

Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen

von
Mathias Haaks

Diplomarbeit in Physik
angefertigt im
Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität
Bonn

im August 1997

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Physikalische Grundlagen	5
2.1	Positronen	5
2.2	Positronen im Festkörper	5
2.2.1	Thermalisierung und Diffusion	6
2.2.2	Haftstellen	7
2.2.3	Annihilation	8
2.3	Werkstoffverhalten	9
2.3.1	Elastische und plastische Verformung	9
2.3.2	Wechselverformung	12
2.3.3	Rißbildung	13
2.3.4	Rißausbreitung	14
2.3.5	Grundlegende bruchmechanische Betrachtungen	15
2.4	Verschweißen von Metallen	18
2.4.1	Das Lichtbogenschweißen	18
2.4.2	Schweißnähte	20
3	Meßmethoden der Positronenspektroskopie	23
3.1	Die Meßgrößen der Positronenspektroskopie	23
3.1.1	Positronenlebensdauer	23
3.1.2	Dopplerverbreiterung	24
3.2	Lebensdauerermessung mit ^{22}Na	25
3.3	Messung der Dopplerverbreiterung	26
4	Das kombinierte Lebensdauer und Energiespektrometer	28
4.1	Lebensdauerermessung mit BaF_2 -Detektoren	28
4.2	Energiemessung mit einem Ge-Detektor	30
4.3	Ortsauflösung	31
5	Die Positronenmikrosonde	33
5.1	Gesamtaufbau der Positronenmikrosonde	33

5.2	Die Positronenquelle	35
5.3	Der Moderator	35
5.4	Das Prisma	38
5.5	Strahljustierung und Strahlanalytik	38
6	Messungen und Ergebnisse	43
6.1	Auswertung der Spektren	43
6.1.1	Lebensdauer	43
6.1.2	S- und W-Parametrer	44
6.2	Testmessungen mit der Positronenmikrosonde	45
6.2.1	Messung des Strahldurchmessers	45
6.2.2	Messung an mit Gold beschichtetem Silizium	46
6.2.3	Messung an deformiertem Kupfer	47
6.3	Rißprobe aus Edelstahl AISI 304	48
6.3.1	Probenbeschaffenheit	48
6.3.2	Messungen	49
6.3.3	Ergebnisse und Diskussion	49
6.4	Schweißnaht in unlegiertem Stahl St37	51
6.4.1	Probenbeschaffenheit	51
6.4.2	Messungen	52
6.4.3	Ergebnisse und Diskussion	52
7	Zusammenfassung und Ausblick	57
8	Anhang	59
9	Literaturverzeichnis	65

Kapitel 1

Einleitung

Ein wichtiger Bereich der Materialforschung ist die Untersuchung mikroskopischer Fehlernordnungen im Festkörper. Fehlstellen, Versetzungen, Korngrenzen und Ausscheidungen beeinflussen die makroskopischen Eigenschaften des Festkörpers wesentlich. Durch neue Verfahren in der Halbleitertechnologie und der Entwicklung von mikrostrukturierten Werkstoffen werden immer kleinere Strukturen technologisch realisierbar. Daher besteht ein besonderes Interesse Informationen über die Fehlernordnungen in Werkstoffen in immer kleineren Größenordnungen zu gewinnen.

Als eine Methode zur Untersuchung kleinster Strukturen im Mikrometerbereich sei hier die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) erwähnt, die es möglich macht, einzelne Versetzungen, mikroskopische Ausscheidungen und Korngrenzen sichtbar zu machen. Jedoch ist dafür ein beachtlicher Aufwand in der Probenpräparation nötig und es können keine zerstörungsfreien Materialuntersuchungen gemacht werden. Ortsaufgelöste Messungen der Positronenannihilation stellen in diesem Zusammenhang eine interessante Methode der zerstörungsfreien Materialuntersuchung dar, da sie sowohl auf Fehlstellen als auch auf Versetzungen und Ausscheidungen empfindlich sind.

Dringt ein Positron in einen Festkörper ein, so thermalisiert es innerhalb weniger Pikosekunden und diffundiert bis zu einer Annihilation mit einem Elektron durch den Festkörper. In seinem Diffusionsradius von <250 nm kann das Positron von Haftstellen eingefangen werden, die ein attraktives Potential darstellen, das im Falle von Leerstellen typischerweise bei etwa 1 eV liegt. Aufgrund seiner geringen Energie ($E_{th} = 3/2 k_B T \approx 0,04$ eV bei Raumtemperatur) kann es bis zu seiner Zerstrahlung nicht mehr entweichen. Bereits ab einer Leerstellenkonzentration von 10^{-6} /Atom beobachtet man eine Änderung der Positronenlebensdauer sowie eine Abweichung in der Linienform der charakteristischen Vernichtungsstrahlung.

Die typische Ortsauflösung konventioneller Positronenannihilations-messungen liegt im mm-Bereich und wird vor allem durch die Quellgröße begrenzt. Messungen mit einer Ortsauflösung besser als 0,8 mm sind mit dem kombinierten Lebensdauer- und Energiespektrometer möglich, in dem die Probe mit einer Mimik direkt über eine Positronenquelle (^{22}Na) von 0,7 mm Durchmesser verfahren werden kann. Mit diesem Gerät wurden, neben ersten Messungen zur Untersuchung der Rißausbreitung in Stählen, Messungen an Schweißnähten durchgeführt. Es wurde versucht mit den Meßgrößen der Positronenannihilation Einblick in das Verhalten von Fehlstellen, Versetzungen sowie Karbidausscheidungen in der Schweißnaht zu gewinnen.

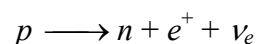
Mit einer in Zusammenarbeit zwischen der Firma LEO, Oberkochen und dem Institut für Strahlen- und Kernphysik entwickelten Positronen-mikrosonde steht nun ein Laborgerät zur Verfügung, mit dem es möglich ist Änderungen in der Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie mit einer Ortsauflösung von ca. 30 μm zu messen. Herzstück der Apparatur ist eine Kombination aus Positronenquelle und Moderator, die einen monochromatischen und im Bereich von 1...30 keV durchstimmbaren Positronenstrahl liefert, der mit den Hilfsmitteln der Elektronenoptik auf die Probe fokussiert wird. Ein konventionelles Raster-Elektronenmikroskop ist so in das Gerät integriert, daß elektronen-mikroskopische Aufnahmen als Zielvorlage für den ortsfesten Positronenstrahl verwendet werden können.

Kapitel 2

Physikalische Grundlagen

2.1 Positronen

1928 wurde das Positron von Dirac [Dir30] aufgrund theoretischer Berechnungen als Antiteilchen des Elektrons postuliert und 1932 von Anderson [And33] in der Höhenstrahlung experimentell nachgewiesen. Es eignet sich aufgrund seiner geringen Masse und damit hohen Beweglichkeit in Materie als Sondenteilchen für Defektuntersuchungen im Festkörper. Es spricht auf Leerstellen bereits ab einer Konzentration von 10^{-7} pro Atom an [Hau95]. Im Labor werden Positronen durch β^+ -Zerfall neutronenarmer Kerne (z.B. ^{22}Na , ^{68}Ge , ^{74}As) erzeugt:



^{22}Na eignet sich besonders gut als Positronenemitter für Material-untersuchungen, da es mit einer großen Lebensdauer von 2,6 Jahren und einer hohen Positronenausbeute von 90% lange einsetzbar bleibt. In dieser Arbeit werden ^{22}Na -Quellen verwendet.

2.2 Positronen im Festkörper

Dringt ein Positron in Materie ein, durchläuft es eine Reihe von Prozessen, in denen es seine aus dem β^+ -Zerfall stammende Energie verliert. Im allgemeinen wird es auf thermische Energie abgebremst, diffundiert dann durch das Gitter und annihilert schließlich mit einem Elektron [vgl. Hau79, Sch81, Sch88].

2.2.1 Thermalisierung und Diffusion

Ein in die Materie eindringendes Positron gibt seine kinetische Energie innerhalb weniger Pikosekunden an die Umgebung ab und befindet sich danach im thermischen Gleichgewicht mit dem Gitter. Es besitzt dann eine kinetische Energie entsprechend der Temperatur des Festkörpers ($E_{th} = \frac{3}{2} k_B T \approx 0,04 \text{ eV}$ bei 300K). Obwohl Positronen Fermionen sind, können alle Positronen diesen niedrigsten energetischen Zustand einnehmen, da sich im allgemeinen nur ein Positron zur gleichen Zeit im Festkörper aufhält. Die für die Thermalisierung verantwortlichen Prozesse lassen sich am Besten anhand folgender Zeitskala veranschaulichen:

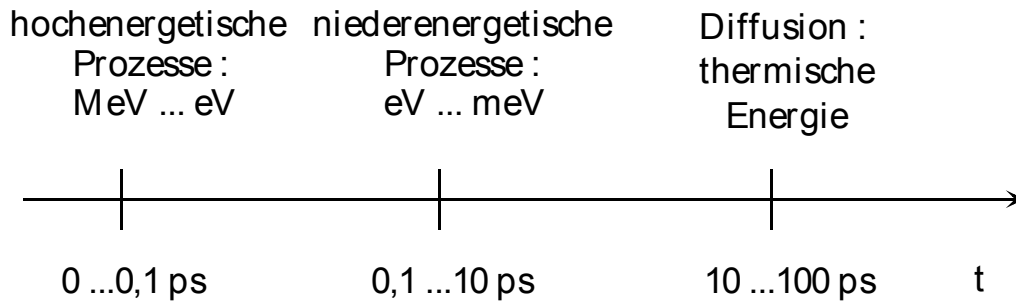


Abbildung 2.1: Zeitskala der Thermalisierung. t gibt die Zeit nach dem Eindringen in den Festkörper an.

Hochenergetische Prozesse:

Im oberen Energiebereich einiger MeV verliert das Positron zunächst Energie durch Bremsstrahlung im Coulombfeld der Atomkerne. Ist es auf einige 100 keV abgebremst, dominieren inelastische Stöße an Elektronen, wobei es zur Ionisation der beteiligten Atome kommt. Mit weiter abnehmender Energie wird die Anregung von Valenzelektronen zum bestimmenden Prozeß [Bel83].

Niederenergetische Prozesse:

Das Positron hat nun eine Energie von einigen eV, die es durch inelastische Streuung an Leitungselektronen unter Bildung von Elektron-Loch-Paaren sowie Plasmonanregungen weiter verringert. In der letzten Phase der Thermalisierung ist die inelastische Streuung an Phononen vorherrschend [Bel83, Nie80].

Diffusion:

Das thermalisierte Positron diffundiert als freies Teilchen durch den Festkörper bis es entweder mit einem Elektron zerstrahlt, oder von einer Haftstelle eingefangen wird. Dies wird durch die Diffusionsgleichung beschrieben,

$$\dot{n}_{e^+}(\vec{x}, t) = D_{e^+} \Delta n_{e^+}(\vec{x}, t)$$

wobei $n_{e^+}(\vec{x}, t)$ die Positronendichte und D_{e^+} der Diffusionskoeffizient ist. D_{e^+} wird durch die mittlere freie Weglänge und die thermische Energie bestimmt. In Festkörpern bei Raumtemperatur liegt D_{e^+} in der Größenordnung von $10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ [Leo93].

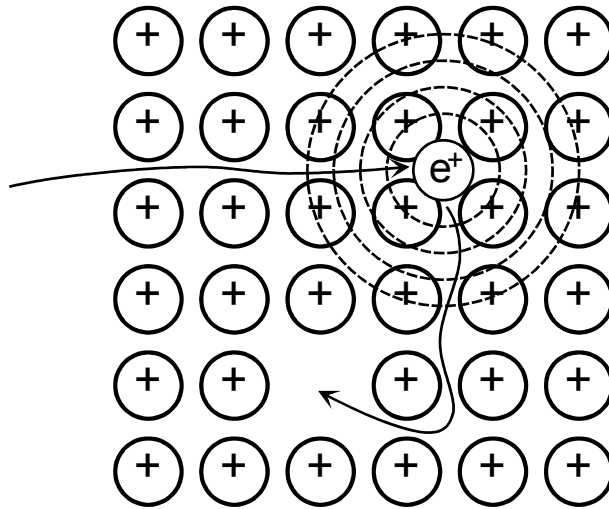


Abbildung 2.2: Nach der Thermalisierung diffundiert das Positron solange durch den Festkörper, bis es von einer Fehlstelle eingefangen wird.

In seiner Lebensdauer von $\tau_{e^+} \approx 100 \dots 200$ ps legt das Positron einen Diffusionsweg von ungefähr 200 nm zurück ($\bar{x} = \sqrt{6D_{e^+} \tau_{e^+}}$).

Daraus folgt eine theoretische untere Grenze für die Ortsauflösung jeglicher Messung mit Positronen, die bei ungefähr $0,5 \mu\text{m}$ liegt.

2.2.2 Haftstellen

Durch seine positive Ladung erfährt das Positron ein abstoßende Kraft von den Atomrümpfen. Jede lokale Verringerung der Dichte der Atomrümpfe führt daher zu einer Absenkung der potentiellen Energie des Positrons, d. h. es entsteht ein attraktives Potential. Die einfachste Realisierung einer solchen Haftstelle ist eine Leerstelle im Gitter. Einmal in einer Leerstelle eingefangen, kann es aus dieser vor der Annihilation nicht mehr entweichen, da seine kinetischen Energie $E_{\text{kin}} \approx 0,04$ eV gering gegenüber der Bindungsenergie von typischerweise $1 \dots 2$ eV ist [Häk90]. Andere mögliche Haftstellen sind u.a. Korngrenzen, Ausscheidungen und Versetzungen, wobei zum Teil Unklarheit über Größe und Tiefe der Haftstellen besteht [Pus42, Häk89, Häk90].

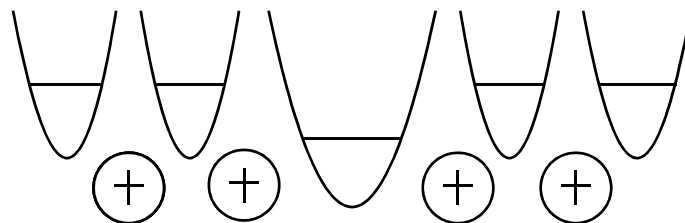


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Potentialverlaufs in der Umgebung einer Leerstelle. Der gebundene Zustand liegt ca. 1eV niedriger als die freien

Zustände der Umgebung. Positronen können wegen ihrer kleinen kinetischen Energie von 0.04 eV nicht entkommen.

2.2.3 Annihilation

Bei der Annihilation des Positrons mit einem Elektron werden die Ruhemassen sowie die kinetischen Energien der Teilchen als γ -Strahlung frei. Die Zerstrahlung erfolgt dabei fast immer zu zwei γ -Quanten, die im Schwerpunktsystem eine Energie von jeweils 511 keV besitzen und in einem Winkel von 180° abgestrahlt werden. Der nur in Kernnähe mögliche 1- γ - sowie der 3- γ -Zerfall können wegen ihrer um α beziehungsweise α^3 geringeren Wahrscheinlichkeit vernachlässigt werden (Feinstrukturkonstante $\alpha = 1/137$) [Wes73].

In Isolatoren kann es wie im Vakuum zur Bildung von Positronium kommen, einem dem Wasserstoffatom ähnlichen gebundenen Zustand von Elektron und Positron¹. In Metallen wird die Bildung von Positronium durch Abschirmung der Positronenladung unterdrückt. Es existieren zwei Grundzustände des Positroniums: Der 1S_0 -Zustand (Parapositronium, Spin 0, $\uparrow\downarrow$) und der 3S_0 -Zustand (Orthopositronium, Spin 1, $\uparrow\uparrow$). Singulett- bzw. Triplettzustand zerfallen aufgrund quantenmechanischer Auswahlregeln in zwei bzw. drei γ -Quanten, was zu unterschiedlichen Lebensdauern im Vakuum führt². In Materie gibt es aber eine Reihe von Prozessen, welche die Lebensdauer des Orthopositroniums verkürzen. Am wichtigsten ist der Pick-Off-Prozeß, bei dem das Positron in einem 2- γ -Zerfall mit einem Elektron der Umgebung zerstrahlt, das einen antiparallelen Spin besitzt [Hau79].

2.3 Werkstoffverhalten

2.3.1 Elastische und plastische Verformung

Das Phänomen der Materialermüdung ist von großer technischer und wirtschaftlicher Bedeutung. Man versteht darunter, daß metallische Werkstoffe bei einer alternierenden Zug-Druck-Belastung auf Dauer viel geringeren Beanspruchungen standhalten können, als man dies von ihrer statischen Festigkeit her erwarten würde.

Zwei Größen, die zum Verständnis des Verformungsverhaltens der Metalle benötigt werden, sind die Zugspannung $\sigma = F/A$ und die Dehnung $\varepsilon = \Delta L/L$, wobei F die angreifende Kraft, A die Querschnittsfläche der Probe und $\Delta L/L$ ihre relative Längenänderung ist.

Führt man nun einen Zugversuch durch indem man ε kontinuierlich erhöht, so erhält man bei kleinem ε einen linearen Zusammenhang zwischen σ und ε , der durch das HOOKSche Gesetz $\sigma = E \cdot \varepsilon$ mit dem Elastizitätsmodul E als Proportionalitätsfaktor beschrieben wird.

In diesem Bereich ist die Verformung der Probe elastisch und reversibel.

¹ Bindungsenergie 6,8 eV, Durchmesser 0,1 nm.

² Parapositronium $\tau_p = 125$ ps, Orthopositronium $\tau_o = 142$ ns.

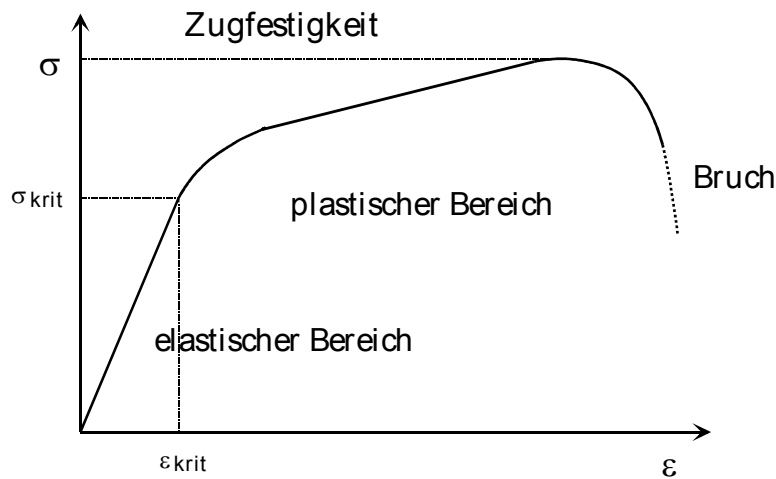


Abbildung 2.4: Typischer Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve in einem polykristallinen Werkstoff (z.B.: Stahl). Im Bereich kleiner Längenänderungen gilt das HOOKsche Gesetz $\sigma = E \varepsilon$ und die Verformung ist elastisch und reversibel. Oberhalb von ε_{krit} geht man in den Bereich irreversibler plastischer Verformung über, wobei es bei weiterer Dehnung der Probe zum Bruch kommt.

Erhöht man ε weiter, knickt die Kurve beim Überschreiten der Elastizitätsgrenze ε_{krit} ab und man gelangt in den plastischen Bereich. Die Verformung erfolgt ab jetzt irreversibel. Bei noch stärkerer Dehnung fällt σ steil ab, bis die Probe bricht.

Im Jahre 1934 wurde von M. Polanyi, E. Orowan und G. I. Taylor ein mikroskopischer Ansatz für das plastische Verhalten von Metallen entwickelt. Sie postulierten eine eindimensionale Fehlordnung, Versetzung genannt, die sich unter Anwendung von äußerer Gewalt durch das Kristallgitter bewegen kann [Pol34, Oro34, Tay34]. Heute ist man in der Lage, mittels der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) einzelne Versetzungen sichtbar zu machen.

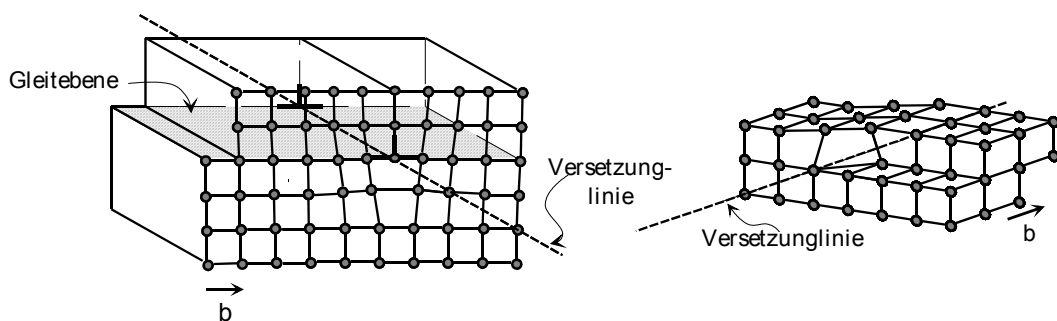


Abbildung 2.5: Stufenversetzung (links) und Schraubenversetzung (rechts) im kubisch primitiven Gitter.

Man unterscheidet zwei Grundtypen der Versetzung, die Schraubenversetzung und die Stufenversetzung. Diese beiden Sorten kommen allerdings selten in reiner Form vor, sondern überlagern sich im allgemeinen zu Versetzungen mit gemischtem Charakter.

Die Versetzungslinie trennt den abgeglittenen vom noch nicht abgeglittenen Kristallbereich. Ihre Richtung wird als Linienrichtung \vec{l} bezeichnet und ist mit

dem Burgersvektor \vec{b} die wichtigste charakteristische Größe einer Versetzung. Die Definition des Burgersvektors wird am besten durch den Burgersumlauf gegeben. Ein Burgersumlauf ist jeder geschlossen von Atom zu Atom führende Weg im Gitter (z.B. ABCDA), wie in Abbildung 2.6 dargestellt. Wird derselbe Weg in einem ungestörten Gitter beschriftet und läßt sich nicht schließen, so enthält das Gitter eine Versetzung und der zum schließen des Weges nötige Vektor wird als Burgersvektor bezeichnet. Bei der Stufenversetzung steht \vec{b} senkrecht auf \vec{l} , bei der Schraubenversetzung ist \vec{b} parallel dazu [Hul84].

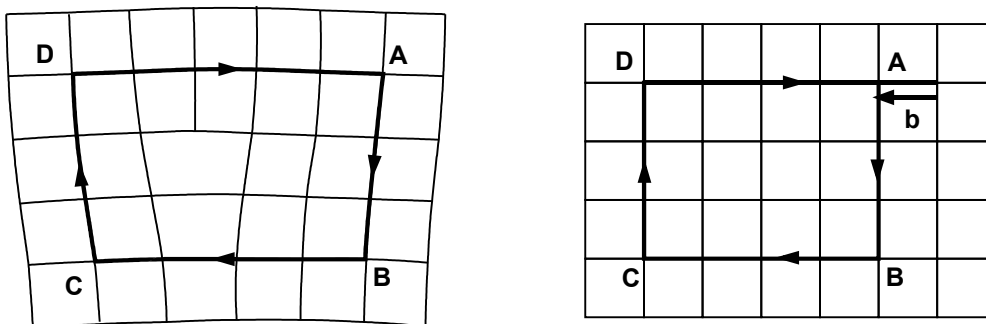


Abbildung 2.6: Zur Definition des Burgersvektors am Beispiel der Stufenversetzung. Wird der Burgersumlauf ABCDA im gestörten Gitter auf das ungestörte Gitter übertragen, so benötigt man den Burgersvektor \vec{b} , um den Umlauf zu schließen.

