

In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer

von

Tobias Wider

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

RHEINISCHEN FRIEDRICH-WILHELMS-UNIVERSITÄT

Bonn

im Februar 1997

Ich versichere, daß ich diese Arbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier

Korreferent: Prof. Dr. R. Maschuw

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Physikalische Grundlagen	4
2.1	Mechanische Deformation	4
2.1.1	Elastisches und plastisches Verhalten	4
2.1.2	Fehlorderungen in Kristallen	8
2.1.3	Versetzungsbewegung und Verfestigung	10
2.1.4	Entstehung von Leerstellen infolge plastischer Verformung	12
2.2	Zyklische Verformung	13
2.2.1	Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve	13
2.2.2	Mikrostrukturbildung durch Wechselverformung	15
2.3	Positronen in der Materialuntersuchung	17
2.3.1	Kennzeichen der Positron-Elektron-Annihilation	17
2.3.2	Positronenquellen	18
2.3.3	Thermalisierung, Diffusion und Fehlstelleneinfang	20
2.3.4	Observablen der Positronenspektroskopie	22
2.3.5	Wechselwirkung von Positronen mit Kristallfehlern	24
3	Aufbau einer Verformungsapparatur	27
3.1	Komponenten	28
3.1.1	Kraftmeduse	28
3.1.2	Wegaufnehmer	30
3.1.3	Piezotranslator	31
3.2	Steuerung und Datenverarbeitung	33
3.2.1	Versuchsparameter	34
3.2.2	Steuerung der Piezoausdehnung	34
3.2.3	Steuerung der Verformung mit paralleler Mewerterfassung	35
3.3	Leistungsmerkmale	39

4	Meßmethoden der Positronenspektroskopie	40
4.1	Messung der Positronenlebensdauer	40
4.1.1	Prinzip der β^+ - γ und γ - γ -Koinzidenz	40
4.1.2	Mobiles β^+ - γ -Lebensdauerspektrometer	42
4.1.3	Simultane Promptkurve als Monitor	44
4.2	Messung der Dopplerverbreiterung	46
5	Experimente	48
5.1	Auswertung der Messungen	48
5.2	Mittelorientierte Kupfereinkristalle	50
5.3	Kupferpolykristalle	55
6	Ergebnisse und Diskussion	59
7	Zusammenfassung	65
A	Anhang	67

Kapitel 1

Einleitung

Materialversagen aufgrund wechselnder mechanischer Beanspruchung ist von großem technischen und volkswirtschaftlichem Interesse, da es die häufigste Ausfallursache von Bauteilen ist. Dieses Phänomen wird als *Materialermüdung* bezeichnet.

Man versteht darunter, daß Materialien einer gewissen abwechselnden Belastung im Zug *oder* Druck scheinbar unverändert widerstehen, jedoch bei derselben Belastung brechen können, wenn diese wiederholt abwechselnd in Zug *und* Druck angelegt wird. Diese Wechselbelastungen können dabei weit unterhalb der Zug- und Druckfestigkeit des Materials liegen. Ein einfaches Beispiel dafür ist das Verhalten eines Kupferdrahtes, der nach mehrmaligem Verbiegen an einer Stelle plötzlich bricht.

Das Phänomen wird schon seit langer Zeit erforscht, und dennoch konnte es bis heute nicht abschließend geklärt werden. Die ersten systematischen Ansätze gehen auf WÖHLER zurück [1], der erstmals die Lebensdauer eines Bauteils in Abhängigkeit von der Belastungsamplitude ermittelte. Als Wöhler-Kurve wird das auf Abbildung 1.1 dargestellte Diagramm bezeichnet, in dem die angeleg-

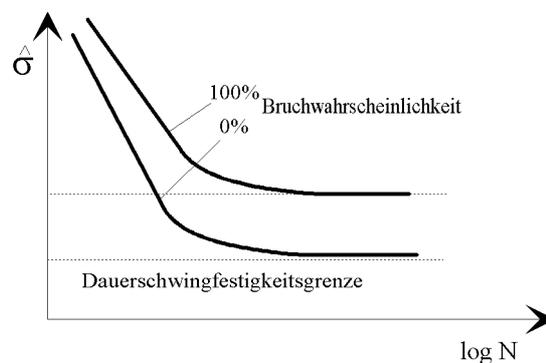


Abbildung 1.1: Wöhler-Kurve

te Spannungsamplitude $\hat{\sigma}$ gegen die Zyklenzahl N bis zum Bruch des Bauteils aufgetragen ist. Aus ihr kann auf die Existenz einer Belastungsgrenze geschlossen werden, die als *Dauerschwingfestigkeitsgrenze* bezeichnet wird, und unterhalb derer keine Ausfälle auftreten.

