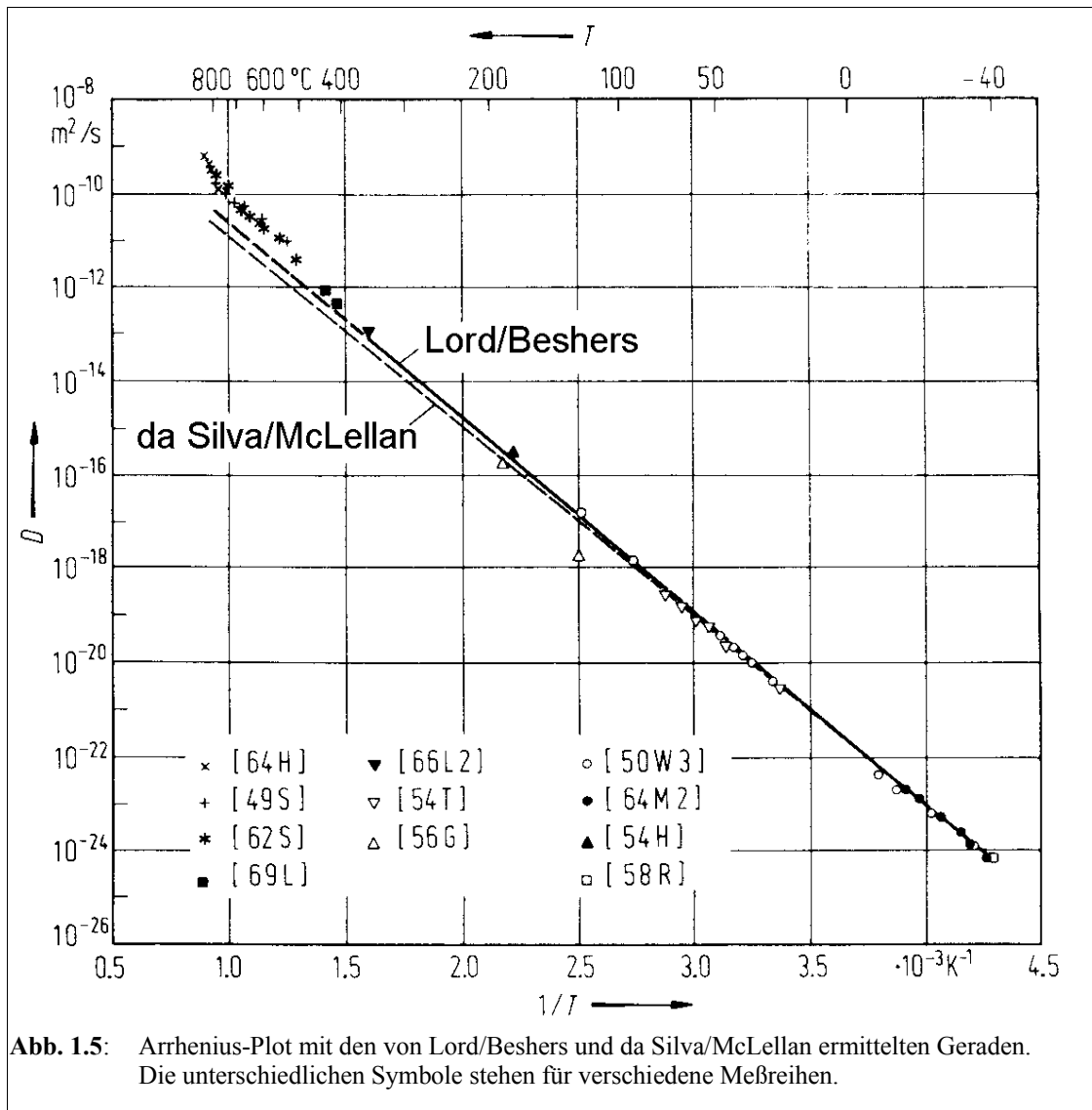
Wird nun im sog. Arrhenius-Diagramm $\ln(D)$ gegen $\frac{1}{T}$ aufgetragen, ergibt sich die Gerade

$$\ln(D) = \ln\left(\frac{a^2}{6} \Gamma_0\right) - \frac{E_w}{k} \frac{1}{T} \equiv \ln(D_0) - \frac{E_w}{k} \frac{1}{T} \quad (1.6)$$

In Abb. 1.5 erkennt man, daß mit wachsenden Temperaturen die Abweichungen der gemessenen Werte von den beiden eingezeichneten Geraden größer werden. Die Ursache dafür könnte zum einen sein, daß bei höheren Temperaturen neben Oktaeder- auch Tetraederlücken besetzt sind und es so zusätzlich zu den Sprüngen zwischen Oktaederlücken zu Sprüngen zwischen Tetraederlücken und zu Sprüngen zwischen Tetraeder- und Oktaederlücken kommt. Zum anderen könnten in diesem Temperaturbereich Sprünge zwischen übernächsten Nachbarn eine wachsende Rolle spielen.⁷

⁶ Nowick/Berry, Relaxation, 170.

⁷ Nowick/Berry, Relaxation, 229f.



1.3. Elastizität und Anelastizität

1.3.1. Definitionen⁸

Ideales linear-elastisches (künftig kurz: elastisches) Verhalten liegt vor, wenn ein Körper folgende drei Bedingungen erfüllt:

- Jeder Spannung σ , die an den Körper angelegt wird, ist eindeutig eine Dehnung ε zugeordnet und umgekehrt.
- Die durch die Spannung hervorgerufene Dehnung bzw. die durch die Dehnung hervorgerufene Spannung stellt sich instantan ein.
- Das Verhalten ist linear gemäß dem Hookeschen Gesetz:

$$\varepsilon = J\sigma \quad (1.7)$$

⁸ Nowick/Berry, Relaxation, 2f.

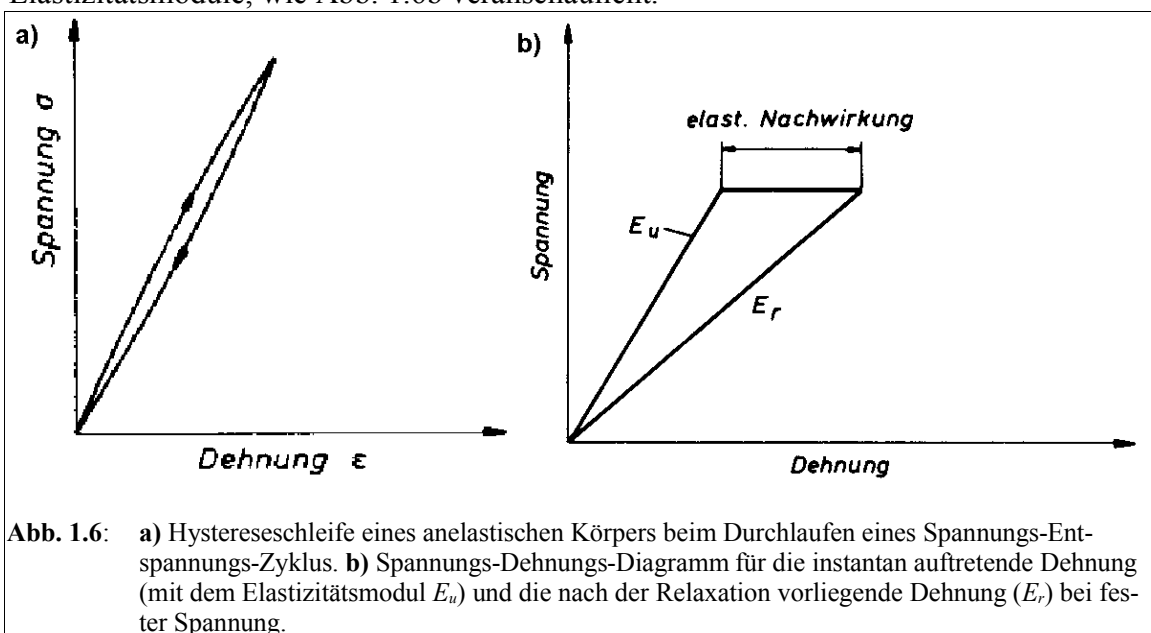
Der Proportionalitätsfaktor J (bzw. J_u im Unterschied zu J_r) heißt Elastizitätskoeffizient oder elastische Nachgiebigkeit, sein Kehrwert $E = \frac{1}{J}$ Elastizitätsmodul.

Charakteristisch für elastisches Verhalten ist, daß der Körper bei Entspannung die gesamte gespeicherte Energie wieder abgibt, da die Spannungs- und die Entspannungslinien im Spannungs-Dehnungs-Diagramm identisch sind.

Linear-anelastisches (künftig kurz: anelastisches) Verhalten dagegen ist durch die folgenden drei Charakteristika definiert:

- Jeder Spannung ist eindeutig eine Gleichgewichtsdehnung zugeordnet und jeder Dehnung eine Gleichgewichtsspannung.
- Der Gleichgewichtszustand wird nicht instantan eingenommen, sondern stellt sich erst nach einer bestimmten Zeit ein („Kriechen“ bzw. „Elastische Nachwirkung“).
- Die Beziehung zwischen Dehnung und Spannung (im Gleichgewichtszustand) ist linear; der Proportionalitätsfaktor wird im folgenden J_r genannt.

Zeichnet man bei einem anelastischen Körper bei Spannung und Entspannung das Spannungs-Dehnungs-Diagramm, fallen die beiden Linien nicht aufeinander, sondern bilden eine Hysterese, da das Dehnungsmaximum erst nach dem Spannungsmaximum angenommen wird (Abb. 1.6a). Der anelastische Körper nimmt also bei Durchlaufen eines Spannungs-Dehnungs-Zyklus irreversibel Energie auf. Die Dehnung jedoch ist wie beim elastischen Körper reversibel, wie aus Bedingung (a) hervorgeht. Abhängig davon, ob im Spannungs-Dehnungs-Diagramm die Dehnung, die instantan eintritt, aufgetragen wird oder die Dehnung, die man nach der Relaxation mißt, erhält man unterschiedliche Elastizitätsmodule, wie Abb. 1.6b veranschaulicht.



1.3.2. Modellierung anelastischen Verhaltens⁹

Um dieses Verhalten zu modellieren, stehen als mechanische Komponenten eine ideale Feder mit dem Elastizitätsmodul E und ein Kolben in einer idealen viskosen Flüssigkeit der Viskosität η (Newtonsche Dämpfungseinheit) zur Verfügung. Für die Feder bzw. für die Dämpfungseinheit gilt:

$$\begin{aligned}\sigma &= E \epsilon \\ \sigma &= \eta \dot{\epsilon}\end{aligned}\tag{1.8}$$

Diese Komponenten können entweder in Reihe oder parallel kombiniert werden. Es gilt für die Parallelschaltung der Komponenten 1 und 2

$$\begin{aligned}\epsilon_{ges} &= \epsilon_1 = \epsilon_2 \\ \sigma_{ges} &= \sigma_1 + \sigma_2\end{aligned}\tag{1.9}$$

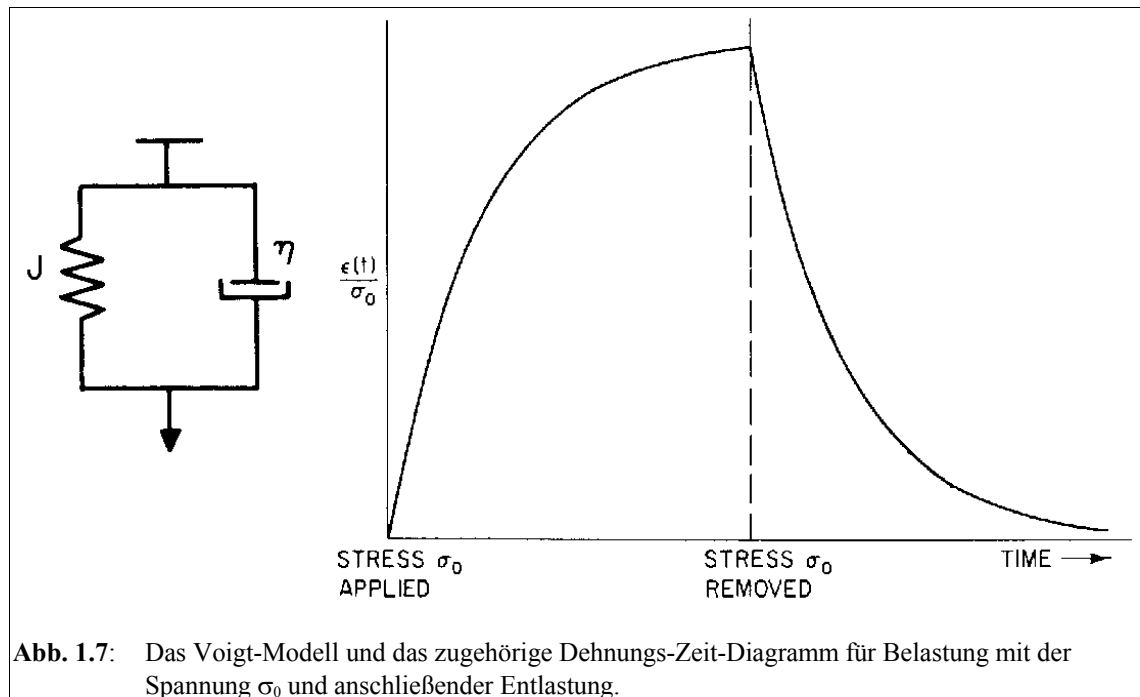
und für die Reihenschaltung

$$\begin{aligned}\epsilon_{ges} &= \epsilon_1 + \epsilon_2 \\ \sigma_{ges} &= \sigma_1 = \sigma_2\end{aligned}\tag{1.10}$$

1.3.2.1 Voigt-Modell

Beim Voigt-Modell (Abb. 1.7) sind die Feder und die Dämpfungseinheit parallel geschaltet. Zur Zeit $t=0$ werde nun die Spannung σ_0 angelegt. Da die Dehnung der beiden Bauteile gleich sein muß, die Dämpfungseinheit aber nicht instantan gedehnt werden kann, ist die Dehnung der gesamten Anordnung zur Zeit $t=0$ null. Die Dehnung steigt erst allmählich an und mündet in die durch die Feder gegebene Sättigungsdehnung σ_0/J . Bei Entspannung geht die Dehnung wegen der Dämpfungseinheit ebenfalls nicht sofort gegen null, sondern nähert sich dieser asymptotisch an, getrieben durch die Feder.

⁹ Vgl. hierzu: Nowick/Berry, Relaxation, 41-63; Haasen, Metallkunde, 26-28; Borg/Dienes, Introduction, 266-268.



Aus (1.8) folgt nämlich:

$$\begin{aligned}\sigma_1 &= \frac{1}{J} \epsilon_1 \\ \sigma_2 &= \eta \dot{\epsilon}_2\end{aligned}\quad (1.11)$$

Mit (1.9) erhält man daraus die Differentialgleichung:

$$\epsilon(t) = J \sigma(t) - \eta J \dot{\epsilon}(t) \quad (1.12)$$

Die Randbedingung plötzlicher Belastung mit σ_0 zur Zeit $t=0$ führt für $t > 0$ zu folgender Lösung der Differentialgleichung (1.12):

$$\epsilon(t) = J \sigma_0 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\eta J}\right)\right) \quad (1.13)$$

Wird dagegen die Einheit um ϵ_0 gedehnt und die Spannung zur Zeit $t=0$ wieder aufgehoben, ergibt sich für $t > 0$:

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 \exp\left(-\frac{t}{\eta J}\right) \quad (1.14)$$

Eine plötzliche Dehnung ist dagegen nicht möglich, da die Dämpfung ungleich null ist. Da ein realer anelastischer Körper immer auch elastisches Verhalten zeigt, d. h. ein Teil der Dehnung instantan auftritt, genügt dieses Modell nicht.

1.3.2.2 Maxwell-Modell

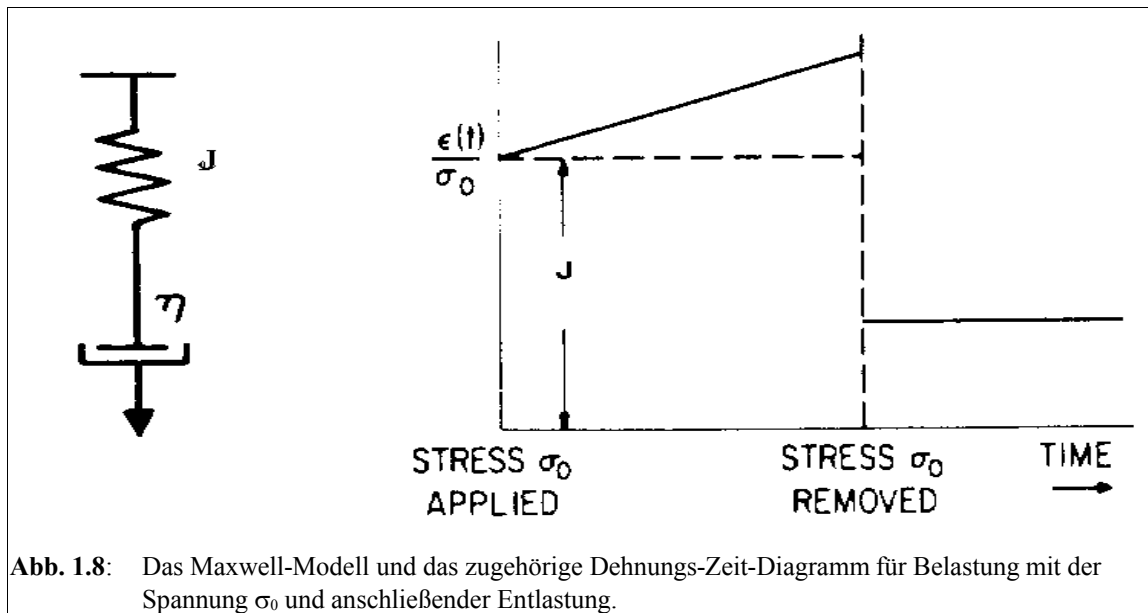


Abb. 1.8: Das Maxwell-Modell und das zugehörige Dehnungs-Zeit-Diagramm für Belastung mit der Spannung σ_0 und anschließender Entlastung.

Beim Maxwell-Modell (Abb. 1.8) werden die Feder und die Dämpfungseinheit in Reihe geschaltet. Da sowohl auf die Feder als auch auf die Dämpfungseinheit stets die angelegte Spannung wirkt, dehnt sich die Feder instantan um $\sigma_0 J$, die Dämpfungseinheit dagegen dehnt sich mit der konstanten Geschwindigkeit $\frac{\sigma_0}{\eta}$. Das Gesamtsystem dehnt sich also zunächst instantan um $\sigma_0 J$, dann wächst die Dehnung mit der Geschwindigkeit $\frac{\sigma_0}{\eta}$ linear weiter, solange die Spannung aufrechterhalten wird. Wird die Spannung aufgehoben, geht die Dehnung der Feder auf null zurück, die der Dämpfungseinheit bleibt weiter bestehen.

Aus (1.8) folgt wiederum:

$$\begin{aligned}\dot{\epsilon}_1 &= J \dot{\sigma}_1 \\ \dot{\epsilon}_2 &= \frac{1}{\eta} \sigma_2\end{aligned}\tag{1.15}$$

Mit (1.10) erhält man die Differentialgleichung:

$$\dot{\epsilon} = J \dot{\sigma} + \frac{\sigma}{\eta}\tag{1.16}$$

Plötzliches Anlegen der Spannung σ_0 zur Zeit $t=0$ ergibt für $t > 0$:

$$\epsilon(t) = J \sigma_0 + \frac{\sigma_0}{\eta} t \quad (1.17)$$

Ist jedoch die Einheit bereits um ϵ_0 gedehnt und wird die Spannung σ_0 zur Zeit $t=0$ aufgehoben, ergibt sich für $t > 0$:

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 - \sigma_0 J \quad (1.18)$$

Bei plötzlicher Dehnung um ϵ_0 zur Zeit $t=0$ dagegen gilt für die Spannung für $t > 0$:

$$\sigma(t) = \frac{\epsilon_0}{J} \exp\left(-\frac{t}{\eta J}\right) \quad (1.19)$$

Da die Dehnung eines anelastischen Körpers bei konstanter Spannung in die Sättigung mündet, außerdem reversibel ist und jeder Dehnung nach der Relaxation eine bestimmte Spannung entspricht, genügt dieses Modell ebenfalls nicht.

1.3.2.3 Drei-Parameter-Modell (anelastischer Standard-Festkörper)

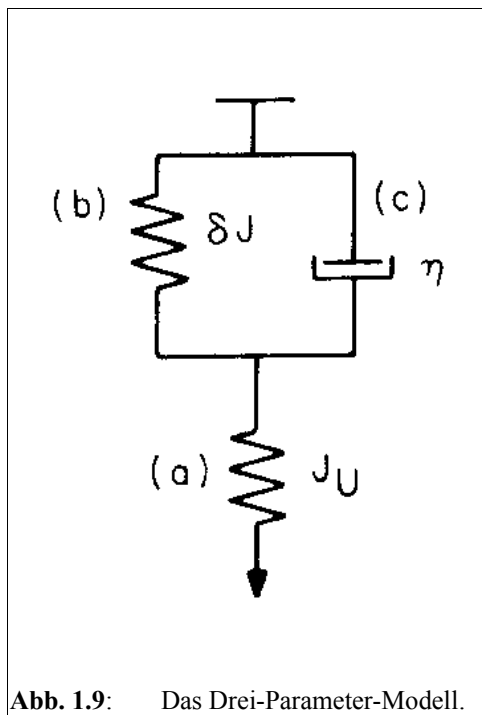


Abb. 1.9: Das Drei-Parameter-Modell.

Das Voigt-Modell zeigt das Kriechen bzw. die elastische Nachwirkung, wie es für einen anelastischen Körper erwartet wird. Aus dem Maxwell-Modell haben wir gelernt, daß eine in Reihe angebrachte Feder den elastischen Anteil des Verhaltens wiedergibt. Kombiniert man beides, d. h. schalten wir zur Voigt-Einheit, bestehend aus einer Feder mit dem Elastizitätskoeffizienten $\delta J = J_r - J_u$ und einer Dämpfungseinheit mit der Viskosität η , eine Feder mit dem Elastizitätskoeffizienten J_u in Reihe, erhalten wir das Drei-Parameter-Modell für den anelastischen Standard-Festkörper. Das gleiche Ergebnis würde durch die Parallelschaltung einer Feder und einer Maxwell-Einheit erzielt werden.¹⁰ Das Drei-Parameter-Modell nach Abb. 1.9 soll im

folgenden mathematisch näher betrachtet werden.

Es gilt nach (1.9) und (1.10) für die Spannungen:

$$\sigma = \sigma_a = \sigma_b + \sigma_c \quad (1.20)$$

und für die Dehnungen:

$$\begin{aligned} \epsilon &= \epsilon_a + \epsilon_b \\ \epsilon_b &= \epsilon_c \end{aligned} \quad (1.21)$$

Außerdem gelten nach (1.8) folgende Beziehungen zwischen den Dehnungen und Spannungen:

$$\begin{aligned} \epsilon_a &= J_u \sigma_a \\ \epsilon_b &= (J_r - J_u) \sigma_b \\ \dot{\epsilon}_c &= \frac{\sigma_c}{\eta} \end{aligned} \quad (1.22)$$

Durch Eliminierung der Hilfsgrößen erhält man die Standardgleichung für den anelastischen Festkörper:

¹⁰ Nowick/Berry, Relaxation, 50-52.

$$J_r \sigma + \eta J_u (J_r - J_u) \dot{\sigma} = \epsilon + \eta (J_r - J_u) \dot{\epsilon} \quad (1.23)$$

Durch die Substitution

$$\begin{aligned} \tau_1 &= \frac{J_u}{J_r} \eta (J_r - J_u) \\ \tau_2 &= \eta (J_r - J_u) \end{aligned} \quad (1.24)$$

erhalten wir:

$$\sigma + \tau_1 \dot{\sigma} = \frac{1}{J_r} (\epsilon + \tau_2 \dot{\epsilon}) \quad (1.25)$$

Um die Bedeutung der beiden Zeitkonstanten τ_1 und τ_2 zu erhellen, sind folgende Gedankenexperimente hilfreich:

(a) Plötzliche Dehnung um ϵ_0 zur Zeit $t = 0$:

Unmittelbar auf die Dehnung um ϵ_0 kann nur Feder (a) reagieren; an ihr liegt dann die Spannung $\frac{\epsilon_0}{J_u}$ an. Im Laufe der Zeit dehnen sich auch die Dämpfungseinheit und die Feder (b). Im Gleichgewichtszustand, d. h. wenn sich keine der drei Einheiten mehr dehnt, liegt die gesamte Spannung an den beiden Federn an. Die Gesamtnachgiebigkeit der Einheit ist dann $J_u + \delta J = J_r$, die Spannung ist also $\frac{\epsilon_0}{J_r}$. Durch Lösen der Differentialgleichung (1.23) unter den hier gegebenen Randbedingungen erhält man:

$$\sigma(t) = \left(\frac{1}{J_r} - \frac{1}{J_u} \right) \epsilon_0 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) \right) + \frac{\epsilon_0}{J_u} \quad (1.26)$$

Diese Funktion ist in Abb. 1.10 geplottet.