Wird ein Metall deformiert, so bewegen sich die Versetzungen durch das Kristallgitter. Beim Erreichen der Oberfläche treten sie an dieser aus und es bildet sich eine Stufe. Diesen Prozeß bezeichnet man als Abgleitung.

Darüber hinaus entstehen während der Verformung ständig neue Versetzungen aus Versetzungsquellen, z.B. der Frank-Reed-Quelle [Fra50]. So kann zum Beispiel die Versetzungsdichte³ bei der Kaltverformung von Einkristallen um den Faktor $10^4 \dots 10^5$ ansteigen [Mug71].

³ Die Versetzungsdichte ρ ist als die Gesamtlänge L der Versetzungslinien pro Volumen V definiert: $\rho = L/V$. ρ beträgt in Metalleinkristallen ungefähr $10^{10}/\text{m}^2$, in Halbleiter-einkristallen ist $\rho < 10^5/\text{m}^2$ erreichbar, in Si sogar $r \approx 0$.

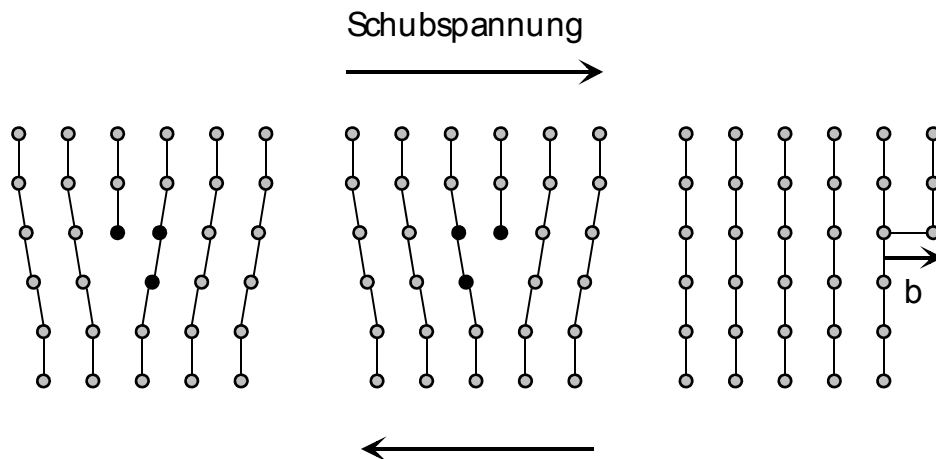


Abbildung 2.7: Abgleiten einer Stufenversetzung (von links nach rechts). An der Oberfläche des Kristalls entsteht eine Stufe.

Versetzungen besitzen um sich herum ein mechanisches Spannungsfeld, das mit $1/r$ abfällt, über das sie weitreichend miteinander elastisch wechselwirken. So können zum Beispiel Stufenversetzungen mit antiparallelen Burgersvektoren Dipole bilden, die unbewegliche Hindernisse für die Bewegung anderer Versetzungen bilden. Weitere Hindernisse können auch Reaktionsprodukte von zwei oder mehr Versetzungen sein, sowie unbewegliche Versetzungen inaktiver Gleitsysteme, welche die Gleitebene durchstoßen (Waldversetzungen) [Hul84, See65]. Durch die mit zunehmender Verformung stark ansteigende Dichte von Versetzungen und damit auch von Hindernissen wird das Gleiten erschwert.

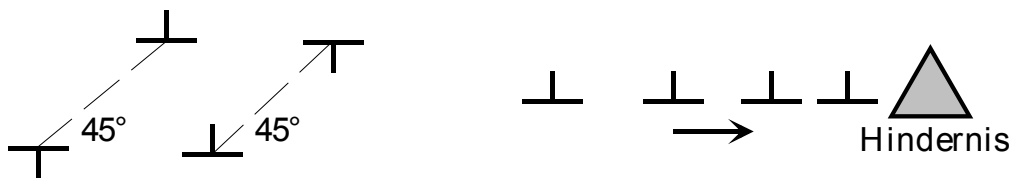


Abbildung 2.8: Zwei Stufenversetzungen mit antiparallelem Burgersvektor können unbewegliche Dipole bilden (links). Versetzungen stauen sich hinter einem Hindernis auf (rechts).

Es ist also für dieselbe relative Längenänderung eine immer größere Schubspannung nötig. Dies bezeichnet man als Verfestigung [Mug93, Sch92].

2.3.2 Wechselverformung

Ein Wechselverformungsversuch wird dadurch charakterisiert, daß abwechselnd Zug und Druck auf die Probe ausgeübt wird. Man nennt ihn dehnungskontrolliert, wenn dabei die Probe um eine konstante Dehnungsamplitude ϵ_a verlängert bzw. verkürzt wird. Als Spannungs-Dehnungs-Kurve des Experiments ergibt sich eine Hystereseschleife in der σ - ϵ -Ebene, die auf die irreversiblen Prozesse während der plastischen Verformung zurückzuführen ist. Im weiteren Verlauf verfestigt sich das Material von Zyklus zu Zyklus, das heißt die Spannung σ , die nötig ist, um die Dehnungsamplitude aufrecht zu erhalten steigt mit der Zyklenzahl an, was als

zyklische Verfestigung bezeichnet wird. Der Spannungszuwachs pro Zyklus nimmt im allgemeinen im Laufe der Ermüdung ab und kann, falls nicht vorher ein Bruch auftritt, in eine Sättigung einmünden [Sur93].

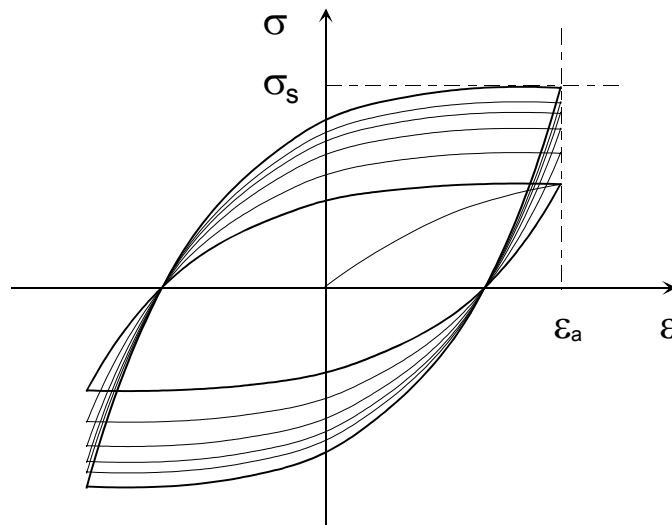


Abbildung 2.9: Hystereseschleife eines Wechselverformungsversuchs mit konstantem ε_a im σ - ε -Diagramm. Im Laufe des Versuchs verfestigt sich die Probe bis zur Sättigung σ_s .

In-situ Messungen der Positronenlebensdauer τ_{e+} während der Wechselverformung haben ergeben, daß τ_{e+} in der Probe mit der Spannungsamplitude σ korreliert ist. Dabei wurde eine untere Empfindlichkeitsgrenze für Kupfereinkristalle bei einer Schubspannungsamplitude von 8 MPa gefunden, bei etwa 25 MPa trat eine Sättigung der Positronenlebensdauer ein [Wid97].

Es scheint also möglich in diesem Empfindlichkeitsbereich aus den Meßgrößen der Positronenspektroskopie auf die Versetzungskonzentration zu schließen.

2.3.3 Rißbildung

Das Endstadium der Materialermüdung ist die Zerstörung der Probe oder des Werkstücks durch einen Ermüdungsbruch.

Bevor es jedoch soweit kommt, bilden sich an der Oberfläche Rißkeime, die im weiteren in das Material eindringen und so seine stabile Querschnittsfläche verringern. Als Rißkeime kommen praktisch alle vorhandenen Unregelmäßigkeiten der Oberfläche in Frage, wie zum Beispiel scharfe Kanten, Kerben, Einschlüsse und Dreh- oder Fräßgrate. Rißkeime können aber auch als direkte Folge plastischer Wechselverformung entstehen [Bro78]. Schon bei Schubspannungen, die weit unter σ_{krit} liegen, kann auf Grund von Einschlüssen oder

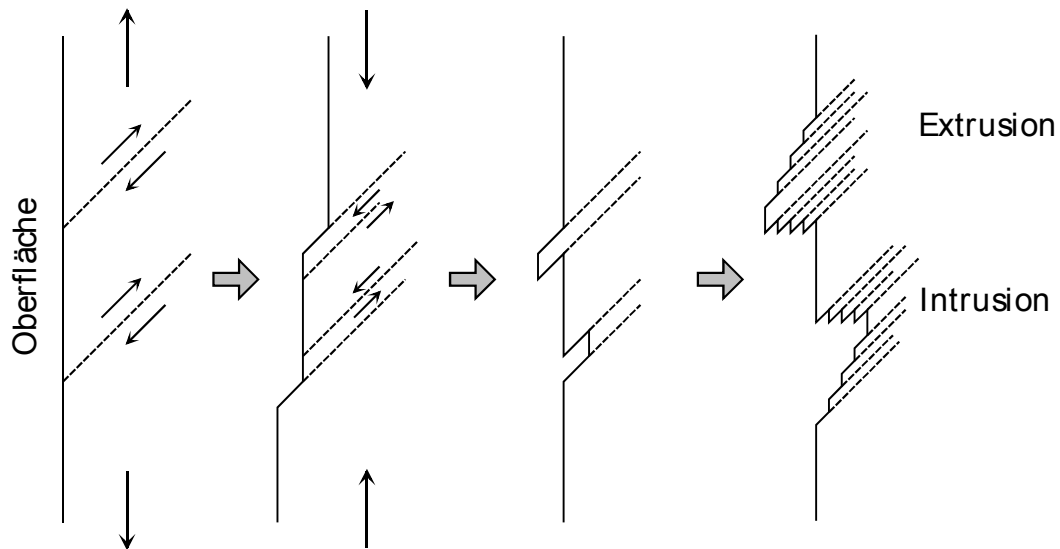


Abbildung 2.10: Rissentstehung nach dem WOODSchen Modell. Durch Abscherung der Gleitebenen entstehen Extrusionen und Intrusionen, die Keime für die Rißbildung darstellen.

oberflächlichen Kerben σ lokal so große Werte annehmen, daß das Material plastisch verformt wird.

Wird eine Metallprobe gedehnt, so bilden sich durch Abgleitung an einer geeigneten Gleitebene, Stufen an der Oberfläche, wie in Abbildung 2.10 dargestellt. Nach dem Modell von WOOD ist ein Zurückgleiten auf dieser Ebene durch Oberflächenoxidation und/oder Verfestigung behindert, so daß die Abgleitung beim Stauchen an einer parallelen Gleitebene stattfindet. Nach mehreren Verformungszyklen können so Extrusionen und Intrusionen auf der Metalloberfläche entstehen, die während nachfolgender Zyklen zu Rissen anwachsen können [Woo58].

2.3.4 Rißausbreitung

Hat sich erstmal ein Rißkeim ausgebildet, kann er durch plastische Verformung an der Rißspitze anwachsen. Die verschiedenen Stadien des Rißwachstums sind in Abbildung 2.11 dargestellt.

Ein scharfer Riß der Länge a in einem Spannungsfeld erzeugt starke Scherkräfte [1] an der Rißspitze. Das darunter liegende Material gleitet nun entlang seiner Vorzugsebene in Richtung der größten Kräfte [2]. Dadurch öffnet sich der Riß und dringt um δa tiefer ins Material ein [3].

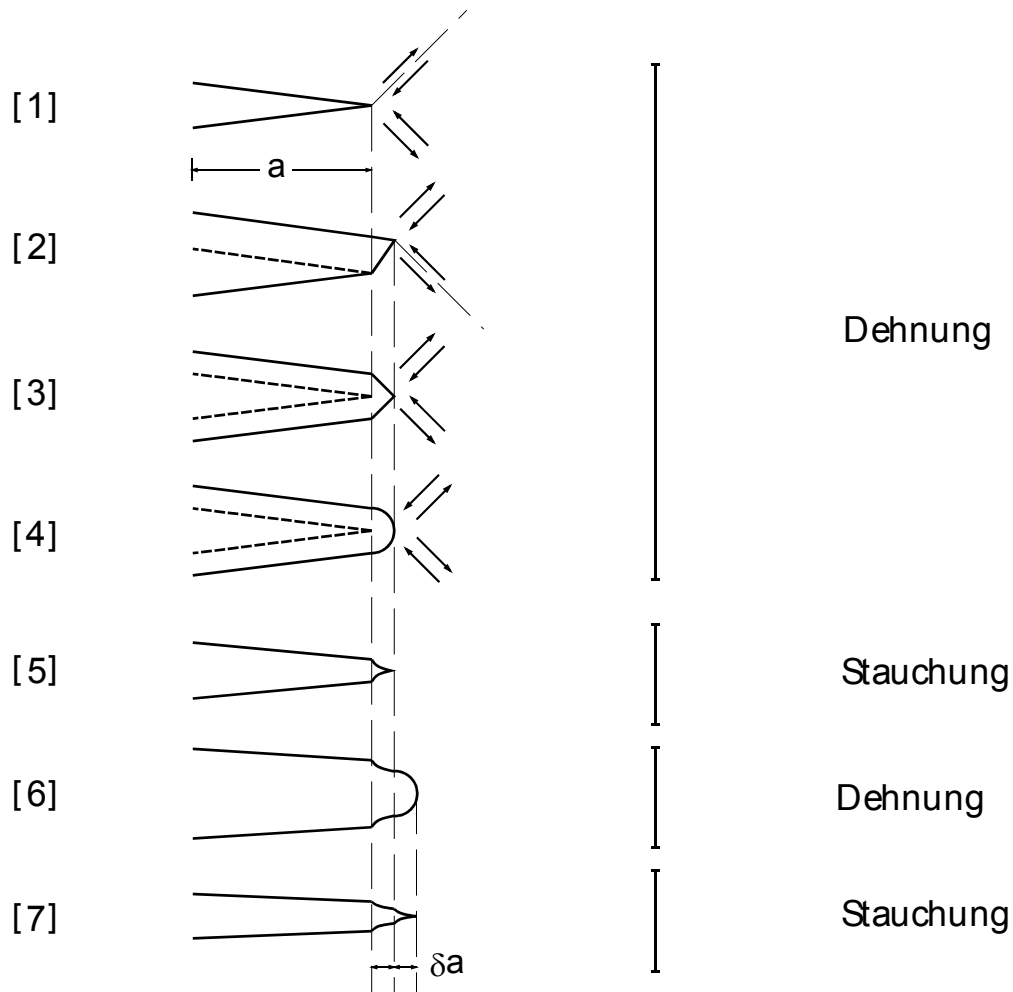


Abbildung 2.11: Die verschiedenen Stadien des Rißwachstums im Ermüdungsprozeß durch plastische Verformung. Während der Dehnungsphase bringt der Riß um $d\alpha$ in das Material ein und die Rißspitzenöffnung weitet sich auf. In der Stauchungsphase wird die Rißspitze zusammengedrückt und hat wieder eine scharfe Form. In jedem weiteren Zyklus wächst der Riß dabei um $\delta\alpha$ an.

Durch Verformungshärtung und ansteigende lokale Zugspannung werden weitere parallele Gleitebenen aktiviert, was zu einer abgerundeten Rißspitzenform führt [4]. In der Andruckphase des Verformungszyklus wird die Rißspitze zusammengeschoben, kann sich aber nicht wieder schließen, so daß die ursprüngliche scharfe Spitzenform in einer um $\delta\alpha$ tieferen Ebene resultiert [5]. Während weiterer Zyklen der Verformung schreitet das Rißwachstum fort [6,7] [Bro78].

2.3.5 Grundlegende bruchmechanische Betrachtungen

Durch die hohe Spannungskonzentration an der Rispitze werden laufend Versetzungen emittiert, so da sich eine plastischen Zone vor der Rispitze ausbildet. Das Gleichgewicht zwischen lokaler Spannung $\sigma(\vec{x})$ und kritischer Schubspannung σ_{krit} bestimmt die Ausdehnung der plastischen Zone. In einem ersten vereinfachten Modell denkt man sich einen spaltfrmigen Ri der Lnge $2a$ in einer Platte unendlicher Ausdehnung, auf die im Unendlichen eine Zugspannung σ senkrecht zum Ri ausgebt wird.

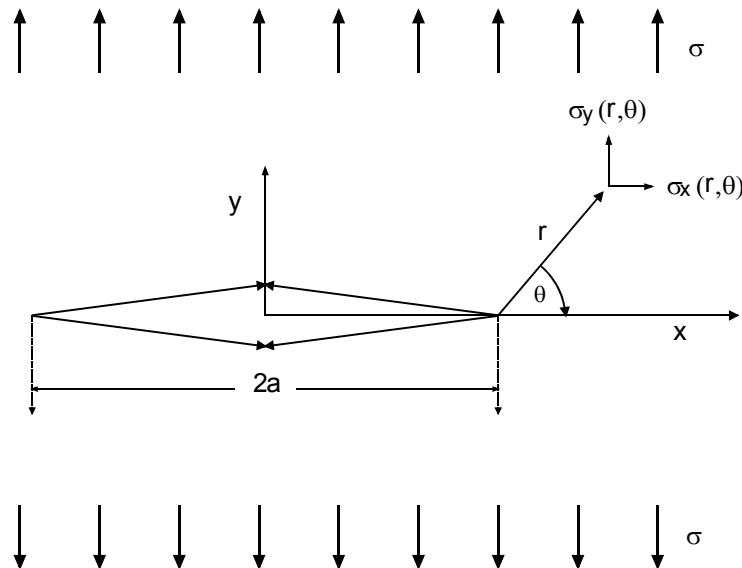


Abbildung 2.12: Spaltri der Lnge $2a$ in einer unendlich ausgedehnten Platte, an die im Unendlichen die Spannung σ angelegt wird. $\sigma_{ij}(r, \theta)$ sind die Komponenten des lokalen Spannungstensors in Abhngigkeit vom Abstand zur Rispitze und dem Winkel zur x -Achse.

Mithilfe der Bruchmechanik ist es mglich $\sigma_{ij}(\vec{x})$ in erster Nherung zu berechnen [Mus33]. In Polarkoordinaten ergibt sich,

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta)$$

wobei K_I der Spannungsintensittsfaktor ist, eine Materialkonstante, in die die Rilnge a sowie Form und Mae der Probe eingehen. Ist K_I erstmal fr eine bestimmte Probengeometrie bekannt⁴, kann das Spannungsfeld fr jeden beliebigen Spaltri bestimmt werden. Da $f_{ij}(\theta)$ aber nur fr wenige Probengeometrien berechenbar ist, werden im allgemeinen Normgeometrien verwendet.

Fr eine unendlich ausgedehnte Platte gilt $K_I = \sigma\sqrt{\pi a}$ woraus fr den rein abstandsabhngigen Teil folgt: $\sigma_{ij}(r) = \sigma\sqrt{a/2r}$ (★).

⁴ Eine Liste der Werte fr K_I bei verschiedenen Probengeometrien kann in [Bro78], Seite 76 nachgeschlagen werden.

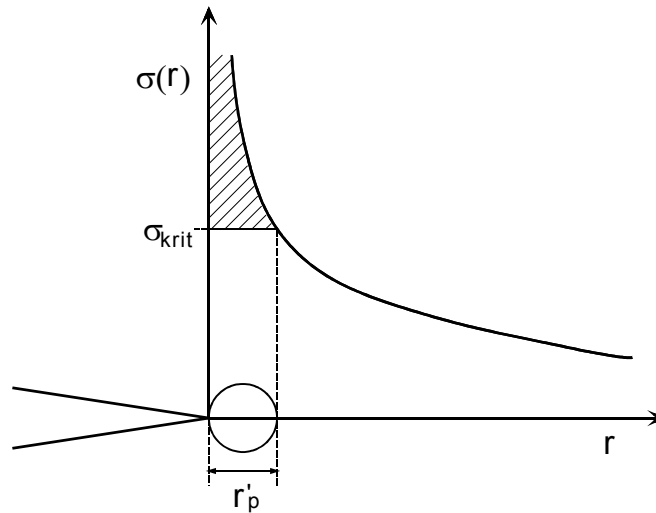


Abbildung 2.13: Abstandsabhängiger Teil des elastischen Spannungsfeldes $\sigma(r)$ an der Rispspitze in erster Näherung. Läßt man $r \rightarrow 0$ gehen, übersteigt σ σ_{krit} , und man erhält eine erste Näherung der Ausdehnung der plastischen Zone.

Das Spannungsfeld nach Gleichung (★) hat bei $r = 0$ eine Singularität. Anhand von Abbildung 2.13 erkennt man, daß die für die Versetzungsemission nötige Spannung für $r < r'_{pl}$ überschritten wird. Das entspricht der Ausdehnung r'_{pl} der plastischen Zone.

$$r'_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_{krit}^2} = \frac{\sigma^2 a}{2\sigma_{krit}^2}$$

Nun ist aber ein Teil der Länge δ des Metalls vor der Rispspitze in Folge der plastischen Verformung verfestigt. Ein genaueres Modell, das dies berücksichtigt, ergibt folgenden Zusammenhang [Irw58]:

$$r_{pl} \approx \frac{\sigma^2 (a + \delta)}{2\sigma_{krit}^2}$$

Es folgt:

$$r_{pl} = 2r'_{pl} \text{ [Bro78]}$$

Bis hierhin ist man von einer runden Form der plastischen Zone ausgegangen. Bezieht man noch die Winkelabhängigkeit mit $\sigma(\theta) = \sigma_{krit}$ in die Rechnung mit ein, kommt man auf die in Abbildung 2.14 dargestellte typische Form der plastischen Zone [Dug60].

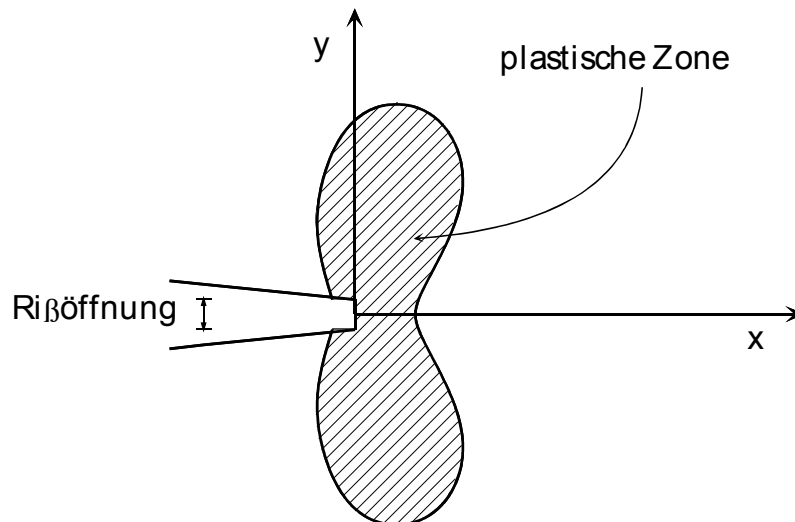


Abbildung 2.14: Prinzipielle Form der plastischen Zone nach DUGDALE.

In der plastischen Zone ist eine wesentlich höhere Versetzungskonzentration zu erwarten, als im umliegenden elastisch verformten Bereich, die nicht ohne Auswirkungen auf die Positronenannihilation bleiben sollte. Je nach Material und Proben-geometrie kann r_{pl} im Bereich einiger 10 μm liegen, und in Metallen mit großer Bruchfestigkeit in seltenen Fällen eine Ausdehnung von bis zu einigen Millimetern haben, so daß es nötig ist hochauflösende Positronenspektrometer, wie zum Beispiel die Positronenmikrosonde einzusetzen.