Die Grundlagenforschung auf diesem Gebiet wurde in den 50er Jahren wiederbelebt aufgrund einiger Unglücksfälle mit dem ersten strahlgetriebenen Zivilflugzeug, der Comet, die auf Materialermüdung zurückzuführen waren. Im selben Zeitraum war auch die Technik der Elektronenmikroskopie soweit gediehen, daß man den mikroskopischen Ursachen der Ermüdungsschädigung nachgehen konnte.

So gelang es erstmals die bereits seit 1934 postulierten [3] mikroskopischen Träger der plastischen Verformung, die sogenannten Versetzungen, sichtbar zu machen [5, 6]. In den 60er Jahren wurden dann erste Hinweise gefunden, daß die Entstehung mesoskopischer geordneter Versetzungsstrukturen die Bildung von Ermüdungsrissen verursacht. Die systematischen Arbeiten zu diesen Strukturbildungsprozessen von BASINSKI et al. [8, 9], WINTER et al. [11] und MUGHRABI [15] wurden vor allem an Kupfereinkristallen durchgeführt.

So untersuchte MUGHRABI [7] das Verhalten von Kupfereinkristallen unter zyklischer Belastung bei konstanten plastischen Abgleitungsamplituden $\hat{\gamma}_{pl}$ im Bereich von $1,55 \cdot 10^{-5}$ bis $2 \cdot 10^{-2}$. Dabei fand er heraus, daß die Ursache der Ermüdung eine im Laufe der Verformung auftretende Lokalisierung der plastischen Verformung in sogenannten persistenten Gleitbändern (PGB) ist.

Persistente Gleitbänder bilden sich in Kupfer bei Raumtemperatur (RT) nur oberhalb eines Schwellwertes von $\hat{\gamma}_{pl} \geq 6 \cdot 10^{-5}$. Sie zeichnen sich durch eine sehr regelmäßige Abfolge dünner versetzungsreicher *Wände* (ca. $0.1 \mu\text{m}$) und viel breiterer versetzungsarmer *Kanäle* (in Kupfer bei RT ca. $1.4 \mu\text{m}$) aus, wie sie in der Abbildung 1.2 zu erkennen sind [21].

Diese Ergebnisse zeigen, daß sehr kleine mikroplastische Verformungsanteile für die Materialermüdung verantwortlich sind. Konstruktiv können sie nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden, wie man es z.B. in der Zivilluftfahrt versucht, jedoch bei extrem beanspruchtem militärischem Fluggerät in Kauf nimmt. Der Statistik des Phänomens wird bisher entweder durch berdimensionierung oder dem frühzeitigen Austausch der gefährdeten Bauteile begegnet. Jede Methode zur zerstörungsfreien Früherkennung einer beginnenden Ermüdungsschädigung bedeutet daher einen großen Fortschritt.

Die Positronenannihilationsspektroskopie kann eine sinnvolle Ergänzung zu den heute gängigen Verfahren (Ultraschall, Röntgenographie) darstellen. Sie besitzt ein großes Potential und wurde bereits erfolgreich eingesetzt, um mikrostrukturelle Veränderungen aufgrund mechanischer Ermüdung zu untersuchen [27, 28].

Positronen reagieren empfindlich auf Fehlstellen in der Kristallstruktur, die für sie attraktive Potentiale darstellen. Sind diese Potentiale genügend tief, kann das Positron dort eingefangen werden. Treffen Elektron und Positron innerhalb eines Festkörpers aufeinander, so annihilieren sie in der Regel unter Aussendung von