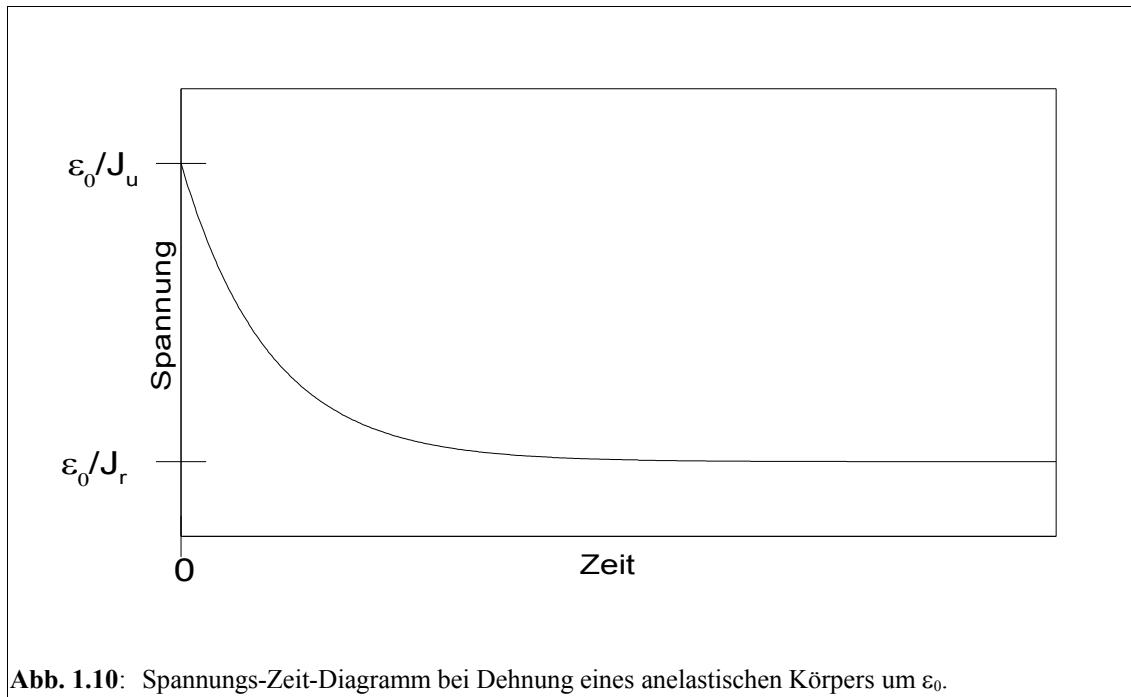


Abb. 1.10: Spannungs-Zeit-Diagramm bei Dehnung eines anelastischen Körpers um ε_0 .

(b) Plötzliches Aufbringen der Spannung σ_0 zur Zeit $t = 0$:

Unmittelbar nach Anlegen der Spannung σ_0 ist nur Feder (a) gedehnt, die Gesamtdehnung beträgt somit $\sigma_0 J_u$, die Einheit reagiert also mit der unrelaxierten Nachgiebigkeit J_u . Ist der Gleichgewichtszustand erreicht, wirkt auf die Dämpfungseinheit keine Spannung mehr, d. h. an Feder (b) liegt die Spannung σ_0 an, die Feder ist somit um $\sigma_0 \delta J$ gedehnt, die Gesamtdehnung beträgt damit $\sigma_0 J_r$, die Einheit weist also die relaxierte Nachgiebigkeit J_r auf (vgl. Abb. 1.6b). Lösen der Differentialgleichung (1.23) ergibt:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 (J_r - J_u) \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right) + \sigma_0 J_u \quad (1.27)$$

Abb. 1.11 veranschaulicht das Verhalten eines anelastischen Körpers: Bei plötzlichem Anlegen einer Spannung beobachtet man das sog. Kriechen, d. h. die Dehnung des Körpers nimmt weiter zu, obwohl die Spannung konstant bleibt. Ähnlich beobachtet man bei plötzlicher Aufhebung der Spannung die elastische Nachwirkung, d. h. die Dehnung des Körpers geht nicht sofort auf null zurück (vgl. Kap. 2.2).

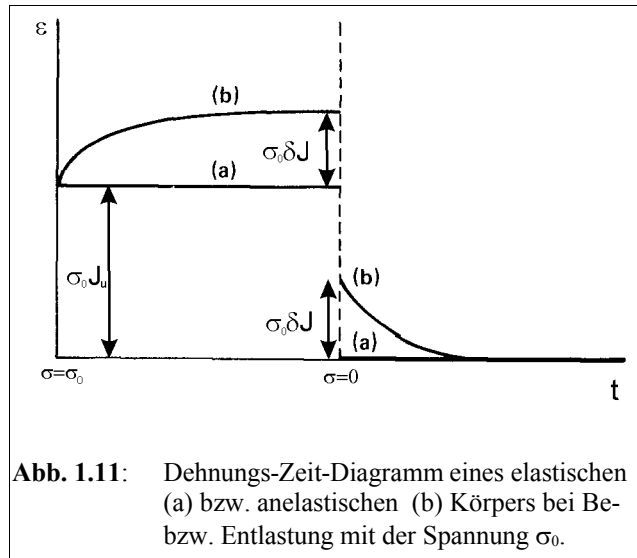


Abb. 1.11: Dehnungs-Zeit-Diagramm eines elastischen (a) bzw. anelastischen (b) Körpers bei Be- bzw. Entlastung mit der Spannung σ_0 .

(c) Zyklische Beanspruchung

Im Experiment wird häufig eine zyklische Spannung

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp(i\omega t) \quad (1.28)$$

mit der Schwingungsdauer $S = \frac{2\pi}{\omega}$ an die Probe angelegt. Für die Dehnung erhält man dann nach (1.25):

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \exp(i(\omega t - \varphi)) \quad (1.29)$$

wobei

$$\tan(\varphi) = \frac{\omega(\tau_2 - \tau_1)}{1 + \omega^2 \tau_1 \tau_2} \equiv B \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad (1.30)$$

mit

$$\begin{aligned} \tau &= \sqrt{\tau_1 \tau_2} \\ B &= \frac{\tau_2 - \tau_1}{\tau} \end{aligned} \quad (1.31)$$

Betrachtet man das Abklingen einer Schwingung, gilt für das Verhältnis der Amplituden A zweier aufeinanderfolgender Schwingungen:

$$\frac{A(t+S)}{A(t)} = \exp(-\delta S) \equiv \exp(-\vartheta) \quad (1.32)$$

mit der Abklingkonstanten δ und dem logarithmischen Dekrement ϑ . Da die in der Schwingung gespeicherte Energie $E(t)$ proportional zum Amplitudenquadrat ist, gilt:

$$E(t) = E_0 \exp(-2\delta t) \quad (1.33)$$

Für das Verhältnis Q aus dem Energieverlust während eines Schwingungsdurchlaufs und der maximalen Energie während dieses Durchgangs gilt dann:

$$Q = \frac{E(t) - E(t+S)}{E(t)} = 1 - \exp(-2\delta S) \approx 2\delta S = 2\vartheta \quad (1.34)$$

Andererseits können wir die Energie, die zur Zeit t_0 im System gespeichert ist, für unseren Fall wie folgt berechnen:

$$E(t_0) = \int_0^{t_0} \sigma(t) d\varepsilon = \int_0^{t_0} \sigma(t) \frac{d\varepsilon}{dt}(t) dt = \int_0^{t_0} \sigma_0 \varepsilon_0 \sin(\omega t) \cos(\omega t - \varphi) dt \quad (1.35)$$

Diese Funktion ist in Abb. 1.12 geplottet. Ihre Maxima und Minima ermittelt man, indem man den Integranden gleich null setzt:

$$\begin{aligned} t_{\min} &= S \frac{n}{2} \\ t_{\max} &= \left(\frac{2n-1}{2} \pi + \varphi \right) \frac{S}{2\pi} \approx \frac{2n-1}{4} S \end{aligned} \quad (1.36)$$

mit der Näherung $\frac{2n-1}{2} \pi + \varphi \approx \frac{2n-1}{2} \pi$ für $\varphi \ll 1$.

Die vom System während der Schwingungsdauer S aufgenommene Energie E_{\min} und die maximale im System gespeicherte Energie E_{\max} ist:

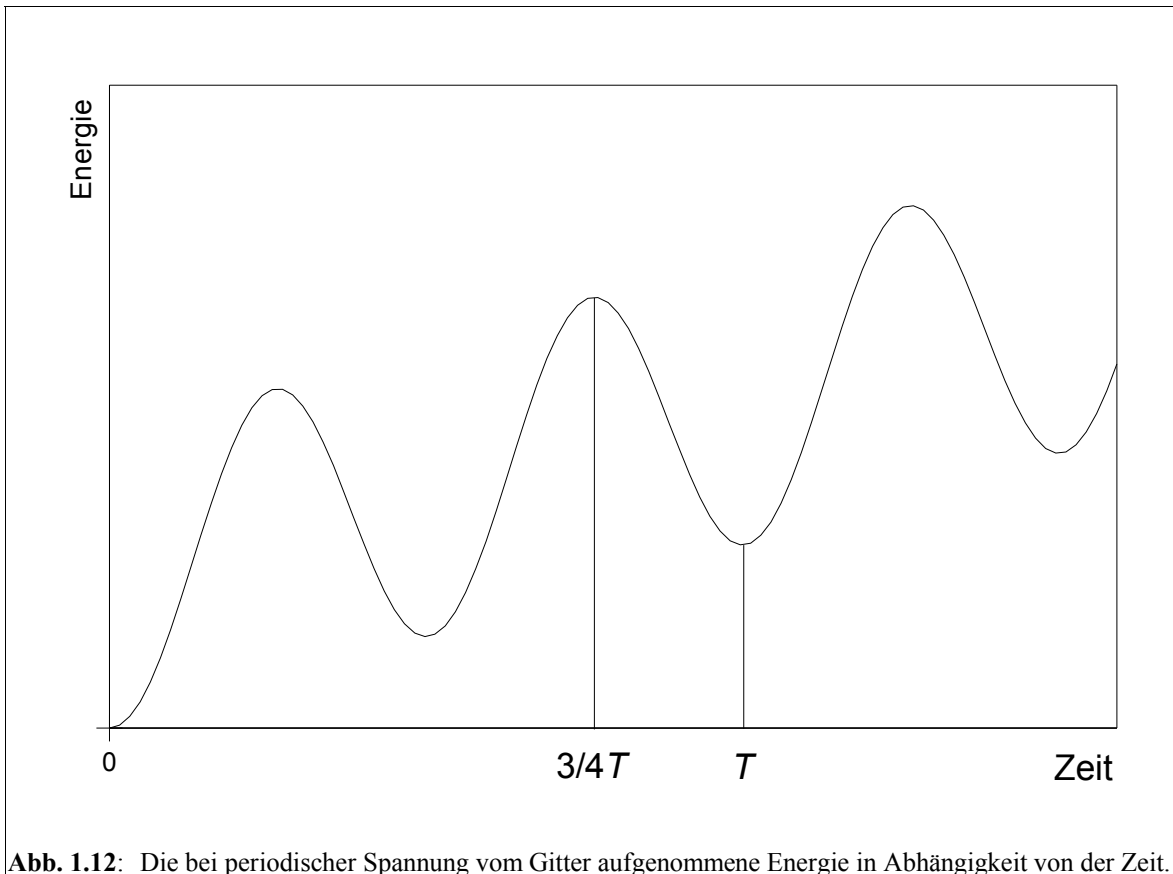


Abb. 1.12: Die bei periodischer Spannung vom Gitter aufgenommene Energie in Abhängigkeit von der Zeit.

$$\begin{aligned}
 E_{\min} &= E(t = S) = \sigma_0 \varepsilon_0 \sin(\varphi) \frac{S}{2} \\
 E_{\max} &= E\left(t = \frac{3}{4} S\right) = \sigma_0 \varepsilon_0 \cos(\varphi) \frac{S}{4\pi} + \sin(\varphi) \frac{3}{8} S \approx \sigma_0 \varepsilon_0 \cos(\varphi) \frac{S}{4\pi}
 \end{aligned} \tag{1.37}$$

($\sin(\varphi)$) kann vernachlässigt werden, da $\varphi \ll 1$). Somit gilt für Q :

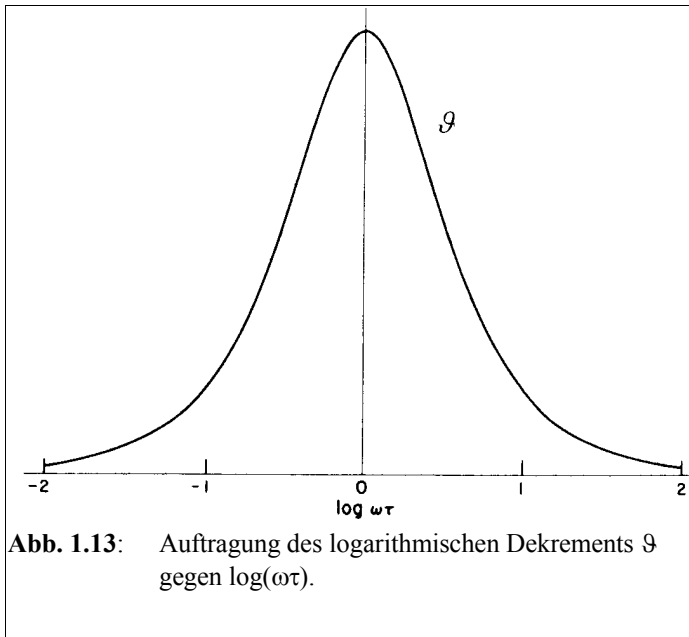
$$Q = \frac{E_{\min}}{E_{\max}} = 2\pi \tan(\varphi) \tag{1.38}$$

Aus (1.38), (1.34) und (1.30) folgt für das logarithmische Dekrement ϑ :

$$\vartheta = \pi \tan(\varphi) \equiv 2\vartheta_0 \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \tag{1.39}$$

mit

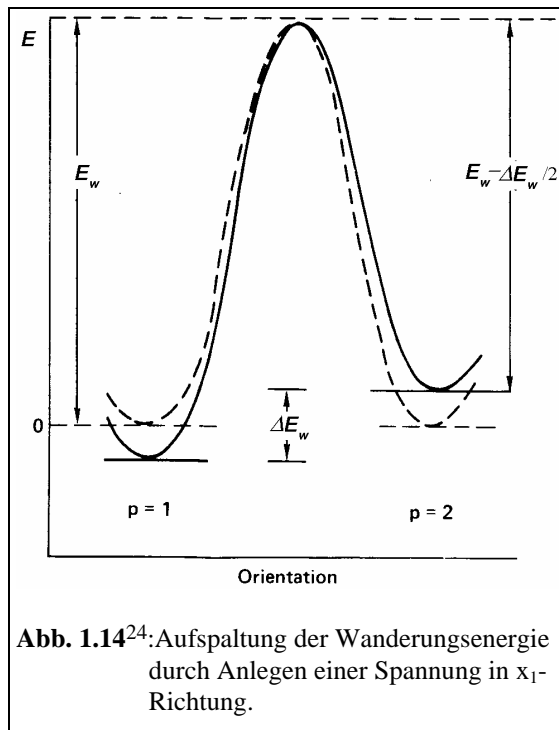
$$\vartheta_0 = \frac{\pi}{2\sqrt{\tau_1\tau_2}} (\tau_2 - \tau_1) \tag{1.40}$$



Da $\vartheta_0 \ll 1$ ist, gilt $\tau_1 \approx \tau$ und $\tau_2 \approx \tau$. Für kleine Dämpfungen muß also nicht mehr zwischen τ_1 und τ_2 unterschieden werden, sondern es genügt, τ als gemeinsame Relaxationszeit anzusehen.

Abb. 1.13 zeigt die Funktion $\vartheta(\tau)$. Sie nimmt ihr Maximum ϑ_0 für $\omega\tau = 1$ an.

1.4. Kinetik der Punkt-Defekt-Relaxation für die Oktaederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter²³



Anelastisches Verhalten kann entweder durch lang- oder kurzreichweitige Atombewegungen hervorgerufen werden. Daneben gibt es auch andere Relaxationen (z. B. elektronische oder magnetische), die jedoch immer an Bewegungen von Atomen im Gitter ankoppeln müssen.²⁵ Der Gorsky-Effekt²⁶ beruht auf langreichweitiger Diffusion von Wasserstoff in Spannungsfeldern. Ein Beispiel eines durch kurzreichweitige Diffusion hervorgerufenen Verhaltens ist der Snoek-Effekt. Er tritt bei kubisch-raumzentrierten Metallen auf und wird durch interstitiell eingelagerte Atome (z. B.: Kohlenstoff oder Stickstoff) hervorgerufen. Wir betrachten speziell

Kohlenstoff in α -Eisen. Ein weiteres Beispiel ist die Zener-Relaxation²⁷, welche eine Eigenschaft aller substitutioneller fester Lösungen ist.

Wir haben bereits gesehen, daß die Oktaederlücken, in denen die C-Atome eingelagert sind, anisotrop sind. Wird nun eine Spannung etwa in [100]-Richtung aufgebracht, bewirkt dies die Aufspaltung der Wanderungsenergien zwischen den C-Atomen auf Zwischengitterplätzen mit tetragonaler Symmetrieachse in [100]-Richtung und Symmetrieachse in [010]- bzw. [001]-Richtung um ΔE_w (Abb. 1.14). Anschaulich bedeutet das, daß Atome, die von einem 1-Platz auf einen 2- bzw. 3-Platz springen, eine größere Energieschwelle überwinden müssen als in die umgekehrte Richtung springende Atome.

²³ Vgl. hierzu: Nowick/Berry, Relaxation, 205-207; Haasen, Metallkunde, 148f.; Borg/Dienes, Introduction, 269-273.

²⁴ Borg/Dienes, Introduction, 272.

²⁵ Vgl.: Snoek, Effekt, 712. Viele Meßdaten für Eisen-Kohlenstoff wurden aus der magnetischen Relaxation ermittelt.

²⁶ Siehe Borg/Dienes, Introduction, 268f.

²⁷ Siehe Nowick/Berry, Relaxation, 248-283.

1.4.1. Mathematische Betrachtung

Liegt eine Spannung in x_1 -Richtung an, gilt nach (1.2) für die Rate v_{ij} der Atome, die von i - nach j -Plätzen springen:

$$v_{12} = v_{13} = 2\Gamma_0 \exp\left(-\frac{E_w + \frac{\Delta E_w}{2}}{kT}\right) = 2\Gamma \exp\left(-\frac{\Delta E_w}{2kT}\right) \approx 2\Gamma \left(1 - \frac{\Delta E_w}{2kT}\right)$$

$$v_{21} = v_{31} = 2\Gamma_0 \exp\left(-\frac{E_w - \frac{\Delta E_w}{2}}{kT}\right) = 2\Gamma \exp\left(\frac{\Delta E_w}{2kT}\right) \approx 2\Gamma \left(1 + \frac{\Delta E_w}{2kT}\right)$$
(1.41)

mit der Näherung $\exp\left(\pm \frac{\Delta E_w}{2kT}\right) \approx 1 \pm \frac{\Delta E_w}{2kT}$ für $\frac{\Delta E_w}{kT} \ll 1$. Der Faktor 2 rührt daher, daß

zwei Sprungmöglichkeiten von einem i - zu einem j -Platz bestehen (vgl. Abb. 1.2b).

Ist X_i die Zahl der C-Atome auf i -Plätzen und X_0 die Gesamtzahl der C-Atome, gilt

$X_2 = X_3 = \frac{1}{2}(X_0 - X_1)$. Für die Änderung der Anzahl der C-Atome auf 1-Plätzen erhält

man damit:

$$\frac{dX_1}{dt} = -X_1(v_{12} + v_{13}) + X_2 v_{21} + X_3 v_{31}$$

$$\frac{dX_1}{dt} = -4\Gamma X_1 \left(1 - \frac{\Delta E_w}{2kT}\right) + 2\Gamma (X_0 - X_1) \left(1 + \frac{\Delta E_w}{2kT}\right)$$

$$\frac{dX_1}{dt} = -6\Gamma X_1 + 2\Gamma X_0 + 2\Gamma (X_1 + X_0) \frac{\Delta E_w}{2kT}$$
(1.42)

Benutzt man die Näherung $X_0 + X_1 \approx \frac{4}{3} X_0$, so erhält man

$$\frac{dX_1}{dt} = -6\Gamma X_1 + \Gamma X_0 \left(2 + \frac{4\Delta E_w}{3kT}\right)$$
(1.43)

Damit ergibt sich

$$X_1(t) = \frac{1}{6} X_0 \left(2 + \frac{4\Delta E_w}{3kT}\right) (1 - \exp(-6\Gamma t)) \equiv X_1^0 \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right)$$
(1.44)

wobei X_1^0 die Anzahl der C-Atome auf 1-Plätzen nach Anlegen einer bestimmten Spannung ist, die sich im Gleichgewicht einstellt und τ die Relaxationszeit, für die gilt:

$$\tau = \frac{1}{6\Gamma} \quad (1.45)$$

1.4.2. Anschauliche Deutung

In einem Körper mit interstitiell in ein kubisch-raumzentriertes Gitter eingelagerten Atomen, auf den keine Spannung wirkt, sind die 1-, 2- und 3-Plätze gleich häufig besetzt. Wird der Körper um ε_0 in x_1 -Richtung gedehnt, liegt zunächst die zugehörige elastische Spannung σ_0 an. Nun stellt sich ein neues Gleichgewicht in der Verteilung der 1-, 2- und 3-Plätze ein: die 1-Plätze sind nun häufiger besetzt als die beiden anderen. Dies bedeutet, daß das Gitter in x_1 -Richtung stärker gedehnt wird als zuvor, die äußere Spannung relaxiert also auf einen niedrigeren Wert.

Wirkt dagegen eine konstante äußere Spannung σ_0 in x_1 -Richtung auf den ungedehnten Körper, stellt sich instantan die zugehörige elastische Dehnung ε_0 ein. Das hat wieder zur Folge, daß im neuen Gleichgewicht mehr 1- als 2- und 3-Plätze besetzt sind. Der Körper wird also zusätzlich in x_1 -Richtung gedehnt, die Dehnung relaxiert auf einen höheren Wert.

Bei Anlegen einer periodischen Spannung niedriger Frequenz (im Vergleich zur Sprungfrequenz der interstitiell eingelagerten Atome) in x_1 -Richtung reagiert das Material mit dem relaxierten Elastizitätsmodul, da die Fremdatome stets der Belastung folgen können, also die Anzahl der besetzten 1-Plätze stets dem Gleichgewichtszustand entspricht. Somit findet praktisch keine Dämpfung statt. Bei hohen Frequenzen können die C-Atome der Belastung nicht folgen, d. h. die Anzahl der C-Atome auf 1-Plätzen bleibt gleich, die Probe reagiert deshalb mit dem unrelaxierten Elastizitätsmodul. Auch in diesem Fall ist die Schwingung praktisch ungedämpft. Beim Übergang zwischen diesen beiden Fällen hinkt die Besetzung der 1-Plätze stets dem Gleichgewichtszustand hinterher, es stellt sich das Dämpfungsmaximum ein.