2.4 Verschweißen von Metallen

2.4.1 Das Lichtbogenschweißen

Das Lichtbogenschweißen ist geschichtlich gesehen eine relativ neue Technik der Metallverarbeitung, als deren Vater der Russe BERNARDOS angesehen wird, der 1881 den Kohlelichtbogen zum Metallschweißen einsetzte [Kje79]. Die gebräuchlichsten Schweißverfahren sind heutzutage das Elektrodenschweißen, das Schutzgasschweißen (MIG/MAG)⁵ und das Wolfram-Inertgas-Schweißen (WIG). All diesen Techniken gemeinsam ist, daß zwischen dem Werkstück und einer Elektrode ein elektrischer Lichtbogen gezündet wird, der einerseits das Werkstück aufschmilzt, andererseits flüssiges Metall aus der Elektrode oder einem Schweißzusatz in die Schweißnaht hinzufügt. Um eine Reaktion des Schweißgutes mit der Umgebungsluft zu verhindern wird die Elektrode entweder mit einem Schutzmantel⁶ umhüllt, der das flüssige Schweißgut zur Luft hin abdeckt, oder von einem Schutzgas umströmt.

Liegt zwischen der als Kathode geschalteten Schweißelektrode und dem Werkstück eine Spannung an, die größer sein muß als die Elektronenaustrittsarbeit (4,79 eV für Eisen), treten Elektronen aus der Kathode aus und ionisieren das

⁵ Metall-Inert-Gas/ Metall-Aktiv-Gas.

⁶ Meist auf Rutilbasis (TiO_2).

zwischen Elektrode und Werkstück befindliche Gas zu einem Plasma aus positiven Ionen und Elektronen, das man als Lichtbogen bezeichnet. Die von den bewegten Ladungen im inneren des Plasmas erzeugten Magnetfelder formen den Lichtbogen zu einem Schlauch. An Elektrode und Werkstück entstehen Temperaturen um den Siedepunkt des Eisens (2861°C) während die Temperatur des Plasmaschlauches je nach Schweißverfahren bis zu 30000°C betragen kann. In Abbildung 2.15 sind die Kräfte skizziert, die zum Ablösen eines Tropfens von einem blanken Draht führen.

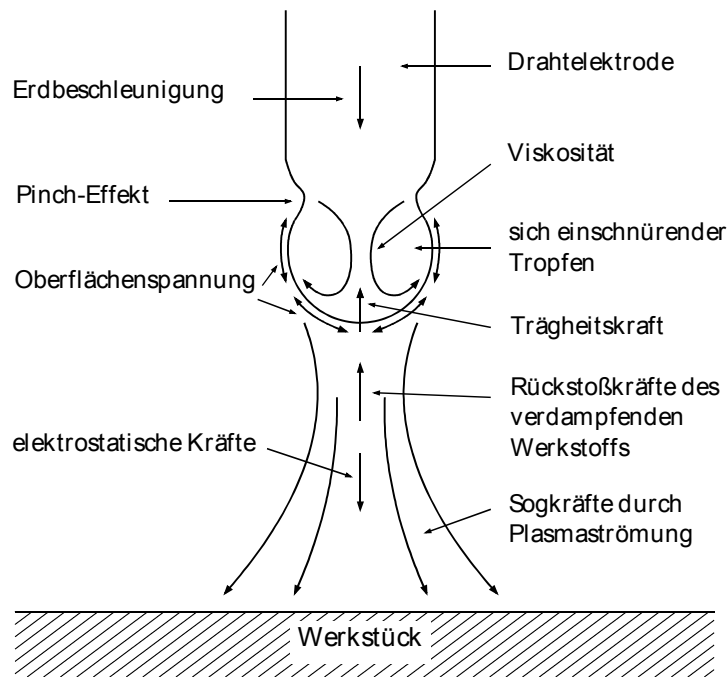


Abbildung 2.15: Kräfte beim Tropfenübergang.

Der Übergang des Materials von der Elektrode zum Werkstück geschieht nur zu einem geringen Teil über die Dampfphase, in wesentlichen aber in Tropfenform. Infolge der hohen Temperatur am Lichtbogenansatz verflüssigt sich das Ende der Elektrode. Die hohe Stromdichte in der Elektrode erzeugt ein zirkulares Magnetfeld, das radiale, nach innen gerichtete Kräfte erzeugt, die den flüssigen Teil der Elektrode einschnüren, so daß sich ein Tropfen bildet. Man nennt dies den Pinch-Effekt [Böh92]. Durch den geringeren Querschnitt der Plasmasäule am Lichtbogenansatz, kommt es vor der Elektrode zu einer wesentlich höheren Stromdichte als an der Schmelze auf dem Werkstück, wodurch ein Druckgradient entsteht, welcher eine starke Strömung des auf sehr hohe Temperaturen erhitzten Plasmas zur Folge hat [Bec69]. Hinzu kommt, daß die ins Innere des Lichtbogens gelangenden Gase ihr Volumen auf ein Vielfaches vergrößern. Daraus resultieren Strömungsgeschwindigkeiten, die bis nahe an die Schallgeschwindigkeit heranreichen können. Der dadurch hervorgerufene Sog macht die Tropfenablösung auch entgegen der Schwerkraft möglich.

Im weiteren soll das Schutzgasschweißen eingehender behandelt werden. Abbildung 2.16 veranschaulicht das Verfahrensprinzip. Die abschmelzende Drahtelektrode, die gleichzeitig Schweißzusatz ist wird von einem Vorschub der

Stromkontaktdüse zugeführt. Dabei wird ständig Schutzgas, das entweder inert (He, Ar) oder aktiv (CO₂, Ar-CO₂ Mischgas) sein kann, aus einer die Elektrode konzentrisch umgebenden Düse geblasen und schützt so den Lichtbogen, die übergehenden Tropfen und das Schmelzbad vor dem Zutritt der Atmosphäre. Zum Schutzgasschweißen wird grundsätzlich Gleichstrom verwendet, dessen Stärke einer Stromdichte von $J \geq 100\text{A/mm}^2$ im Schweißdraht entspricht. Dies entspricht Spannungen zwischen 15 V und 35 V [Böh92].

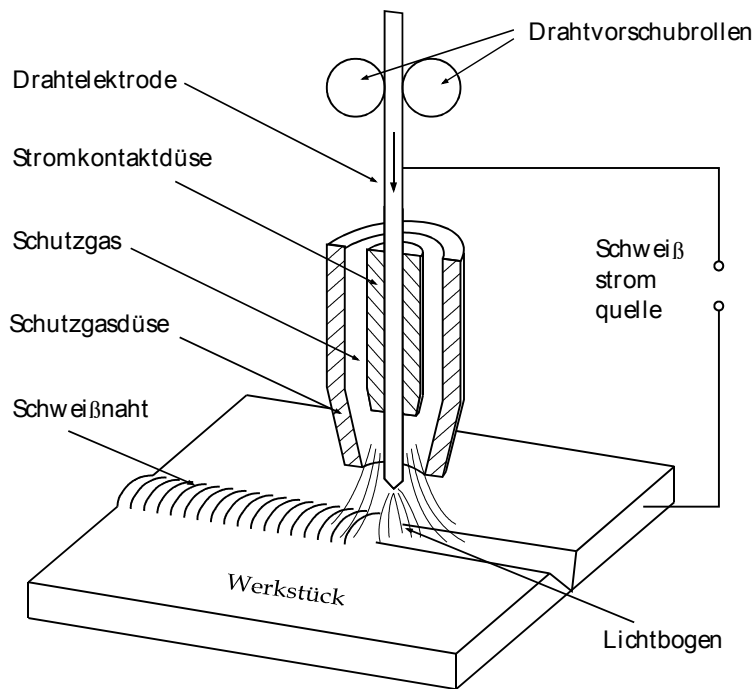


Abbildung 2.16: Schematische Darstellung des Schutzgasschweißens. Zwischen der Drahtelektrode und dem Werkstück fließt ein Strom, der ein Plasma im Schutzgas erzeugt, das durch die Düse über die Elektrode strömt und gleichzeitig das Schmelzbad auf dem Werkstück vor Reaktionen mit der Luft schützt

2.4.2 Schweißnähte

Eine Schweißnaht läßt sich hinsichtlich ihrer kristallographischen Struktur und chemischen Zusammensetzung in drei Zonen einteilen: Die neutrale Zone (NZ) in der keine Veränderungen durch den Schweißprozeß stattgefunden haben, die Temperatureinflußzone (TEZ) in der es aufgrund der durch das Schweißen bedingten Erwärmung zu einer Rekristallisation, einer Änderung der Fehlstellenkonzentration und einer chemischen Veränderung des Stahls kommt, sowie die Schweißnaht selbst (SWN) [Böh92].

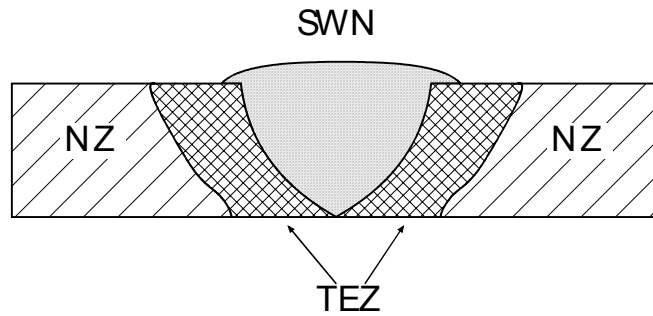


Abbildung 2.17: Querschnitt durch eine V-Naht. Es werden drei Zonen unterschieden: Die Neutrale Zone (NZ), die Temperatureinflußzone (TEZ) sowie die Schweißnaht (SWN).

Durch das relativ schnelle Abkühlen der TEZ, das durch gute Wärmeleitung in das Volumen bedingt ist, findet im allgemeinen eine Kornverfeinerung in der TEZ statt. In der SWN kühlt das flüssige Material hingegen vergleichsweise langsam ab, was zu größeren Kristalliten führt, die sich senkrecht zur Oberfläche ausrichten.

Der Einfluß des Schutzgases auf die Qualität der Schweißnaht ist zum Teil erheblich. So bilden sich immer Gaseinschlüsse in der Naht, die von Verunreinigungen des Lichtbogenraumes durch Stickstoff aus der Umgebungsluft hervorgerufen werden und von unterschiedlicher Anzahl und Größe sein können. Abbildung 2.18 stellt die Abhängigkeit der Volumenporosität der Schweißnaht in Abhängigkeit vom Stickstoffanteil des üblicherweise verwendeten Mischgases Corgon (82% Ar 18% CO₂) dar [Bol73].

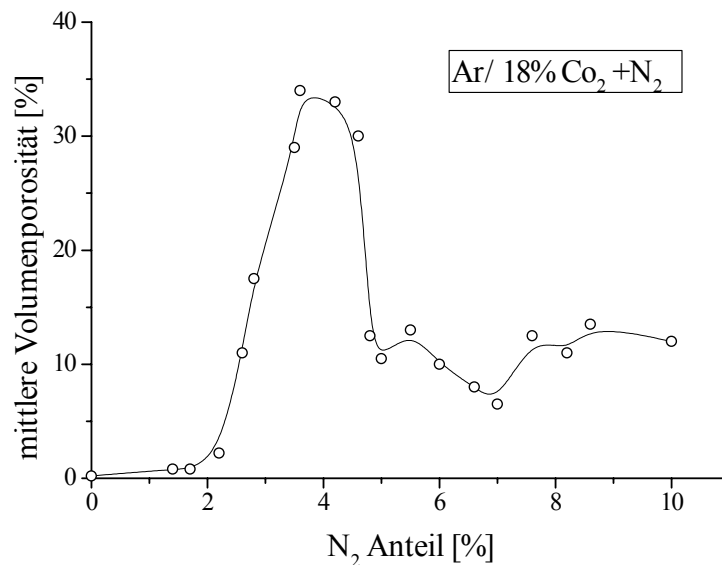


Abbildung 2.18: Volumenporosität in der Schweißnaht in Abhängigkeit vom N₂-Anteil im Schutzgas. Man erkennt, daß schon geringe Verunreinigungen, die durch Turbulenzen im Plasma in den Lichtbogenraum gelangen zu einer erheblichen Porosität der Schweißnaht führen.

Die Verwendung von Inertgasen führt zudem zu einer Entkohlung der Schweißnaht. Dem kann durch einen Zusatz von CO₂ als Aktivgas entgegengewirkt werden. Tabelle 2.19 zeigt die Auf- bzw. Entkohlung der Schweißnaht in Abhängigkeit vom CO₂- und O₂-Gehalt eines Ar-Mischgases [Kil80].

Ar [%]	O ₂ [%]	CO ₂ [%]	C [%]	Aufkohlung [%]
100	0	0	0,019	-0,002
99	1	0	0,019	-0,002
97	3	0	0,018	-0,003
95	5	0	0,017	-0,004
90	5	5	0,029	+0,008
80	5	15	0,049	+0,028
82	0	18	0,054	+0,033
0	0	100	0,096	+0,075

Tabelle 2.19: Aufkohlung der Schweißnaht in Prozent in Abhängigkeit vom CO₂- und O₂-Gehalt eines Ar-Mischgases. Drahtelektrode und Werkstück hatten 0,021% Kohlenstoffanteil.

Kapitel 3

Meßmethoden der Positronenspektroskopie

3.1 Die Meßgrößen der Positronenspektroskopie

In der Positronenspektroskopie gibt es im wesentlichen zwei physikalische Effekte, die experimentell zugänglich sind. Zum einen ist das die Positronenlebensdauer, zum anderen die von der Impulsverteilung der Elektronen herrührende Dopplerverbreiterung der Annihilationsquanten im Laborsystem, die in longitudinaler Richtung durch energieauflösende, in transversaler Richtung durch winkel-auflösende Messungen erfaßt werden kann, wobei hier auf letzteres nicht weiter eingegangen wird.

3.1.1 Positronenlebensdauer τ_{e^+}

Bei kleinen Positronengeschwindigkeiten v_{e^+} ($v_{e^+}/c < \alpha$) gilt folgende Abhängigkeit der Positronenlebensdauer τ_{e^+} vom Wirkungsquerschnitt σ und der Elektronendichte n_{e^-} im Festkörper [Wes73]:

$$\tau_{e^+}^{-1} = \sigma v_{e^+} n_{e^-}$$

Da der Wirkungsquerschnitt proportional zur reziproken Positronengeschwindigkeit ist ($\sigma \sim v_{e^+}^{-1}$), folgt, daß die Positronenlebensdauer umgekehrt proportional zur Elektronendichte ist.

$$\tau_{e^+} \sim n_{e^-}^{-1}$$

Da mit den Atomrümpfen auch ein Teil der Elektronenhülle fehlt, ist die Elektronendichte im Allgemeinen in Haftstellen geringer als im ungestörten

Kristallgitter, wodurch sich die Positronenlebensdauer τ_{e^+} erhöht. Somit kann τ_{e^+} Aufschluß über die Konzentration der Haftstellen geben.

3.1.2 Dopplerverbreiterung

Im Laborsystem ist der Gesamtimpuls des Systems aufgrund des Beitrags der Elektronen von Null verschieden. Betrachtet man die Annihilation thermalisierter Positronen, liefert der Elektronenimpuls den wesentlichen Anteil zum Gesamtimpuls des Systems und der Impuls des thermalisierten Positrons kann vernachlässigt werden. Die Energie-änderung der γ -Quanten um $\Delta E = \pm \frac{1}{2} p_L c$ wird in der Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie sichtbar, wobei p_L den Longitudinalimpuls des Elektrons bedeutet [Deb49].

Die Dopplerverbreiterung gibt Aufschluß über die Wahrscheinlichkeit mit der das Positron mit einem langsamen Valenzelektron oder einem schnelleren kernnahen Rumpfelektron zerstrahlt.

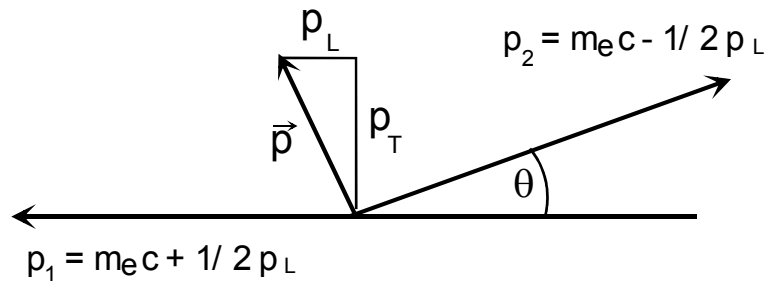


Abbildung 3.1: Annihilation von Positron und Elektron im Laborsystem. Der Longitudinalimpuls des Elektrons bewirkt eine Dopplerverbreiterung der 511 keV Vernichtungslinie, während die Abweichung von der 180° Winkelkorrelation durch die Transversalkomponente des Elektronenimpulses hervorgerufen wird.

Die Dopplerverbreiterung liegt für Elektronenimpulse von einigen eV ungefähr bei 1,5 keV und kann mit einem Ge-Detektor, mit dem eine Energieauflösung von $\delta E = 1,2 \dots 1,4$ keV bei $E = 482$ keV (^{181}Hf) erreicht wird, gut gemessen werden.

Nun kann die Dopplerverbreiterung weiter differenziert werden, je nachdem, ob sie von schnellen kernnahen oder langsameren Leitungselektronen herrührt. Dazu werden zwei Linienformparameter eingeführt, der S-Parameter und der W-Parameter, die wie folgt definiert sind:

$$S = \frac{A}{B} \equiv \frac{\int_{E_0 - \mathcal{E}}^{E_0 + \mathcal{E}} N(E) dE}{\int_{E_{\min}}^{E_{\max}} N(E) dE} \quad W = \frac{C_1 + C_2}{B} \equiv \frac{\int_{E_{\min}}^{E_{\min} + \mathcal{E}} N(E) dE + \int_{E_{\max} - \mathcal{E}}^{E_{\max}} N(E) dE}{\int_{E_{\min}}^{E_{\max}} N(E) dE}$$

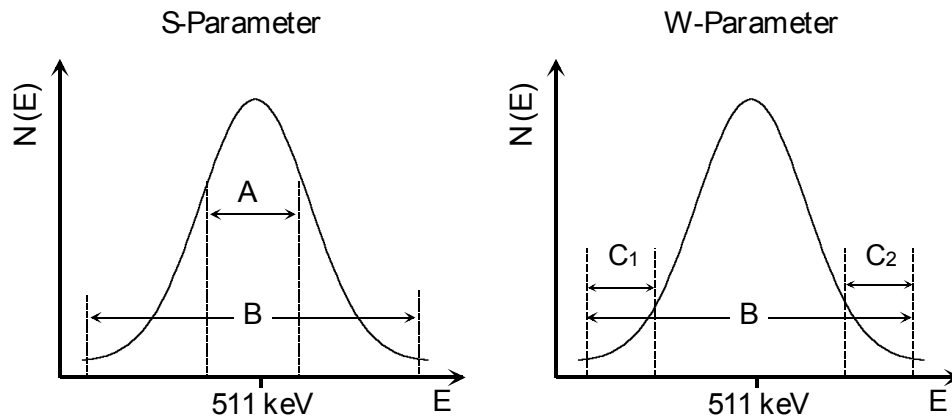


Abbildung 3.2: Definition der Parameter S und W . S bzw. W beschreibt den Anteil der Leitungselektronen bzw. Hüllenelektronen an der Doppler-vertbreiterung.

Dabei gibt S Auskunft über den Anteil der Leitungselektronen an der Dopplerverbreiterung, während W den Anteil der kernnahen Hüllenelektronen beschreibt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden sowohl Messungen der Positronen-lebensdauer als auch der Dopplerverbreiterung durchgeführt. Beide Meßmethoden werden im folgenden vorgestellt.

3.2 Lebensdauerermessung mit ^{22}Na

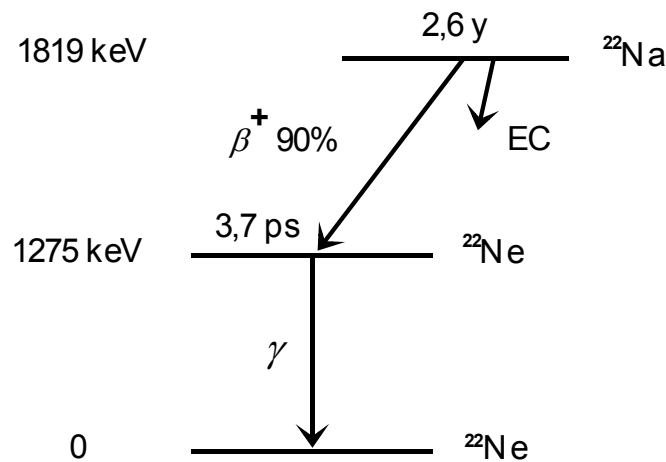


Abbildung 3.3: Termschema von ^{22}Na [Led78].

Bei diesem Verfahren wird die Zeitdifferenz Δt zwischen Entstehung und Vernichtung des Positrons gemessen. Die statistische Gesamtheit der Δt ergibt das Lebensdauerspektrum.

Die Lebensdauerermessung ist möglich, wenn die Emission eines Positrons beim β^+ -Zerfall mit einem prompten Ereignis einhergeht, welches detektiert und als Startsignal einer Zeitmessung verwendet werden kann. Da die Annihilation ein statistischer Prozeß ist, erhält man bei Verwendung eines 511 keV Annihilationsquants als Stoppsignal eine Lebensdauervertreibung, aus der sich die Zerfallskonstante der Positronen bestimmen läßt.

^{22}Na eignet sich aufgrund folgender Eigenschaften besonders gut als Positronenquelle für die Lebensdauerspektroskopie. 90% der Zerfälle erfolgen unter Emission eines Positrons. Nahezu gleichzeitig mit dem Positron emittiert der Tochterkern ein energiereiches γ -Quant, das als Startsignal für die Lebensdauerermessung dienen kann. Wegen seiner hohen Halbwertszeit von 2,6 Jahren und seiner einfachen Herstellung, zum Beispiel durch Bestrahlung von Aluminium mit Protonen ⁷, ist es für den Einsatz unter Laborbedingungen prädestiniert.

3.3 Messung der Dopplerverbreiterung

Zur Messung der Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie muß ein Energiespektrum mit hinreichender Energieauflösung aufgenommen werden, was mit einem Germanium-Detektor (GeDet) möglich ist.

γ -Strahlung erzeugt im Germanium Elektron-Loch-Paare. Da am pn-Übergang infolge der dort auftretenden Ladungsträgertrennung ein Raumladungsgebiet vorhanden ist, diffundieren die Elektronen in den p-leitenden Bereich und die Löcher in den n-leitenden Bereich. Damit wird das Raumladungsgebiet kurzzeitig kompensiert und es entsteht ein kurzer Spannungspuls, wonach sich der ursprüngliche Zustand wieder einstellt [Len89]. Die Energie, die das γ -Quant bei der Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares verliert, liegt bei ca. 3 eV, so daß man ein gutes statistisches Auflösungsvermögen erhält⁸, da viele Elektron-Loch-Paare erzeugt werden.

Zur Verarbeitung der Spannungspulse des GeDet verwendet man eine Verstärkerschaltung, wie sie in Abbildung 3.4 dargestellt ist. Die Amplitudensignale werden mit einem Vorverstärker (VV) und einem Hauptverstärker (V) verstärkt und von einem ADC digitalisiert. Um Schwankungen der Elektronik auszugleichen, wird der ADC von einem Stabilizer gesteuert. Die digitalisierten Signale werden von einem Multi-Channel-Analyser (MCA) zu einem Energiespektrum aufbereitet und können in einem PC gespeichert werden.