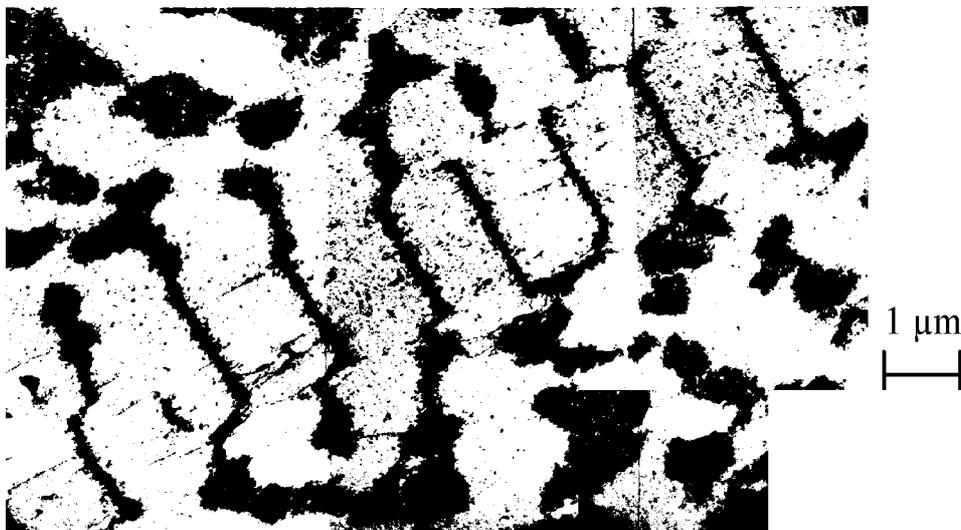


Abbildung 1.2: TEM-Aufnahme eines persistenten Gleitbandes in der umgebenden Matrixstruktur in einem zyklisch verformten Kupfereinkristall; Blickrichtung entlang der primären Stufenversetzungen $[1\bar{2}1]$.

zwei γ -Quanten. Aus Energie und Impuls dieser Quanten können Rückschlüsse auf das Elektron gezogen werden, mit dem das Positron zerstrahlt ist. Charakteristische Unterschiede zwischen Valenzelektronen und kernnahen Rumpfelektronen werden dabei sichtbar.

Als weitere Meßgröße bietet sich die Lebensdauer der Positronen τ_{e^+} im Festkörper an. Sie ist umgekehrt proportional zur mittleren Elektronendichte entlang des Diffusionsweges des Positrons. Diese experimentell zugänglichen Größen erlauben Rückschlüsse auf den Zerstrahlungsort des Positrons, denn die Impuls- und die Dichteverteilung der Elektronen in der Umgebung einer Fehlstelle unterscheidet sich prinzipiell von der im ungestörten Kristall.

Für eine zukünftige technische Anwendung der Methode ist es von Interesse, auf welche durch eine mechanische Belastung verursachten Strukturänderungen die Positronen reagieren. Eine zu bestimmende Größe ist die Ansprechschwelle, ab der eine signifikante Änderung der Positronenlebensdauer einsetzt. Eine weitere ist die Grenze, ab der eine Sättigung des Signals eintritt. Die Idee, die am Anfang dieser Arbeit stand, war es, den Zusammenhang zwischen den mechanischen Größen der Verformung und den Observablen der Positronenspektroskopie möglichst kontinuierlich zu messen.

Kapitel 2

Physikalische Grundlagen

Die für diese Arbeit relevanten physikalischen Grundlagen lassen sich in zwei Teile gliedern. Im ersten Teil werden die zum Verständnis der plastischen Verformung von Metallen notwendigen Begriffe und Prozesse erklärt, wobei der Schwerpunkt auf der Wechselverformung liegt. Daran schließt der zweite Teil an, in dem es um Positronen als Sonden in der Materialforschung geht.

2.1 Mechanische Deformation

2.1.1 Elastisches und plastisches Verhalten

Zur Einführung der grundlegenden Begriffe genügt ein einfacher Versuchsaufbau: Ein metallischer Stab der Länge L und Querschnittsfläche A ist auf der einen Seite eingespannt. Auf der anderen Seite wird mit einer Kraft F parallel zur Stabachse gezogen. Makroskopisch kann die aufgewandte Kraft und die daraus resultierende Längenänderung ΔL gemessen werden.

Um unabhängig von der Geometrie, das heißt der Querschnittsfläche und der Länge, der verwendeten Probe zu sein, definiert man die Zugspannung

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

und die relative Längenänderung

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}.$$

Ein Zugversuch zeichnet sich dadurch aus, daß ε kontinuierlich vergrößert wird. Die den Versuch beschreibende Darstellung von σ gegen ε wird als *Spannungs-Dehnungs-Kurve* bezeichnet (Abb. 2.1).