1.5. Der Snoek-Effekt

1.5.1. Mathematische Betrachtung

Aus (1.39) und Abb. 1.13 ist ersichtlich, daß das logarithmische Dekrement \mathcal{D} , das beim Abklingen einer freien Schwingung der Frequenz ω beobachtet wird, dann maximal wird, wenn gilt:

$$\omega\tau = 1 \quad (1.46)$$

Da die Frequenz ω nicht einfach variiert werden kann, wird häufig die Relaxationszeit τ variiert, indem die Probe geheizt wird. Nach (1.45) und (1.2) gilt:

$$\tau(T) = \frac{1}{6\Gamma} = \frac{1}{6\Gamma_0} \exp\left(\frac{E_w}{kT}\right) \quad (1.47)$$

Wird das logarithmische Dekrement über der Temperatur aufgetragen, kann die Temperatur T_{\max} ermittelt werden, bei der die Dämpfung maximal ist, und aus der Frequenz ω kann $\tau(T_{\max})$ bestimmt werden:

$$\tau(T_{\max}) \equiv \tau_0 = \frac{1}{\omega} \quad (1.48)$$

Aus (1.5), (1.45) und (1.48) erhalten wir dann:

$$D(T_{\max}) = \frac{a^2}{36} \frac{1}{\tau(T_{\max})} = \frac{a^2}{36} \omega \quad (1.49)$$

Führt man zwei Messungen mit unterschiedlichen Schwingungsfrequenzen $\omega_{1,2}$ und daraus resultierenden Temperaturen $T_{\max 1, \max 2}$ durch, so kann aus (1.6) die Wanderungsenergie E_w und D_0 bestimmt werden:

$$E_w = \ln\left(\frac{D_1}{D_2}\right) k \frac{T_{\max 1} T_{\max 2}}{T_{\max 1} - T_{\max 2}} \quad (1.50)$$

$$D_0 = D_2 \exp\left(\ln\left(\frac{D_1}{D_2}\right) \frac{T_{\max 1}}{T_{\max 1} - T_{\max 2}}\right)$$

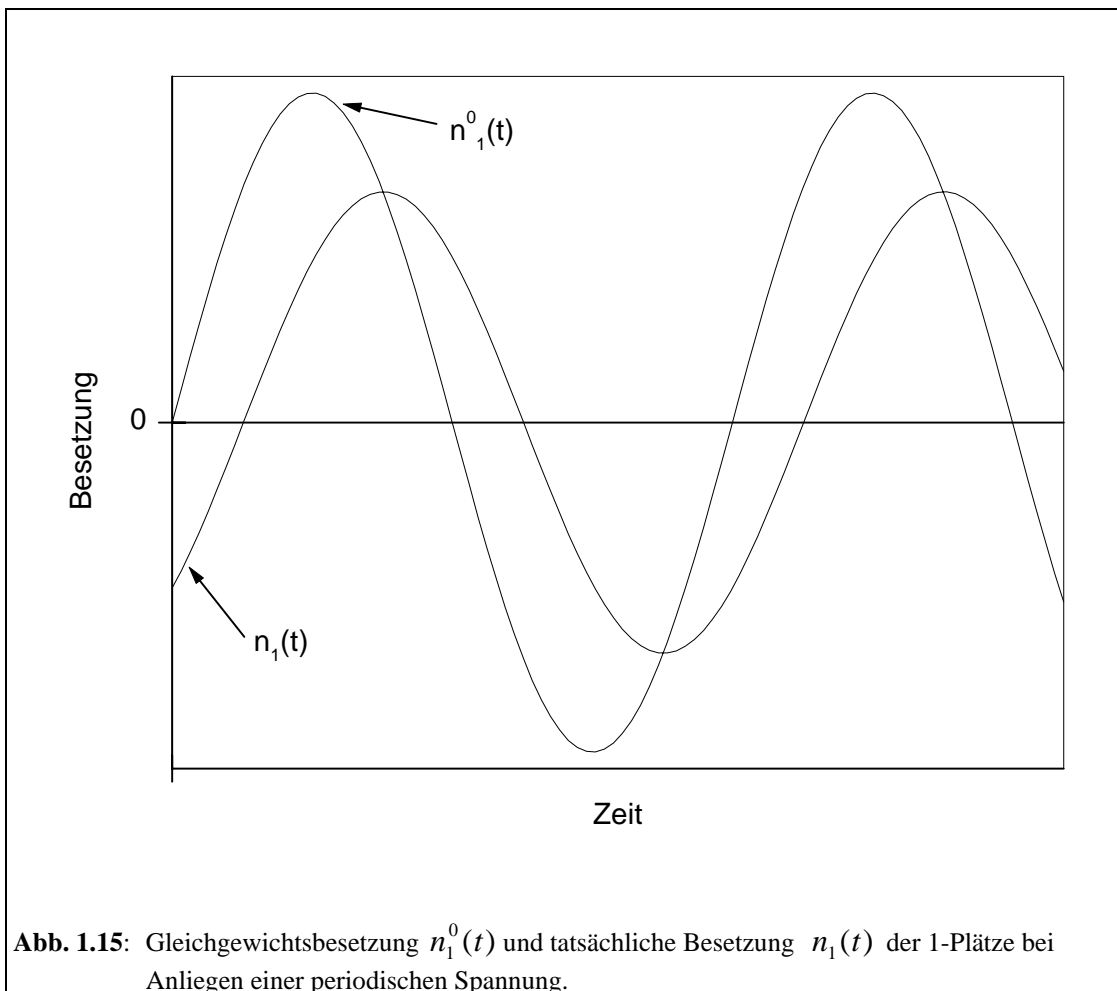
Mittels (1.48) kann aus (1.47) Γ_0 eliminiert werden:

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right) \quad (1.51)$$

Benutzt man (1.39), (1.48) und (1.51), erhält man für das logarithmische Dekrement folgenden funktionalen Zusammenhang:

$$\mathcal{g}(T) = 2\mathcal{g}_0 \frac{\omega \tau_0 \exp\left(\frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)}{1 + \omega^2 \tau_0^2 \exp\left(2 \frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)} = 2\mathcal{g}_0 \frac{\exp\left(\frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)}{1 + \exp\left(2 \frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)} \quad (1.52)$$

1.5.2. Anschauliche Deutung



Wirkt auf eine Probe eine sinusförmige Spannung in x_1 -Richtung, ist die Gleichgewichtsbesetzung der 1-Plätze $n_1^0(t)$ ebenso wie die Änderung der

Wanderungsenergie $\Delta E_w(t)$ sinusförmig. Da die C-Atome eine mittlere Verweildauer $\bar{\tau}(T)$ auf ihren Plätzen haben, hinkt die tatsächliche Besetzung $n_1(t)$ um φ hinterher, außerdem erreicht sie nicht mehr das Maximum von $n_1^0(t)$ (Abb. 1.15).

Betrachtet man nun einen Sprung eines C-Atoms von einem 2- auf einen 1-Platz, dann gibt das C-Atom nach Abb. 1.14 die Energie ΔE_w an das Gitter ab, während es bei einem Sprung in die umgekehrte Richtung die Energie ΔE_w aufnimmt. Im Gleichgewichtszustand führen jedoch ebensoviele Sprünge von 2- nach 1-Plätzen wie umgekehrt, also ist die Gesamtenergieaufnahme des Gitters null. Im Nichtgleichgewichtszustand dagegen ist für die Energieaufnahme des Gitters die Änderung der Anzahl der Atome auf 1-Plätzen $\frac{dn_1}{dt}(t)$ verantwortlich. Für die Energie, die das Gitter in der Zeit t aufnimmt, gilt dann:

$$E_{\text{Gitter}} = \int_0^t \Delta E(t') \frac{dn_1}{dt'}(t') dt' \quad (1.53)$$

Da wir hier nur qualitative Betrachtungen durchführen wollen, genügt es, das Integral graphisch zu lösen (zur exakten Lösung vgl. Kap. 1.3.2.3). Hierzu unterscheiden wir drei Fälle:

(a) $\omega \gg \frac{1}{\tau}$

In diesem Fall erfolgt die Änderung der Spannung so rasch, daß die C-Atome viel zu träge sind, um auf die Änderung der Wanderungsenergie zu reagieren, d. h. $\frac{dn_1}{dt}(t)$ verschwindet (nahezu) und damit verschwindet auch die vom Gitter aufgenommene Energie. Dies ist bei tiefen Temperaturen der Fall.

$$(b) \omega \ll \frac{1}{\tau}$$

Ist die Schwingungsdauer der äußeren Schwingung deutlich größer als die mittlere Verweildauer der C-Atome, werden praktisch nur Gleichgewichtszustände durchlaufen, d. h. das Gitter nimmt ebenfalls keine Energie auf. Im Versuch wird dieser Fall durch hohe Temperaturen realisiert.

$$(c) \omega \approx \frac{1}{\tau}$$

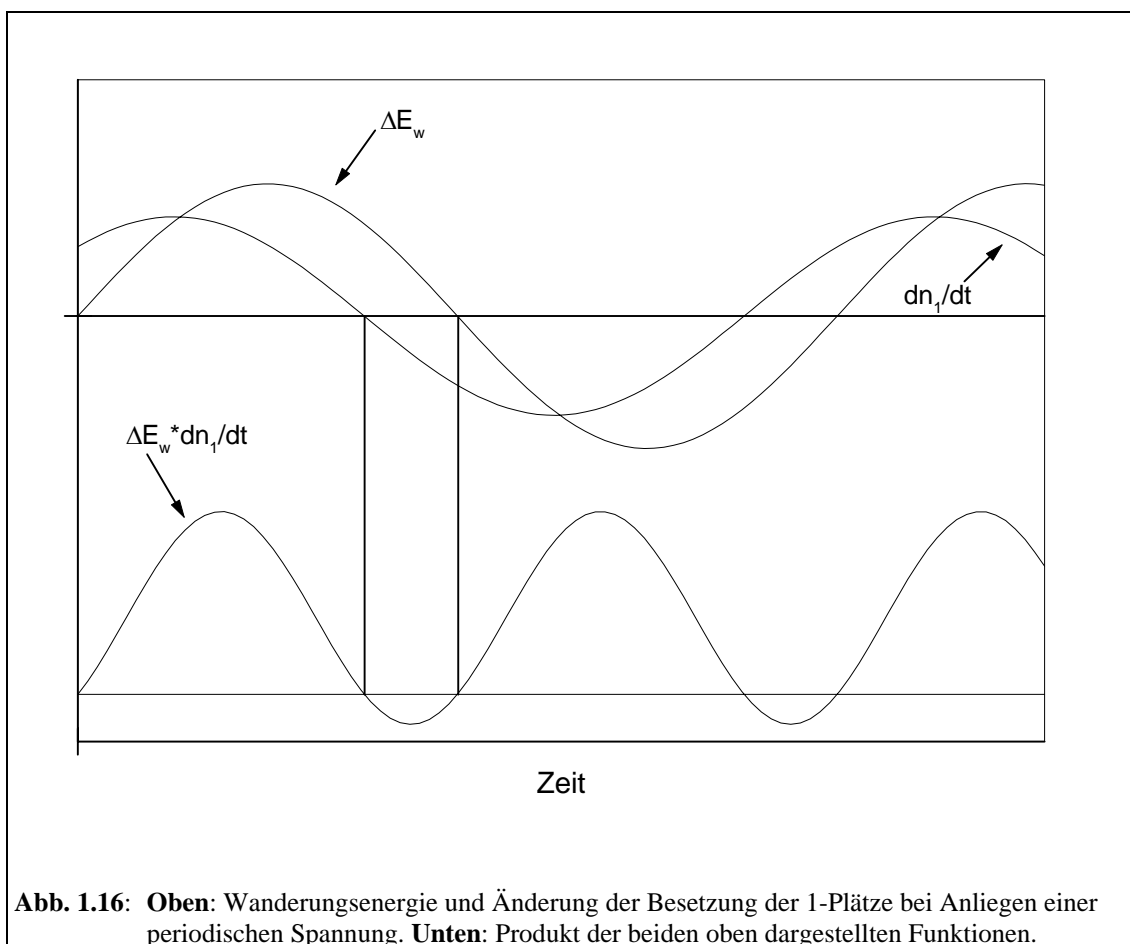


Abb. 1.16: Oben: Wanderungsenergie und Änderung der Besetzung der 1-Plätze bei Anliegen einer periodischen Spannung. Unten: Produkt der beiden oben dargestellten Funktionen.

Aus Abb. 1.16 ist ersichtlich, daß für $\omega \approx \frac{1}{\tau}$ die Funktion $\Delta E(t) \frac{dn_1}{dt}(t)$ nicht symmetrisch zur t -Achse ist, d. h. die vom Gitter aufgenommene Energie E_{Gitter} nach (1.53) verschwindet nicht. Das Gitter nimmt in diesem Fall irreversibel Energie auf, die Dämpfung der Schwingung ist also deutlich größer als in den beiden anderen Fällen.

1.5.3. Änderung der Resonanzfrequenz (Kramer-Kronig-Relation)²⁸

Anstelle der Änderung des logarithmischen Dekrements könnte auch die Änderung der Resonanzfrequenz

$$f = \frac{\omega}{2\pi} = \frac{1}{S} \quad (1.54)$$

mit der Relaxationszeit (und damit mit der Temperatur) beobachtet werden, da gilt:

$$f \propto \sqrt{\frac{1}{J}} \quad (1.55)$$

Anschaulich wird dies klar, wenn man sich überlegt, was für tiefe bzw. hohe Temperaturen gilt:

(a) $\omega \gg \frac{1}{\tau}$

Im Fall tiefer Temperaturen ist der Elastizitätskoeffizient durch J_u gegeben, da die mittlere Verweildauer der C-Atome so groß ist, daß sie der von außen angelegten Schwingung praktisch nicht folgen können und damit (nahezu) keine Zeit für die Relaxation bleibt. Folglich gilt für die Schwingungsdauer:

$$S_a \propto \sqrt{J_u} \quad (1.56)$$

(b) $\omega \ll \frac{1}{\tau}$

Bei hohen Temperaturen können die C-Atome der Schwingung stets folgen, es wird daher stets der relaxierte Zustand erreicht, d. h. der Elastizitätskoeffizient ist durch J_r gegeben. Der Elastizitätskoeffizient hat sich damit im Vergleich zu a) um δJ erhöht. Damit gilt für die Schwingungsdauer:

$$S_b \propto \sqrt{J_r} = \sqrt{J_u + \delta J} = \sqrt{J_u} \sqrt{1 + \frac{\delta J}{J_u}} \approx \sqrt{J_u} \left(1 + \frac{\delta J}{2J_u}\right) \quad (1.57)$$

²⁸ Haider, Materialphysik, 121.

Dabei wurde die Näherung $\sqrt{1 + \frac{\delta J}{J_u}} \approx 1 + \frac{\delta J}{2J_u}$ für $\frac{\delta J}{J_u} \ll 1$ benutzt.

(c) $\omega\tau=1$

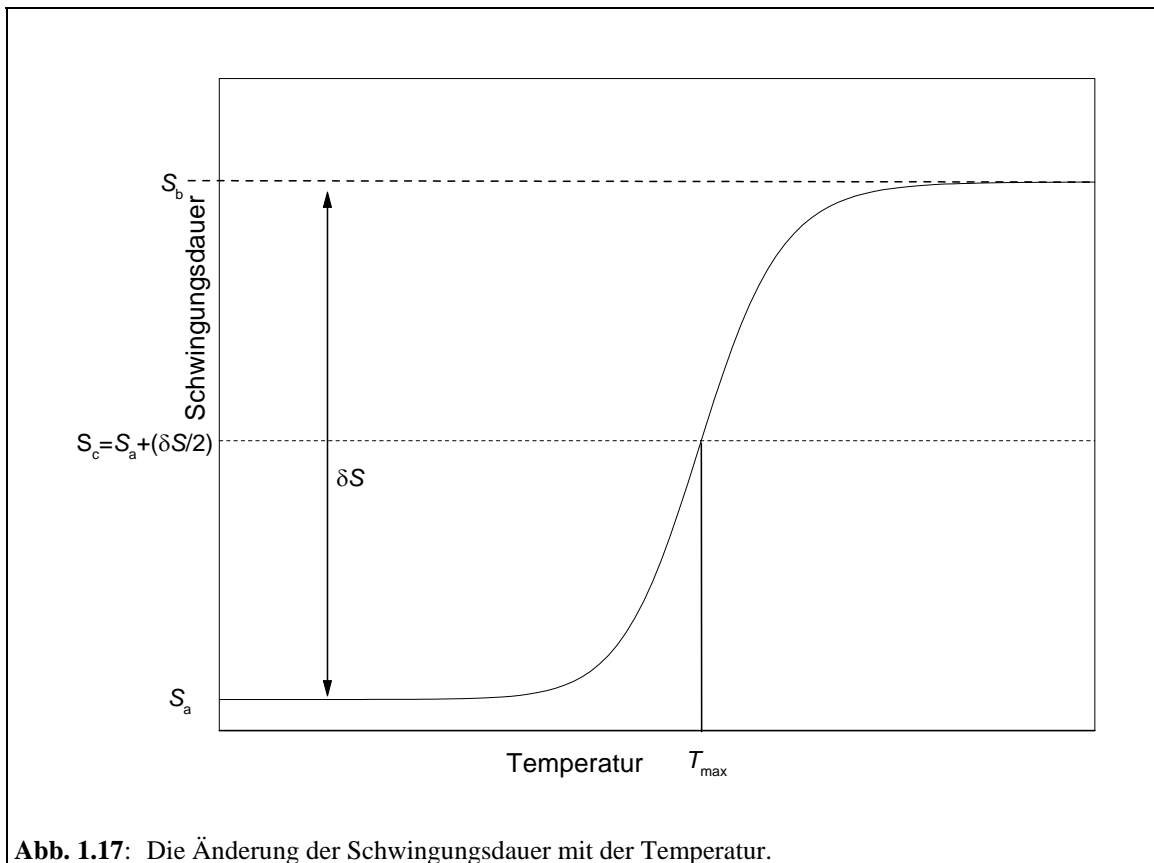


Abb. 1.17: Die Änderung der Schwingungsdauer mit der Temperatur.

Es kann gezeigt werden²⁹, daß für $\omega\tau=1$ exakt die Hälfte der Erhöhung des Elastizitätskoeffizienten erreicht ist. In diesem Fall gilt für die Schwingungsdauer:

$$S_c \propto \sqrt{J_u + \frac{\delta J}{2}} = \sqrt{J_u} \sqrt{1 + \frac{\delta J}{2J_u}} \approx \sqrt{J_u} \left(1 + \frac{\delta J}{4J_u}\right) \quad (1.58)$$

Dies bedeutet, daß bei $\omega\tau=1$ auch der Wert der Schwingungsdauer genau die Hälfte seiner Erhöhung erreicht hat (Abb. 1.17). Daraus kann nun wiederum der Diffusionskoeffizient und die Wanderungsenergie bestimmt werden.

²⁹ Haasen, Metallkunde, 27.

1.5.4. Bestimmung des Kohlenstoffgehalts einer Probe

Untersucht man die Dämpfung, die Proben mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt c verursachen, stellt man fest, daß die Dämpfung mit dem Kohlenstoffgehalt zunimmt. Dieser Zusammenhang wurde von Wolfgang Wepner³⁰ näher untersucht. Er stellte dazu Proben mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt, einer Länge von 450 mm und einem Durchmesser von 1 - 4 mm her. Im Torsionspendel benutzte er die Schwingungsdauer $S = 1$ s, für die bei $T_{\max} = 39^\circ\text{C}$ das Dämpfungsmaximum erreicht wird. Der von ihm benutzte Ofen besaß sechs getrennt regelbare Heizwicklungen, so daß die Temperatur der Probe auf ihrer ganzen Länge nahezu konstant gehalten werden konnte. Die Temperaturabweichung gibt er mit $\pm 0,5^\circ\text{C}$ an. Die Dämpfung wurde bei 37°C , 39°C und 41°C gemessen, um das Maximum sicher angeben zu können. Außerdem wurde die apparative Dämpfung bei einer Temperatur von ca. 140°C bestimmt. Nach dem Dämpfungsexperiment wurde der Kohlenstoffgehalt der Probe durch chemische Analyse festgestellt. Trägt man nun die Dämpfung gegen den Kohlenstoffgehalt an, stellt man fest, daß die Meßwerte (annähernd) auf einer Gerade liegen. Dabei ist die größere Abweichung für niedrigere Kohlenstoffgehalte dadurch begründet, daß hier der relative Fehler bei der chemischen Analyse verhältnismäßig hoch ist. Die Meßpunkte für die verschiedenen Probendurchmesser folgen der gleichen Gerade. Als Geradengleichung wurde ermittelt:

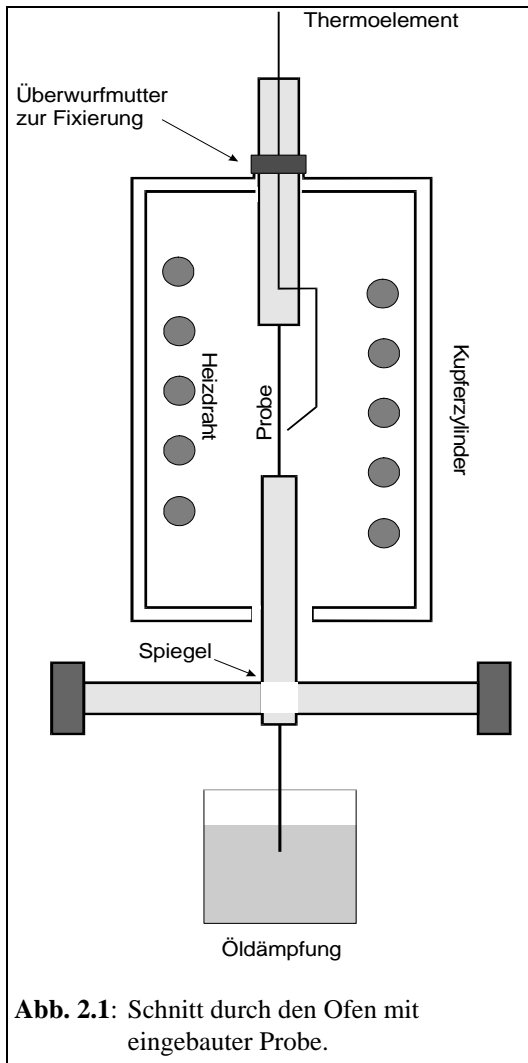
$$c = \frac{\mu}{\pi} g_0 \quad (1.59)$$

mit $\mu = (1,30 \pm 0,02)$ Gew% für $S = 1$ s und $T_{\max} = 39^\circ\text{C}$. Damit steht ein Verfahren zur Verfügung, auch sehr niedrige Kohlenstoffgehalte mit hinreichender Genauigkeit zu bestimmen. Dabei muß jedoch darauf geachtet werden, daß bei der Präparation der Proben (d. h. bei der Drahtherstellung) ihr Kohlenstoffgehalt nicht verändert wird.

³⁰ Wepner, Ermittlung, 55-59.

2. Versuchsaufbau

2.1. Grundsätzliches



Kohlenstoff in α -Eisen hat bei Temperaturen leicht über Raumtemperatur (ca. 40°C) eine Relaxationszeit von etwa $0,1$ s. Das bedeutet, daß nach (1.46) beim Torsionsexperiment das Dämpfungsmaximum bei einer Schwingungsdauer der Größenordnung 1 s liegt. Solche Temperaturen und Schwingungsdauern lassen sich im Experiment relativ einfach realisieren.