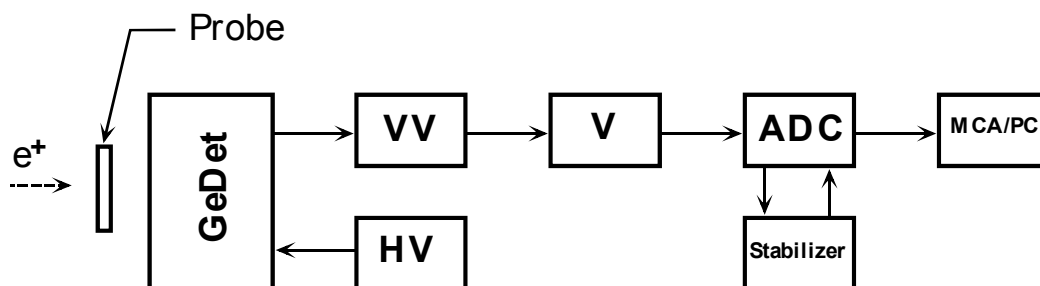


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Beschaltung eines Ge-Detektors. Die Amplitudensignale werden verstärkt, digitalisiert und von einem MCA zu einem Energiespektrum aufbereitet.

⁷ $^{27}\text{Al}(p,\alpha\text{pn})^{22}\text{Na}$.

⁸ Typischerweise $\Delta E = 1,2 \dots 1,3$ keV bei $E = 482$ keV (^{181}Hf).

Kapitel 4

Das kombinierte Lebensdauer- und Energiespektrometer

Während dieser Arbeit wurde ein vorhandenes ortsauflösendes Lebensdauerspektrometer [Hug95] um eine Einrichtung zur Messung der Dopplerverbreiterung mit einem Ge-Detektor erweitert, so daß simultan Lebensdauer- und Energiespektren orts aufgelöst aufgenommen werden können.

4.1 Lebensdauerermessung mit BaF₂-Detektoren

Die hier verwendeten Detektoren zum Nachweis von γ -Quanten bestehen aus einem Szintillator und einem Photomultiplier (PM) die über einen Lichtleiter miteinander verbunden sind. Als Szintillatoren werden Materialien bezeichnet, die eine Anregung der Elektronenhülle durch energiereiche Strahlung in Form von Lichtblitzen⁹ wieder abgeben.

Eine hinreichend gute Zeitauflösung kann nur mit BaF₂-Szintillatoren erreicht werden, deren Szintillationslicht einen schnell abklingenden Anteil im nahen UV (Emissionsmaximum 220 nm) mit einer Abklingkonstante von nur 600 ps hat. Es muß ein PM mit UV-durchlässigem Quarzfenster und UV-sensitiver Photokathode verwendet werden. Diese beiden Anforderungen erfüllt der XP 2020Q von Phillips [Phi90].

Die Spannungspulse der PM werden an einer Dynode ausgekoppelt, um eine steile Anstiegsflanke der Signale zu erhalten.

In Abbildung 4.1 ist die Anordnung der beiden Detektoren zu sehen. Findet nun ein β^+ -Zerfall in der Quelle statt, wird ein promptes 1275 keV γ -Quant im unteren Detektor nachgewiesen (START-Signal) und damit die Zeitmessung gestartet.

⁹ Je nach Szintillatormaterial liegt das Emissionsmaximum im sichtbaren Bereich oder im nahen UV.

Das Positron aus dem Zerfalls gelangt in die Probe und zerstrahlt dort, wobei eines der 511 keV Vernichtungsquanten im oberen Detektor nachgewiesen (STOP-Signal) wird und die Zeitmessung anhält.

Um Signale von Positronen zu unterdrücken, die nicht in die Probe emittiert werden, ist zwischen der Quelle und dem unteren Detektor ein Plastiksintillator¹⁰ (VETO) angebracht, der diese Positronen nachweist und in Antikoinzidenz mit dem START-Signal geschaltet ist.

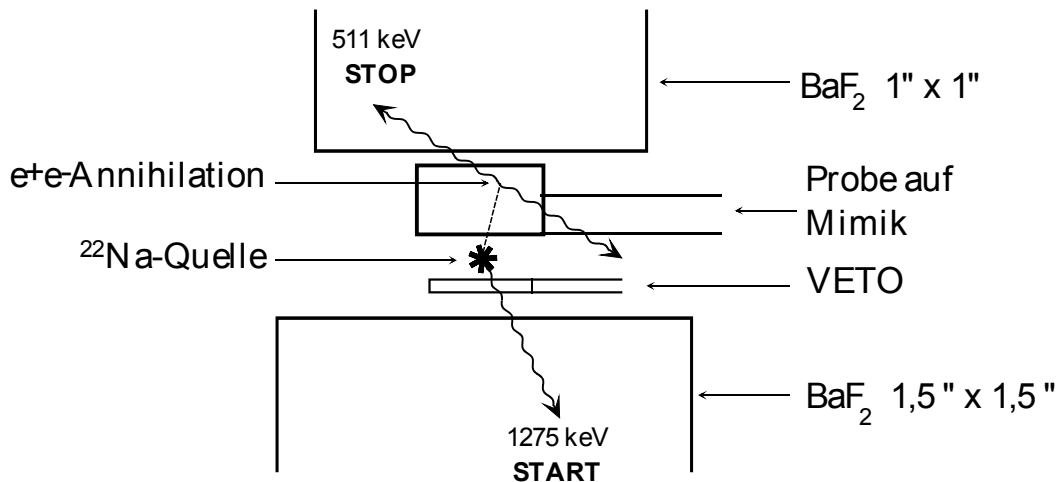


Abbildung 4.1: Anordnung der BaF₂- Detektoren. Wegen der großen Reichweite der 1275 keV γ -Quanten im BaF₂ wird zur Messung des START-Signals ein 1,5" x 1,5" Szintillationskristall verwendet.

START- und STOP-Signale werden von der in Abbildung 4.2 skizzierten γ - γ -Koinzidenzschialtung verarbeitet. Nach einer Verstärkung (V) und Invertierung (INV) werden sie auf einen Constant-Fraction-Diskriminator (CFD) gegeben, der auf die entsprechenden Energiefenster eingestellt ist (1275 keV für das START-Signal, 511 keV für das STOP-Signal). Das Rechtecksignal des CFD des START-Kreises startet die Zeitmessung in einem Time-to-Amplitude-Converter (TAC), die vom CFD-Signal des STOP-Kreises angehalten wird. Trifft ein CFD-Signal des VETO-Detektors während der Zeitmessung am TAC ein, wird dieser zurückgesetzt und die Messung verworfen. Die Amplitudensignale des TAC werden digitalisiert (ADC) und von einem Multi-Channel-Analyser (MCA) zu einem Spektrum aufbereitet.

¹⁰ Dünner Plastiksintillator aus NE 102A, der nur 2% der 1275 keV γ -Quanten absorbiert.

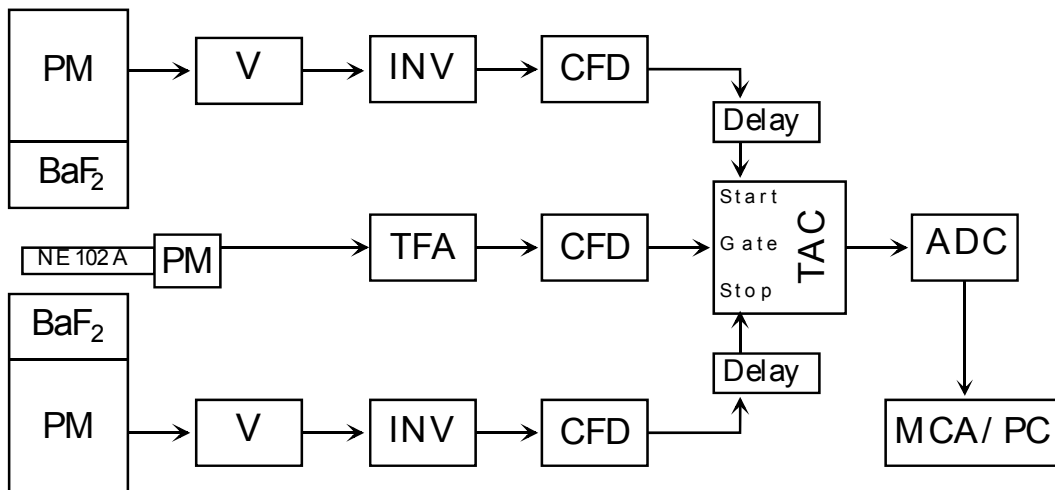


Abbildung 4.2: Schematische Aufbau der γ - γ -Koinzidenzschaltung.

4.2 Energiemessung mit einem Ge-Detektor

Zur Messung des Energiespektrums der Annihilation wurde ein Ge-Detektor seitlich so an dem Aufbau angebracht, daß ein möglichst großer Raumwinkel der 511 keV γ -Quanten detektiert werden kann.

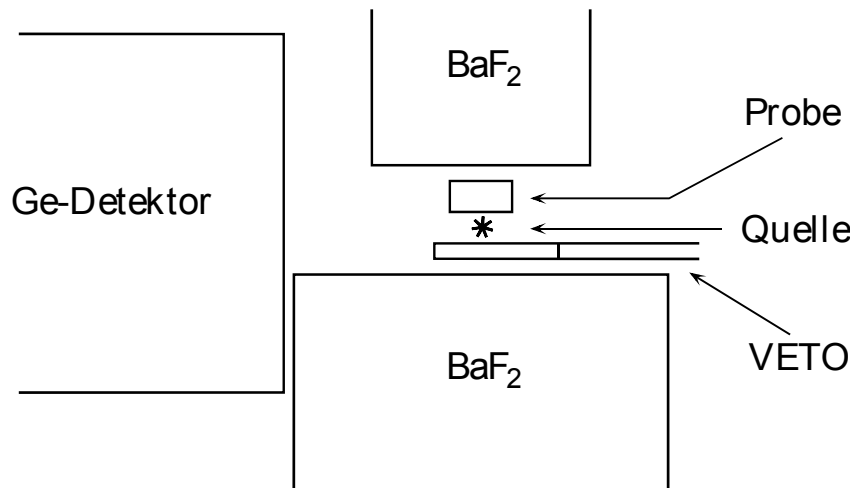


Abbildung 4.3: Ein zusätzlicher Ge-Detektor ermöglicht auch die Messung der Dopplerverbreiterung. Er wird seitlich so angebracht, daß ein maximaler Raumwinkel an 511 keV γ -Quanten erfaßt wird.

Um auch in der Energiemessung Signale zu unterdrücken, die von Positronen herrühren, die nicht in die Probe emittiert werden, wird das SCA-Signal des Ge-Detektors in Antikoinzidenz mit dem VETO-Signal geschaltet.

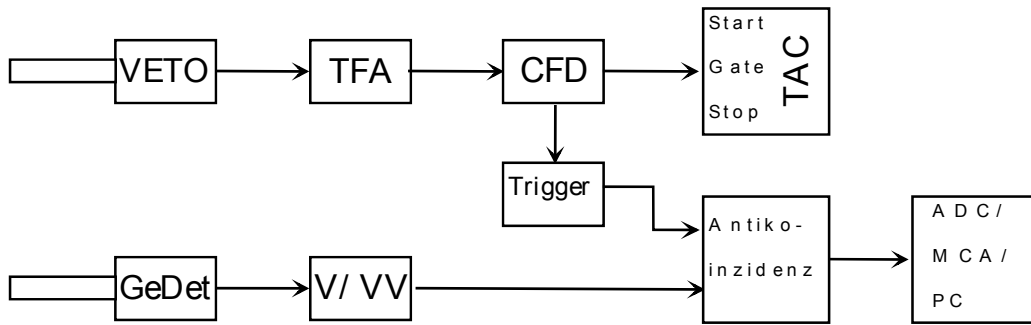


Abbildung 4.4: Antikoinzidenzschaltung des Ge-Detektors mit dem VETO-Signal, wobei das Delay dazu dient, die Signallaufzeiten zu synchronisieren. Energie- und Lebensdauerspektren werden in zwei separaten PCs gespeichert.

4.3 Ortsauflösung

Die Probe kann über eine computergesteuerte Drei-Achsen-Mimik gegenüber dem feststehenden Spektrometer bewegt werden, was ortsaufgelöste Messungen möglich macht. Die z-Achse der Mimik dient zur Justierung. Die apparative Ortsauflösung Δx setzt sich aus der Quellengröße (hier 0,7 mm) und der materialabhängigen Positronenreichweite zusammen:

$$\Delta x = \Delta q + 2R$$

Bei einer mittleren Positronenenergie von 200 keV folgt eine mittlere Eindringtiefe von 50 μm in Stahl und es gilt:

$$\Delta x \leq 0.8 \text{ mm}$$

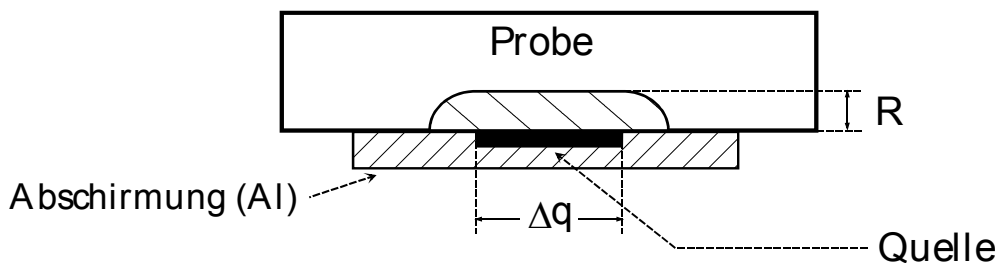


Abbildung 4.5: Die Ortsauflösung Δx setzt sich aus Quellengröße Δq und e^+ -Reichweite R zusammen. In Stahl gilt: $\Delta x \leq 0.8 \text{ mm}$.

Um zu verhindern, daß Positronen seitlich aus der Quelle in die Probe emittiert werden, was die Ortsauflösung verschlechtert hätte, ist die Quelle durch einen Ring aus Aluminium zur Seite hin abgeschirmt.

Kapitel 5

Die Positronenmikrosonde

Die Positronen-Mikrosonde wurde im Rahmen einer Projektzusammenarbeit zwischen der Firma LEO, Oberkochen und dem Institut für Strahlen- und Kernphysik, Bonn entwickelt, mit dem Ziel orts aufgelöste Messungen der Dopplerverbreiterung mit langsamen Positronen im Mikrometerbereich zu ermöglichen. Zu diesem Zweck wurde ein kommerzielles Rasterelektronenmikroskop (SEM)¹¹ mit einer Positronenquelle, einem elektromagnetischem Prisma und einem Ge-Detektor kombiniert. Es kann nun wahlweise im Elektronen- oder Positronenmodus betrieben werden, wobei das SEM als Zieleinrichtung für den Positronenstrahl dient. Trotz der durch das magnetische Prisma hervorgerufenen Strahlverzerrungen erreicht die Elektronenseite eine Auflösung von 12 nm [Gre97].

5.1 Gesamtaufbau der Positronenmikrosonde

Abbildung 5.1 zeigt schematisch den Aufbau der Positronenmikrosonde. Die Positronen werden von einer $^{22}\text{NaCl}$ -Quelle (\varnothing 300 μm , Aktivität \sim 700 μCi) [1] emittiert, die sich in einem Tantal-Tiegel befindet. Die anschließende Moderation, das heißt eine Abbremsung der Positronen auf eine Energie von 2 ... 3 eV, erfolgt in einem Wolframmoderator [2] mit zylindrischer Bohrung. Von einem Zwischenpotential, das an der Ziehelektrode [3] anliegt, werden die Positronen aus dem Moderator gesaugt und von der Beschleunigungselektrode [4] auf eine variable Strahlenergie von 0,5...30 keV gebracht. Auf der gegenüberliegenden Seite befindet sich eine konventionelle Elektronenkanone [8]. Kondensorlinsen [5], [7]

¹¹ DSM 940 A der Firma LEO Elektronenmikroskope, Oberkochen.

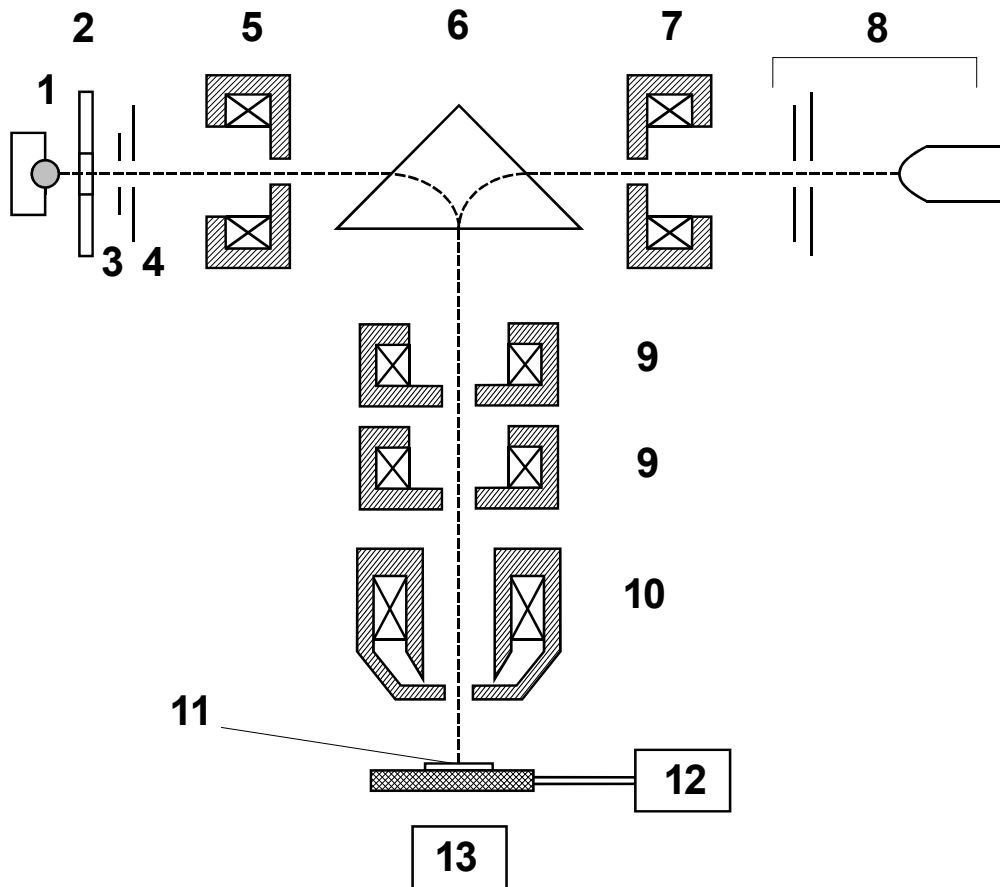


Abbildung 5.1: Prinzipieller Aufbau der Positronen-Mikrosonde. Positronenquelle [1], Moderator [2], Ziehelektrode auf Zwischenpotential [3], Beschleunigungselektrode [4], e^+ -Kondensator [5], Prisma [6], e^- -Kondensator [7], Elektronenstrahlerzeugungssystem [8], Kondensatorzoom [9], Objektiv [10], Probe [11], Drei-Achsen-Mimik [12], Ge-Detektor [13].

bilden die Cross-Over¹² von e^+ - und e^- -Strahl auf die Eingangsebene des magnetischen Prismas [6] ab. Die weitere Strahlverkleinerung und Fokussierung übernehmen ein Kondensatorzoom [9] und das Objektiv [10] einer kommerziellen SEM-Säule. Mittels der Mimik [12] kann die Probe [11] in μm -Schritten verfahren werden. Der S-Parameter wird mit einem Germaniumdetektor [13] gemessen. Eine Strahljustierung senkrecht zur Strahlachse ist mittels Luftspulen möglich, die in Abbildung 5.7 eingezeichnet sind.

5.2 Die Positronenquelle

Will man ortsaufgelöste Positronenspektroskopie betreiben, benötigt man zuerst einmal eine kleine Quelle mit hoher Aktivität.

In dieser Apparatur ist dies durch das Eindampfen einiger Mikroliter $^{22}\text{NaCl}$ -Lösung in einem später als Quellenhalterung verwendeten Tiegel aus Tantal

¹² Als Cross-Over bezeichnet man einen dem Brennpunkt in der Lichtoptik entsprechenden Punkt kleinsten Strahldurchmessers im Strahlengang.

realisiert. Es bietet sich eine trichterförmige Tiegelgeometrie mit einem kleinen Reservoir ($\varnothing = 300 \mu\text{m}$) an, in daß das auskristallisierte $^{22}\text{NaCl}$ hineingeschabt werden kann. Zum Kontaminationsschutz ist das Reservoir von hinten mit Sekundenkleber und auf der emittierenden Seite mit einer $10 \mu\text{m}$ dünnen Al-Folie versiegelt [Ton97].

Die fertige Quelle hat ein Aktivität von ca. $700 \mu\text{Ci}$ und einen aktiven Durchmesser von $300 \mu\text{m}$.

Der Ta-Tiegel wird in eine Ta-Halterung eingeschraubt, die als erste Abschirmung dient und mit einem Bajonettverschluß in der Mikrosonde befestigt ist, um einen leichten und ungefährlichen Quellenwechsel zu ermöglichen.

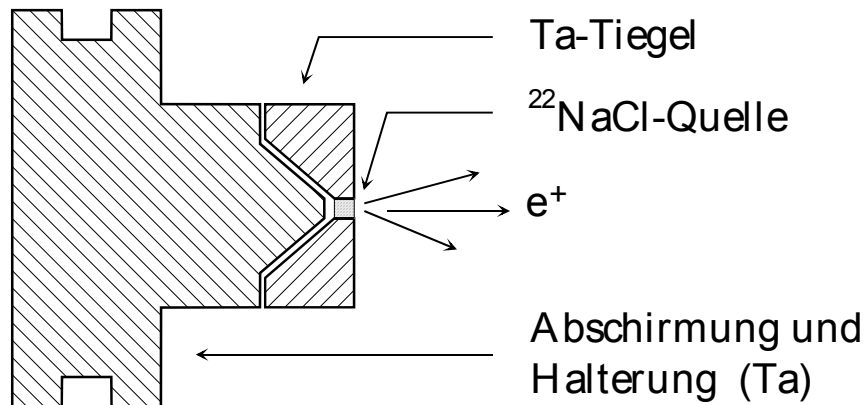


Abbildung 5.2: $^{22}\text{NaCl}$ -Quelle der e^+ -Mikrosonde (Aktivität $\sim 700 \mu\text{Ci}$). Der Durchmesser der Quelle beträgt $300 \mu\text{m}$.

5.3 Der Moderator

Die Quelle emittiert ein kontinuierliche β -Spektrum, das bei ^{22}Na ein Intensitätsmaximum bei ca. 200keV hat, jedoch kann lediglich ein monochromatischer Positronenstrahl mit geringer Energieunschärfe ΔE und kleiner Apertur¹³ von einer magnetischen Optik, wie sie in Elektronenmikroskopen üblich ist, geführt und fokussiert werden. Eine effektive Methode zur Erzeugung monochromatischer Positronen ist die Moderation.