Im ersten Abschnitt der Kurve sind σ und ε proportional zueinander. Dieses Verhalten wird durch das *Hookesche Gesetz* beschrieben

$$\sigma = E \cdot \varepsilon,$$

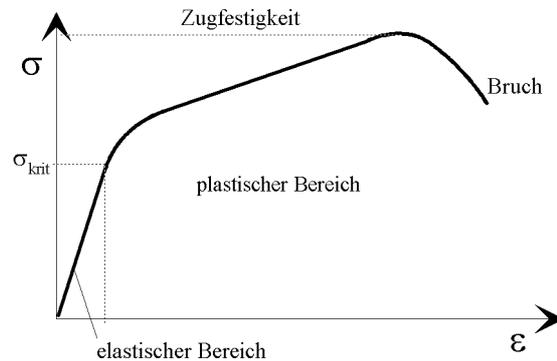


Abbildung 2.1: Spannungs-Dehnungs-Kurve

durch das der elastische Modul E als Proportionalitätskonstante definiert ist. Die Verformung verläuft in diesem Bereich *elastisch*, da bei der Entlastung auf Kraft Null die Probenlänge wieder gleich der Ausgangslänge ist. Die auftretenden Formänderungen sind somit reversibel.

Beim Überschreiten einer kritischen Spannung σ_{krit} beginnt der Kurvenverlauf, vom linearen Verhalten abzuweichen. Die Verformung geht aus dem elastischen in den *plastischen* Bereich über.

Aus der externen Spannung σ resultiert innerhalb des Kristalls eine Schubspannung τ parallel zu den Kristallebenen. Nimmt man an, daß sich bei der plastischen Verformung die Atomebenen in einem Kristall als Ganzes gegeneinander verschieben, so führt eine einfache Abschätzung für die dazu notwendige Schubspannung τ_{krit} zu Werten, die um einen Faktor 10^3 bis 10^4 zu groß sind, um die experimentellen Beobachtungen zu erklären. Diese Modellvorstellung ist also grundsätzlich nicht richtig. Die entscheidende Idee zur Lösung dieses Problems wurde in den Jahren 1929-1935 in den Arbeiten von M. Polanyi, E. Orowan und G.I. Taylor entwickelt [2, 3, 4]. Sie erkannten, daß eine Art Liniendefekt, *Versetzung* genannt, τ_{krit} selbst bei niedrigen Temperaturen drastisch herabsetzt und daher für die einfache plastische Verformbarkeit der Metalle verantwortlich ist.

Die Versetzungen stellen eine 1-dimensionale Störung der Kristallstruktur dar, von der es zwei unterschiedliche Arten gibt: Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen (Abb. 2.2). Ihren Verlauf beschreibt eine Linie entlang des Versetzungskernes, die *Versetzungslinie*. Sie wird durch einen Richtungsvektor \vec{s} gekennzeichnet. Im Falle einer Stufenversetzung ist die Versetzungslinie die Begrenzungslinie einer eingeschobenen kristallographischen Halbebene und steht damit senkrecht zum Burgersvektor \vec{b} , während für die Schraubenversetzung \vec{s} und \vec{b} parallel zueinander stehen. Weiterführende Betrachtungen zur mikroskopischen Struktur der Versetzungen folgen im Kapitel 2.1.2, *Fehlernungen in Kristallen*. Die Bewegung einer Versetzung in der durch den Linienvektor \vec{s} und den Burgersvektor \vec{b} aufgespannten Ebene wird Gleiten genannt. Die Ebene heißt ent-