Um die Temperatur der Probe ändern zu können, wird ein Ofen (Abb. 2.1) benötigt, in dem die Probe befestigt und in eine Torsionsschwingung versetzt werden kann. Als Ofen dient ein Zylinder mit einer Heizdrahtwicklung. In der Mitte der beiden Deckflächen des Zylinders befindet sich jeweils eine Bohrung.

Um den Ofen herum ist ein konzentrischer Zylinder angebracht, durch den Kühlwasser

geleitet werden kann, um schnell eine möglichst niedrige Starttemperatur zu erreichen.

An den beiden Enden der Probe wird jeweils mittels eines Werkzeughalters eine Stange befestigt. Die Probe wird nun durch das obere Loch so in den Ofen eingeführt, daß das Ende der unten an der Probe angebrachten Stange durch das untere Loch austritt. Die obere Stange wird am Ofen befestigt, auf die untere Stange wird ein T-Stück mit zwei ferromagnetischen Gewichten an den Enden des Quergestänges und einem Spiegel in seiner Mitte gesteckt. Die Längsstange taucht in ein Ölbad ein, um alle Schwingungen außer der Torsion weitestgehend wegzudämpfen. Durch Verwendung ferromagnetischer

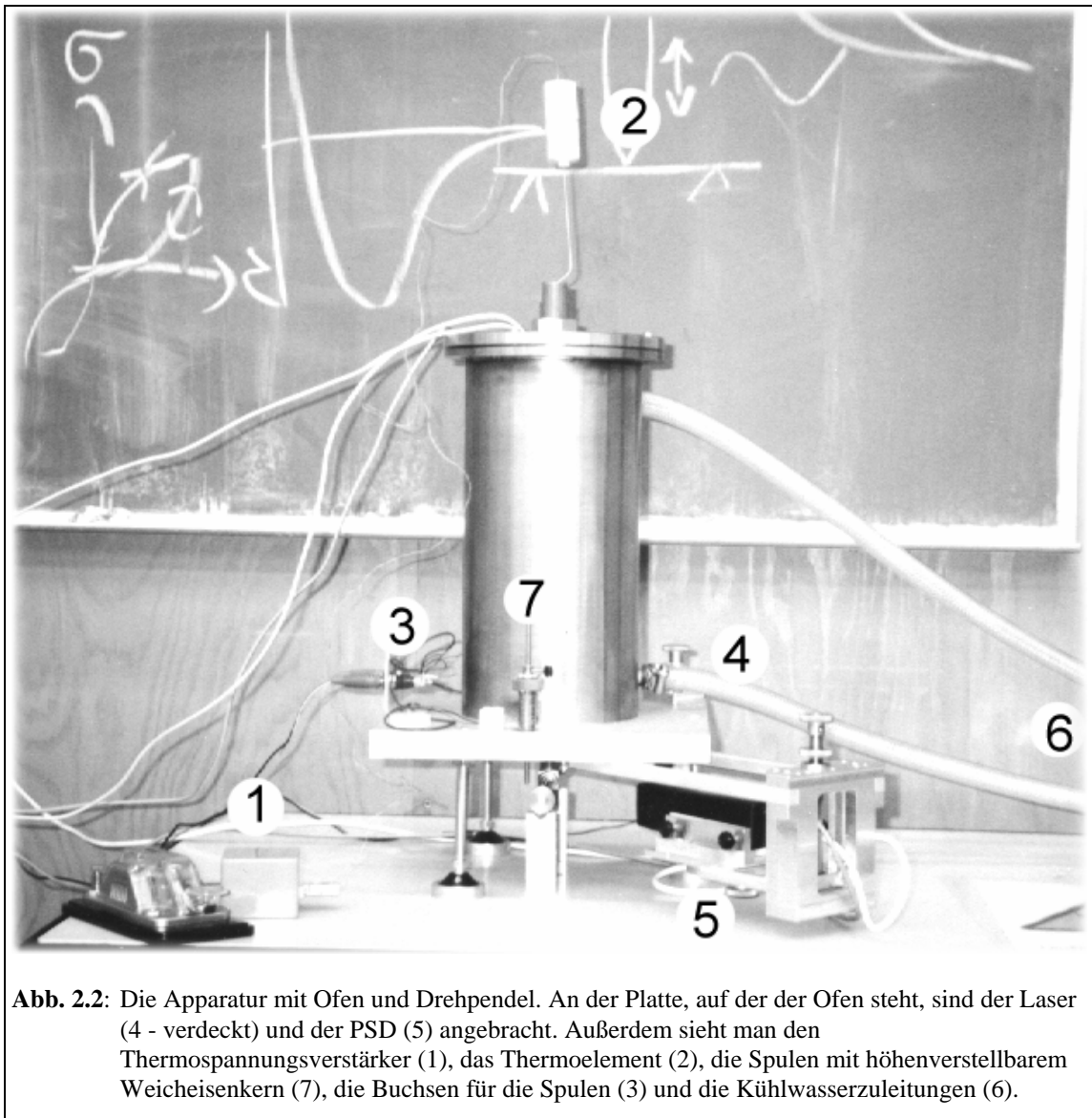


Abb. 2.2: Die Apparatur mit Ofen und Drehpendel. An der Platte, auf der der Ofen steht, sind der Laser (4 - verdeckt) und der PSD (5) angebracht. Außerdem sieht man den Thermospannungsverstärker (1), das Thermoelement (2), die Spulen mit höhenverstellbarem Weicheisenkern (7), die Buchsen für die Spulen (3) und die Kühlwasserzuleitungen (6).

Gewichte an den Enden des Quergestänges kann das Pendel mit Hilfe zweier Elektromagnete, die mit einem Taster (Morsetaste) getaktet werden können, zu Schwingungen angeregt werden.

Auf den Spiegel am Quergestänge wird nun ein Lichtstrahl (Laser) gerichtet (Abb. 2.2 und Abb. 5.1). Trifft der reflektierte Strahl nach einer bestimmten Strecke auf eine Längenskala, kann so die Amplitude der Torsionsschwingung und daraus die Dämpfung bestimmt werden.

Durch die Verwendung von Gewichten geeigneter Massen erreicht man, daß das Pendel in den gewünschten Frequenzen schwingt. Zur Auswertung benötigt man nämlich eine „große“ und eine „kleine“ Schwingungsdauer. Als Richtgrößen können hier 0,6 s und 1,2 s dienen.

Für die Schwingungsdauer S gilt:

$$S = \sqrt{8\pi} \frac{R}{r^2} \sqrt{\frac{ml}{G}} \quad (2.1)$$

Dabei ist R die Länge eines Querarms ($R = 10$ cm), r der Radius der Probe ($r = 0,35$ mm), l die Länge der Probe ($l = 10$ cm), G : der Schermodul von Eisen ($G = 84$ Gpa) und m die Masse der beiden Gewichte (wenn das Gewicht des Querarms vernachlässigt werden kann).

Aus (2.1) ergibt sich für die Masse m der beiden Gewichte mit den oben genannten Zahlenwerten:

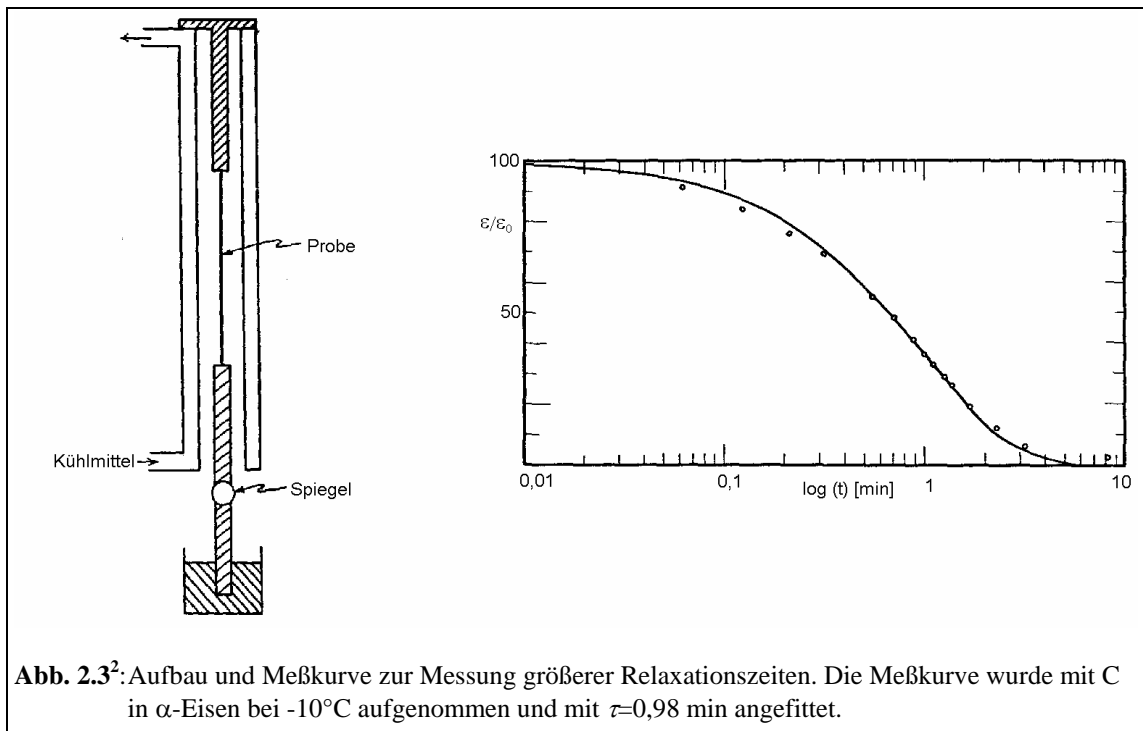
$$m = \frac{1}{8\pi} \frac{S^2 r^4 G}{R^2 l} \approx 0,05 \frac{\text{kg}}{\text{s}^2} S^2 \quad (2.2)$$

Für die Schwingungsdauer $S = 1,2$ s benötigt man also zwei Massen mit je 36 g, für $S = 0,6$ s Massen mit je 9 g. Benutzt wurden die Massen 0,64 g und 15,2 g. Die große Abweichung von den errechneten Werten erklärt sich dadurch, daß die Massen relativ klein sind und daher die Masse des Quergestänges nicht vernachlässigt werden kann.

2.2. Mögliche Variation: Messung der elastischen Nachwirkung

Für niedrigere Temperaturen um 0°C liegt die Relaxationszeit bei etwa 20 s, d. h. das Dämpfungsmaximum tritt bei einer Schwingungsdauer von etwa 2 min auf. Eine solche Schwingungsdauer ist jedoch kaum zu realisieren. Stattdessen kann die elastische Nachwirkung zur Bestimmung der Relaxationszeit benutzt werden.¹ Dazu wird ein ganz ähnlicher Versuchsaufbau benutzt, allerdings ohne das Quergestänge und mit einer Kühlvorrichtung statt der Heizung (Abb. 2.3). Die Probe wird nun um einen bestimmten Winkel verdreht und so lange in dieser Position gehalten, bis die Spannung auf ihren Endwert relaxiert ist. Läßt man dann los, beobachtet man das Relaxieren der Dehnung:

¹ Wert, Diffusion, 604.



$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (2.3)$$

Durch Anfiten der Meßpunkte an diese Gleichung kann nun ebenfalls die Relaxationszeit τ bestimmt werden.

Relaxationszeiten von weniger als einer Millisekunde sind zugänglich durch Eigenfrequenzen von Stäben mit einigen Millimetern Durchmesser und einigen Zentimetern Länge. Diese liegen im kHz-Bereich. Frequenzen im MHz-Bereich können erreicht werden, indem man mit Schwingquarzen entsprechende Schwingungen durch den Festkörper sendet.³

2.3. Messung der Auslenkung mittels des PSD⁴

Die Messung der Schwingungsamplitude mittels einer Längenskala, auf die der reflektierte Lichtstrahl trifft, ist recht mühsam. Deshalb wird ein Rechner benutzt, der

² Wert, Diffusion, 603f.

³ Haasen, Metallphysik, 28.

⁴ Vgl. hierzu: o. V., Positionserfassung, 21f.

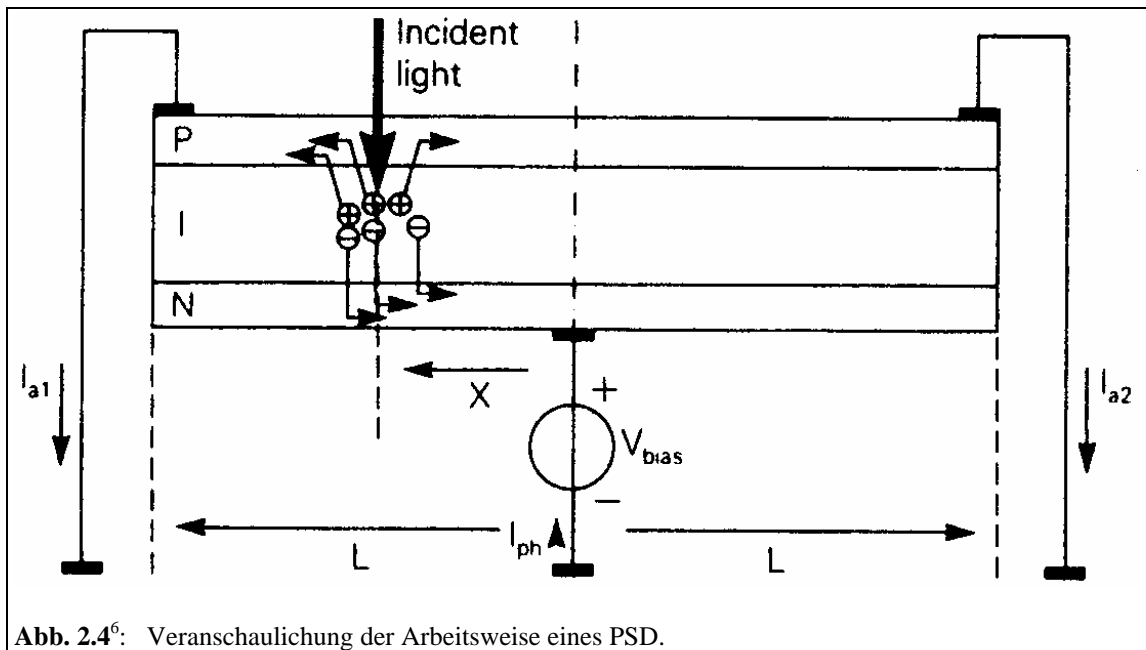


Abb. 2.4⁶: Veranschaulichung der Arbeitsweise eines PSD.

die Schwingung aufnimmt und daraus die notwendigen Daten ermittelt.⁵ Statt auf eine Längenskala trifft der reflektierte Lichtstrahl auf einen PSD (position sensitive detector).

Ein PSD arbeitet ähnlich wie eine Photodiode. Das Licht, das auf das aktive Gebiet fällt, generiert durch den inneren Photoeffekt einen Photostrom, der in Richtung des p- bzw. n-Gebiets abfließt. Entscheidend ist dabei, daß die p- bzw. n-Schicht einen sehr konstanten Flächenwiderstand aufweist, denn das Signal wird nun über die zwei gegenüberliegenden Elektroden $a1$ und $a2$ abgeführt (vgl. Abb. 2.4).

Der gesamte durch das einfallende Licht hervorgerufene Photostrom ist I_{ph} . Da die Widerstandsschicht homogen ist, sind die Widerstände zwischen dem Auftreffpunkt des Lichtstrahls und den beiden Elektroden proportional zu den Strecken, und es gilt für die Teilströme I_{a1} und I_{a2} :

$$\begin{aligned} I_{a1} &= I_{ph} \frac{L-x}{2L} \\ I_{a2} &= I_{ph} \frac{L+x}{2L} \end{aligned} \quad (2.4)$$

Damit ergibt sich:

⁵ Das Auswertungsprogramm wurde von Jörg Behrens vom Institut für Metallphysik in Göttingen geschrieben.

⁶ Laser Components GmbH, PSD, 1.

$$\frac{I_{a2} - I_{a1}}{I_{a1} + I_{a2}} = \frac{x}{L} \quad (2.5)$$

d. h. der Quotient aus Differenz und Summe der beiden Teilströme ist ein von der Intensität des einfallenden Lichts unabhängiges Maß für den Abstand des Auftreffpunkts des Lichtstrahls von der Mitte des PSD.

Die Umwandlung der Ströme in Spannungen und die Differenz- und Summenbildung geschieht durch eine elektronische Schaltung. Mittels einer AD-Wandlerkarte werden die Spannungen in den Auswertungsrechner eingelesen, der auch den Quotienten bildet.

2.4. Bestimmung des logarithmischen Dekrements

Das logarithmische Dekrement \mathcal{G} wird aus den Werten zweier aufeinanderfolgender Amplituden A_i und A_{i+1} folgendermaßen bestimmt⁷:

$$\mathcal{G} = \ln\left(\frac{A_i}{A_{i+1}}\right) \quad (2.6)$$

Um eine größere Genauigkeit zu erhalten, empfiehlt es sich, nicht zwei unmittelbar aufeinanderfolgende Amplitudenwerte zu benutzen, sondern mehrere Schwingungen abzuwarten. Hat die Schwingung zu Beginn der Beobachtung die Amplitude A_a und am Ende A_e , ergibt sich mit der Schwingungsdauer S und der Beobachtungszeit t :

$$\mathcal{G} = \frac{S}{t} \ln\left(\frac{A_a}{A_e}\right) \quad (2.7)$$

Vom Rechner wird wie beschrieben die Schwingung aufgenommen. Daraus ermittelt er die Amplitude A und die Schwingungsdauer S . Außerdem berechnet er den Logarithmus der Amplitude und trägt ihn gegen die Zeit auf. Mittels der Steigung dieser Kurve kann

⁷ Kuchling, Taschenbuch, 201.

das logarithmische Dekrement bestimmt werden, wenn die Schwingungsdauer S bekannt ist:

$$\ln(A_e) = -\frac{\mathcal{G}}{S}t + \ln(A_a) \equiv mt + c \quad (2.8)$$

Also gilt:

$$\mathcal{G} = -mS \quad (2.9)$$

Der Benutzer kann im $\ln(A)$ - t -Diagramm Bereiche markieren, für die der Rechner durch lineare Regression die Steigung und daraus das logarithmische Dekrement bestimmt.

2.5. Temperaturmessung

Im Ofen befindet sich nahe an der Probe ein Thermoelement. Die Thermospannung wird von einem Verstärker mit eingebautem Eispunktkompensator verstärkt und vom Rechner eingelesen, der daraus die Temperatur bestimmt. Der Rechner mittelt die Temperatur über das Zeitintervall, für das das logarithmische Dekrement bestimmt wurde und erstellt daraus das \mathcal{G} - T -Diagramm.

2.6. Fehlerquellen und Verbesserungsmöglichkeiten

2.6.1. AD-Wandlerkarte

Als eine Hauptfehlerquelle hat sich während des Versuchsaufbaus die AD/DA-Wandlerkarte herausgestellt. Selbst bei Anliegen einer Spannungsquelle oder einer Batterie wurden keine konstanten Werte angezeigt. Die Streuung lag bei dem von mir benutzten Meßbereich (-8,5 V bis 8,5 V) bei etwa 10 bis 20 mV. Dadurch wird vor allem die Temperaturmessung beeinflusst, da 10 mV bereits 1 K entsprechen.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß sich die Streuung relativ gut wegmittelt, wenn Mittlungsintervalle von etwa einer Minute Länge gewählt werden. Deshalb wurde auf den Austausch der Karte verzichtet.

Ein weiteres Problem stellt die gegenseitige Beeinflussung der verschiedenen Meßkanäle dar, da die von uns verwendete Karte für alle Kanäle eine gemeinsame Masse benutzt („single ended“). Dieses Phänomen tritt vor allem dann auf, wenn auf einem Kanal ein sinusförmiges Signal mit großer Amplitude und auf einem anderen Kanal ein im Vergleich dazu schwaches Signal gemessen wird, wie es in unserem Fall durch das PSD-Signal und die Thermospannung gegeben ist. Mit dem t-x-Schreiber, der zusätzlich zum Computer angeschlossen wurde, konnte beobachtet werden, daß dem Temperatursignal ein Signal der Frequenz der Torsionsschwingung und der Amplitude von etwa 10 mV überlagert war.

Abhilfe könnte hier eine Karte mit getrennten Massen („differentiell“) schaffen, wodurch eventuell eine Verbesserung der Genauigkeit erreicht werden könnte.

2.6.2. Temperaturgradient im Ofen

Zum Bau der Heizung stand ein relativ hochohmiger Heizdraht zur Verfügung. Deshalb wurde nur etwa 1 m Heizdraht (der Widerstand der Heizung betrug somit ca. 24 Ω) verwendet, um die Heizung nicht mit zu hoher Spannung betreiben zu müssen. Die Heizwicklung ist also nicht sehr dicht, der Abstand zwischen zwei Drähten beträgt ca. 5 cm. Messungen ergaben, daß die Temperaturunterschiede in dem Bereich des Ofens, in dem die Probe hängt, bis zu 10°C betragen. Dabei war die Temperatur oben größer als unten. Dieser Temperaturgradient konnte auch dadurch nicht vermieden werden, daß die Wicklungen unten dichter als oben waren.

Im Meßergebnis äußert sich dieser Fehler vor allem dadurch, daß der Peak im \mathcal{G} -T-Diagramm breiter ist als nach (1.52) erwartet. Außerdem muß deshalb ein ziemlich großer Fehler bei der Temperaturmessung angenommen werden.

Abhilfe könnte zum einen dadurch geschaffen werden, daß mehrere Heizwicklungen parallel geschaltet werden. Da jedoch für jede Wicklung eine eigene Aufhängevorrichtung im Deckel des Ofens angebracht werden müßte, war diese Verbesserung im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr möglich. Zum anderen könnte der Ofen aus mehreren, getrennt regelbaren Heizsegmenten gebaut werden. Dies wäre sicher die optimale, aber auch die aufwendigste Lösung.

3. Probenpräparation

Als Probe diente ein gewöhnlicher Eisendraht („Blumendraht“) von 0,7 mm Durchmesser und etwa 10 cm Länge. Um den Dämpfungspeak deutlich sehen zu können, benötigen wir α -Eisen mit einer möglichst hohen Kohlenstoffkonzentration. Wir haben bereits gesehen, daß die maximale Konzentration 0,021 Gew% ist, bei Raumtemperatur dagegen praktisch keine Löslichkeit vorliegt. Allerdings ist ein eingefrorener Kohlenstoffgehalt bei Raumtemperatur stabil und bei 120°C nahezu stabil.¹

Um ein möglichst deutliches Meßergebnis zu erzielen, wurde versucht, die Probe aufzukohlen.

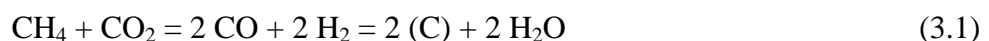
3.1. Aufkohlen der Probe

Vor der Aufkohlung müssen die Drähte gereinigt werden. Dazu wurden sie zunächst abgeschliffen (zur Entfernung der Oxidschicht), dann ca. 30-60 s geätzt (25 vol% H₂O dest., 75 vol% H₂O₂, 5 vol% HF)² und schließlich ca. 5 min mit Wasser im Ultraschallbad gespült.

Zum Aufkohlen von Eisen stehen grundsätzlich zwei Methoden zur Verfügung³.

3.1.1. Aufkohlen mit Gas (Gas Carburizing)

Dazu wird ein Gemisch reaktiver Gase in einer beheizten Retorte benötigt. Die Temperatur liegt bei etwa 900°C. Grundsätzlich gibt dabei immer Kohlenmonoxid sein C-Atom an Eisen ab. Dies kann zum einen durch Metan und Kohlendioxid erreicht werden:



¹ Snoek, Effect, 711f.

² Die Zusammensetzung des Ätzmittels beruht auf den Angaben des Labors des Instituts für Metallphysik in Göttingen.

³ Stevens, Surface, 781f.; Ohtani, Processing, 172f.