Unter einem Moderator versteht man ein Material mit negativer Austrittsarbeit für Positronen (z.B. W, Mo, Al und feste Edelgase) und geeigneter Geometrie. Werden die Positronen oberflächennah thermalisiert (Eindringtiefe $<$ Diffusionslänge), so kann ein kleiner Anteil zur Oberfläche zurückdiffundieren und von dort senkrecht emittiert werden. Die reemittierten Positronen haben dann eine definierte Energie von einigen eV mit kleiner Energieunschärfe. Für das hier verwendete Wolfram liegt die Austrittsarbeit bei $E = 2,6 \text{eV}$ mit einer Unschärfe von $\Delta E = 75 \text{meV}$ [Fis86, Dal80]. Die moderierten Positronen können anschließend mit an einer Kathode anliegenden Spannung auf eine variable Energie beschleunigt werden. Eine Moderation hat gegenüber einer einfachen Energiefilterung eine um 10^6 höhere Effizienz [Sch88].

¹³ Als Apertur bezeichnet man den Sinus des halben Öffnungswinkels eines Strahlkegels.

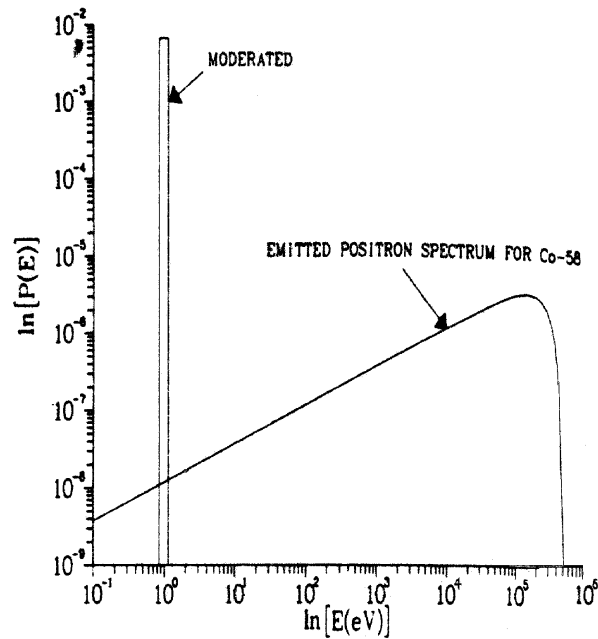


Abbildung 5.3: Vergleich zwischen dem direkten und dem moderierten β^+ -Spektrum von ^{58}Co . Ein einfacher Energiefilter ergäbe eine um 10^6 geringere Effizienz [Sch88].

Die Effizienz der Moderation ist definiert als das Verhältnis zwischen der Anzahl der moderierten und der Gesamtzahl der Positronen im β^+ -Spektrum. Sie liegt für Metalle im Bereich zwischen $10^{-3} \dots 10^{-4}$, und hängt stark von Art und Reinheit des Metalls sowie seiner Oberflächenbeschaffenheit ab [Dal80]. Verunreinigungen verringern die Diffusionslänge und vermindern damit die Emissionswahrscheinlichkeit. Nicht-metallische Verbindungen auf der Oberfläche (Oxide, Nitride, und besonders Kohlenstoffverunreinigungen aus Poliermitteln) begünstigen die Bildung von Positronium und verschlechtern damit ebenfalls die Effizienz.

Eventuell unter der Oberfläche befindliche Verunreinigungen kann man durch Ausheizen im UHV bei ca. 1800°C an die Oberfläche bringen. Durch erneutes Glühen des Moderators bei ca. 1000°C in einer $2 \cdot 10^{-6}$ mbar O_2 -Atmosphäre werden sie gebunden und schließlich im UHV bei ca. 3000°C ausgegast.

Bei dem zuerst in der Apparatur verwendeten Moderator handelt es sich um einen sogenannten Reflektionsmoderator, bei dem die Positronen von derselben Oberfläche emittiert werden, die sie absorbiert.

Der Moderator besteht aus einem $660 \mu\text{m}$ dicken Wolframplättchen mit einer zylindrischen Bohrung mit Durchmesser $400 \mu\text{m}$. Die Oberfläche der Bohrung wurde mit Diamantschleifpaste poliert, bis die verbleibende Reustraughigkeit unter $1 \mu\text{m}$ lag.

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wurden erste Versuche mit einem Durchstrahlungsmoderator durchgeführt. Der Nachteil dieses Moderator-typs gegenüber dem Reflektionsmoderator ist seine geringere Effizienz. Dies sollte durch eine wesentlich bessere Strahlappertur ausgeglichen werden, die aus der

Tatsache resultiert, daß die Positronen senkrecht zur Moderatoroberfläche in Richtung der Strahlachse emittiert werden [Mur80, Gul85, Fis86].

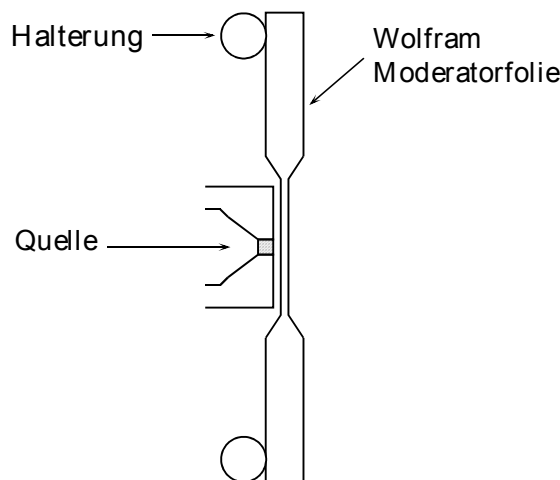


Abbildung 5.4: Querschnitt durch den Transmissionsmoderator aus Wolfram. Der moderierende Teil von ca. 3 μm Dicke wurde in eine 25 μm Wolframfolie hineingeätzt und die Oberfläche danach elektrisch poliert.

Eine 25 μm dicke Wolframfolie wurde mit bis auf ein Fenster von 5 mm Durchmesser beidseitig mit Bitumenlösung¹⁴ abgedeckt und in einer Mischung von 60% konzentrierter Flußsäure und 40% konzentrierter Salpetersäure geätzt, bis die Folie im Fenster eine Dicke von ca. 5 μm aufwies. Die Oberfläche wurde anschließend in 5%-iger wäßriger NaOH-Lösung auf 3 μm elektropoliert. Die Restrauigkeit des moderierenden Teils lag deutlich unter 1 μm .

5.4 Das Prisma

Das Prisma koppelt beide Teilchenarten in der SEM-Säule ein. Da e^+ und e^- entgegengesetzte Ladung und gleiche Masse besitzen, werden sie durch ein identisches Feld auf die gemeinsame Strahlachse gebracht. Wir verwenden einen in Abbildung 5.4 skizzierten CASTAING-Filter [Cas64], wie er seit langem als hochauflösender Energiefilter in der Transmissions-Elektronenmikroskopie eingesetzt wird. Es besteht im wesentlichen aus einem Elektromagneten mit zwei prismenförmigen Polschuhen aus einer weichmagnetischen $\text{Fe}_{50}\text{Ni}_{50}$ Legierung mit kleiner Remanenzfeldstärke. Der feste Ablenkwinkel von 90° ist apparativ vorgegeben, so daß das Magnetfeld nur mit der Teilchenenergie variiert werden muß. Um reproduzierbare Einstellungen zu erhalten, müssen die Polschuhe nach jeder Neujustierung entmagnetisiert werden, was mit einem um den Gleichstromwert schwingenden Wechselstrom mit abklingender Amplitude geschieht (sogenanntes Ausschütteln).

¹⁴ Ätzgrund für Radierungen von Charbonell.

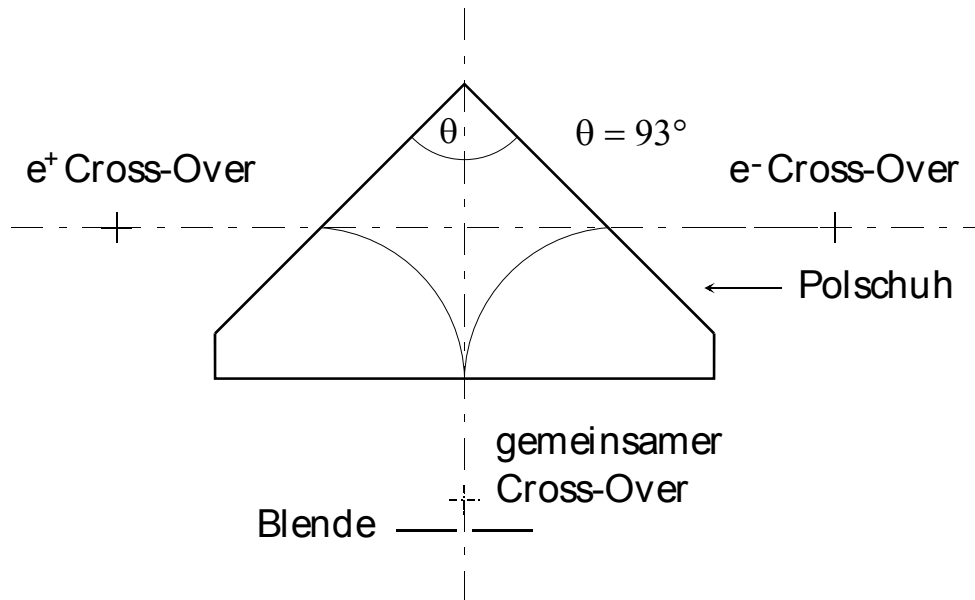


Abbildung 5.4: Magnetisches Prisma nach CASTAING. Eingezeichnet ist die ideale Trajektorie von Positronen und Elektronen, die sich genau auf der Strahlachse befinden.

5.5 Strahljustierung und Strahlanalytik

Im Strahlengang der Mikrosonde können drei Szintillationsdetektoren angebracht werden, mit denen es möglich ist, die Positronen direkt nachzuweisen. Ihr prinzipieller Aufbau ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Die vom Plastikszintillator abgegebenen Lichtblitze werden über einen Lichtleiter auf zwei Photomultiplier (PM) geleitet. Deren analoge Ausgangssignale werden nach einer Verstärkung von einem Single-Channel-Analyser (SCA) in digitale Signale umgewandelt und auf eine Koinzidenz gegeben, um nur Signale zuzulassen, die von beiden PM innerhalb eines Zeitfensters abgegeben werden. Ein Sound-Ratemeter (R) wandelt die Ausgangssignale der Koinzidenz in ein zählratenabhängiges Geräusch um, was das Einstellen des Gerätes sehr erleichtert.

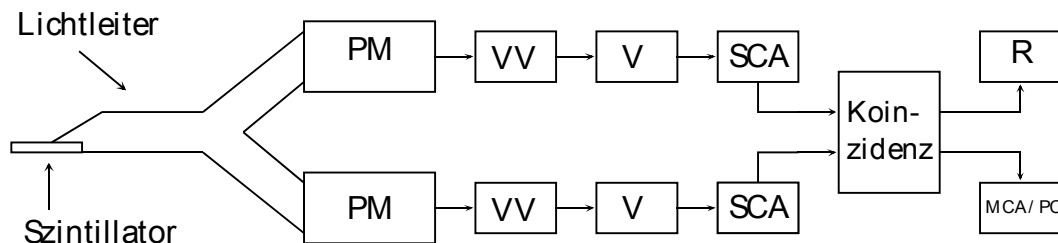


Abbildung 5.5: Aufbau der Positronendetektoren. Die verstärkten Analogsignale der Photomultiplier (PM) werden von Single-Channel-Analysern (SCA) in digitale Signale umgewandelt und auf eine Koinzidenz gegeben, die das Rauschen der einzelnen Detektoren unterdrückt.

Die Detektoren werden als Q_{-1} , Q_0 und Q_1 bezeichnet¹⁵. Q_{-1} ist zwischen Kondensator und Prisma angebracht. Mit ihm können sowohl direkte unmoderierte Positronen, die durch den Moderator dringen, als auch die moderierten Positronen nachgewiesen werden.

Desweiteren verfügt die Mikrosonde über drei Strahljustiersysteme (SJS) Zwei davon (SJS1, SJS3) sind doppelstufig aufgebaut, so daß sowohl ein Parallelversatz (Precendering) als auch ein Knicken (Alignment) des Strahls möglich ist.

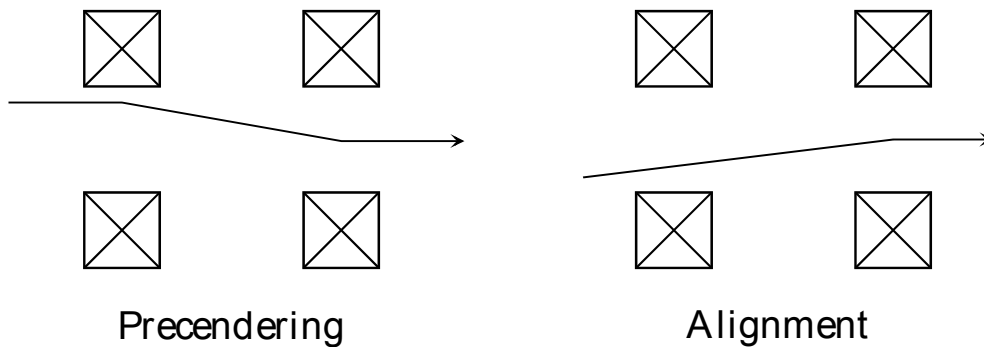


Abbildung 5.6: Strahljustierung mittels Luftspulen. Es ist sowohl ein Parallelversatz (Precendering), als auch ein Knicken des Strahls (Alignement) möglich.

Mit SJS2 ist nur ein Alignment direkt vor dem Prisma möglich, um den Strahl auf den richtigen Eingangswinkel ins Prisma zu justieren. Alle SJS können in zwei Raumrichtungen (x , y) senkrecht zur Strahlachse (z) unabhängig voneinander eingestellt werden. In Abbildung 5.7 sind die Detektoren und die SJS eingezeichnet.

¹⁵ Die Nomenklatur hat sich historisch ergeben und ihr Ursprung ist heute leider nicht mehr nachzuvollziehen.

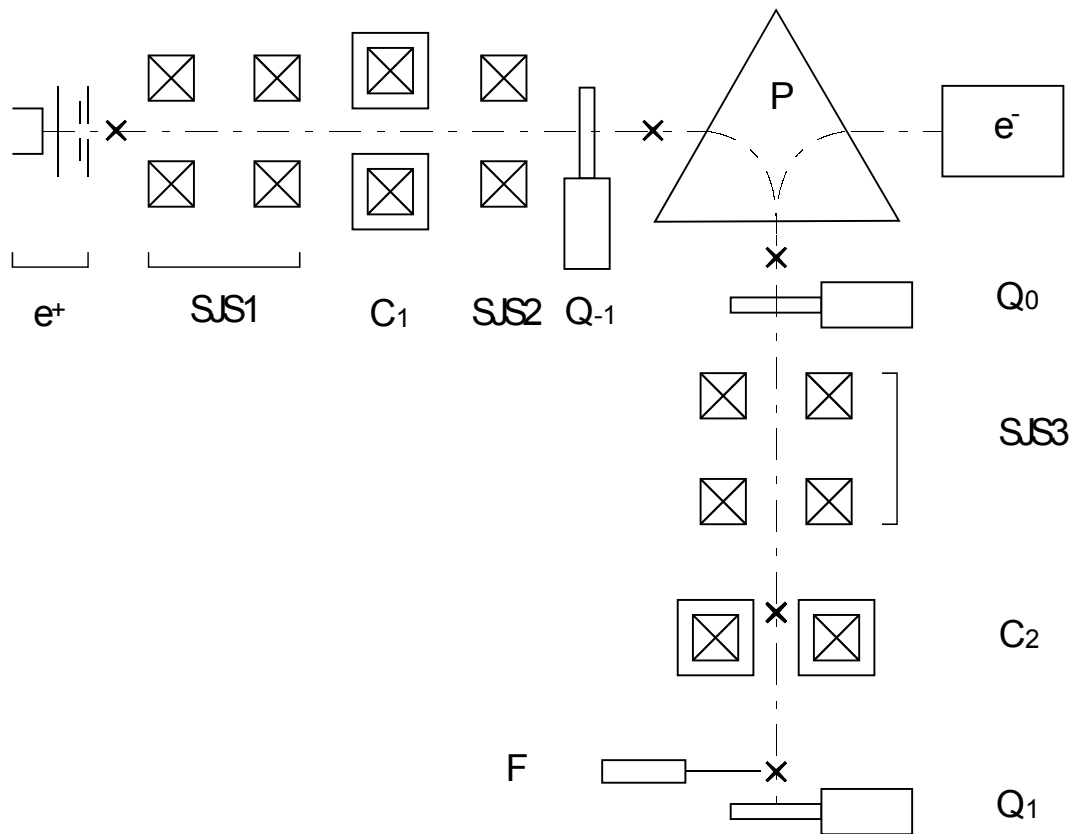


Abbildung 5.7: Strahljustiersysteme (SJS) und Positronendetektoren (Q_{-1} , Q_0 , Q_1) der Mikrosonde. C_1 symbolisiert den Kondensator der Positronenseite, C_2 Kondensatorzoom und Objektiv der Mikroskopsäule. Oberhalb von Q_1 kann der Strahl mit einem $13 \mu\text{m}$ dicken Aluminiumstreifen (Fahne F) abgeschattet werden, um den Strahldurchmesser zu messen. Die verschiedenen Cross-Over des Strahlengangs sind durch ein \times dargestellt.

Ein Nachweis der Moderation ist mit Q_{-1} möglich, indem man die SCA-Schwellen auf die Energie der Beschleunigungsspannung einstellt, und dann die Zählrate bei an- und ausgeschalteter Beschleunigungsspannung betrachtet.

Quelle sowie Moderator sind beweglich gelagert und mittels des Spiegelhalterprinzips [Gre96] in allen drei Raumrichtungen unabhängig voneinander justierbar. In der „mechanischen“ Phase der Justierung werden Quelle und Moderator zuerst nach maximaler Zählrate der unmoderierten Positronen am Q_{-1} eingestellt. Als nächstes wird die Ziehspannung U_{zieh} und der Kondensatorstrom I_C^+ , sowie SJS1 und SJS2 auf maximale Zählrate¹⁶ der moderierten Positronen justiert. Bis auf U_{zieh} werden alle Parameter über einen PC gesteuert.

Der Detektor Q_0 ist direkt unter dem Prisma in einer beweglichen Vakuumdurchführung angebracht, und kann, wenn er nicht benötigt wird, aus dem Strahlengang gezogen werden. Im nächsten Schritt werden der Prismenstrom I_p , U_{zieh} und I_C^+ solange variiert, bis die ersten Positronen unter dem Prisma ankommen. Da man jedoch im allgemeinen nicht davon ausgehen kann, daß sich Quelle und Moderator genau auf der Eingangssache des Prismas befinden, wird

¹⁶ Bei einer Aktivität von $700 \mu\text{Ci}$ an der Quelle werden ca. 2000 moderierte Positronen pro Sekunde an Q_{-1} nachgewiesen.

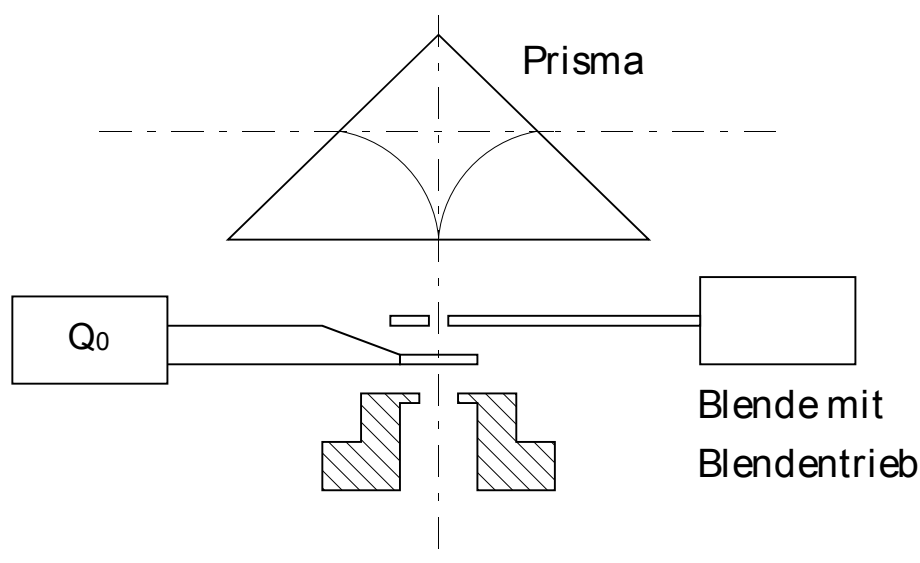
man nicht darum herumkommen, auch die Parameter von SJS1 und SJS2 zu verändern. Dieser Abschnitt gestaltet sich als der langwierigste, da man am Anfang mit Zählraten von 0,3 /s bei einem Untergrund von 0,8 /s zu kämpfen hat, was lange Zählzeiten von 30 s pro Einstellung erfordert. Hat man erstmal Positronen gefunden, optimiert man die Parameter iterativ auf maximale Zählrate¹⁷. Tabellen mit Einstellungen von der beiden wichtigsten Strahljustiersysteme SJS1-Precendering (S₁P) und SJS2-Alignment (S₂A) für Q₀ sind im Anhang zu finden.

Danach wird Q₀ aus dem Strahlengang gezogen und an Q₁ der Vorgang wiederholt. An Q₁ ist die Abhängigkeit der Zählrate von den Einzelnen Parametern schärfer¹⁸, da der Detektor weiter vom Prisma entfernt ist, und durch eine Anzahl von Blenden im Strahlengang schon kleine Abweichungen der Einstellung zu einer Dejustierung des Strahls an Q₁ führen. Da der Strahl vom Prisma bis zum Q₁ durch die Säule des Elektronenmikroskops geführt wird, kommen neue Parameter hinzu: SJS3, der Objektivstrom I₀ sowie der Strahlverkleinerungsfaktor des Kondensorzooms. Es hat sich als praktisch erwiesen, den Justiervorgang mehrmals zu wiederholen, da die einzelnen Parameter nicht ganz unabhängig voneinander sind.

Nach der Einstellung der Mikrosonde auf maximale Zählrate folgt nun eine Eistellung auf minimalen Strahldurchmesser. Dieser wird durch Abschattung des Q₁ mit einer dünnen Aluminiumfolie (Fahne) gemessen, die in an der Mimik befestigt ist und in x- und y-Richtung in den Strahlengang geschoben werden kann. Durch Variation der Höhe z der Fahne kann auch das Stahlprofil ausgemessen und damit die Lage des Cross-Overs bestimmt werden.

Damit das Kondensorzoom Positronen wie Elektronen gleichermaßen gut abbilden kann, müssen sich die Cross-Over beider Strahlengänge unterhalb des Prismas am selben Ort befinden.

Um die Positionen der Cross-Over sowie den Strahldurchmesser des Positronenstrahls an Q₀ zu messen, wurde zwischen Prisma und Q₀ ein in drei Achsen beweglicher Blendentrieb eingebaut, an dem eine Vierecklochblende (Lochmaße: 1,03 × 1,04 mm²) aus 50 µm dünner Federbronze befestigt ist.



¹⁷ An Q₀ liegt die optimierte Zählrate bei 200...300 /s.

¹⁸ Siehe Anhang.

Abbildung 5.8: Schematischer Aufbau der Vorrichtung zum Justieren des Cross-Overs. Strahlort und Strahldurchmesser können mit einem in drei Raumrichtungen verfahrbaren Blendentrieb und Q_0 mit einer Genauigkeit von $\pm 2 \mu\text{m}$ vermessen werden.

Nun wird zuerst durch Abschatten des Elektronenstrahls der Ort des Elektronen-Cross-Overs bestimmt¹⁹ und danach nach Parametern gesucht, um die Positronen an den selben Ort zu bringen.