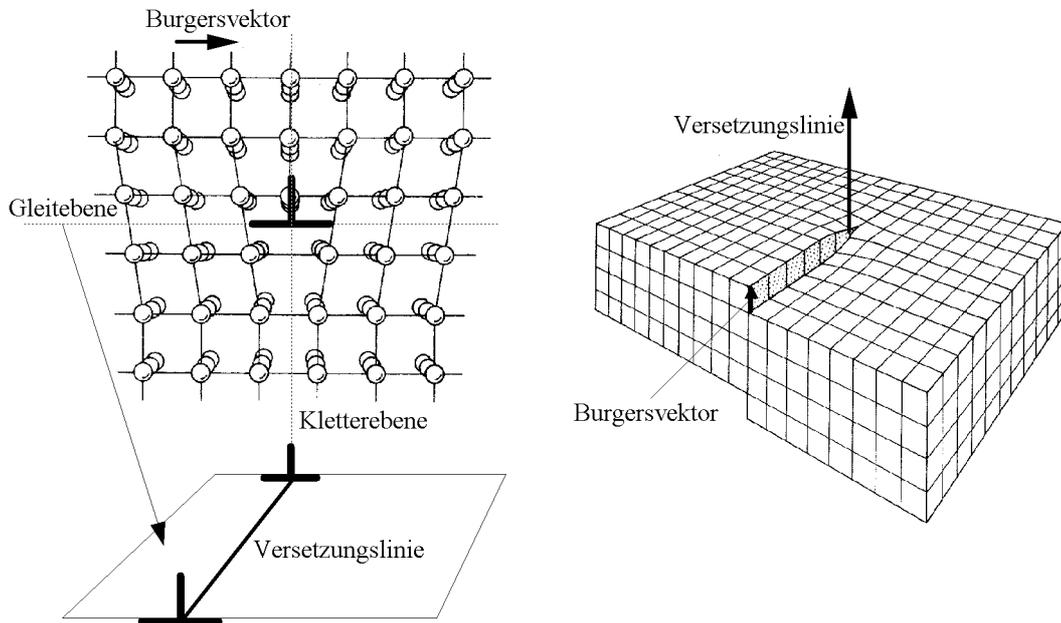


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung einer Stufenversetzung (links) und einer Schraubenversetzung (rechts) in einem kubisch primitiven Gitter

sprechend *Gleitebene* und die Richtung parallel zu \vec{b} *Gleitrichtung*. Für eine Stufenversetzung ist die Gleitebene wohldefiniert nicht aber für eine Schraubenversetzung. In Abbildung 2.3 ist das Gleiten einer Stufenversetzung aufgrund einer anliegenden Schubspannung dargestellt. Es müssen sich jeweils nur wenige Atome bewegen, damit die Versetzungslinie durch den Kristall wandert. Gelangt sie schließlich an die Oberfläche, so hat eine Abscherung der Kristallebenen um einen Burgersvektor \vec{b} stattgefunden. Die Summe über alle Abscherungen wird als die *Abgleitung* γ bezeichnet. Aufgrund dieses atomistischen Bildes der plastischen Verformung lassen sich die experimentellen Werte für τ_{krit} verstehen.

Steigt σ im plastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve mit zunehmendem ε an, so wird dieses Verhalten als *Verfestigung* bezeichnet. Seine Ursache liegt in der Wechselwirkung der Kristallfehler begründet, die im Kapitel 2.1.3, *Versetzungsbewegung und Verfestigung*, erläutert wird. Ist die maximale Zugfestigkeit des Materials überschritten, fällt die aufzubringende Spannung mit weiter zunehmendem ε ab, und es kommt schließlich zum Bruch.

Die plastische Verformung kristalliner Festkörper geschieht durch die Bewegung von Versetzungen auf den dichtest gepackten kristallographischen Ebenen. Für die kubischflächenzentrierte (kfz) Kristallstruktur des Kupfers sind dies die $\{111\}$ -Ebenen. Auf jeder dieser vier äquivalenten Gleitebenen existieren drei mögliche $\langle 110 \rangle$ Gleitrichtungen, so daß insgesamt 12 Gleitsysteme zur Verfügung stehen [22].