Weitere Möglichkeiten sind durch die Verwendung eines endothermisch bzw. exothermisch reagierenden Gases gegeben, wobei jeweils die grundlegende Gas-Metall-Reaktion folgende ist:



3.1.2. Aufkohlen mit festem Kohlenstoff (Pack Carburizing)

Diese Methode ist einfacher zu handhaben als das Aufkohlen mit Gas, weshalb sie von uns praktiziert wurde. Allerdings ist hierbei nur sehr schwer zu steuern, wieviel Kohlenstoff in das Eisen eindiffundiert. Statt Holzkohle oder Koks haben wir Kohlenstoffpulver (99,5%) verwendet⁴, das zusammen mit dem Eisendraht unter reduziertem Druck (500 mbar) in ein Quarzglasrohr mit dem Innendurchmesser 6 mm eingeschmolzen wurde. Bei einem Teil der Proben wurde Na_2CO_3 hinzugefügt. Die Proben wurden unterschiedlich lang (5 - 25 h) bei 720°C im Ofen ausgelagert und dann abgeschreckt. Versuchsweise wurden Proben für einige Stunden zunächst bei 900°C und dann bei 720°C ausgelagert; bei diesen Proben konnte jedoch kein Snoeeffekt festgestellt werden. Anschließend wurden alle Proben unter 500 mbar Argon abgeschmolzen und mehrere Stunden bei 720°C homogenisiert.

Es hat sich gezeigt, daß der Teil der Proben, bei denen Na_2CO_3 hinzugefügt wurde, keinen höheren Kohlenstoffgehalt hatten als Proben, bei denen nur Kohlenstoffpulver verwendet wurde. Außerdem konnte kein Einfluß der Auslagerungszeit auf den Kohlenstoffgehalt beobachtet werden. Es hat sich allerdings herausgestellt, daß die Abschreckrate den Kohlenstoffgehalt stark zu beeinflussen scheint: Die besten Ergebnisse wurden erzielt, wenn das Quarzglasrohr möglichst sofort nach seinem Eintauchen in das Abschreckwasser zerschlagen wurde und so das Wasser die Probe schneller abkühlen konnte.

⁴ Auf Grund einer Empfehlung des Labors des Instituts für Metallphysik in Göttingen.

3.1.3. Untersuchungen an nicht aufgekohlten Proben

Es wurden folgende unaufgekohlte Proben untersucht: Eine ungeglühte Probe, eine an Schutzgas (Argon) und eine an Luft bei 720°C geprühte Probe. Die ungeglühte Probe zeigte keinerlei Peak, es konnte vielmehr über den gesamten Temperaturbereich nur die apparative Dämpfung festgestellt werden. Das \mathcal{G} - T -Diagramm der beiden geprühten Proben zeigt dagegen einen ähnlichen Verlauf wie das der aufgekohlten Proben; allerdings war der Peak niedriger (Abb. 3.1). Ob dies daran liegt, daß beim Aufkohlen tatsächlich der Kohlenstoffgehalt der Probe nennenswert erhöht wurde oder ob die unaufgekohlten Proben lediglich langsamer abgeschreckt wurden, konnte nicht mehr geklärt werden. Jedenfalls können mit unaufgekohlten, aber geprühten Proben sinnvolle Meßergebnisse erzielt werden, das zeitraubende Aufkohlen kann unterbleiben.

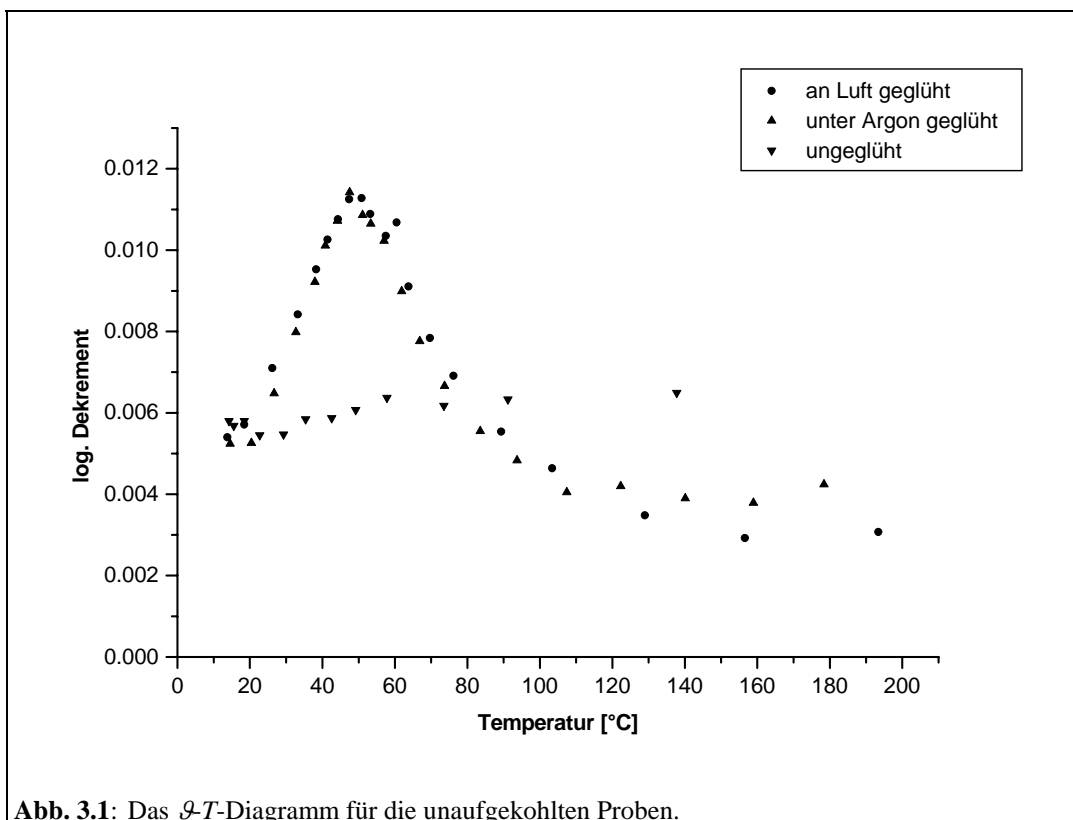


Abb. 3.1: Das \mathcal{G} - T -Diagramm für die unaufgekohlten Proben.

3.2. Verteilung des Kohlenstoffs im Volumen der Probe

Da durch Glühen unter Schutzgas kein Kohlenstoff von außen in die Probe eindiffundiert sein kann, liegt es nahe zu vermuten, daß bereits in der unbehandelten Probe Kohlenstoff vorhanden ist, jedoch keinen Peak verursacht. Es ist bekannt, daß sich interstitiell eingelagerter Kohlenstoff an Versetzungen anreichert, da dort bereits vorgedehnte Oktaederlücken vorhanden sind und somit die Energie minimiert ist.⁵ Erst bei höheren Temperaturen überwiegt der Gewinn an Entropie, und der Kohlenstoff verteilt sich wieder gleichmäßig(er) im Volumen. Dies könnte die Erklärung dafür sein, daß ungeglühte Proben im Gegensatz zu unaufgekohlten aber geglühten Proben keinen Peak zeigen. Denn im Vergleich zum Spannungsfeld der Versetzungen können die durch die Torsionsschwingung hervorgerufenen Spannungen vernachlässigt werden, so daß die Kohlenstoffatome, die dort festgepinnt sind, nicht mehr zur Snoekdämpfung beitragen.

Darauf, daß die vorgeschlagene Erklärung zutrifft, deutet auch hin, daß der Peak, den dieselbe Probe verursacht, mit dem „Alter“ der Probe abnimmt. Die Diffusionswege des Kohlenstoffs sind, wie die Abschätzung in Tab. 3.1 zeigt, zu kurz, als daß der Kohlenstoff aus der Probe herausdiffundieren könnte.⁶ Sie würden jedoch für die Diffusion des Kohlenstoffs zu den Versetzungen ausreichen. Schätzt man nämlich die Versetzungsdichte in der Probe auf 10^9 bis 10^{10} cm^{-2} , beträgt die durchschnittliche Entfernung eines Kohlenstoffatoms von der nächsten Versetzung etwa $0,1 \mu\text{m}$, d. h. nach der Lagerungszeit 10^6 s \approx 12 Tage wäre bereits ein beachtlicher Kohlenstoffanteil zu den Versetzungen diffundiert. Durch das Heizen der Probe während des Versuchsdurchgangs würde dieser Prozeß natürlich beschleunigt. Damit würde im Laufe der Zeit der Anteil des Kohlenstoffs sinken, der zur Dämpfung beiträgt. Durch erneutes Glühen der Probe würde dann bewirkt werden, daß das Dämpfungsmaximum wieder höher wird, da sich der Kohlenstoff wieder gleichmäßig über die Probe verteilen und ein höherer Anteil der Kohlenstoffatome zur Dämpfung beitragen würde.

⁵ McMahan/Graham, Introduction, 116.

⁶ Vgl. auch Snoek, Effect, 711f.

Temperatur [K]	Lagerzeit [s]	Diffusionskoeffizient [cm ² / s]	Diffusionsweg [μm]
300	10 ⁶	4·10 ⁻²¹	0,06
450	10 ³	10 ⁻¹⁶	3
1000	10 ⁴	10 ⁻¹¹	300

Tab. 3.1: Abschätzung der Diffusionswege für Raumtemperatur, maximale Temperatur bei der Versuchsdurchführung und Auslagerungstemperatur. Zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten wurde (1.6) und Tab. 4.2 (Werte von da Silva/McLellan) benutzt, für den Diffusionsweg die Näherungsformel $x \approx \sqrt{Dt}$.

Alle Proben wurden länger als 10⁴ s ≈ 3 h bei etwa 1000 K ausgelagert. Da der Probenradius 0,35 mm beträgt, kann davon ausgegangen werden, daß sich der Kohlenstoff durch das Auslagern gleichmäßig im Volumen der Probe verteilt hat. Beim Aufkohlen begrenzt also nicht der Diffusionskoeffizient den Kohlenstoffgehalt, sondern das Eindringen des Kohlenstoffs in die Oberfläche der Probe.

Der Diffusionsweg des Kohlenstoffs während eines Versuchsdurchgangs kann mit etwa 3 μm angegeben werden. Von einem Entkohlen der Probe während der Versuchsdurchführung kann also keine Rede sein. Da der Anteil, den ein Volumenelement zur Dämpfung beiträgt, linear mit dem Abstand von der Drehachse zunimmt, tragen die äußeren Schichten mehr zur Dämpfung bei als die weiter innen gelegenen. Bei einer Entkohlung der äußersten 3 μm reduziert sich die Dämpfung jedoch lediglich um 1%, was mit der benutzten Apparatur nicht mehr meßbar wäre. Der entscheidende Beitrag scheint also tatsächlich von der Anreicherung des Kohlenstoffs an den Versetzungen zu stammen.

3.3. Stickstoff in α-Eisen

Die maximale Löslichkeit von Stickstoff in α-Eisen beträgt 0,10 Gew%, und zwar bei 592°C.⁷ Wie Kohlenstoff löst sich Stickstoff interstitiell. Bei derselben Schwingungsfrequenz liegt das Dämpfungsmaximum, das von Stickstoff in α-Eisen hervorgerufen wird, etwa 18°C unterhalb des von Kohlenstoff verursachten Maximums.⁸ Wäre in einer Probe sowohl Kohlenstoff als auch Stickstoff vorhanden, käme es zu einer Überlagerung zweier dicht nebeneinanderliegender Peaks; eine Unterscheidung der beiden Peaks wäre nicht mehr möglich. Es kann also nicht

⁷ Baker, Handbook, 2-198.

ausgeschlossen werden, daß in der Probe Stickstoff interstitiell eingelagert ist und zum gemessenen Dämpfungsmaximum beiträgt. Um sicher zu sein, nur die vom Kohlenstoff verursachte Dämpfung zu messen, müßte zunächst der Stickstoff aus den Proben ausgetrieben werden.⁹

⁸ Nowick/Berry, Relaxation, 236 [table 9-2] gibt für die gleiche Schwingungsdauer für C 308 K und für N 290 K an.

⁹ So z. B. bei Wepner, Ermittlung 57.

4. Meßergebnisse

4.1. Bestimmung der zu messenden Größen

Mit der homogenisierten und abgeschreckten Probe B3 wurden hintereinander die beiden Meßreihen B3-01 und B3-02 mit unterschiedlicher Schwingungsdauer S aufgenommen. Die Probe D1 wurde zwischen den Meßreihen D1-01 und D1-04 nochmals 5 min bei 720°C an Luft geglüht. Bei allen vier Meßreihen wurde das logarithmische Dekrement aus dem Abfall der Amplitude während ca. 60 s bestimmt und nach Erhöhung der Heizspannung jeweils ca. 100 s gewartet, bis sich die neue Temperatur eingestellt hatte. Abb. 4.1 zeigt das \mathcal{G} - T -Diagramm der vier Messungen. Daraus kann jeweils die apparative Dämpfung \mathcal{G}_{app} , die maximale Dämpfung \mathcal{G}_{max} und die zugehörige Temperatur T_{max} abgelesen werden. Die vom Snoek-Effekt verursachte Dämpfung \mathcal{G}_0 ergibt sich dann aus der Differenz zwischen \mathcal{G}_{max} und \mathcal{G}_{app} . Die Schwingungsdauer wurde während der Messung ermittelt und notiert. Die Ungenauigkeit der Bestimmung der Temperatur liegt primär am Temperaturgradienten (vgl. Kap. 2.6.). Der Fehler bei der Temperaturmessung ΔT_{max} wurde auf 2,5 K geschätzt. Der bei der Bestimmung der Dämpfung gemachte Fehler $\Delta \mathcal{G}_0$ wurde auf 0,0005 geschätzt. Daraus lassen sich mit den beiden Konstanten¹

$$\begin{aligned} a_{Eisen} &= 2,87 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ k &= 8,617 \cdot 10^{-5} \frac{\text{eV}}{\text{K}} \end{aligned} \tag{4.1}$$

und den in Kap. 1.5. hergeleiteten Beziehungen die in Tab. 4.1 angegebenen Größen berechnen. Der angegebene Fehler ist der Größtfehler.

¹ Gitterkonstante aus Kuchling, Taschenbuch, 712; Boltzmannkonstante aus Kittel, Einführung, 42.

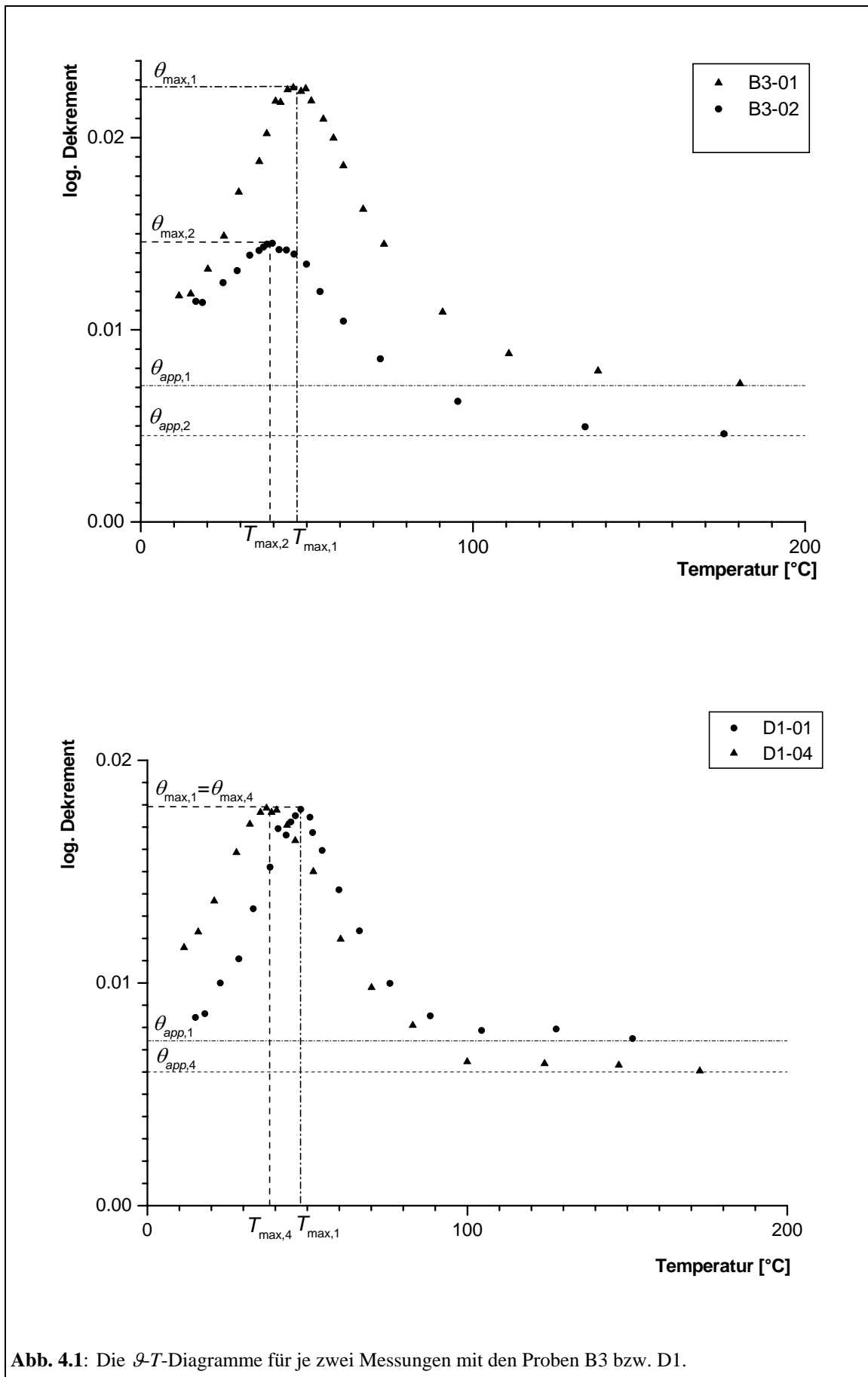


Abb. 4.1: Die \mathcal{G} - T -Diagramme für je zwei Messungen mit den Proben B3 bzw. D1.

Messung	B3-01	B3-02	D1-01	D1-04
T_{\max} [K]	319,8	311,9	321,0	311,3
ΔT_{\max} [K]	2,5	2,5	2,5	2,5
\mathcal{G}_{\max}	0,0227	0,0145	0,0179	0,0179
\mathcal{G}_{app}	0,0070	0,0046	0,0074	0,0060
\mathcal{G}_0	0,0157	0,0099	0,0105	0,0119
$\Delta \mathcal{G}_0$	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005
S [s]	0,65	1,20	0,65	1,215
ΔS [s]	0,01	0,015	0,01	0,015
c [10^{-3} Gew%]	6,50	4,10	4,35	4,92
Δc [10^{-3} Gew%]	0,21	0,21	0,21	0,21
$D(T_{\max})$ [10^{-16} cm ² / s]	2,21	1,20	2,21	1,18
ΔD [10^{-16} cm ² / s]	0,03	0,01	0,03	0,01
E_w [eV]	0,665		0,558	
ΔE_w [eV]	0,445		0,307	

Tab. 4.1: Meß- und Auswertungsergebnisse für die vier in Abb. 4.1 dargestellten Messungen.

4.2. Diskussion der Meßergebnisse - Fehlerbetrachtung

4.2.1. Wanderungsenergie

Autor	Temperaturbereich [°C]	D_0 [cm ² /s]	E_w [eV]
Lord/Beshers ²	-40 .. 350	0,00394	0,833
da Silva/McLellan ³	-40 .. 74	0,00167	0,810
Borg/Dienes ⁴	350 .. 850	0,0062	0,835

Tab. 4.2: Werte für die Wanderungsenergie E_w und D_0 aus der Literatur. Zu ihrer Bestimmung wurden Meßergebnisse verwendet, die in verschiedenen Temperaturbereichen ermittelt wurden.

Zur Diffusion von Kohlenstoff in α -Eisen wurden bereits umfangreiche Untersuchungen mit verschiedenen Methoden gemacht. Für die Wanderungsenergie E_w und D_0 nach (1.6) wurden die in Tab. 4.2 angegebenen Werte gefunden.

Ein Vergleich zeigt, daß die für die Wanderungsenergie ermittelten Werte im Rahmen des ermittelten Fehlers mit den Literaturwerten übereinstimmen.

² Lord-Beshers, Damping, 1668.

³ zitiert aus: Le Clair, Diffusion, 480.

⁴ Borg/Dienes, Introduction, 60.

Messung	B3-01	B3-02	D1-01	D1-04
E_w / eV (aus $D_0 = 0,00394 \text{ cm}^2 / \text{s}$)	0,841	0,837	0,844	0,835
E_w / eV (aus $D_0 = 0,00167 \text{ cm}^2 / \text{s}$)	0,817	0,813	0,820	0,812
$\Delta E_w / \text{eV}$	0,007	0,007	0,007	0,007

Tab. 4.3: Werte für die Wanderungsenergie E_w , ermittelt aus den von Lord/Beshers und da Silva/McLellan ermittelten Werten für D_0 .

Daneben ist es möglich, die Wanderungsenergie aus nur einer Messung zu bestimmen, indem man die in Tab. 4.2 angegebenen Werte für D_0 benutzt (Tab. 4.3). Bei dieser Methode erhält man eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit den Literaturwerten und kleinere Fehler. Am Arrhenius-Plot (Abb. 1.5) kann man sich den Grund dafür leicht veranschaulichen: Während man bei der ersteren Methode die Geradensteigung aus sehr dicht beieinanderliegenden Punkten bestimmt und dadurch eine große Ungenauigkeit erhält, benutzt man bei der letzteren als zweiten Punkt den y-Achsenabschnitt und erhält damit zwei weit voneinander entfernt liegende Punkte und damit einen genaueren Wert. Dies darf jedoch nicht darüber hinwegtäuschen, daß die durchgeführte Messung stark fehlerbehaftet ist.

4.2.2. Diffusionskoeffizient

Der Fehler ΔD , der in Tab. 4.1 angegeben wird, ist sehr gering; er beträgt in etwa 1 %. Ermittelt man jedoch aus (1.6) und den von da Silva/McLellan (Tab. 4.2) angegebenen Werten den Diffusionskoeffizienten für die jeweilige Temperatur T_{\max} , stellt man eine erheblich größere Abweichung fest. Dies liegt daran, daß zwar die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten (bzw. des mittleren Diffusionskoeffizienten, wenn man den Temperaturgradienten mit berücksichtigt), der bei Erreichen des Maximums im \mathcal{G} - T -

Messung	B3-01	B3-02	D1-01	D1-04
$T_{\max} [\text{K}]$	319,8	311,9	321,0	311,3
$\Delta T [\text{K}]$	2,5	2,5	2,5	2,5
D (Tab. 4.1) [$10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$]	2,21	1,20	2,21	1,18
ΔD (Tab. 4.1) [$10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$]	0,03	0,01	0,03	0,01
$D(T_{\max})$ (err.) [$10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$]	2,87	1,36	2,97	1,28
$D(T_{\max} + \Delta T)$ (err.) [$10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$]	3,60	1,73	4,01	1,63
$D(T_{\max} - \Delta T)$ (err.) [$10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$]	2,27	1,07	2,54	1,01

Tab. 4.4: Vergleich der aus der Messung ermittelten Diffusionskoeffizienten und der aus den Werten von da Silva/McLellan mittels (1.6) errechneten Diffusionskoeffizienten.