In Abbildung 5.9 sind Strahldurchmesser und Zählrate an Q_0 in Abhängigkeit vom Kondensatorstrom dargestellt.

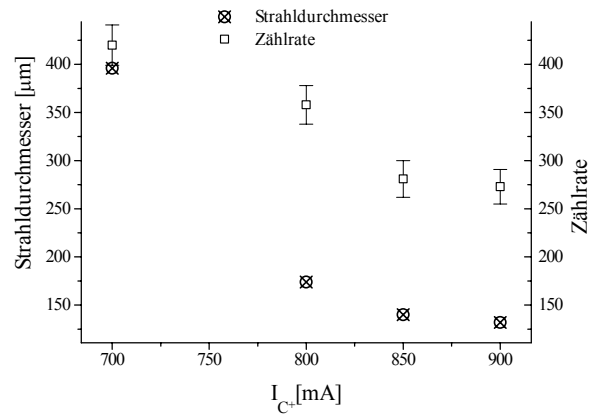


Abbildung 5.9: Strahldurchmesser und Zählrate in Abhängigkeit vom Kondensatorstrom I_{C^+} am Q_0 .

¹⁹ Der Elektronenstrahl kann nicht mit einem Szintillationsdetektor vermessen werden, da dieser dadurch zerstört würde, aber man betrachtet statt dessen die Abschattung des Emissionsbilds der Kathode auf dem Monitor des Elektronenmikroskops.

Kapitel 6

Messungen und Ergebnisse

6.1 Die Auswertung der Spektren

6.1.1 Lebensdauer

In Abbildung 6.1 links ist ein typisches Lebensdauerspektrum dargestellt, wobei die Zählrate N logarithmisch gegen die Zeit aufgetragen ist. Die steile Anstiegsflanke des Spektrums wird durch die Zeitauflösung der Apparatur von 340 ps bestimmt, die hauptsächlich durch die Laufzeiten des Szintillationslichtes im BaF₂-Kristall beschränkt wird.

Außer der kurzlebigen Komponente im steilen Abfall des Peaks ist im hinteren Teil des Spektrums noch ein Anteil mit einer langen Zeitkonstante zu sehen, der durch die Zerstrahlung des Orthopositroniums im Plastiksintillator und der umgebenden Luft hervorgerufen wird. Da die Positroniumbildung in Metallen nicht auftritt, kann das Spektrum von diesem Untergrund bereinigt werden.

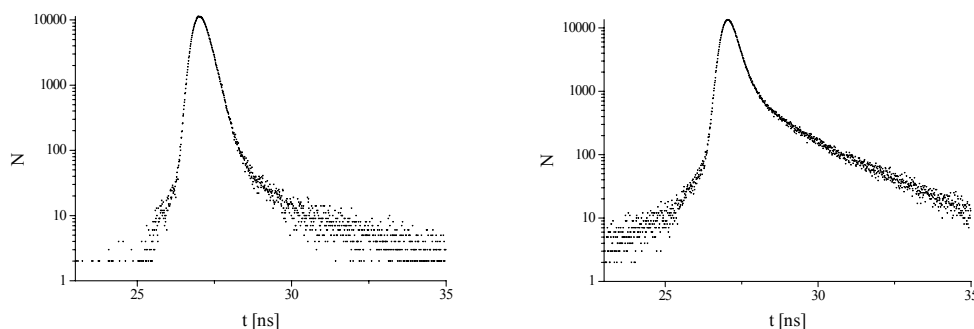


Abbildung 6.1: Lebensdauerspektren in Stahl (links) und des Untergrundes im Szintillatormaterial (rechts) in logarithmischer Darstellung.

Dazu legt man ein Stück Szintillatormaterial in die sonst unveränderte Apparatur und nimmt ein Untergrundspektrum auf (Abbildung 6.1 rechts), das nun vom

Meßspektrum gewichtet abgezogen werden kann. Der Gewichtungsfaktor errechnet sich aus dem Quotienten der integralen Zählraten des auszuwertenden Spektrums und des Untergrundspektrums in einem für beide Spektren gleich gesetzten Fenster im linearen Teil der langlebigeren Komponente. Das korrigierte Spektrum ist in Abbildung 6.2 dargestellt.

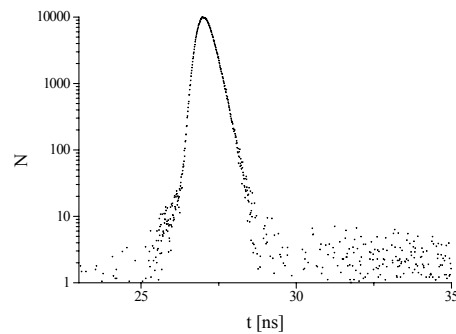


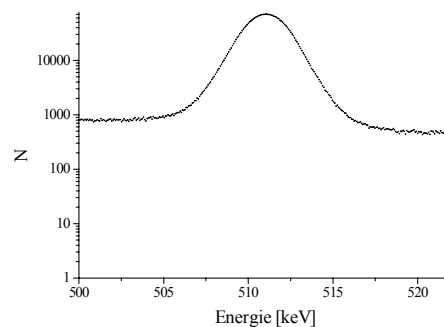
Abbildung 6.2: Das gleiche Stahlspektrum wie in Abb. 6.1, nachdem der Untergrund gewichtet abgezogen wurde.

Zur Berechnung der mittleren Positronenlebensdauer wird in den linearen Teil der abfallenden Flanke eine Ausgleichsgerade gelegt, aus deren Steigung ($-1/\tau_{e^+}$) unmittelbar die Lebensdauer folgt. Die statistischen Fehler liegen bei 0,6...0,7 ps und sind kleiner als die tatsächlichen Fehler, die sich aus den statistischen und den apparativen Schwankungen zusammensetzen. Die apparativen Schwankungen wurden durch wiederholte Messung des selben Spektrums zu ± 1 ps bestimmt, so daß sich ein Gesamtfehler von $\pm 1,5$ ps ergibt.

6.1.2 S- und W-Parameter

Die 511 keV Linie des Energiespektrums ist in Abbildung 6.3 in logarithmischer Darstellung zu sehen, wodurch der lineare Untergrund deutlich wird, der vor der Auswertung der Dopplerverbreiterung vom Spektrum abgezogen werden muß. Die Auswertung der Parameters S und W ergibt sich aus deren Definition (siehe Kapitel 2.3.2).

Die Auswertung sowohl der Lebensdauerspektren als auch der Energiespektren erfolgt mit einem Computerprogramm²⁰.



²⁰ Das Programm Spa-Tau von Tobias Wider.

Abbildung 6.3: 511-keV Linie im Energiespektrum. Durch die logarithmische Darstellung wird der lineare Untergrund deutlich, der vor der Berechnung von S und W abgezogen wird.

6.2 Testmessungen mit der Positronenmikrosonde

Nach Zusammenbau und Justierung der Mikrosonde wurden eine Reihe von Testmessungen durchgeführt. Zum einen sollte der Durchmesser des Positronenstrahls und damit die Ortsauflösung der Mikrosonde bestimmt werden, zum anderen sollte anhand von bekannten physikalischen Phänomenen gezeigt werden, daß die Mikrosonde in der Lage ist, diese richtig nachzuweisen.

6.2.1 Messung des Strahldurchmessers

Zur Messung des Strahldurchmessers wird eine 13 μm dünne Aluminiumfolie mit geschliffenen Kanten (Fahne) in den Strahl geschoben, die den darunter befindlichen Detektor Q_1 abschattet. Über die Fahne ist eine Positionierung in x - und y -Richtung mit einer Genauigkeit von 1 μm möglich. Durch die Variation der z -Koordinate kann das Profil des Positronenstrahls vermessen werden, indem nacheinander für verschiedene z der Strahldurchmesser bestimmt wird.

Da die Fahne aus bautechnischen Gründen aus zwei Aluminiumstreifen besteht, die auf einem gemeinsamen Träger aufgeklebt sind und die im allgemeinen nicht exakt auf gleicher Höhe z liegen, muß das Strahlprofil auf die Höhendifferenz der beiden Teile der Fahne korrigiert werden.

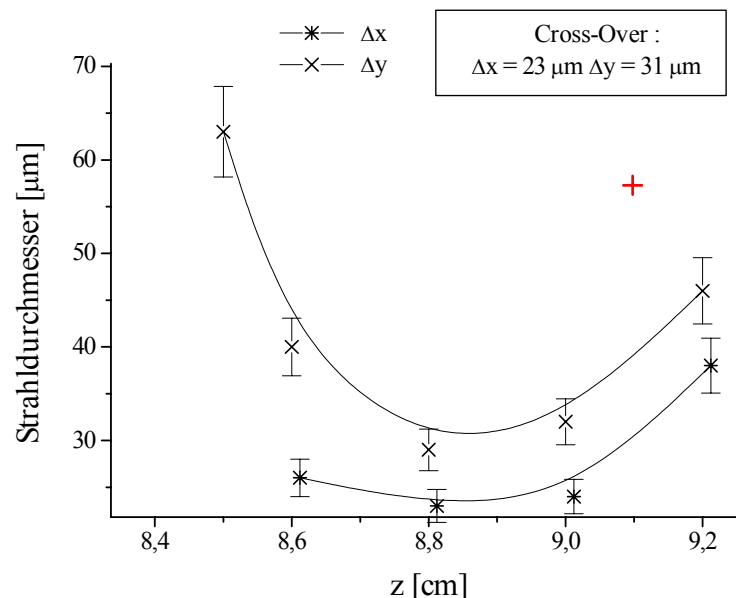


Abbildung 6.4: Strahldurchmesser in x -Richtung (Δx) und y -Richtung (Δy) in Abhängigkeit von der Höhe z . Das Strahlprofil ist bereits auf die Höhendifferenz der beiden Teile der Fahne korrigiert.

Abbildung 6.4 zeigt das Strahlprofil bei einer Positronenenergie von 30 keV und dem zylindrischen Reflektionsmoderator. An der Strahltaile beträgt der Strahldurchmesser $23 \times 31 \mu\text{m}$ bei einer Arbeitshöhe von 8,8 cm.

6.2.2 Messung an mit Gold beschichtetem Silizium

Da die Atome in Gold ($\rho = 19,3 \text{ g/cm}^3$) dichter gepackt sind als in Silizium ($\rho = 2,33 \text{ g/cm}^3$), ist in Au der Anteil der Rumpfelektronen an der Zerstrahlung größer als in Si, so daß sich für Au eine breitere 511 keV Linie bzw. ein kleinerer S-Parameter ergibt. Es wurden Au/Si-Proben durch Aufdampfen einer 600 nm dicken Au-Schicht auf einem Si-Wafer hergestellt, wobei scharfe Übergänge mittels lithographische Methoden erzeugt wurden [Män96].

Jeweils alle 20 min wurde ein Energiespektrum aufgenommen, um die Stabilität der Apparatur zu testen. In der Darstellung der Ergebnisse in Abbildung 6.5 wurde jedes folgende Spektrum zu den Vorhergehenden hinzuaddiert, und dann der S-Parameter aus dem Summenspektrum bestimmt.

Man erkennt daß der Materialkontrast im S-Parameter zwischen Si und Au gut wiedergegeben wird. Die S-Parameter ändert sich mit der Zeit im Rahmen der Fehlergrenzen nicht, d.h. die Apparatur läuft konstant.

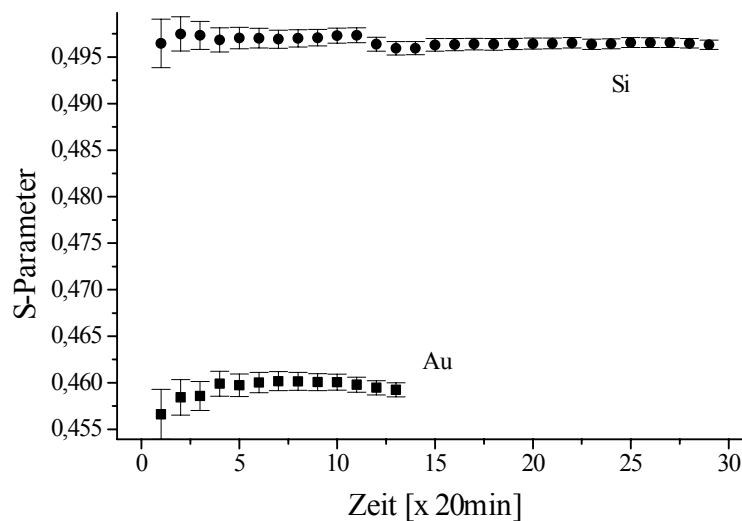


Abbildung 6.5: S-Parametermessung an Gold und Silizium. Der Materialkontrast der beiden Metalle im S-Parameter ist deutlich erkennbar. Die Werte ändern sich über die Zeit im Rahmen der Fehler nicht, d.h. die Apparatur läuft konstant.

6.2.3 Messung an deformiertem Kupfer

Ein im Vakuum²¹ bei 900°C für eine Stunde geglühtes polykristallines Kupferplättchen der Abmessungen $0,95 \times 2 \times 20 \text{ mm}^3$ wurde in einem Drei-

²¹ Restdruck 10^{-4} mbar.

Punkt-Biegeversuch mit einer Dehnungsamplitude von $4 \cdot 10^{-3}$ in 30000 Zyklen ermüdet.

Zug- und Druckspannung erreichen während der Verformung an der Oberfläche ihren Maximalwert, während sie zur neutralen Faser in der Mitte der Probe hin gegen Null gehen, so daß man an der Oberfläche die höchste Defektkonzentration erwartet, die zur neutralen Faser hin auf ein Minimum sinkt.

Nun wurde ein Querschnitt der Probe hergestellt und die Dopplerverbreiterung über den Querschnitt vermessen. Es zeigt sich, daß das Profil des S-Parameters gut mit dem der erwarteten Ermüdungsschädigung übereinstimmt. Der S-Parameter ist bei 375 μm und 475 μm innerhalb der Fehlergrenzen gleich, was bedeutet, daß die kritische Versetzungsdichte für Positronenmessungen in diesem Bereich noch nicht erreicht ist [Han97]. Der Sättigungswert des S-Parameters wurde in persistenten Gleitbändern²² in stark deformiertem Kupfer gemessen [Ton97]. Er wird an der Probenoberfläche noch nicht erreicht.

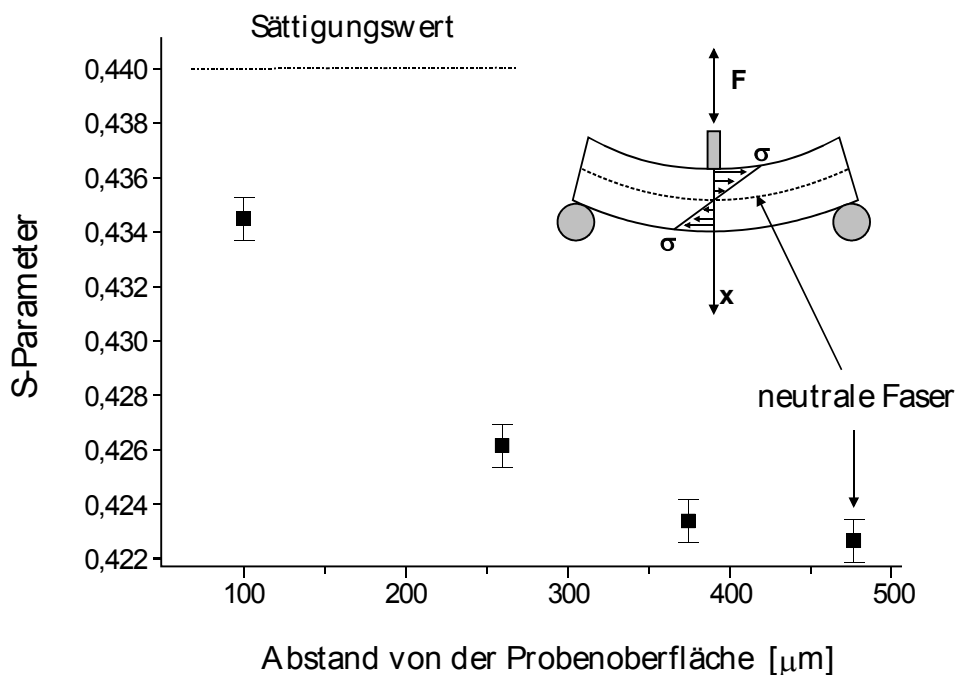


Abbildung 6.6: S-Parameter in Abhängigkeit vom Abstand zur Probenoberfläche und Skizze des Drei-Punkt-Biegeversuchs. Die Probenmitte und damit die neutrale Faser befindet sich 475 μm unter der Oberfläche, σ gibt die lokalen Spannungen an. Der Sättigungswert des S-Parameters wurde in persistenten Gleitbändern eines stark deformierten Cu-Einkristalls gemessen.

6.3 Reißprobe aus Edelstahl AISI 304

²² Während der Verformung auftretende mikroskopische Strukturen aus dünnen versetzungsreichen sog. Wänden (ca. 0,1 μm in Cu) und breiteren sog. Kanälen (ca. 1,4 μm in Cu) [Sur93].

Der unmagnetische Edelstahl AISI 304²³ ist ein Chrom-Nickelstahl mit 18% Chrom- und 10% Nickelanteil [Loh95], der z.B. im Reaktorbau Anwendung findet. Besonders dort ist es wichtig, daß die verwendeten Materialien eine hohe Rifestigkeit aufweisen, d.h. da sich ein einmal entstandener Ri nur langsam ausbreiten kann.

6.3.1 Probenbeschaffenheit

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine CT-Riprobe²⁴ aus lsungsgeglhtem AISI 304 untersucht. Im lsungsgeglhten Zustand hat AISI 304 eine kritische Schubspannung $\sigma_{\text{krit}} = 220 \dots 260$ MPa. Die Probe wurde im Institute for Advanced Materials des Joint Research Center of the European Commission in Ispra, Italien bei $\sigma = \sigma_{\text{krit}}/2$ wechselverformt und dabei an der Normgeometrie vorhandenen Einkerbung ein Ri vorangetrieben.

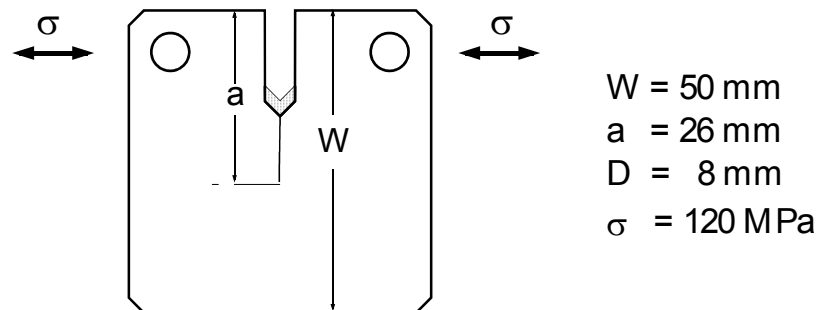


Abbildung 6.7: Geometrie und Mae der CT-Probe, wobei D die Dicke der Probe ist. Die beiden Lcher dienen zum Einspannen in eine Wechselverformungsapparatur, in der der Ri mit der konstanten Spannung $\sigma = 120$ MPa erzeugt und vorangetrieben wurde.

6.3.2 Messungen

Nach Rechnung mit der Nherungsformel aus [Bro78] wurde der Durchmesser der plastischen Zone vor der Rispitze auf 1...2 mm abgeschtzt und es wurde versucht die Gre der plastischen Zone mit Positronen auszumessen. Dazu wurde ortsaufgelst einmal lngs und einmal quer zum Ri ber die plastische Zone die Positronenlebensdauer bestimmt, wie es in Abbildung 6.8 skizziert ist.

²³ DIN Bezeichnung: 1.4301.

²⁴ Compact Tension, eine spezielle Probengeometrie, siehe Abb. 6.7.

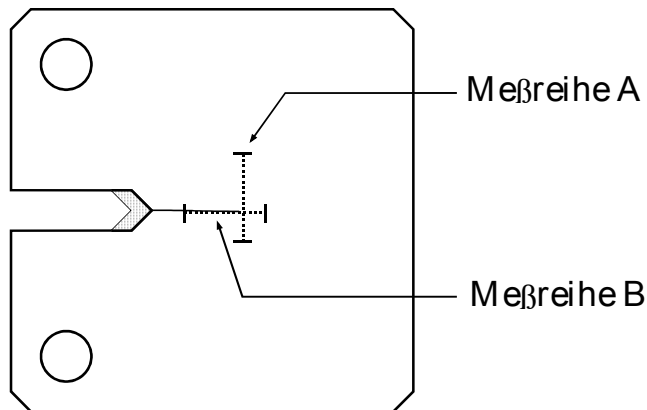


Abbildung 6.8: Meßreihe A verläuft quer zum Riss über die plastische Zone, Meßreihe B längs darüber.

6.4.3 Ergebnisse und Diskussion

Die Abbildungen 6.9 und 6.10 zeigen die Positronenlebensdauer τ_{e^+} in Abhängigkeit vom Ort x , wobei in der Mitte der plastischen Zone $x = 0$ gesetzt wurde. Der Abstand der einzelnen Meßpunkte zueinander beträgt 0,5 mm, während die Ortsauflösung des Lebensdauerspektrometers 0,7 mm beträgt, so daß die einzelnen Meßpunkte sich überlappen.

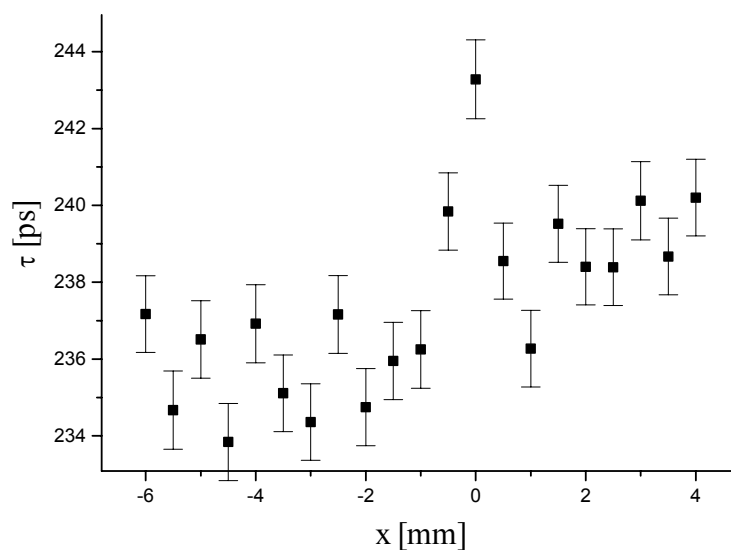


Abbildung 6.9 Messung A: Die Positronenlebensdauer ortsaufgelöst quer zum Riß über die plastische Zone gemessen.

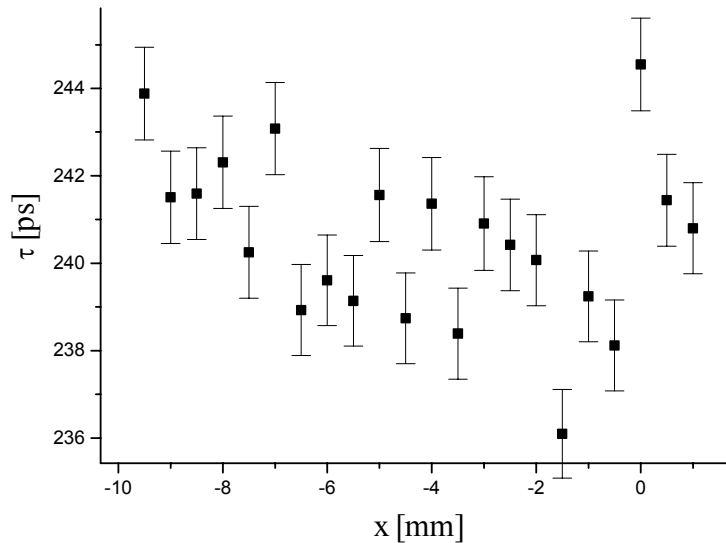


Abbildung 6.10: Messung B: Die Positronenlebensdauer entlang des Risses gemessen.