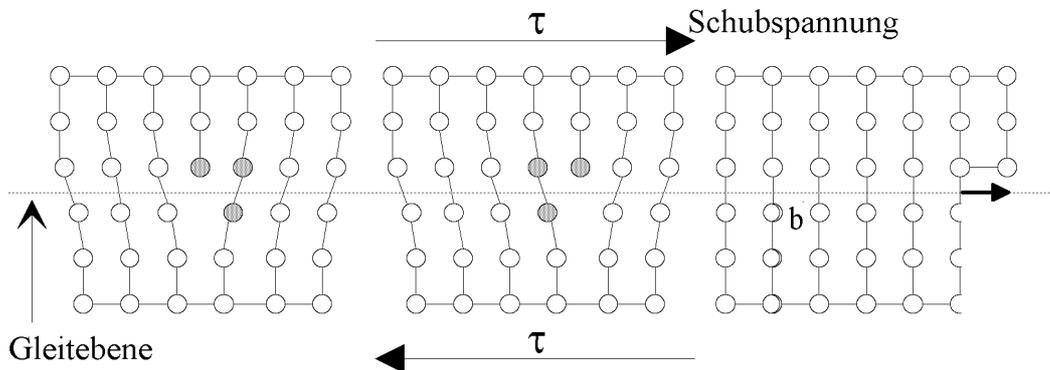


Abbildung 2.3: Abgleiten einer Stufenversetzung

In einkristallinen Proben kann durch eine geeignete Orientierung eine spezielle $\{111\}$ -Ebene und eine $\langle 110 \rangle$ -Richtung als das *Hauptgleitsystem* ausgewählt werden. Dadurch läßt sich die bei der plastischen Verformung auftretende Abgleitung, auf dieses Gleitsystem beschränken, zumindest solange die Schubspannungen auf anderen $\{111\}$ -Ebenen nicht so groß werden, daß sich auch dort Versetzungen bewegen können. Die Beschränkung der Abgleitung auf ein Gleitsystem wird als *Einfachgleitung* bezeichnet.

ber einen geometrischen Faktor, den Orientierungsfaktor μ , kann für den Fall einsinniger Belastung und Einfachgleitung aus den makroskopischen Größen σ und ε auf die Schubspannung τ und die Abgleitung γ innerhalb der Gleitebene geschlossen werden. Mit Hilfe der Röntgenbeugung (Laue-Aufnahmen) wird der Winkel λ zwischen der Belastungsrichtung und der Gleitrichtung sowie der Winkel κ zwischen der Kristallachse und der Gleitebenenormalen ermittelt. Mit diesen beiden Winkeln ergibt sich aufgrund der Geometrie in Abbildung 2.4 der Orientierungsfaktor zu $\mu = \cos \lambda \cos \kappa$, so daß sich τ und γ als

$$\tau = \mu \cdot \sigma \quad \text{und} \quad \gamma = \frac{\varepsilon}{\mu}$$

schreiben lassen. Seinen maximalen Wert von 0.5 erreicht μ für $\lambda = \kappa = 45^\circ$. In diesem Fall ist $\tau = \sigma/2$. Das SCHMID'sche Schubspannungsgesetz $\tau = \mu\sigma$ impliziert außerdem, daß die Spannung senkrecht zur Gleitebene den Gleitprozeß nicht beeinflusst [20].

Bei Polykristallen ist die Umrechnung der makroskopischen Größen σ und ε in die entsprechenden Größen der Gleitebenen τ und γ nicht ohne weiteres möglich, da die einzelnen Körner im allgemeinen eine unterschiedliche Orientierung besitzen. Eine geeignete Mittelung über viele Körner unter der Annahme, daß in jedem einzelnen Korn Einfachgleitung vorherrscht, führt zu einem mittleren Orientierungsfaktor, dem sogenannten *Sachs-Faktor* $M = 2.24$ [19]. Damit ist die Umrechnung von σ und ε in eine mittlere Schubspannung $\tau = \sigma/M$ und eine

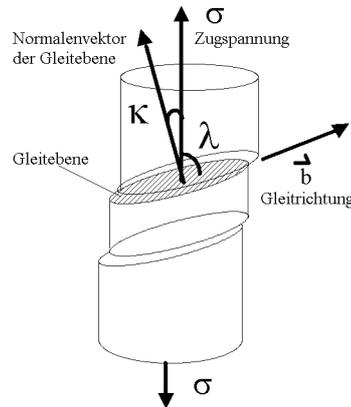


Abbildung 2.4: Zur Berechnung des Orientierungsfaktors

mittlere Abgleitung $\gamma = M \cdot \varepsilon$ möglich, die einen Vergleich mit den Experimenten an Einkristallen erlaubt.

Für die Experimente in dieser Arbeit wurden orientierte Kupfereinkristalle und Kupferpolykristalle verwendet, da ihre Herstellung in der erforderlichen Reinheit beherrscht wird und die mikrostrukturellen Veränderungen infolge plastischer Verformung weitgehend bekannt sind [7, 8, 10].

2.1.2 Fehlernordnungen in Kristallen

Die physikalischen Eigenschaften realer Festkörper werden, wie das Beispiel der Versetzungen bereits zeigte, durch Fehler in der Kristallstruktur, das heißt Abweichungen von der idealen Struktur, bestimmt. Neben den Versetzungen gibt es eine Reihe weiterer Fehlerarten, die die plastischen Eigenschaften von Metallen bestimmen und/oder infolge plastischer Verformungsprozesse entstehen können. Entsprechend ihrer räumlichen Ausdehnung unterscheidet man ¹:

0-dimensionale Fehler: Einfachleerstellen, Zwischengitteratome und Verunreinigungen durch Fremdatome

1-dimensionale Fehler: Es gibt zwei Grundtypen von Versetzungen (Abb. 2.2), aus denen sich auch beliebige Mischzustände mit Schrauben- und Stufencharakter bilden können.