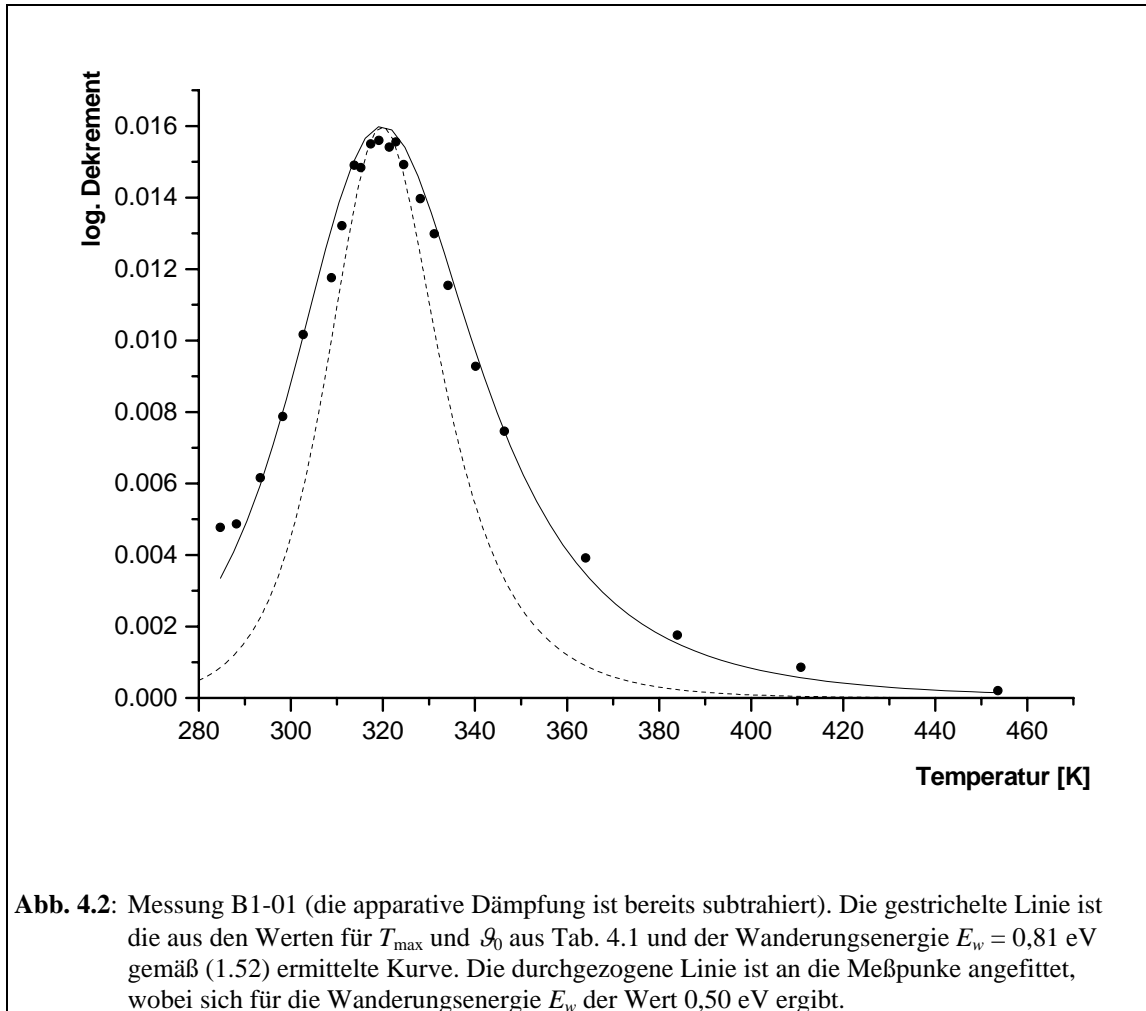
Diagramm vorlag, recht genau ist, die Bestimmung der Temperatur T_{\max} jedoch sehr fehlerbehaftet ist. Da der Diffusionskoeffizient stark von der Temperatur abhängt, führt dies zu starken Abweichungen, wie Tab. 4.4 verdeutlicht.

4.2.3. Dämpfung

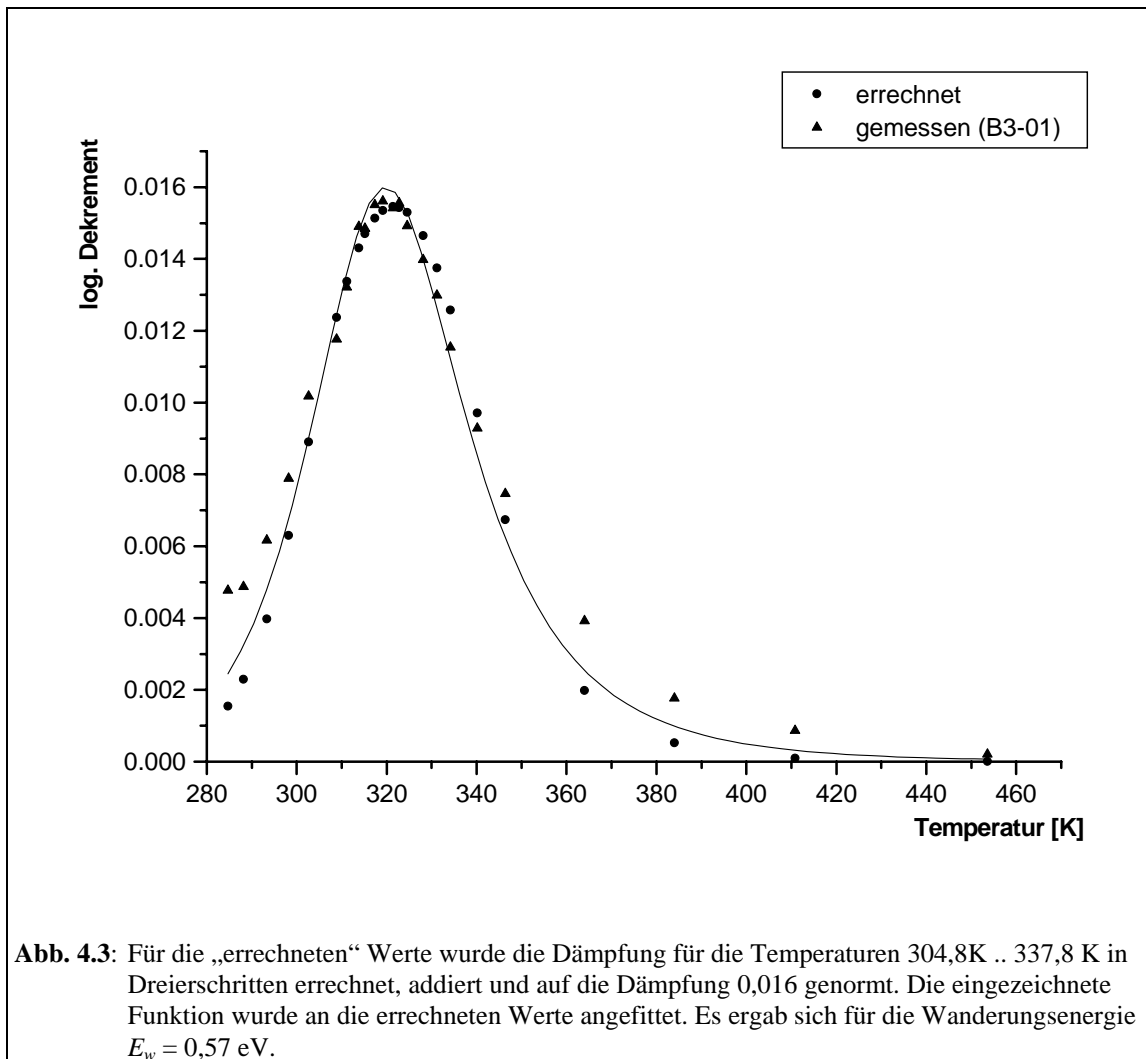
Mehrere Faktoren verfälschen die Bestimmung der Dämpfung. Zunächst ist es immer etwas unsicher, ob man das Maximum mit einem der Meßpunkte einigermaßen genau getroffen hat. Da die Temperaturschritte in diesem Bereich sehr klein gewählt wurden, dürfte dieser Fehler ziemlich klein sein. Stärker fällt ins Gewicht, daß die Temperatur des Drahtes nicht homogen ist. Das bedeutet eine Erniedrigung des Peaks, da zu keiner Zeit der gesamte Draht maximal dämpft.

Ein weiterer Fehler liegt in der Bestimmung der apparativen Dämpfung. Da mit der Wasserkühlung keine niedrigeren Temperaturen als 10°C erreicht werden können, stehen zur Ermittlung der apparativen Dämpfung nur die bei höheren Temperaturen ermittelten Werte zur Verfügung. Bei einigen Messungen konnte beobachtet werden, daß das Aufheizen der Apparatur eine sprunghafte Änderung der Ruhelage der Drehschwingung bewirkte, vermutlich verursacht durch die thermische Ausdehnung. Dadurch änderte sich wohl auch die apparative Dämpfung während eines Meßdurchgangs. Da die apparative Dämpfung also erst am Ende der Messung bestimmt werden kann, kann die apparative Dämpfung, die bei Durchlaufen des Peaks herrschte, von der am Ende der Messung bestimmten abweichen. Außerdem war bei einem Teil der Messungen zu beobachten, daß die Dämpfung bei hohen Temperaturen wieder leicht anstieg. Hier könnte es sich um eine zusätzliche magneto-elastische Dämpfung handeln⁵. Abhilfe könnte dadurch geschaffen werden, indem zum einen eine bifilar gewickelte Heizspule verwendet würde und zum anderen der Ofen in ein konstantes Magnetfeld gebracht würde.

⁵ Vgl.: Wepner, Ermittlung.

4.2.4. \mathcal{Q} - T -Diagramm

In (1.52) wurde ein Zusammenhang zwischen dem logarithmischen Dekrement \mathcal{Q} und der Temperatur T der Probe hergeleitet. Es liegt also nahe, den theoretisch erwarteten Verlauf des Dämpfungspeaks mit dem tatsächlichen zu vergleichen. Außerdem kann durch Anfitten der Kurve an die Meßpunkte ein Wert für die Wanderungsenergie E_w ermittelt werden. Da das Resultat für alle durchgeführten Messungen ähnlich ist, wird hier die Diskussion nur mit einer Messung (B3-01) durchgeführt (Abb. 4.2). Der tatsächlich gemessene Peak ist im Vergleich zum theoretisch erwarteten deutlich breiter. Dies deutet wiederum darauf hin, daß die Temperatur der Probe nicht einheitlich war. Es wurde versucht abzuschätzen, welcher Temperaturgradient vorliegen müßte, um einen zum gemessenen \mathcal{Q} - T -Diagramm ähnlichen Verlauf zu erhalten. Berechnet man



die Dämpfung nach (1.52) für die Temperaturen 304,8 K bis 337,8 K in 3 K-Schritten, addiert die Werte und normiert sie dann auf die gemessene Dämpfung von 0,016, erhält man die in Abb. 4.3 als „errechnet“ bezeichneten Werte. Anfiten der errechneten Werte an (1.52) ergibt für die Wanderungsenergie $E_w = 0,57$ eV. Das Vorliegen eines Temperaturgradienten kann also die Verbreiterung des gemessenen Peaks erklären.

Es kann außerdem nicht ausgeschlossen werden, daß sich auch Stickstoff in der Probe befindet (vgl. Kap. 3.3.). Dies würde bedeuten, daß sich zwei Peaks überlagern, die etwa 18°C voneinander entfernt sind. Die beiden Peaks wären allerdings nicht mehr auflösbar, es würde also ebenfalls eine Verbreiterung des Peaks eintreten.

4.2.5. Kohlenstoffgehalt der Probe

Wir haben bei den beiden Messungen B3-01 und B3-02 gesehen, daß die Höhe des Dämpfungspeaks bei der zweiten Messung im Vergleich zur ersten Messung deutlich abgenommen hat. Der Kohlenstoffgehalt, der proportional zur Dämpfung ist, ist jedoch im Bereich der Temperaturen, denen die Probe im Versuch ausgesetzt ist, nahezu stabil.⁶ Dies könnte daran liegen, daß sich der Kohlenstoff im Lauf der Zeit - und bei höheren Temperaturen beschleunigt - an Versetzungen anreichert.⁷ Verglichen mit den dort herrschenden Spannungen kann die von der Torsionsschwingung verursachte Spannung vernachlässigt werden, der Kohlenstoff, der sich an Versetzungen angereichert hat, spielt also für die Dämpfung praktisch keine Rolle mehr (vgl. Kap. 3.2.).

Die Kohlenstoffbestimmung mittels der Snoek-Dämpfung ist also nur dann sinnvoll, wenn man sicher sein kann, daß der Kohlenstoff gleichmäßig im Volumen verteilt ist. Eine zumindest gleichmäßigere Verteilung kann man erreichen, indem man die Probe bei 720°C glüht. Dies sieht man an den beiden Messungen D1-01 und D1-04. Hier wurde die Probe zwischen den beiden Messungen nochmals geglüht, und der mittels der Wepner-Methode bestimmte Kohlenstoffgehalt ist annähernd gleich.

4.2.6. Änderung der Resonanzfrequenz

In Kap. 1.5.3. wurde gezeigt, daß sich die Resonanzfrequenz beim Übergang von hohen zu tiefen Temperaturen um folgenden Faktor ändert:

$$\left(1 + \frac{J_r - J_u}{4J_u}\right) = 1 + \frac{1}{4}\left(\frac{J_r}{J_u} - 1\right) \quad (4.2)$$

Aus (1.24) und (1.40) folgt:

⁶ Snoek, Effect, 711f.

⁷ McMahon/Graham, Introduction, 116.

$$\mathcal{G}_0 = \pi \frac{1 - \frac{J_u}{J_r}}{\sqrt{\frac{J_u}{J_r}}} = \pi \left(\sqrt{\frac{J_r}{J_u}} - \sqrt{\frac{J_u}{J_r}} \right) \quad (4.3)$$

Daraus ergibt sich:

$$\frac{J_r}{J_u} = \sqrt{1 - \left(\frac{\mathcal{G}_0}{2\pi} \right)^2} + \frac{\mathcal{G}_0}{2\pi} \quad (4.4)$$

Für den maximal möglichen Kohlenstoffgehalt, d. h. $c = 0,021$ Gew% erhalten wir nach (1.59) die Dämpfung $\mathcal{G}_0 = 0,051$, es ergibt sich also nach (4.4) für $\frac{J_r}{J_u} = 1,008$ und somit nach (4.2) für den Faktor, um den sich die Resonanzfrequenz ändert, der Wert 1,002. Eine solch kleine Änderung der Resonanzfrequenz ist aber mit unserem Aufbau praktisch nicht meßbar, zumal sie von einem anderen Effekt überlagert wird. Die Erwärmung des Drahtes bewirkt eine Erhöhung der Nachgiebigkeit und damit eine Erniedrigung der Frequenz, unabhängig vom Übergang von unrelaxiertem zu relaxiertem Verhalten. Eine Bestimmung von T_{\max} mittels der Änderung der Resonanzfrequenz ist also nicht möglich.

Für die Messung D1-01 wurde für niedrige (≈ 290 K) und hohe (≈ 400 K) Temperaturen die Schwingungsdauer bestimmt. Es ergab sich eine Zunahme von 0,652 s auf 0,663 s, d. h. um den Faktor 1,017. Durch den Übergang von unrelaxiertem zu relaxiertem Verhalten ergibt sich für $\mathcal{G}_0 \approx 0,011$ der Faktor 1,00044. Der weitaus größere Teil der Änderung der Schwingungsdauer geht also nicht auf den Übergang unrelaxiert-relaxiert zurück, sondern auf die mit der Temperaturerhöhung wachsende Nachgiebigkeit.

5. Anlage eines Praktikumsversuchs - Versuchsdurchführung

Die Arbeiten am Snoek-Pendel erfolgten von Anfang an mit dem Ziel, einen Praktikumsversuch für das im Aufbau befindliche materialphysikalische Praktikum aufzubauen. Es mußte also beachtet werden, daß die Durchführung des Versuchs einfach ist und die Bedienung der Apparatur möglichst schnell erlernt werden kann. Außerdem mußte bedacht werden, welche physikalischen Meßmethoden und Inhalte an Hand dieses Versuchs erlernt oder vertieft werden sollen. Ferner gehört zu einem Praktikumsversuch auch eine Anleitung für Studenten; diese zu erstellen war ebenfalls Teil dieser Arbeit.

5.1. Vorbereitung der Studenten

5.1.1. Versuchsanleitung für Studenten

Einige Zeit vor Beginn des Praktikums sollte den Praktikanten die Versuchsanleitung zur Verfügung gestellt werden. Sie dient den Praktikanten zur gründlichen Vorbereitung auf die Durchführung des Versuchs. Sie liegt dieser Arbeit als Kopiervorlage bei und ist in Teilen im Anhang abgedruckt. Sie umfaßt fünf Kapitel: Allgemeine Grundlagen, Versuchsaufbau, Versuchsdurchführung, Auswertung und Verständnis- und Wiederholungsfragen.

Das Kapitel allgemeine Grundlagen stellt eine Zusammenfassung des Grundlagenteils dieser Arbeit dar. Es wurde so konzipiert, daß es alle Hintergrundinformationen enthält, die der Praktikant zur sinnvollen Durchführung des Versuchs benötigt. Da sowohl zur Diffusion als auch zu Stahl (α -Eisen-Kohlenstoff) bereits Praktikumsversuche existieren, wird darauf nur knapp eingegangen. Die Anelastizität als Spezifikum dieses Versuchs wird dagegen sehr gründlich behandelt und die zugrunde liegenden Modelle ausführlich dargestellt. Daneben sollte es den Praktikanten möglich sein, zur Versuchsauswertung Einblick in die gesamte Arbeit zu haben. Hier findet er weitere Informationen und auch Literaturhinweise.

Die Beschreibung des Versuchsaufbaus ist ebenfalls ein Exzerpt aus dieser Arbeit. Verzichtet wurde vor allem auf die genaue Behandlung der Fehlerquellen. Diese

Informationen sollte meines Erachtens der Betreuer während der Durchführung des Versuchs geben.

Im Kapitel über die Versuchsdurchführung sind alle Schritte erklärt, die der Praktikant selbständig durchführen kann. Genauere Angaben (für den Betreuer) finden sich in Kap. 5.2. und im Anhang.

Zur Auswertung werden dem Praktikanten acht Aufgaben gestellt. Im Anhang finden sich für den Betreuer einige Hinweise dazu.

Das für die Verständnis- und Wiederholungsfragen benötigte Wissen findet sich nicht vollständig in der Versuchsanleitung für Studenten. Meine Intention hierbei war, daß der Betreuer während der Versuchsdurchführung Hinweise geben sollte, die die Beantwortung der Fragen ermöglichen. Darüber hinaus können die Praktikanten die benötigten Zusatzinformationen auch in dieser Arbeit finden.

5.1.2. Vorbereitungsgespräch

Vor der Durchführung des Versuchs durch die Praktikanten wird der Betreuer mit ihnen ein Vorbereitungsgespräch führen. Dieses Gespräch dient dem Betreuer dazu, die Vorkenntnisse der Praktikanten zu eruieren und eventuell vorhandene Lücken zu schließen oder weiterführende Informationen einfließen zu lassen. Für die Praktikanten bietet sich die Gelegenheit, Fragen zu stellen, die auch nach der Lektüre der Anleitung unbeantwortet geblieben sind.

Da es während des Versuchsablaufs viel Leerlauf gibt, bietet es sich an, vor Beginn des Versuchs lediglich eine knappe Einführung in den Versuch zu geben und alle weiteren Fragen während der Versuchsdurchführung zu besprechen.

5.2. Versuchsdurchführung

5.2.1. Einbau der Probe

Die Probe muß zunächst mittels der Werkzeughalter an den beiden Teilen des Längsgestänges befestigt werden. Anschließend wird das Gestänge durch die obere Bohrung in den Ofen so eingeführt, daß es an der unteren Öffnung wieder austritt. Das Gewinde wird nun so eingeschraubt, daß das Gestänge unten weit genug herauschaut.

Die Fixierung des Gestänges mittels der Überwurfmutter erfolgt erst nach der Justierung der Apparatur.

Auf das untere Ende des Längsgestänges wird nun das T-Stück gesteckt und mit den drei Madenschrauben fixiert. An den beiden Querenden des T-Stücks können verschiedene Gewichte angeschraubt werden.

5.2.2. Justierung der Apparatur

Zunächst ist es notwendig dafür zu sorgen, daß das Pendel möglichst frei schwingen kann, d. h. das Längsgestänge sollte den Zylinder nirgends berühren. Dazu können die drei Standbeine der Ofenhalterung in ihrer Höhe verstellt werden.

Anschließend ist der Laser auf den Spiegel zu richten. Nach Lösen der Kunststoffschraube (Abb. 5.1) kann er an dem oberen Rädchen verdreht und in seiner Höhe verstellt werden. Es ist darauf zu achten, daß der Laser auf die Drehachse des

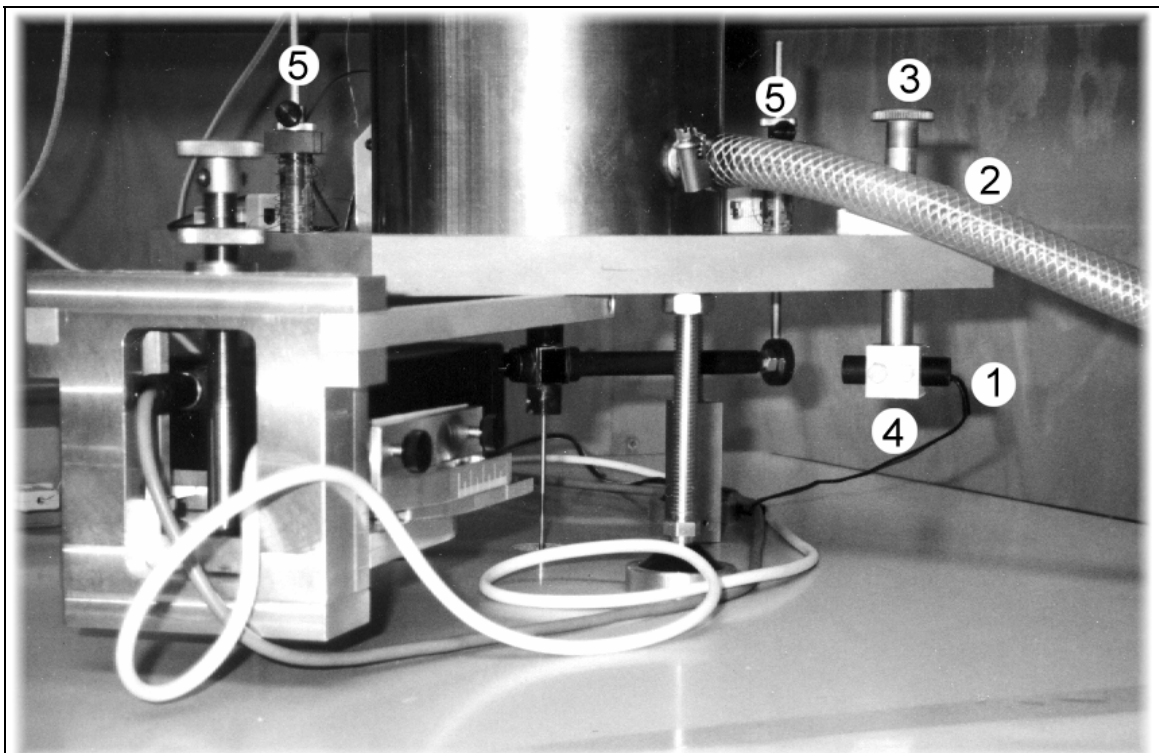


Abb. 5.1: Details der Apparatur: Links die Halterung für den PSD, rechts für den Laser (1). Um die Einstellung des Lasers ändern zu können, muß zunächst die Kunststoffschraube (2 - verdeckt) gelöst werden. Höhen- und Winkelverstellung erfolgt dann durch Knopf (3). Die zwei Kunststoffschrauben (4) müssen nur gelöst werden, wenn der Laser ausgebaut werden soll. (5) zeigt die Spulen mit den Weicheisenkernen und den Halterungen zu ihrer Höhenverstellung.