In Meßreihe A tritt eine deutliche Erhöhung von τ_{e^+} zu Tage, was auf eine erhöhte Versetzungskonzentration in der plastischen Zone zurückgeführt wird. In Meßreihe B nimmt τ_{e^+} auch auf dem Ri innerhalb der Fehlergrenzen so hohe Werte an wie in der plastischen Zone, was damit erklrt wird, da die Positronen in diesem Bereich auch ber die Rirnder mitteln, die ebenfalls plastisch verformt sind.

In den beiden Mereihen lt sich der Durchmesser der plastischen Zone zu 0.5...1.5 mm abschtzen was ungefhr mit dem berechneten Wert bereinstimmt. Jedoch ist es ntig die Messungen mit einer besseren Ortsauflsung mit der Mikrosonde zu wiederholen, was im Rahmen dieser Arbeit aus Zeitgrnden nicht mglich war.

6.4 Schweinaht in unlegiertem Stahl St 37

St 37²⁵ ist ein handelsblicher unlegierter Stahl mit einem Kohlenstoffanteil von 0,17% , der universelle Anwendung findet, z.B. fr Halbzeuge sowie im Gerst- und Bhnenbau. Eine der wichtigsten Methoden Bauteile aus Stahl zu verbinden ist das Schweien, und wegen seiner guten Handhabbarkeit besonders das Schutzgasschweien.

6.4.1 Probenbeschaffenheit

²⁵ DIN Bezeichnung 1.0037

Im Rahmen dieser Arbeit wurde nun eine sogenannte Doppel-V-Naht auf einem vorher auseinandergesägten und angefaßten Stück St 37 der Abmessungen $40 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$ mit einem Schutzgasschweißgerät²⁶ präpariert, und eine Oberfläche danach glatt geschliffen und auf eine Reustraughigkeit von ca. $1 \mu\text{m}$ poliert. Der Stahl lag im kaltgewalzten Zustand vor, der sich durch eine Korngröße von $40\text{...}80 \mu\text{m}$, eine hohe Versetzungsdichte von $10^{14}/\text{m}^2$ und eine Leerstellenkonzentration von ca. 10^{-4} pro Atom auszeichnet [Hol97].

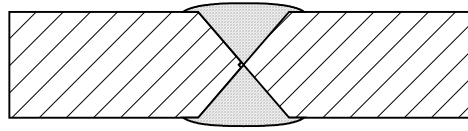


Abbildung 6.11: Querschnitt durch eine Doppel-V-Schweißnaht. Die Kanten der beiden Werkstücke werden auf beiden Seiten mit ca. 60° angefaßt, so daß das Profil einem doppelten V ähnelt. Die Spalte werden dann zugeschweißt.

6.4.2 Messungen

Es wurden orts aufgelöste Messungen sowohl der Lebensdauer als auch der Dopplerverbreiterung durchgeführt, wobei die Dopplerverbreiterung nach S- und W-Parameter ausgewertet wurde. Dabei wurden eine Reihe von Meßpunkten quer zur Schweißnaht auf der polierten Oberseite der Probe aufgenommen, wie in Abbildung 6.12 skizziert.

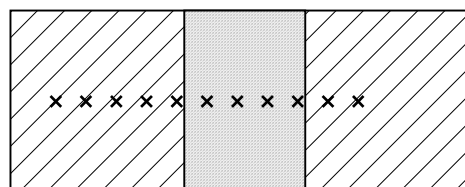


Abbildung 6.12: Anordnung der Meßpunkte quer zur Schweißnaht.

Desweiteren wurde die Probe schrittweise bei 214°C , 419°C , 680°C , 850°C und 1000°C jeweils für eine Stunde getempert und anschließend mit einem Temperaturgradienten von 15 K/h abgekühlt. Nach jeder Temperung wurde ein Energie- und ein Lebensdauerspektrum aufgenommen. Die Energiespektren bei 680°C , 850°C und 1000°C sowie ein Teil des Spektrums für 419°C konnten wegen Versagens des Ge-Detektors nicht ausgewertet werden.

²⁶ Schweißdraht St 37 galvanisch verkupfert, $\varnothing = 0,8 \text{ mm}$, Schweißstrom 120 A , Schutzgas CORGON: $18 \% \text{ CO}_2$ Rest Ar.

Um die Korngröße zu bestimmen wurden Proben zur Metallographie angefertigt und zwar von der nicht getemperten, sowie von der bei 1000°C getemperten Schweißnaht.

Dazu wurde die Probe zuerst bis zu einer Körnung von 4000 mit Schleifpapier naß geschliffen und danach mit Diamantpaste poliert. Die Oberfläche wurde gereinigt und in einer Mischung von 1% konzentrierter Salpetersäure und 99% Ethanol ca. 2min geätzt. Mikroskopische Aufnahmen der Schlitze sind im Anhang zu finden.

6.4.3 Ergebnisse und Diskussion

S- und W-Parameter sind für die nicht getemperte Probe, sowie für die Temperaturen 214°C und 419°C in Abbildung 6.13 (nächste Seite) dargestellt.

In der nicht getemperten Probe (Abb. 6.13A und D) kann man sowohl im S- als auch im W-Parameter die neutrale Zone (NZ), die Temperatureinflußzone (TEZ) sowie die Schweißnaht (SWN) unterscheiden. Der Hub im S-Parameter liegt bei 1%(Abb. 6.13A), im W-Parameter bei 4% (Abb. 6.13D). Im W-Parameter ist die TEZ deutlicher zu erkennen, als im S-Parameter.

Der S-Parameter ist in der TEZ etwas niedriger als in der NZ, was darauf zurückgeführt wird, daß Fehlstellen in der TEZ während des Schweißens thermisch ausgeheilt werden. In der SWN kommt es zu einer Aufkohlung durch den CO₂-Gehalt des Schutzgases, wobei der C-Anteil nach dem

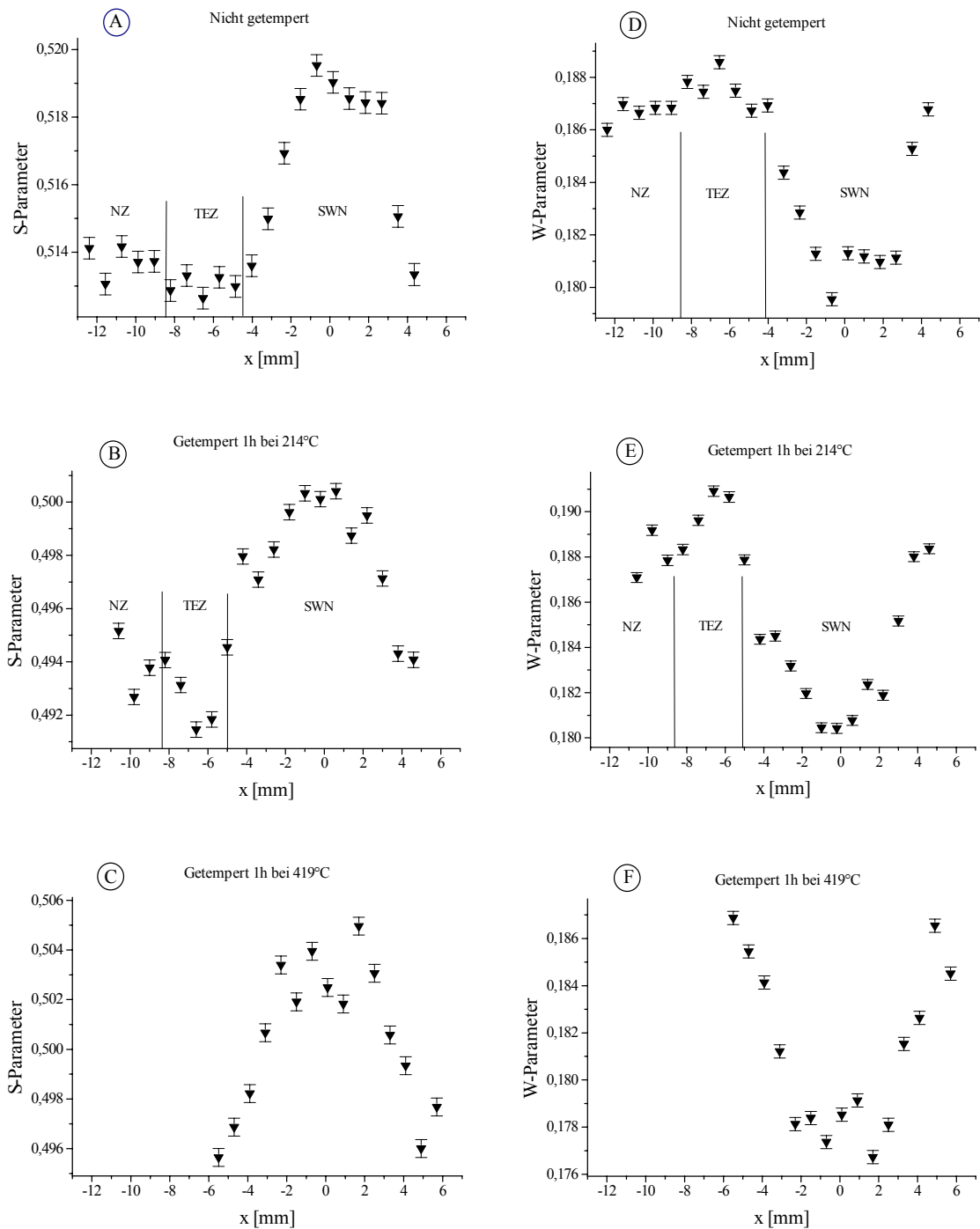


Abbildung 6.13: S-Parameter und W-Parameter quer über die Schweißnaht gemessen. Es wird unterschieden in Neutrale Zone (NZ), Temperatureinflußzone (TEZ) und die Schweißnaht (SWN). Bei der ungetemperten (A, D), sowie der auf 214°C (B, E) getemperten Probe sind die drei Zonen sowohl im S- als auch in W-Parameter unterscheidbar. Der S-Parameter liegt in der TEZ etwas niedriger als in der NZ, was auf ein thermisches Ausheilen von Fehlstellen in der TEZ zurückgeführt wird. Der Hub in der SWN wird durch Ausscheidungen von Fe_3C verursacht. Bei 419°C (C, F) stand leider nur ein Teil der Spektren zur Verfügung.

Schweißen nach Tabelle 2.19 auf 0,04% abgeschätzt wurde. Beim Abkühlen der Schmelze wird der über der Löslichkeitsgrenze von 0,022% [Bak92] vorhandene Kohlenstoff als Fe_3C ausgeschieden. Diese Ausscheidungen wirken als Haftstellen für Positronen [Dry94] und verursachen den Hub des S-Parameters in der SWN. Nach dem Tempern der Probe auf 214°C sinkt der S-Parameter um 4%, wobei die Zonenstruktur erhalten bleibt, was durch ein weiteres Ausheilen von Fehlstellen in der gesamten Probe und von thermisch entstandenen Leerstellenagglomeraten in der SWN erklärt wird (Abb. 6.13B).

Eine Auswertung der Spektren für 419°C war nur für einen Teil der Meßpunkte möglich, so daß keine Informationen über die NZ und die TEZ vorliegen (Abb. 6.13C und F).

In Abbildung 6.15 (nächste Seite) sind die Lebensdauerspektren aller Temperstufen dargestellt. Bis auf das Spektrum der ungetemperten Probe läßt sich bis zu einer Temperatur von 680°C dieselbe Struktur wie im S-Parameter wiedererkennen (Abb. 6.14A-D). Erst bei 850°C tritt eine deutliche Veränderung ein (Abb.6.14E). Eisen macht bei 740°C einen Phasenübergang vom Ferrit zum Austenit [Pic92] durch, wobei sich die Löslichkeit von C in Fe um zwei Größenordnungen verbessert [Fro76] (siehe Abb. 6.14), so daß die Fe_3C -Ausscheidungen in Lösung gehen, und Kohlenstoff entlang des Konzentrationsgefälles von der Mitte der Schweißnaht nach außen hin diffundiert. Beim Abkühlen findet der Phasenübergang in umgekehrter Richtung statt, so daß Fe_3C , jetzt allerdings über die gesamte Probe verteilt, wieder ausgeschieden wird. Die Temperzeit von einer Stunde hat aber nicht ausgereicht, um alle Karbide in Lösung zu bringen, so daß in der Mitte der SWN Fe_3C -Ausscheidungen zurückbleiben. Erst nach einer weiteren Temperung bei 1000°C gehen auch diese fast vollständig in Lösung (Abb. 6.14F).

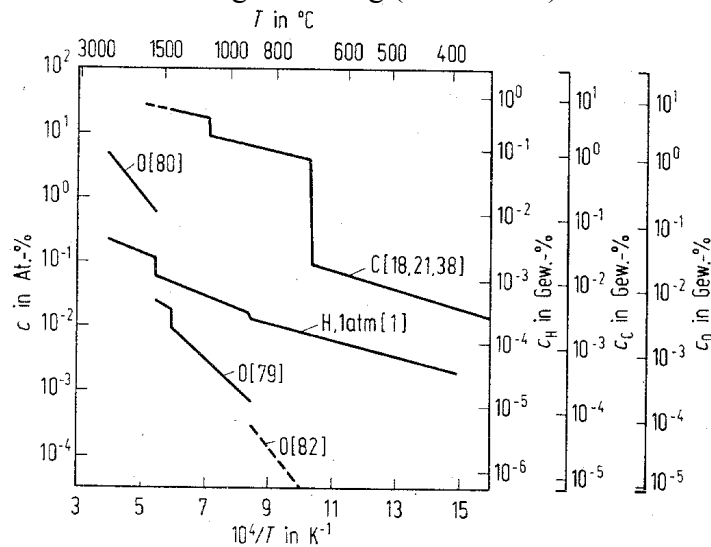


Abbildung 6.14: Sprung in der Löslichkeit von C in Fe um zwei Größenordnungen beim Übergang des ferritischen in den austenitischen Zustand bei 740°C [Fro76].

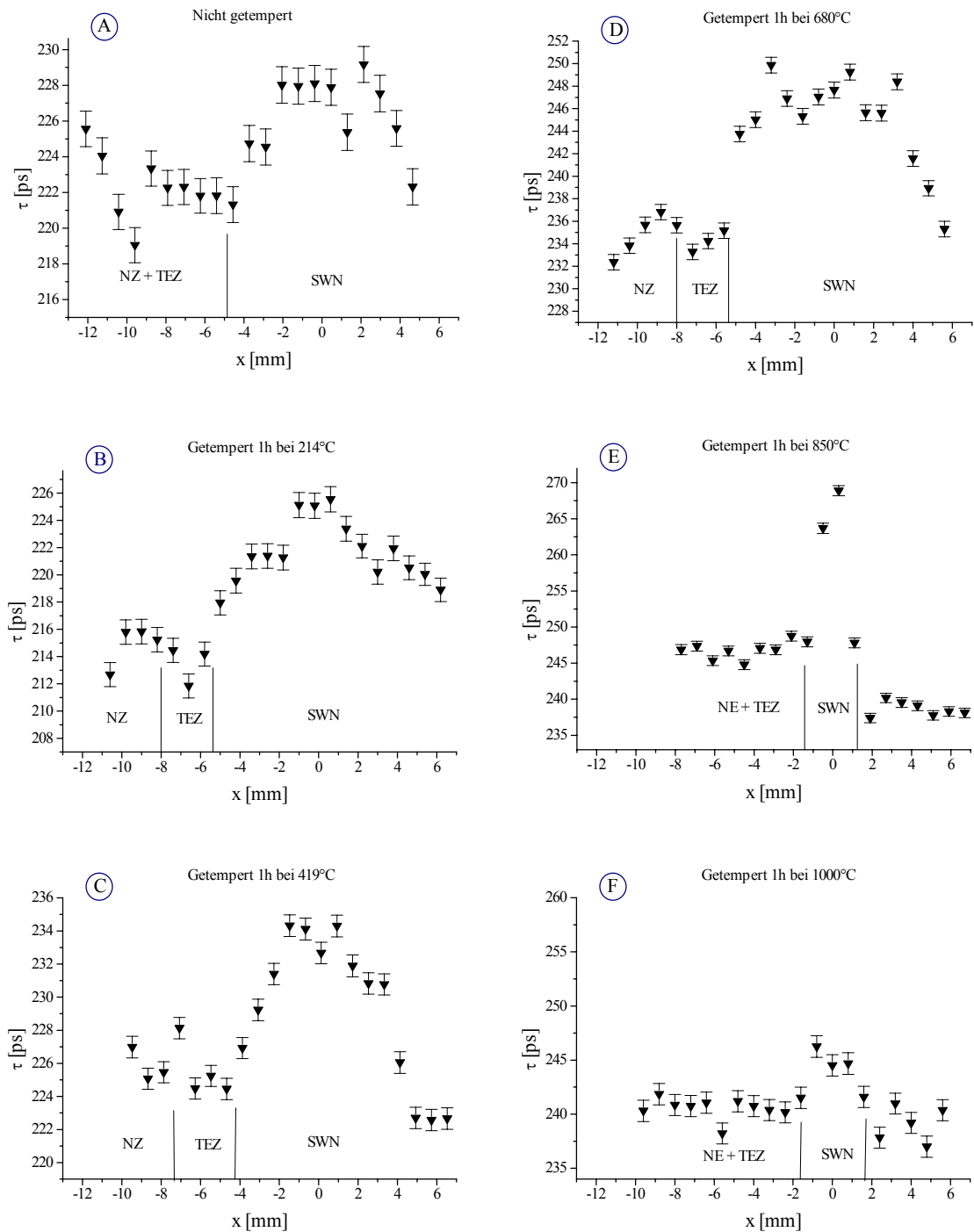


Abbildung 6.15 Die Positronenlebensdauer τ_{e^+} in den verschiedenen Temperstufen. Bis zu einer Temperung bei 680°C ist die selbe Struktur zu erkennen wie im S- und W-Parameter (A-D). Bei 740°C geht Fe_3C in Lösung, so daß nach dem Tempern auf 850°C der größte Teil des Kohlenstoffs von der Mitte nach außen diffundiert ist (E). bei 1000°C sind fast alle Karbide in Lösung gegangen (F).

Atomare Fehlstellen scheiden als Ursache für den Hub in der Lebensdauer aus, da diese schon bei einer deutlich geringeren Temperatur auszuheilen beginnen, was in der Lebensdauer hätte erkennbar sein müssen.

Desweiteren ist ein deutlicher Anstieg von τ_{e^+} zwischen 400°C und 850°C in der SWN zu erkennen, der auf ein bei ca. 400°C einsetzendes Wachstum der Fe₃C-Ausscheidungen zurückgeführt werden kann. Bei 1000°C sinkt τ_{e^+} in der SWN wieder, da fast alle Karbide in der SWN in Lösung gegangen sind und jetzt über die ganze Probe verteilt vorliegen.

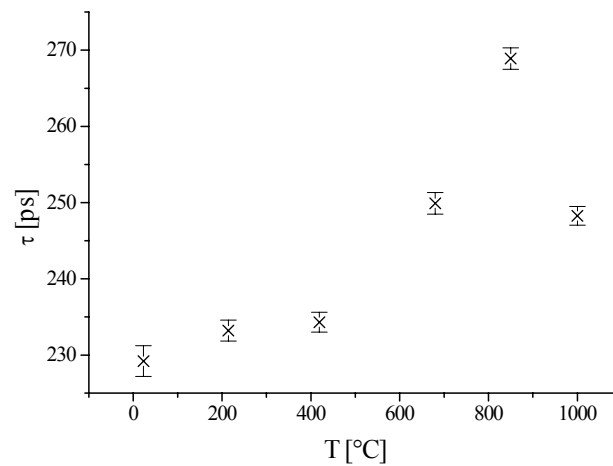


Abbildung 6.16: Positronenlebensdauer τ_{e^+} in der SWN in Abhängigkeit von der Ausheiztemperatur. Der Anstieg von τ_{e^+} ab 400°C wird durch ein Wachstum von Fe₃C-Ausscheidungen verursacht. Bei 1000°C sind fast alle Karbide in Lösung gegangen.

Kapitel 7

Zusammenfassung und Ausblick

Obwohl sich die Positronenmikrosonde immer noch in der Testphase befindet, konnte anhand der Testmessungen ihre Tauglichkeit für Materialuntersuchungen mit Positronen im Mikrometerbereich belegt werden. Mit einem Reflektionsmoderator mit zylindrischer Bohrung konnte eine Strahltaile von $23 \times 31 \mu\text{m}^2$ erreicht werden. Die in dieser Arbeit entwickelten Methoden der Strahlanalytik erlaubten es, den Positronenstrahl auf die Strahlachse der Elektronenmikroskopsäule zu justieren.

Auch erste Versuche mit einem Transmissionsmoderator gaben vielversprechende Hinweise in dieser Richtung weiter zu forschen. Es scheint sich jedoch abzuzeichnen daß eine Strahlverkleinerung unter $10 \mu\text{m}$ bei Zählraten $>200 \text{ s}^{-1}$ nur mit einer sehr kleinen Quelle ($\varnothing \approx 100 \mu\text{m}$) mit hoher spezifischer Aktivität erreicht werden kann.

Es ist geplant die Positronenmikrosonde mit einer verbesserten Quellen/Moderator-Kombination zu versehen, so daß ein stabiler Meßbetrieb für Materialuntersuchungen im Bereich einiger μm möglich ist.

Mittels ortsaufgelöster Messungen der Positronenlebensdauer konnte gezeigt werden, daß Positronen empfindlich auf die plastische Zone vor einer Reißspitze in Edelstahl reagieren. Um genauere Aussagen über Größe und Form der plastischen Zone zu machen sind jedoch Messungen mit höherer Ortsauflösung in der Mikrosonde nötig.

Anhand der Messungen an Schweißnähten konnte klar der Einfluß von Fe_3C -Ausscheidungen auf die Positronenlebensdauer sowie die Dopplerverbreiterung der 511 keV Linie gezeigt werden. Es konnte weiterhin gezeigt werden, daß in der Temperatureinflußzone von Schweißnähten aus der Vorgesichte des Stahls vorhandene Versetzungen während des Schweißprozesses teilweise ausheilen. Auch konnte die Auflösung von Fe_3C und die Diffusion von C bei Temperaturen größer als 740°C anhand der Positronenlebensdauer nachvollzogen werden.

Anhang

	0	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000	2200	2400	2600	2800	3000	3200	3400	3600	3800	4000	
0																						
200																						
400																						
600																						
800																						
1000																						
1200																						
1400										110												
1600									157	151												
1800								165	171	168	166	163	159	159		148						
2000	148			165	164	164	171	171	169	171	107	168	171	170	170	167	168	160	152			135
2200						164				169										172	162	157
2400							151	160	169			167		177	177		178		173			164
2600									151				164	168	173	176	174	178	180	177		169
2800										121				146		164	170		173			171
3000																	148	159	163	166		168
3200																				148		150
3400																						
3600																						
3800																						

Abbildung A.1: $N [0,01 \text{ s}^{-1}]$ an Q_0 in Abhängigkeit vom SJS S_2A .