2-dimensionale Fehler: Stapelfehler und Korngrenzen

3-dimensionale Fehler: Leerstellenagglomerate

¹Es sind nur die für die Wechselwirkung mit den Positronen bedeutenden Fehlerarten aufgeführt.

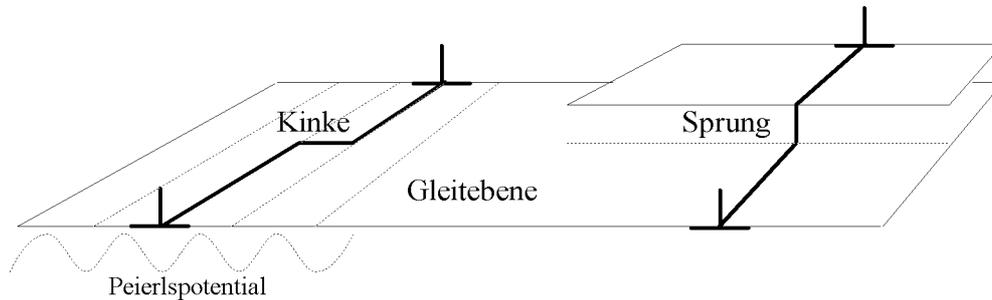


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer Kinke (links) in der Versetzungslinie einer Stufenversetzung und eines Sprunges von einer Gleitebene auf die nächste (rechts)

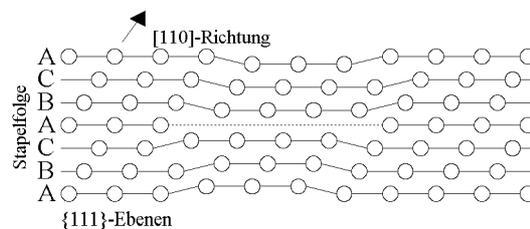


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung eines Stapelfehlers, der durch kondensierte Leerstellen entstanden ist.

Der Entstehung von Einfachleerstellen infolge plastischer Verformung ist das gleichnamige Kapitel 2.1.4 gewidmet.

Analog zu Wirbellinien in der Hydrodynamik können Versetzungslinien nicht im Kontinuum enden. Sie bilden daher entweder geschlossene Ringe, Knoten mit anderen Versetzungen oder enden an Oberflächen.

Bewegt sich eine Versetzung auf ihrer Gleitebene durch den Kristall, so erfährt sie eine periodische Änderung ihrer potentiellen Energie. Das zugehörige Potential wird als *Peierls-Potential* bezeichnet, und die Gleichgewichtslagen der Versetzungslinie entlang der Gittergeraden heißen *Peierls-Täler* [22].

Als Fehler im Fehler können die Versetzungssprünge verstanden werden. Davon gibt es zwei verschiedene Typen. Eine *Kinke* ist das Stück einer Versetzungslinie, das Versetzungssegmente in benachbarten PEIERLS-Tälern miteinander verbindet. Einen *Sprung* oder *Jog* nennt man den Wechsel einer Versetzung auf eine benachbarte parallele Gleitebene. Der Sprung besitzt dabei eine andere Gleitebene als die Versetzung.

Die Abbildung 2.6 zeigt einen einfachen *Stapelfehler*. Die Stapelfolge *ABCABC...* wird in diesem Beispiel durch ein Leerstellenagglomerat unterbro-

chen, das aus kondensierten Einfachleerstellen gebildet wurde. hnliche Agglomerate entstehen auch durch die Zusammenlagerung von Zwischengitteratomen, die dann lokal begrenzt eine zusätzliche Ebene in die Stapelfolge einfügen.

Stapelfehler werden auch durch Versetzungen gebildet. Betrachtet man das Verzerrungsfeld um eine Versetzung innerhalb eines elastisch-isotropen Mediums, so kann die elastische Energie pro Längeneinheit der Versetzungslinie berechnen werden, die nötig ist, um dieses Feld zu erzeugen. Das Resultat ist ein quadratischer Zusammenhang zwischen dem Burgersvektor und der Energie: $E \sim \vec{b}^2$ [13].