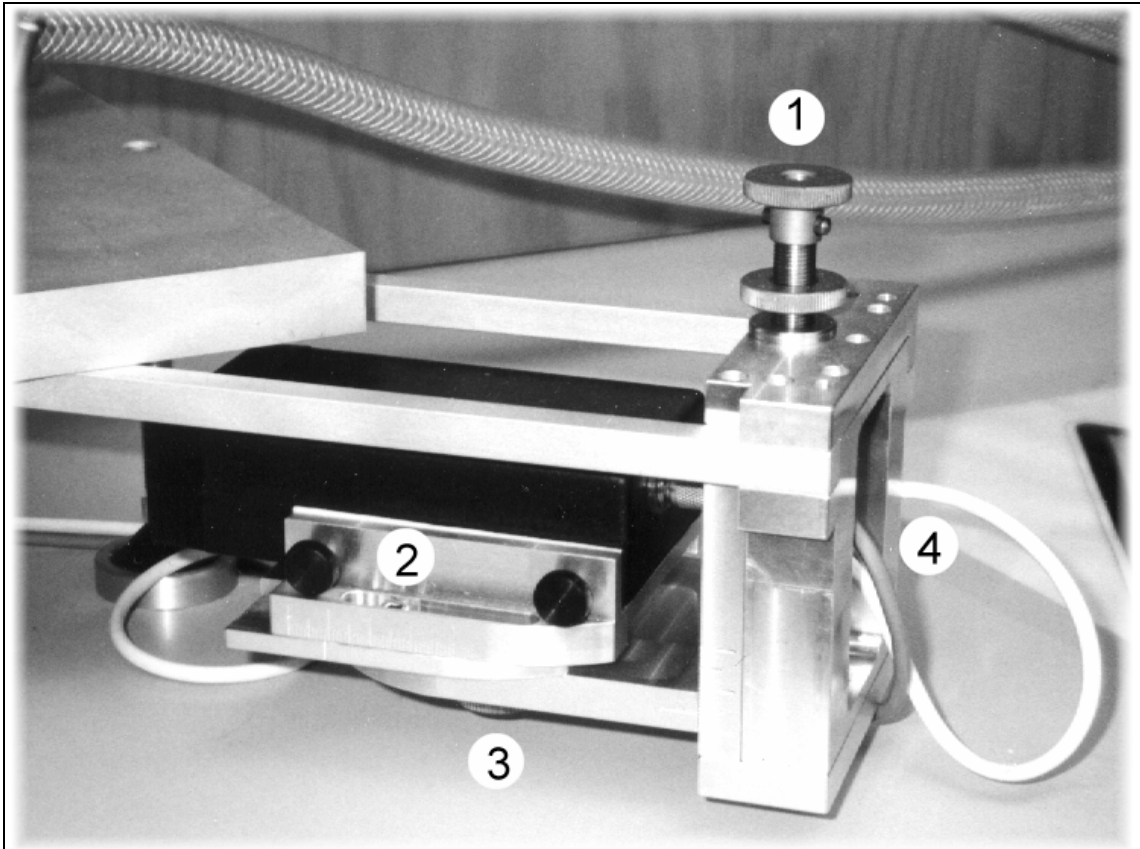


Abb. 5.2: Details der Apparatur: Halterung für den PSD. Stellrad (1) dient zur Höhenverstellung. Die Imbusschrauben (2 - eine befindet sich auf der anderen Seite der Halterung) müssen gelöst werden, wenn der Abstand zwischen dem PSD und dem Spiegel verändert werden soll. Zum Verdrehen des PSD muß Schraube (3) gelöst werden. Bei (4) befinden sich die Buchsen für die Spannungsversorgung und die Übertragung des Signals zum Auswertrechner. Die Schrauben mit den schwarzen Köpfen müssen nur gelöst werden, wenn der PSD ausgebaut werden soll.

Pendels trifft.

Nun muß die Apparatur so eingestellt werden, daß der reflektierte Laserstrahl auf die aktive Fläche des PSD trifft. Zunächst wird mit dem Stellrädchen, das oben an der PSD-Halterung angebracht ist, die Höhe des PSD richtig eingestellt (Abb. 5.2). Sollte dies im Rahmen der möglichen Variation nicht möglich sein, wird die Höhe des Lasers entsprechend verändert. Trifft der reflektierte Laserstrahl neben dem PSD auf, wird das Gestänge oben leicht verdreht, bis der Strahl den PSD trifft. Für die weitere Justierung ist es nützlich, das Meßprogramm zu starten. Die angezeigte Amplitude (Fenster rechts unten) sollte möglichst um die Nulllage schwingen. Zur Feinjustierung kann die Schraube unten an der Halterung des PSD gelöst und der PSD etwas verdreht werden. Reicht dies nicht aus, muß nochmals das Gestänge vorsichtig verdreht werden. Es empfiehlt sich, zuvor den PSD in die Mittelstellung zu bringen, um besser nachregeln zu können.

Die Höhe der Weicheisenkerne der Spulen kann ebenfalls eingestellt werden. Dazu sind die Halterungen zu lösen (Abb. 5.1).

5.2.3. Auswertungsprogramm

Nach (eventuell auch bereits während) der Justierung der Apparatur bietet es sich an, die Praktikanten in das Auswertungsprogramm einzuführen. Die wichtigsten Informationen, v. a. Tab. 5.1, sind für die Praktikanten in der Versuchsanleitung abgedruckt.

Wie in Kap. 2.3. beschrieben, wird vom Rechner mittels des PSD die Schwingung aufgenommen. Daraus ermittelt er die Amplitude und die Schwingungsdauer. Außerdem berechnet er den Logarithmus der Amplitude und trägt ihn gegen die Zeit auf. Mittels der Steigung dieser Kurve kann das logarithmische Dekrement bestimmt werden (vgl. Kap. 2.4.). Außerdem nimmt der Rechner in 0,1 s-Intervallen die Temperatur der Probe auf (vgl. Kap. 2.5.).

Während das Meßprogramm läuft, ist links unten auf dem Bildschirm die aktuelle Temperatur sowie die Schwingungsdauer angegeben. Rechts unten wird die Schwingung angezeigt, links oben die Extrema und links unten der Logarithmus der Amplitude (jeweils gegen die Zeit aufgetragen). Mit Hilfe der Steuerungstasten (siehe Tab. 5.1) können die Marker in den beiden letztgenannten Diagrammen bewegt werden. Der Marker im ϱ - T -Diagramm steht bei der Temperatur, die zu der Zeit gemessen wurde, bei der der Marker in den beiden anderen Diagrammen steht. Im $\ln(A)$ - t -Diagramm können Bereiche markiert werden, für die der Rechner dann eine lineare Regression ausführt und aus der ermittelten Steigung das logarithmische Dekrement bestimmt. Für die Auswertung bereits benutzte Bereiche werden rot markiert. Das logarithmische Dekrement wird dann im Diagramm rechts oben gegen die Temperatur (gemittelt aus allen im markierten Bereich gemessenen Werten) aufgetragen.

Wird das Programm beendet, werden die Daten der aktuellen Messung als Textdatei auf das Verzeichnis C:\daten geschrieben. Bei Beendigung der Messung geschieht dies nicht, weshalb es sich empfiehlt, nach jeder Messung das Programm zu beenden. Das Extrema-Zeit-Diagramm, das $\ln(\text{Amplitude})$ -Zeit-Diagramm und das Dämpfungs-Temperatur-Diagramm sind unter $\langle\text{Gruppen-Nr.}\rangle_ \langle\text{Messungs-Nr.}\rangle_e$, $_1$ bzw. $_t$ abgespeichert.

Taste	Funktion
←/→	Marker nach links/rechts bewegen (kleine Schritte)
↓/↑	Marker nach links/rechts bewegen (große Schritte)
PageUp/PageDown	Marker seitenweise bewegen
Pos1/Ende	Marker zum Anfang/Ende der Messung bewegen
F1	Festlegen der linken Intervallgrenze zur Bestimmung des logarithmischen Dekrements
F2	Festlegen der rechten Intervallgrenze zur Bestimmung des logarithmischen Dekrements
F5	Löschen des Auswertungsintervalls, in dem sich der Marker befindet
Leertaste	Neuaufbau des Bildschirms
Esc	Messung beenden

Tab. 5.1: Tastenbelegung für das Auswertungsprogramm.

5.2.4. Durchführung der Messung

Im Lauf eines Praktikums tages finden zwei Meßdurchgänge mit unterschiedlichen Gewichten statt. Pro Durchgang werden etwa 20 Meßpunkte aufgenommen. Die Gewichte sind so gewählt, daß die Schwingungsdauer einmal ca. 0,6 s und einmal ca. 1,2 s beträgt. Eine möglichst niedrige Starttemperatur (ca. 15°C) erreicht man, wenn vor Beginn jeder Messung (am besten bereits während des Probeneinbaus) die Wasserkühlung eingeschaltet wird.

Um einen Meßpunkt aufzunehmen, werden mit Hilfe der Morsetaste die Spulen so getaktet, daß das Pendel zu schwingen beginnt. Die vom Rechner angezeigte Amplitude sollte dabei nicht über ± 1 hinausgehen. Ist eine ausreichende Amplitude erreicht, läßt man die Schwingung abklingen. Mit Hilfe der Steuerungstasten (Tab. 5.1) wird nun der Bereich markiert, der zur Bestimmung des logarithmischen Dekrements verwendet werden soll. Dabei soll die Intervalllänge etwa 60 s betragen.

Für die weiteren Meßpunkte wird die Kühlung abgestellt und die Probe geheizt. Die Heizspannung wird dabei allmählich auf ca. 60 V erhöht. Nach Einstellen einer neuen Heizspannung muß gewartet werden, bis sich die neue Temperatur eingestellt hat. Dies dauert etwa 100 s. Es hat sich bewährt, für den zweiten Meßpunkt etwa 6 V Heizspannung einzustellen, dann die Heizspannung in 3 V-Schritten weiter zu erhöhen, bis etwa 25°C erreicht sind, in 2 V-Schritten bis 35°C (30°C bei den großen Gewichten) und schließlich in 1 V-Schritten, bis das Maximum überschritten ist. Eventuell können in unmittelbarer Nähe des Maximums auch kleinere Schritte gewählt werden. Danach wird die Spannung wieder in größeren Schritten (aber nicht größer als 5 V) bis zur Endtemperatur von etwa 160°C erhöht.

Nach der Aufnahme des letzten Meßpunkts wird die Heizspannung langsam zurückgedreht, das Kühlwasser angestellt und das Meßprogramm beendet. Die Gewichte am Quergestänge werden nun ausgewechselt. Es kann nötig sein, die Apparatur nochmals zu justieren. Mit der zweiten Messung kann begonnen werden, sobald die Temperatur wieder auf ca. 15°C gesunken ist.

5.3. Auswertung der Messung - Erstellen des Protokolls

Bereits während des Versuchsablaufs hat der Betreuer die Möglichkeit, den Praktikanten Hinweise zur Auswertung des Versuchs zu geben. Die benötigten Formeln finden sich im Theorieteil der Anleitung.

In der Auswertung ist vorgesehen, daß die Praktikanten eine Fehlerrechnung und ausführliche Fehlerdiskussion durchführen. Die Praktikanten sollen lernen, ihre Meßergebnisse richtig einzuschätzen.

Der Theorieteil des Protokolls, der wegen der relativ ausführlich gehaltenen Anleitung ziemlich knapp ausfallen kann, sollte meines Erachtens tatsächlich ein Protokoll des beim Praktikum gelernten Stoffs sein. So sind auch die Verständnis- und Wiederholungsfragen als Gedächtnisstützen gedacht, die es dem Praktikanten erleichtern sollen, das Gelernte schriftlich festzuhalten. Sie sind deshalb bewußt so gestellt, daß zu ihrer Beantwortung der Theorieteil der Anleitung nicht ausreicht. Die zusätzlich benötigten Informationen findet der Praktikant in dieser Arbeit.

5.4. Erster Praktikumsdurchgang

Im April 1998 wurde im Rahmen des materialphysikalischen Praktikums der Versuch zum ersten mal von Praktikanten durchgeführt. Die acht Praktikumssteilnehmer wurden in vier Zweiergruppen eingeteilt. Innerhalb von zwei Wochen hatten sie neun Versuche zu absolvieren. Drei Gruppen haben den Versuch zum Snoek-Effekt vollständig durchgeführt, eine Gruppe hat nur eine Meßreihe aufgenommen. Im folgenden sind einige Erfahrungen, die bei der ersten Durchführung mit Praktikanten gemacht wurden, wiedergegeben.

5.4.1. Dauer des Versuchs - Zeitplan

Die Aufnahme eines \mathcal{G} - T -Diagramms dauert etwa einvierthel bis eineinhalb Stunden. Das Vorbereitungsgespräch kann relativ kurz gehalten werden, da während der Versuchsdurchführung genügend Zeit bleibt, um über die Grundlagen des Versuchs zu sprechen. Beginnt der Praktikumstag um 9.00 Uhr, ergibt sich damit folgender Zeitplan (Tab. 5.2), der künftigen Betreuern einen Anhalt für die Planung eines Praktikumstages geben kann.

Dauer	Tätigkeit
9.00 - 9.30	Vorbereitungsgespräch
9.30 - 10.15	Einbau der Probe, Justierung und Einführung in das Meßprogramm
10.15 - 11.45	Aufnahme der ersten Meßkurve
11.45 - 12.30	Mittagspause
12.30 - 13.00	Austausch der Gewichte und Justierung
13.00 - 14.30	Aufnahme der zweiten Meßkurve

Tab. 5.2: Zeitplan für den Praktikumstag.

5.4.2. Meßergebnisse der Praktikanten

Gruppe	A		B		C	D	
	1	2	1	2	1	1	2
Messung							
T_{\max} [K]	316,1	325,3	324,4	311,4	315,7	317,8	324,6
ΔT_{\max} [K]	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
\mathcal{D}_0 [10^{-3}]	7,2	5,6	7,0	8,9	6,0	6,6	5,9
$\Delta \mathcal{D}_0$ [10^{-3}]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
S [s]	1,15	0,63	0,60	1,19	1,08	0,96	0,52
ΔS [s]	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
c [10^{-3} Gew%]	3,00	2,32	2,90	3,68	1,88	1,67	1,25
Δc [10^{-3} Gew%]	0,21	0,21	0,21	0,21	0,16	0,13	0,11
$D(T_{\max})$ [10^{-16} cm ² / s]	1,25	2,28	2,40	1,21	1,75	2,45	5,40
ΔD [10^{-16} cm ² / s]	0,01	0,04	0,04	0,01	0,02	0,03	0,10
E_w [eV]	0,579		0,459		---	1,034	
ΔE_w [eV]	0,340		0,193		---	0,779	
E_w [eV] (aus $D_0 = 0,00394$ cm ² / s)	0,847	0,854	0,851	0,835	0,836	0,833	0,828
E_w [eV] (aus $D_0 = 0,00167$ cm ² / s)	0,823	0,830	0,827	0,812	0,813	0,809	0,804
ΔE_w [eV] (mit bekanntem D_0)	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007

Tab. 5.3: Meßergebnisse der Praktikumsgruppen.

Die Meßergebnisse der Praktikanten stimmen mit den in Kap. 4.1. vorgestellten Ergebnissen recht gut überein. Man erhält also reproduzierbare Ergebnisse, auch wenn ungeübte Experimentatoren den Versuch durchführen. Damit hat sich gezeigt, daß der Aufbau für das materialphysikalische Praktikum geeignet ist. In Tab. 5.3 sind die Meßergebnisse der vier Gruppen aufgeführt, in Abb. 5.3 sind als Beispiel die \mathcal{D} - T -Diagramme der Gruppe A abgebildet.

Man kann erkennen, daß die Peak-Höhe deutlich niedriger ist als bei den in Abb. 4.1 vorgestellten Messungen. Das liegt daran, daß die Proben etwa zwei Wochen vor Praktikumsbeginn das letzte Mal geglüht wurden. Es liegt also nahe, künftig möglichst kurz vor dem Praktikum die Proben zu glühen, um einen deutlicheren Peak zu erhalten. Das „Verschwinden“ des Kohlenstoffs bei der zweiten Messung wird ebenfalls weniger deutlich, wenn bereits vor Beginn der ersten Messung ein großer Teil des Kohlenstoffs zu den Versetzungen hin diffundiert ist. Bei der Gruppe B wurde die Probe vor der zweiten Messung nochmals etwa 5 Minuten geglüht, was den Anstieg des gemessenen

Kohlenstoffgehalts erklärt. Bei dieser Messung wurde auch die höchste Dämpfung während des gesamten Praktikums gemessen.

Außerdem kann bei beiden Messungen der in Kap. 4.2.2. beschriebene Effekt beobachtet werden, daß die Dämpfung bei höheren Temperaturen wieder leicht ansteigt. Dieser Effekt trat während des Praktikums bei mehreren (nicht bei allen) Messungen

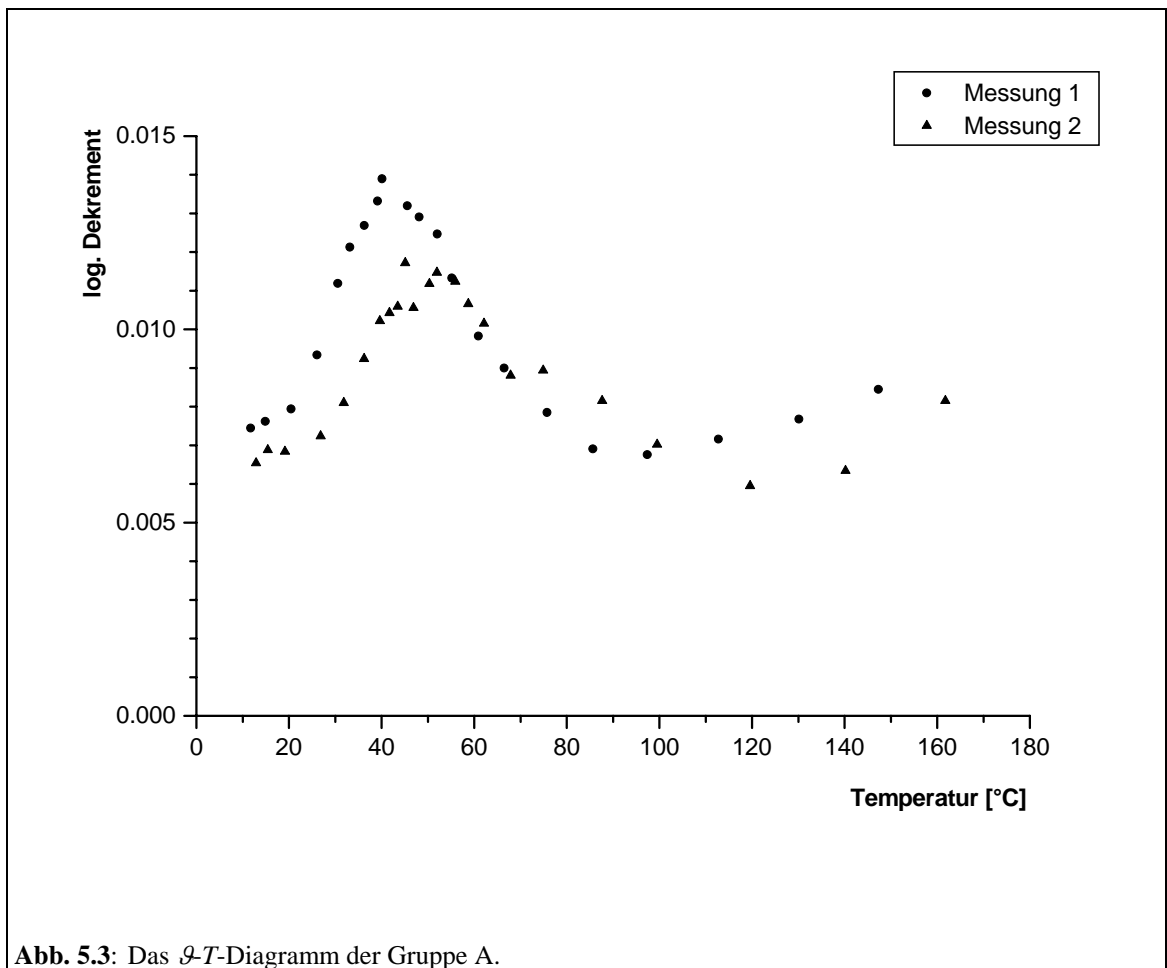


Abb. 5.3: Das \mathcal{D} - T -Diagramm der Gruppe A.

auf.

6. Zusammenfassung

Es ist gelungen, mit dem beschriebenen Versuchsaufbau die Dämpfung elastischer Schwingungen in α -Eisen-Kohlenstoff nachzuweisen. Offensichtlich genügt diese einfache Apparatur, um eine ziemlich geringe Anisotropie der Wanderungsenergie des interstitiell in Eisen eingelagerten Kohlenstoffs nachzuweisen. Der Effekt an sich, d. h. daß die Dämpfung beim Hochheizen der Probe ein Maximum durchläuft, ist bereits „mit bloßem Auge“, d. h. ohne die Auswertungs elektronik, erkennbar.

Die qualitativen Ergebnisse, vor allem die Bestimmung der Wanderungsenergie des Kohlenstoffs, sind dagegen stark fehlerbehaftet. Dies liegt zum einen daran, daß die Apparatur keine Präzisionsmessungen zuläßt. Die Fehlerquellen wurden ausführlich diskutiert, außerdem wurden Verbesserungsmöglichkeiten genannt. Zum anderen wurden zur Bestimmung dieser Größe verschiedenartige Experimente benutzt, die es ermöglichen, den Diffusionskoeffizienten in Temperaturintervallen von mehr als 100 K zu bestimmen. Mit unserem Experiment kann dagegen lediglich das Temperaturintervall von etwa 35°C bis 45°C abgedeckt werden.

Es war jedoch auch nicht das Ziel dieser Arbeit, möglichst genaue Ergebnisse zu erzielen. Vielmehr sollte künftigen Praktikanten ein Teilgebiet der Materialphysik theoretisch und vor allem praktisch nähergebracht werden.

Beim ersten Praktikumsdurchgang hatte ich den Eindruck, daß die Durchführung des Versuchs und das Gespräch über seine materialphysikalischen Grundlagen allen Beteiligten Spaß gemacht hat. Es bleibt zu wünschen, daß dies auch für alle nachfolgenden Praktikanten gilt.

7. Literaturverzeichnis

Baker, Hugh [Hrsg.], ASM Handbook® 3: Alloy Phase Diagrams, Materials Park [ASM-International], 1992.

Böhm, Horst, Einführung in die Metallkunde [B. I.-Hochschultaschenbuch Bd. 196], Mannheim/Leipzig/Wien/Zürich [B. I. Wissenschaftsverlag], 1992 [unveränderter Nachdruck von 1968].

Borg, Richard J./G. J. Dienes, An Introduction to Solid State Diffusion, San Diego [Academic Press], 1988.

Haasen, Peter, Physikalische Metallkunde, Berlin/Heidelberg/New York/Tokyo [Springer-Verlag], 1984.

Haider, Ferdinand, Skript zur Vorlesung Materialphysik I [unveröffentlichtes Skript], Augsburg 1998.

Kittel, Charles, Einführung in die Festkörperphysik, München/Wien [R. Oldenbourg Verlag], 1991.

Kuchling, Horst, Taschenbuch der Physik, Leipzig/Köln [Fachbuchverlag Leipzig GmbH], 1994.

Laser Components GmbH [Hrsg.], PSD - Positionsempfindliche Si-Detektoren von SiTek® Electro Optics [Katalog], Olching o. J. [1997?].

Le Claire, A. D., Diffusion of C, N, and O in metals: O. Modelung [Hrsg.], Landolt-Börnstein. Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik [Neue Serie] Gruppe III: Kristall- und Festkörperphysik 26: Diffusion in festen Metallen und Legierungen [Hrsg.: H. Mehrer], Berlin/Heidelberg/New York/London/Paris/Tokyo/Hong Kong/Barcelona [Springer Verlag], 1990, S. 471-503.