	1200	1400	1600	1800	2000	2200	2400	2600	2800	3000	3200	3400	3600	3800	4000
0															
200															
400															
600															
800															
1000															
1200															
1400															
1600															
1800															
2000															
2200				70			50								
2400					164	149									
2600					163	153									
2800				109			45								
3000			35												
3200															
3400															

	2000	2050	2100	2150	2200
2000	164				149
2050		164			
2100	169	174	169		
2150		169	167		
2200	163				153

Abbildung A.2: $N [0,01 s^{-1}]$ an Q_0 in Abhängigkeit vom SJS S_1P .

	0	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000	2200	2400	2600	2800
0															
200															
400															
600															
800															
1000															
1200					63	52	75	78	68						
1400					60	78	70	90	70	65					
1600						86	85	75	86	96	72	65	87		
1800						76	93	94	91	87	81	72	82		
2000	74	76	84	78	65	78	87	92	88	90	73	67	67		
2200								73	82	85	73	86	87		
2400									68	82	98	55	68		
2600															
2800															

Abbildung A.3: $N [0,01 s^{-1}]$ an Q_1 in Abhängigkeit vom SJS S_2A .

	1400	1600	1800	2000	2200	2400	2600	2800	3000	3200	3400	3600	3800	4000
0														
200														
400														
600														
800														
1000														
1200														
1400														
1600														
1800														
2000														
2200														
2400		77	87	60	52									
2600		65	93	90	77									
2800		98	75	112										
3000														

	1750	1800	1850	1900	1950	2000	2050
2450	93	78	67	78	108	75	
2500	97	113	90	92	72	75	
2550	93	102	113	110	103	70	
2600	105	113	110	133	102	78	75
2650	97	97	120	102	108	128	
2700	90	97	100	112	115	127	
2750	80	97	92	117	80	115	67
2800	90	85	92	107	115	75	72

Abbildung A.4: $N [0,01 s^{-1}]$ an Q_1 in Abhängigkeit vom SJS S_1P .

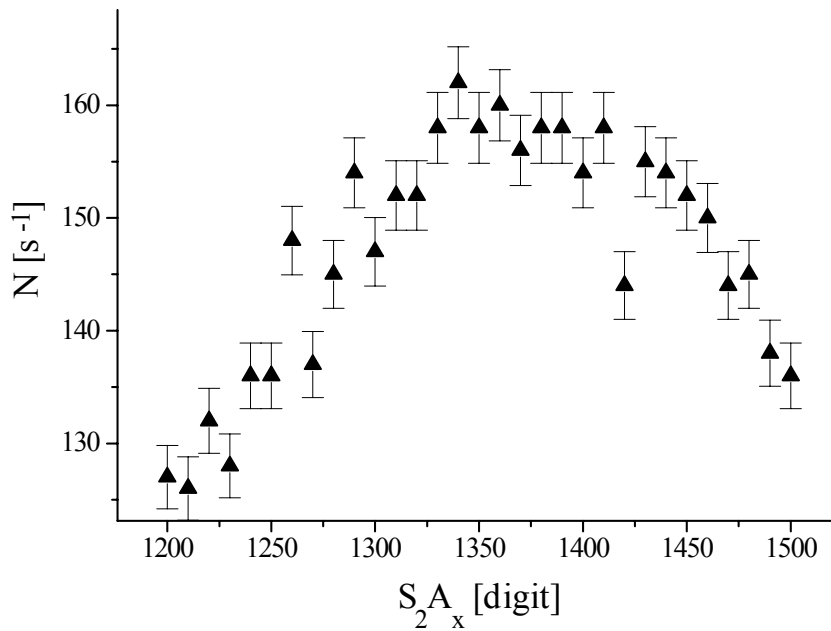


Abbildung A.5: $N [s^{-1}]$ an Q_1 in Abhängigkeit von der x -Komponente des SJS S_2A .

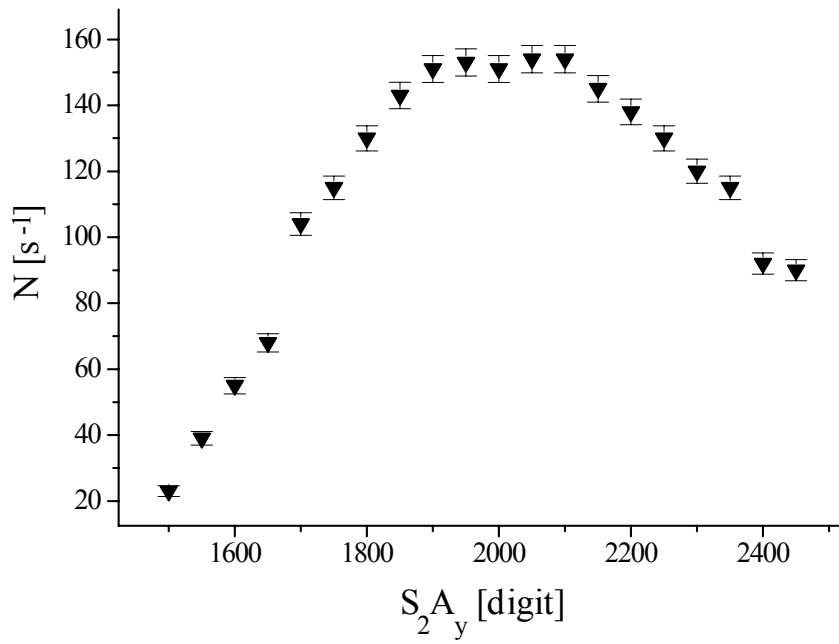


Abbildung A.6: N [s^{-1}] an Q_1 in Abhängigkeit von der y -Komponente des SJS S_{2A} .

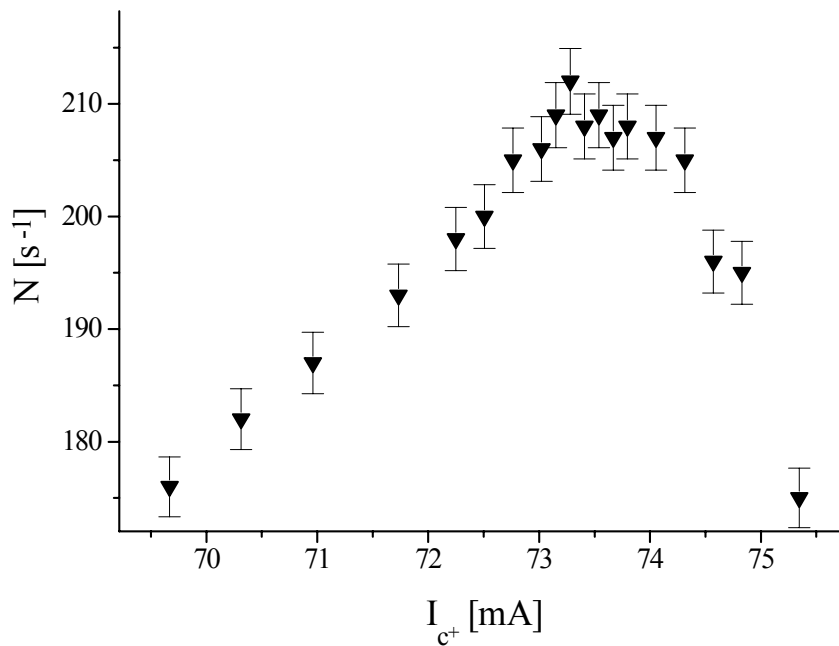


Abbildung A.7: N [s^{-1}] an Q_1 in Abhängigkeit vom Kondensorstrom I_{C^+} .

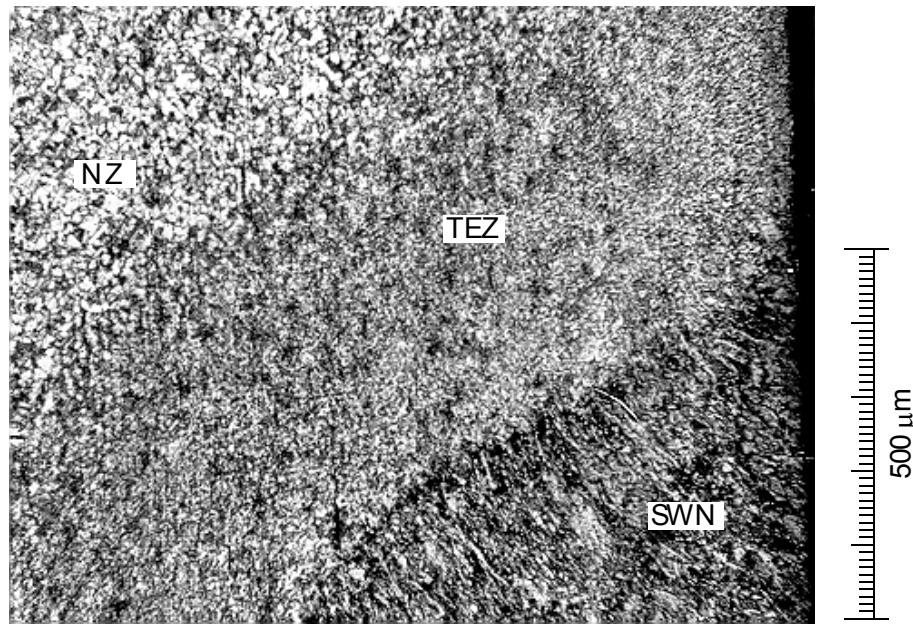


Abbildung A.8: Die drei Zonen in der ungetemperten Schweißnaht im Querschnitt. Durchschnittliche Korngröße: NZ: 40...80 μm , TEZ: 10...20 μm , SWN: 80...200 μm (50 \times).

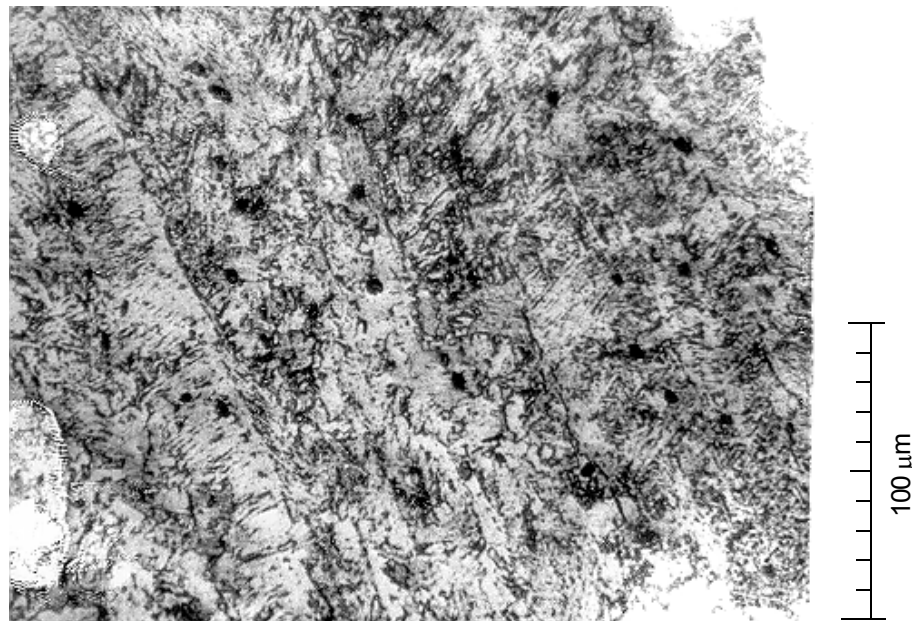


Abbildung A.9: Länglich Kristallite in der SWN der ungetemperten Schweißnaht, die sich beim Erstarren nach dem Temperaturgradienten ausrichten (200 \times).

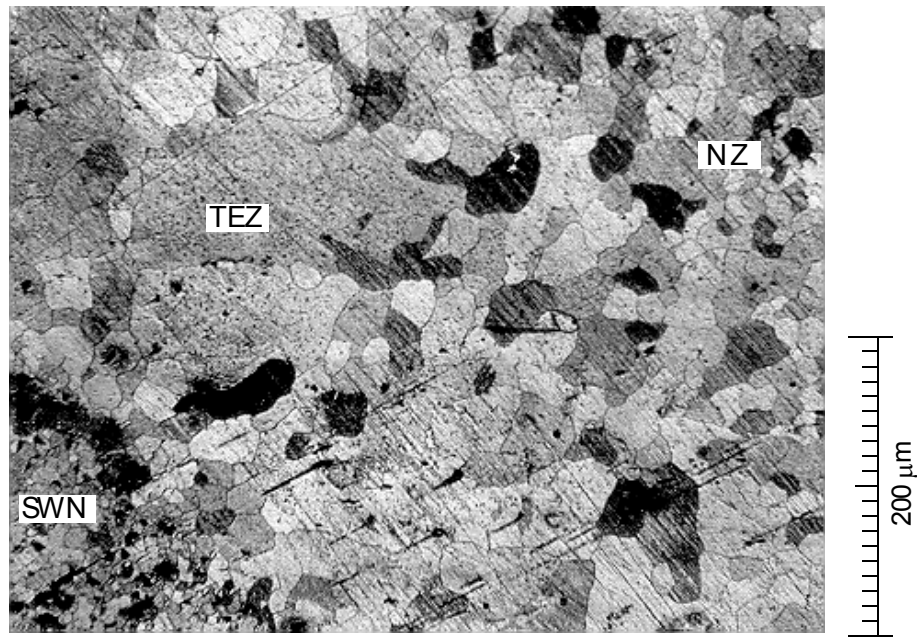


Abbildung A.10: Die drei Zonen in der bei 1000 °C getemperten Schweißnaht. Die Korngrößen haben sich zum Teil stark verändert. NZ: 60...150 μm, TEZ: 250...1500 μm, SWN: 20...60 μm (100 ×).

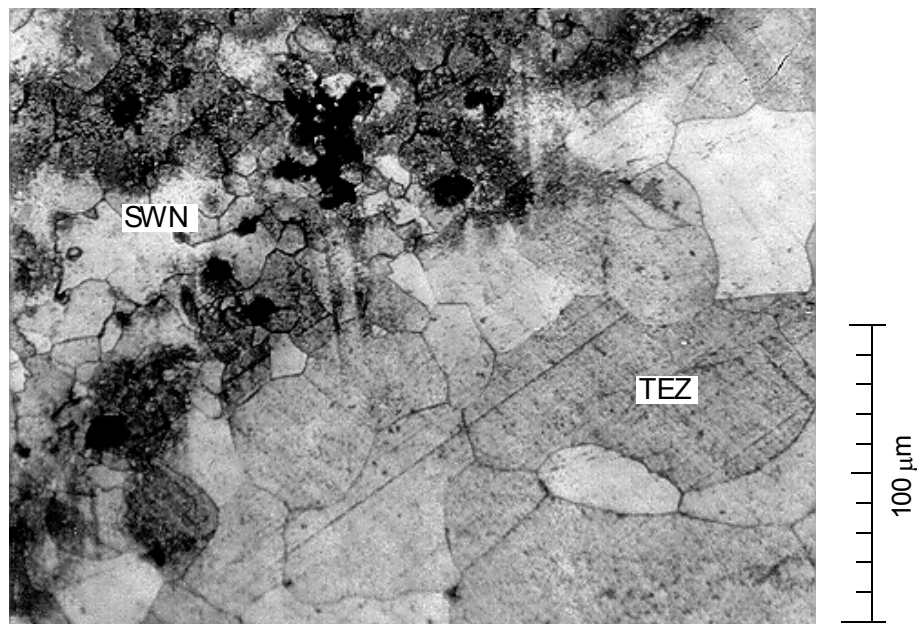


Abbildung A.11: Grenze zwischen SWN und TEZ. In der SWN sind deutlich Gaseinschlüsse zu sehen. Hohlräume dieser Größe (5...50 μm) können allerdings von Positronen nicht nachgewiesen werden (200×).

Literaturverzeichnis

- And33** C.D. Anderson, *Phys. Rev.*, **43**, 491, 1933
- Bak92** H. Baker ed., *Alloy Phase Diagrams*, ASM Handbook Vol. **3**, 2.110, The Material Information Society, 1992
- Bec69** O.Becken, *Handbuch des Schutzgasschweißens*, Fachbuchreihe Schweißtechnik, Bd **30/I**, 1-9, DSV-Verlag, Düsseldorf 1969
- Bel83** E.M. Bellotti, E. Corti, C. Liguori, A. Pullia, A. Sarracino, P. Sverzellati, L. Zanotti, *Phys. Lett.*, **B124**, 435, 1983
- Böh92** D. Böhme, F. D. Hermann, *Handbuch der Schweißverfahren*, Bd. **1**, 7-18, 89-196, DSV-Verlag, Düsseldorf, 1992
- Bol73** R. Boldt, *Beitrag zur Porenentstehung im Schweißgut niedrig- und hochlegierter Stahlelektroden beim Schweißen unter stickstoffhaltigen Schutzgasatmosphären*, Dissertation, TH Aachen, 1973
- Bro78** D. Broek *Elementary Engeneering Fracture Mechanics*, Sijthoff & Noordhoff, Alphen aan de Rijn, 6-14, 48-58, 67-109, 277, 1978
- Cas64** R. Castaing, L. Henry, *Journal de Microscopie*, **3**, 133-152, 1964
- Dal80** J.M. Dale, L.D. Hulett, S. Pendyala, *Surf. Interf. Anal.*, **2**, 199, 1980
- Deb49** S. DeBenedetti, C.E. Cowan, W.R. Konneker, *Phys. Rev.* **76**, 440, 1949
- Dir30** P.A.M. Dirac, *Proc. Roy. Soc.*, **A126**, 360, 1930
- Dry94** J. Dryzek, C. Wesseling, E. Dryzek, B. Cleff, *Migration of Vacancies in Stainless Steel Measured by Positron Annihilation*, Materials Letters, **21** No. **2**, 209-214, 1994
- Dug60** D.S. Dugdale, *Yielding of Steel Sheets Containing Slits*, *J. Mech. Phys. Soc.*, **8**, 100-108, 1960
- Fis86** D.A. Fischer, K.G. Lynn, D.W. Gidley, *Phys. Rev.*, **33**, 4479, 1986
- Fra50** F.C. Frank, W.T. Reed, *Phys. Rev.* **79**, 722, 1950
- Fro76** E. Fromm, E. Gebhardt ed., *Gase und Kohlenstoff in Metallen*, 596, Springer, Berlin Heidelberg New York, 1976
- Gre96** H. Greif, *Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl*, Dissertation, Universität Bonn, 1996

- Gre97** H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, *Resolution Positron-Annihilation Spectroscopy with a New Positron Microprobe*, zur Veröffentlichung angenommen in *Appl. Phys. Lett.*, 1997
- Gul85** E.M. Gullikson, A.P. Mills jr., W.S. Crane, B.L. Brown, *Phys. Rev.*, B **32**, 5484, 1985
- Häk89** H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.* **9**, 809-814, 1989
- Häk90** H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Phys. Rev.*, Vol. **41**, No. **18**, 12441-12449, 1990
- Han97** S. Hansen, U. Holzwarth, C. Hugenschmidt, U. Männig, K. Maier, T. Wider, *In-situ Positron Annihilation During Plastic Deformation of Copper*, Beitrag zur International Conference of Positron Annihilation 11, Kansas City, USA, 1997
- Hau79** P. Hautojärvi, *Positrons in Solids, Topics in Current Physics*, 1-23, Springer, Berlin 1979
- Hau95** P. Hautojärvi, C. Corbel, 491, in [**Pro95**]
- Hol97** U. Holzwarth, persönliche Mitteilung
- Hug95** Ch. Hugenschmidt, *Ortsaufgelöste Lebensdauer-spektroskopie von Positronen im Festkörper*, Diplomarbeit, Universität Bonn, 1995
- Hul84** D. Hull, D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 3rd. ed., Butterworth & Heinemann, 74-110, 1984
- Irw58** G.R. Irwin, *Fracture, Handbuch der Physik*, Vol. **6**, 551-590, ed. Flügge, Springer, 1958
- Kil80** R. Killing, H. Thier, *Zu- und Abbrand von Kohlenstoff beim Schweißen*, *Der Praktiker*, **32** H. **11**, 336/337, 1980
- Kje79** O. Kjellberg, *Elektric Welding*, 1-7, Svetsaren, 1979
- Led78** C. M. Lederer, V. S. Shirley, *Table of Isotops*, 7th edition, John Wiley & Sons, 1978
- Len89** R. Lenk, *Lexikon der Physik*, Band **1**, 357, VEB Brockhaus Verlag, Leipzig 1989
- Leo93** W.R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*, 2nd revised ed., Springer, New York, 1993
- Loh95** G. R. Lohrmann, H. Lueb, *kleine Werkstoffkunde für das Schweißen von Stahl und Eisen*, 53-65, DSV-Verlag, Düsseldorf, 1995
- Män96** U. Männig, *Tiefenaufgelöste Fehlstellenuntersuchungen mit langsamen Positronen*, Diplomarbeit, Universität Bonn, 1996
- Mug71** H. Mughrabi, *Die Versetzungsanordnung verformter Kupfereinkristalle in belastetem Zustand*, in *Phil. Mag.*, Vol. **23**, No. **183**, 869-895, 897-929, 931-946, 1971
- Mug93** H. Mughrabi, 1-19, in [**Mug93a**]
- Mug93a** H. Mughrabi, ed., *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, in *Materials Science and Technology*, Vol. **6**, VCH, Weinheim 1993
- Mur80** C.A. Murray, A.P. Mills jr., *Solid State Com.*, **34**, 573, 1980
- Mus33** N.I. Muskhelishvili, *Some Basic Problems of Mathematical Theory of Elasticity*, Noordhoff, 1933
- Nie80** R.M. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev.* **B22**, 2226, 1980
- Oro34** E. Orowan, *Zeitschrift für Physik*, **89**, 634, 1934

- Phi90** *Data Handbook Photomultipliers*, Phillips, Eindhoven, 1990
- Pic92** F.B. Pickering ed., *Constitutions and Properties of Steels*, in *Material Science and Technology*, Vol. 7, VCH, Weinheim, 1992
- Pol34** M. Polanyi, *Zeitschrift für Physik*, **89**, 660, 1934
- Pro95** *Proceedings of the International School of Physics „Enrico Fermi“*, Course CXXXV, ed. A. Dupasquier and A.P. Mills jr, 1995
- Pus94** M.J. Puska, R.M. Nieminen, *Theory of Positrons in Solids and on Solid Surfaces*, in *Rev. of Mod. Phys.* **66**, 841-893, 1994
- Sch81** H.E. Schaefer, *Habilitationsschrift*, Universität Stuttgart, 1981
- Sch88** P.J. Schultz, K.G. Lynn, *Rev. Mod. Phys.*, Vol **60**, No. **3**, 701, 1988
- Sch92** W. Schilling in *Bergmann Schaefer, Lehrbuch der Experimentalphysik - Festkörper*, Band **6**, de Gruyter, Berlin, 297, 1992
- See65** A. Seeger, *Moderne Probleme der Metallphysik*, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1965
- Sur93** S. Suresh, *Cyclic Deformation and Fatigue*, 509-563, in **[Mug93a]**
- Tay34** G.I. Taylor, *Proc. Roy. Soc., London A*, **145**, 362, 1934
- Ton97** M. Tongbhojai, *Positronen-Moderator-Kombination mit hohem Richtstrahlwert*, Habilitationsschrift, Universität Bonn, 1997
- Wes73** R.N. West, *Advances in Physics*, Vol. **22**, No. **1-6**, 263-375, 1973
- Wid97** T. Wider, *In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer*, Diplomarbeit, Universität Bonn, 1997
- Woo58** W.A. Wood, *Recent Observations on Fatigue Fracture in Metals*, ASTM STP **237**, 110-121, 1958