- Lord, A. E./D. N. Beshers, The Mechanical Damping of Iron from Room Temperature to 400°C at 7 Megacycles/sec: *Acta Metallurgica* **14** [1966], S. 1659-1672.
- McMahon, C. J./C. D. Graham, Introduction to Engineering Materials. The Bicycle and the Walkman, Philadelphia [Merion Books], 1992.
- Nowick, A. S./B. S. Berry, Anelastic Relaxation in Crystalline Solids [Material Science Series], New York/London [Academic Press], 1972.
- o. V., Positionserfassung: Detektor aus Silizium: industrie-elektrik + elektronik **28** [1983], Nr. 8, S. 21f.
- Ohtani, H., Processing - Conventional Heat Treatments: R. W. Cahn/P. Haasen/E. J. Kramer [Hrsg.], Materials Science and Technology. A Comprehensive Treatment **7**: Constitution and Properties of Steels [Hrsg.: F. Brian Pickering], Weinheim/New York/Basel/Cambridge [VCH Verlagsgesellschaft] 1992, S. 183-217.
- Snoek, J. L., Effect of Small Quantities of Carbon and Nitrogen on the Elastic and Plastic Properties of Iron: *Physica* **8** [1941], S. 711-733.
- Stevens, Keith T./Angela Davies, Surface Treatment of Steels: R. W. Cahn/P. Haasen/E. J. Kramer [Hrsg.], Materials Science and Technology. A Comprehensive Treatment **7**: Constitution and Properties of Steels [Hrsg.: F. Brian Pickering], Weinheim/New York/Basel/Cambridge [VCH Verlagsgesellschaft] 1992, S. 777-804.
- Wepner, Wolfgang, Ermittlung kleiner Kohlenstoffgehalte im α -Eisen durch Dämpfungsmessung: *Archiv für Eisenhüttenwesen* **27** [1956], S. 55-59.
- Wert, C. A., Diffusion Coefficient of C in α -Iron: *Physical Review* **79** [1950], S. 601-605.

Wert, C./C. Zehner, Interstitial Atomic Diffusion Coefficients: Physical Review **76**
[1949], S. 1169-1175.

Danksagung

Bei der Wahl des Themas für die Zulassungsarbeit spielte für mich unter anderem die Frage eine Rolle, ob sich eine Verbindung zu meinem angestrebten Beruf, Physik- und Mathematiklehrer, herstellen läßt. Als mir die Mitarbeit am Aufbau des materialphysikalischen Praktikums am Lehrstuhl für Experimentalphysik I der Universität Augsburg angeboten wurde, habe ich die Gelegenheit genutzt, ein Teilgebiet der Materialphysik praktisch und didaktisch aufzuarbeiten und gleichzeitig den „Betrieb“ an einem Experimentalphysiklehrstuhl kennenzulernen.

Deshalb bedanke ich mich ganz herzlich bei Herrn Prof. Dr. Konrad Samwer, daß er mir dieses Thema überlassen hat und mir die Möglichkeit einräumte, an seinem Lehrstuhl zu arbeiten.

Herrn Prof. Dr. Ferdinand Haider oblag die Betreuung dieser Arbeit. Von der Planung des Versuchsaufbaus bis zur Erstellung dieser Arbeit hat er mich tatkräftig unterstützt. Da er die Tür zu seinem Zimmer stets offen hielt, konnte ich mich mit meinen Problemen und Fragen jederzeit an ihn wenden. Für seine Begleitung während dieser Arbeit und für seine konstruktive Kritik danke ich ihm ganz herzlich.

Als Anfänger war ich bei allen Tätigkeiten im Labor auf die Hilfe der LaborantInnen Gabi Hager, Uta Bete und Andreas Spörhase angewiesen. Für ihre Hilfe in Rat und Tat bedanke ich mich deshalb bei ihnen.

Ähnliches gilt für alle Mitarbeiter am Lehrstuhl. Ich habe stets die Hilfsbereitschaft aller erfahren, sei es bei physikalischen Fragen oder bei technischen Problemen. Ich bedanke mich bei allen dafür, daß ich mich am Lehrstuhl wohlfühlen und effektiv arbeiten konnte.

Bei den MitarbeiterInnen der feinmechanischen Werkstatt, die mich bereits bei der Planung des Versuchsaufbaus hervorragend unterstützt haben, und den MitarbeiterInnen der Elektronikwerkstatt bedanke ich mich für ihre Unterstützung und die zuverlässige Ausführung der Konstruktionsaufträge. Die beiden Spulen wurden an der Wickelmaschine des Lehrstuhl III gewickelt. Markus Schmidt hat mich an der Maschine eingewiesen. Auch ihm herzlichen Dank.

Der Betreuer des Versuchs zum Snoek-Effekt am Metallphysikalischen Institut der Georg-August-Universität in Göttingen, Jörg Behrens, zeigte mir den dortigen Versuchsaufbau und stellte mir eine Probe, Vergleichsmeßergebnisse und vor allem das von ihm geschriebene Auswertungsprogramm zur Verfügung. Ich danke ihm ganz herzlich für seine großartige Unterstützung.

Bei einem Totalabsturz des Auswerterrechners und bei allen Fragen der Textverarbeitung stand mir mein Studienkollege Andreas Beck hilfreich zur Seite. Stets konnte ich mit ihm Probleme beim Versuchsaufbau besprechen und Meßergebnisse diskutieren. Außerdem hat er die Fotos vom Versuchsaufbau gemacht. Ich danke ihm sehr für die Hilfe in Rat und Tat während der Erstellung dieser Arbeit.

Schließlich bedanke ich mich bei allen, die mir beim Korrekturlesen behilflich waren, besonders bei meinen Studienkolleginnen Manuela Schlosser und Gabriele Seyda.

Leitershofen, im Juni 1998

Walter Schmucker

Erklärung des Verfassers

Ich versichere, daß ich die vorstehende Arbeit selbständig angefertigt und nur die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe.

Leitershofen, im Juni 1998

(Walter Schmucker)

Anhang A: Hinweise für den Versuchsbetreuer

1. Versuchsaufbau

Die technischen Daten der einzelnen Geräte, vor allem auch die zulässigen Spannungen, finden sich in Anhang B.

2. Probenpräparation

Die Proben sind möglichst kurz vor den einzelnen Praktikumsterminen zu glühen, um eine möglichst hohe Dämpfung zu erreichen. Besondere Vorkehrungen wie Schutzgasatmosphäre sind ebensowenig notwendig wie spezielles Aufkohlen. Als Glühzeit genügen einige Stunden. Wichtig ist, daß das Abschrecken der Proben möglichst rasch erfolgt.

3. Probeneinbau und Justierung der Apparatur

Es empfiehlt sich, die Wasserkühlung bereits vor dem Probeneinbau anzustellen.

Beim Einbau sollte der Draht möglichst nicht geknickt werden. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, vor dem eigentlichen Beginn der Messung einen Probemeßwert aufzunehmen um zu prüfen, ob die Probe frei schwingt. Der Wert des logarithmischen Dekrements zu Beginn der Messung sollte erfahrungsgemäß bei etwa 0,01 (variiert je nach Kohlenstoffgehalt) liegen.

Die an der Apparatur angebrachte Wasserwaage sollte nicht zur Justierung verwendet werden, da die Probe in der Regel nicht genau senkrecht im Ofen hängt. Deshalb kann das Längsgestänge unten den Zylinder berühren, obwohl der Ofen senkrecht ausgerichtet ist.

Besonders empfindlich ist der Heizdraht. Es sollte darauf geachtet werden, daß die Zuleitungen zum Heizdraht keinen großen Belastungen ausgesetzt werden, da die Gefahr besteht, daß der Heizdraht dadurch abbricht.

4. Durchführung der Messung

Die angegebenen Zeiten (lineare Regression über ein Intervall von 60 s, Einstellzeit für die Temperatur: 100 s) sind selbstverständlich nur Richtwerte. Ein Versuch, eine längere Einstellzeit zu wählen (ca. 300 s), führte zu keiner Verbesserung des Ergebnisses.

Bei der Auswahl des Bereiches, der zur Bestimmung des logarithmischen Dekrements ausgewählt wird, sollte beachtet werden, daß die Amplitude für die ausgewählten Bereiche ungefähr gleich hoch ist. Ansonsten werden eventuell Nichtlinearitäten der AD-Karte mitgemessen, die das Ergebnis zusätzlich verfälschen. Wird statt F2 zum Festlegen der rechten Intervallgrenze F3 benutzt (vgl. Tab. 5.1), erfolgt die Approximation unter der Annahme $v(t) = v_0 + v_1 t$ (statt $v = \text{const}$).

Zu rasche Steigerungen der Heizleistung sollten vermieden werden, ebenso ein zu rasches Zurückdrehen der Leistung nach Beendigung des Versuchs. Als Richtwert für die höchste Schrittweite beim Hochdrehen der Heizspannung hat sich 5 V bewährt. Ich hatte den Eindruck, daß die in Kap. 4.2.2. beschriebene, gelegentlich auftretende sprunghafte Veränderung der Ruhelage der Schwingung besonders häufig dann auftrat, wenn die Heizspannung besonders schnell hochgedreht wurde. Außerdem kann eine zu schnelle Änderung der Heizleistung Spannungen am Heizdraht verursachen, die zu seinem Bruch führen können.

Die Textdateien mit den Meßergebnissen werden nur angelegt, wenn das Programm beendet wird. Fehlen für eine Messung die Textdateien, so kann diese Messung ausgewertet oder fortgesetzt werden. Wird dann das Programm beendet, werden die Textdateien angelegt.

5. Hinweise zur Versuchsanleitung

In Kap. 5.1. ist ausgeführt, wie die Versuchsanleitung konzipiert ist. Im folgenden gebe ich zu einigen Auswertungs- und Verständnisfragen (siehe Anhang C) Hinweise für den Betreuer.

- Zu Frage 4.2.: Der Fehler, der bei der Temperaturbestimmung gemacht wurde, ist hier nicht berücksichtigt (vgl. Kap. 4.2.2.).
- Zu Frage 4.4.: Im Arrhenius-Plot wird $\ln(D_0)$ aufgetragen, was den Unterschied zwischen den beiden Werten deutlich vermindert.

- Zu Frage 4.5: Siehe Kap. 4.2.1.
- Zu Frage 4.6.: Die Verbreiterung des Peaks könnte zum einen vom Temperaturgradienten der Probe, zum anderen von Stickstoff in der Probe verursacht sein (vgl. Kap. 4.2.4.).
- Zu Frage 4.7.: Aus (1.3) und (1.48) folgt $\bar{\tau} = \frac{3}{2\omega} \exp\left(\frac{E_w}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)$. Es soll erkannt werden, daß die mittlere Verweildauer während des Versuchs etwa um den Faktor 10^{-4} abnimmt.
- Zu Frage 4.8.: Kohlenstoff, der sich an Versetzungen angelagert hat, trägt nicht mehr zum Snoek-Effekt bei (vgl. Kap. 4.2.5.).
- Zu Frage 5.2.: Siehe Kap. 1.1.4.
- Zu Frage 5.3.: $\omega\tau \gg 1$ (unrelaxierter Fall): Die Dämpfung η der Dämpfungseinheit (c) (Abb. 1.9) ist nach (1.24) zu hoch, so daß die Feder (b) der Schwingung nicht folgen kann. $\omega\tau \ll 1$: Die Dämpfung η der Dämpfungseinheit (c) ist nach (1.24) so gering, daß die Feder (b) der Schwingung praktisch ungehindert folgen kann.
- Zu Frage 5.4.: Siehe Kap. 2.2.
- Zu Frage 5.5.: Die Praktikanten sollen erkennen, daß der Unterschied zwischen relaxierter und unrelaxierter Nachgiebigkeit verschwindend klein ist (vgl. Kap. 4.2.6.).
- Zu Frage 5.6.: Die Schwingungsdauer ändert sich auf Grund der Kramer-Kronig-Relation (sehr geringer Effekt) und auf Grund der Erhöhung der Nachgiebigkeit der Probe wegen ihrer Erwärmung (geringer Effekt) (vgl. Kap. 4.2.6.).

6. Verbesserungsmöglichkeiten

Am Ende der Arbeit stellt sich die Frage, wie man den Versuchsaufbau mit den durch die Arbeit gewonnenen Erkenntnissen gestaltet hätte. Deshalb im folgenden einige Verbesserungsvorschläge, sollte die Apparatur einmal überarbeitet werden.

Das Hauptproblem stellt meines Erachtens der **Temperaturgradient** dar (vgl. Kap. 2.6.2.). Ideal, aber auch teuer, wäre ein Mehrzonenofen, in dem die Temperatur konstant gehalten werden kann. Eine preiswertere Möglichkeit wäre der Einbau weiterer Heizwicklungen, so daß der Abstand zwischen den einzelnen Heizdrähten geringer würde. Außerdem können die Heizdrähte auf einem Kupferzylinder befestigt

werden; der Kupferzylinder würde dann den Probenraum gleichmäßiger aufheizen. Auch eine kürzere Probe käme als Verbesserungsmöglichkeit in Frage. Dazu müssten lediglich längere Probenhalterungen gebaut und nach (2.1) größere Massen verwendet werden.

Eine zweitrangige Fehlerquelle ist die **AD-Wandlerkarte**. In Kap. 2.6.1. ist beschrieben, worauf bei Neuerwerb einer AD-Wandlerkarte geachtet werden sollte.

Von praktischem Nutzen wäre es, wenn die Halterung des Heizdrahtes unempfindlicher gegen Zugbelastung an der Zuleitung gemacht werden könnte.

Anhang B: Technische Daten

1. Netzgeräte

- Für den Laser: Steckernetzgerät MW79GS, Ausgangsspannungen 3/4,5/6/7,5/9/12 V, max. Ausgangsstrom 800 mA, max. Ausgangsleistung 9,6 VA
- Für die Spulen: Steckernetzgerät APS1012, Ausgangsspannungen 3/4,5/6/7,5/9/12 V, max. Ausgangsstrom 1000 mA
- Für die Heizung: Labornetzgerät PS-2403-D (Zweifachnetzgerät mit 0..40 V und 0,01..3 A) von Völkner Electronic GmbH & Co. KG, Marienberger Straße 10, 38095 Braunschweig (Best.-Nr.: 0941627)
- Für den PSD: Von der Elektronikwerkstatt gebautes Netzgerät, liefert 15 V

2. Spulen

Die Spulen sind selbst gewickelt.

- Wicklungszahl: 700
- Drahtstärke: 0,22 mm
- Länge: 30 mm
- Durchmesser: 10 mm
- Durchmesser der Weicheisenkerne: 4 mm
- Betriebsspannung: 3 V

3. 14bit AD/DA-Wandlerkarte

Die Karte wurde bei Conrad Electronic GmbH, Klaus-Conrad-Straße 1, D-92240 Hirschau gekauft (Best-Nr.: 97 61 48). Es handelt sich um eine Steckkarte für 8bit-ISA-Slot (oder 16bit-ISA-Slot).

Für den AD-Wandler gilt:

- Auflösung: 14 bit
- Kanäle: 16

- Betriebsarten: Unipolar oder bipolar, 2,5 V, 5 V oder 8,5 V mittels Jumper einstellbar und über Potentiometer abgleichbar

Für das Auswertungsprogramm wurden folgende Einstellungen gewählt:

- Kanal 0 (Pin 11): Differenzsignal PSD
- Kanal 1 (Pin 23): Summensignal PSD
- Kanal 2 (Pin 10): Temperatursignal
- Pin 3, Pin 12, Pin 24: Masse
- Pin 13: +5 V (Spannungsversorgung für Thermospannungsverstärker)
- Betriebsart bipolar $\pm 8,5$ V

Hinweis: Durch einen Kurzschluß brannte auf der Platine die Leiterbahn für die 5 V-Versorgung durch; der Schaden wurde durch Löten behoben.

4. Der Thermospannungsverstärker

Zur Temperaturmessung wird ein Thermofühler des Typs K (Chromel/Alumel) benutzt. Die Thermospannung wird durch einen speziellen Thermospannungsverstärker mit Eispunktkompensator verstärkt (AD595 der Firma Analog Devices). Die benötigte Spannung von +5 V wird vom Rechner bezogen (siehe 3.), 10 mV entsprechen 1 K.

5. Der PSD

Der eindimensionale PSD SiTek 1L30 PSD stammt von der Firma SiTek Electro Optics.

- Aktive Fläche: 30 mm x 4 mm
- Positions-Nichtlinearität: $\pm 0,1$ % (bei Verwendung von 80 % der Detektorlänge)
- Widerstand des Detektors: 50 k Ω
- Leckstrom (dunkel): 150 nA
- Rauschstrom: $0,5 \frac{\text{pA}}{\sqrt{\text{Hz}}}$
- Anstiegszeit (10 % - 90 %): 1,0 μs
- Temperaturdrift: $20 \frac{\text{ppm}}{^\circ\text{C}}$

6. Heizdraht

- Typ: 1Nicros 1,0
- Adermaterial: NiCr 80/20
- Mantelmaterial: 310 SS
- Isolation: MgO
- Aderdurchmesser: 0,1 mm
- Manteldurchmesser: 1,0 mm
- max. Betriebstemperatur: 1050°C
- max. Leistung: $400 \frac{\text{W}}{\text{m}}$
- max. Strom: 6 A
- max. Spannung: 600 V
- Widerstand pro Länge: $27 \frac{\Omega}{\text{m}}$
- Widerstand: 24 Ω

7. Auswertungsprogramm

Das Auswertungsprogramm wurde von Jörg Behrens vom Institut für Metallphysik in Göttingen geschrieben und für den neuen Versuchsaufbau leicht modifiziert. Programmiersprache ist Borland Pascal with Objects, Version 7.0.

8. Laser

- Polarität: rot: +, schwarz: -
- Spannungsbereich: 4 V - 6 V
- Strahldivergenz: < 0,5 mrad
- Wellenlänge: 670 nm
- Leistung: <1 mW
- Gehäuse: \varnothing 11 mm, Länge 40 mm
- Laserklasse 2

Anhang C: Auszug aus der Versuchsanleitung

Inhalt:

1. Allgemeine Grundlagen

- 1.1. Kohlenstoff in α -Eisen
 - 1.1.1. Phasendiagramm von Eisen-Kohlenstoff
 - 1.1.2. Oktaederlücke im kubisch-raumzentrierten Gitter
- 1.2. Interstitielle Diffusion (Zwischengittermechanismus)
- 1.3. Elastizität und Anelastizität
 - 1.3.1. Definitionen
 - 1.3.2. Drei-Parameter-Modell (anelastischer Festkörper)
- 1.4. Kinetik der Punkt-Defekt-Relaxation für Oktaederlücken im kubisch-raumzentrierten Gitter - anschauliche Betrachtung
- 1.5. Der Snoek-Effekt
 - 1.5.1. Größen, die im Versuch bestimmt werden können
 - 1.5.2. Anschauliche Deutung des Zustandekommens der Dämpfung

2. Versuchsaufbau

- 2.1. Ofen und Torsionspendel
- 2.2. PSD
- 2.3. Bestimmung des logarithmischen Dekrements

3. Versuchsdurchführung

4. Auswertung

5. Verständnis- und Wiederholungsfragen

Im folgenden sind lediglich Kap. 4 und Kap. 5 abgedruckt. Die ersten drei Kapitel stellen eine Kurzfassung der vorliegenden Arbeit dar und liegen ihr als Kopiervorlage bei.

4. Auswertung

Zur Auswertung werden die folgenden Konstanten benötigt:

Gitterkonstante von Eisen: $a_{\text{Eisen}} = 2,87 \cdot 10^{-10} \text{ m}$

Boltzmann-Konstante: $k = 8,617 \cdot 10^{-5} \frac{\text{eV}}{\text{K}}$

4.1. Bestimmen Sie aus den beiden $\mathcal{G}(T)$ -Diagrammen jeweils die maximale Dämpfung \mathcal{G}_{max} und die zugehörige Temperatur T_{max} ! Ermitteln Sie auch die apparative Dämpfung \mathcal{G}_{app} , die sich bei hohen Temperaturen einstellt! Die vom Snoek-Effekt verursachte Dämpfung \mathcal{G}_0 ergibt sich aus der Differenz der beiden.

4.2. Ermitteln Sie für beide Messungen für die jeweilige Temperatur T_{max} die Relaxationszeit, die Sprungfrequenz und daraus den Diffusionskoeffizienten! Geben Sie auch den Fehler an! Worüber darf man sich durch den geringen Fehler nicht täuschen lassen?

4.3. Bestimmen Sie die Wanderungsenergie von Kohlenstoff in α -Eisen aus den in 4.2. ermittelten Werten! Geben Sie auch den Fehler an! Was ist die Hauptfehlerquelle Ihrer Messung?

4.4. Aus zwei verschiedenen Meßreihen wurden für D_0 die Werte $3,94 \cdot 10^{-3} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$ (Lord/Beshers) und $1,67 \cdot 10^{-3} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$ (da Silva/McLellan) bestimmt.

Ermitteln Sie für beide Werte die Aktivierungsenergien E_w , die sich aus Ihren Messungen ergeben! Vergleichen Sie Ihre Ergebnisse mit den von Lord/Beshers (0,833 eV) und da Silva/McLellan (0,810 eV) ermittelten Werten!

Veranschaulichen Sie sich am Arrhenius-Plot, weshalb die Literaturwerte für D_0 wesentlich stärker voneinander abweichen als die für E_w !

- 4.5. Vergleichen Sie die beiden Verfahren der Ermittlung der Wanderungsenergie (Aufgabe 4.3 und 4.4)!
- 4.6. Aus (1.1), (1.11), (1.13) und (1.4) erhält man folgenden Zusammenhang zwischen dem logarithmischen Dekrement und der Temperatur:

$$\mathcal{G}(T) = 2\mathcal{G}_0 \frac{\exp\left(\frac{E_w}{k}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)}{1 + \exp\left(2\frac{E_w}{k}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\max}}\right)\right)} \quad (4.1)$$

Vergleichen Sie Ihre $\mathcal{G}(T)$ -Diagramme (abzüglich der apparativen Dämpfung) mit den aus Gleichung (4.1) ermittelten Kurven und erklären Sie, wie eventuelle Abweichungen zustande kommen! Versuchen Sie, E_w durch Anpassen der Kurve an die Meßpunkte einer Ihrer Meßreihen zu bestimmen und diskutieren Sie das Ergebnis.

- 4.7. Für die mittlere Verweildauer $\bar{\tau}$ gilt:

$$\bar{\tau} = \frac{3}{2} \tau \quad (4.2)$$

Bestimmen Sie die mittlere Verweildauer $\bar{\tau}$ eines C-Atoms bei der Start- und Endtemperatur einer Ihrer Messungen!

- 4.8. Der Snoek-Effekt wird auch zur Bestimmung des Kohlenstoffgehalts c benutzt. Experimentell wurde folgender Zusammenhang (für $S \approx 1$ s) gefunden:

$$c = \frac{\mathcal{G}_0}{\pi} 1,30 \text{ Gew\%} \quad (4.3)$$

Ermitteln Sie den Kohlenstoffgehalt der von Ihnen benutzten Probe (für beide Messungen)! Weshalb liegt der Kohlenstoffgehalt bei der zweiten Messung

niedriger als bei der ersten? Was muß bei dieser Methode der Bestimmung des Kohlenstoffgehalts beachtet werden, wenn sie sinnvolle Ergebnisse liefern soll?

5. Verständnis- und Wiederholungsfragen

- 5.1. Warum gibt es in kubisch-flächenzentrierten Materialien keinen Snoek-Effekt?
- 5.2. Warum werden in α -Eisen fast ausschließlich die Oktaederlücken besetzt, obwohl die Tetraederlücken größer sind?
- 5.3. Veranschaulichen Sie sich am Drei-Parameter-Modell das Zustandekommen des Dämpfungsmaximums bei $\omega\tau=1$. Betrachten Sie dazu die drei Bereiche $\omega\tau \gg 1$, $\omega\tau \approx 1$ und $\omega\tau \ll 1$.
- 5.4. Überlegen Sie sich an Hand des Arrhenius-Plots (Abb. 1.4), welche Relaxationszeiten zu den einzelnen Meßpunkten gehören! Wie könnten diese bestimmt worden sein?
- 5.5. Schätzen Sie das Verhältnis von relaxierter und unrelaxierter Nachgiebigkeit für den größtmöglichen Kohlenstoffgehalt ab!
- 5.6. Bleibt die Schwingungsdauer während des gesamten Versuchsdurchgangs konstant? Konnten Sie während des Versuchs eine Änderung der Schwingungsdauer feststellen? Warum?