Diese Beziehung erklärt, warum Versetzungen nicht immer in vollständiger Form vorliegen, sondern in sogenannte *Partialversetzungen* aufspalten können, die sich durch Burgersvektoren \vec{b}_1 und \vec{b}_2 auszeichnen, die kleiner als ein Gittertranslationsvektor sind: $\vec{b} = \vec{b}_1 + \vec{b}_2$. Die Aufspaltung in die Partialversetzungen \vec{b}_1 und \vec{b}_2 ist genau dann mit einem Gewinn an Linienenergie verbunden, falls $\vec{b}^2 \geq \vec{b}_1^2 + \vec{b}_2^2$ gilt [22].

Im Bereich der Aufspaltung entsteht dann ein Stapelfehler, für dessen Ausbildung wiederum Energie benötigt wird. Aus dem Gleichgewicht zwischen der Abstoßung der Partialversetzungen und der entgegenwirkenden Grenzflächenspannung des Stapelfehlers ergibt sich die Aufspaltungsweite. Ist die Aufspaltung in der gesamten Energiebilanz vorteilhaft, so bewirkt eine geringe Stapelfehlerenergie eine weite Aufspaltung, während hohe Stapelfehlerenergien nur geringe Aufspaltungsweiten erlauben.

2.1.3 Versetzungsbewegung und Verfestigung

Da plastische Verformungsvorgänge die Bewegung von Versetzungen erfordern, hängt das Verformungsverhalten empfindlich von der Beweglichkeit dieser linienartigen Kristallfehler ab.

Die Gleitbewegung einer Versetzung aufgrund einer externen Spannung geschieht durch auseinanderlaufende Kinkpaare. Durch thermische Fluktuationen werden bei genügend hoher Temperatur ständig solche Paare gebildet. Für kfz-Metalle liegt die Aktivierungsenergie dafür im Bereich von meV, so daß dieser Prozeß bis zu tiefsten Temperaturen (≤ 40 K) ungehindert abläuft [22]. Die äußere Spannung führt dazu, daß die gebildeten Kinkpaare auseinander laufen können, und die Versetzungslinie dadurch ins nächste Peierlstal gelangt.

Versetzungen können sich jedoch nicht völlig frei durch den Kristall bewegen, denn zwischen ihnen besteht eine durch das innere Spannungsfeld vermittelte weitreichende elastische Wechselwirkung. In zylindrischen Koordinaten r und ϕ läßt sich das Spannungsfeld um die Versetzungslinie durch

$$\tau = \text{const} \cdot \frac{f(\phi)}{r}$$

beschreiben. Die Kräfte zwischen parallelen Versetzungen nehmen mit $1/r$ ab. Sind die Burgersvektoren parallel zueinander, stoßen sich die Versetzungen ab,

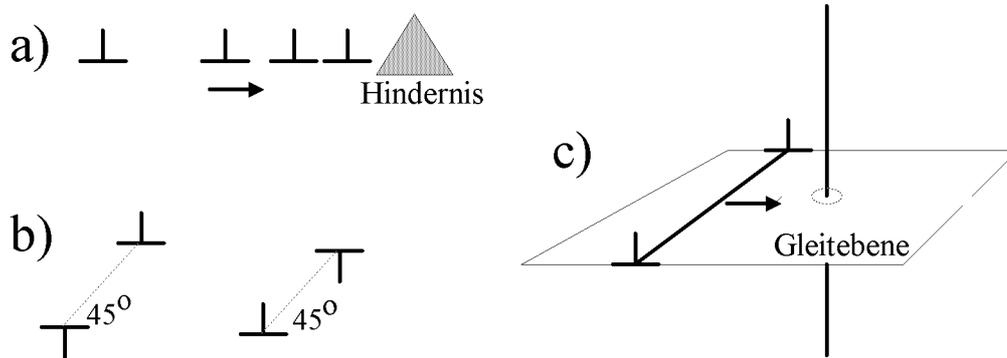


Abbildung 2.7: a) Aufstauung gleichartiger Stufenversetzungen vor einem Hindernis, b) Versetzungsdipole ungleichartiger Stufenversetzungen, c) eine Waldversetzung durchstößt die Gleitebene einer Stufenversetzung

sind sie antiparallelen, so ziehen sie sich an.

Diese starke Wechselwirkung führt dazu, daß eine Versetzung, die auf ein unüberwindbares Hindernis stößt, hinter sich gleichartige Versetzungen aufstaut. Im vorliegenden Fall kommen Waldversetzungen und vor allem Anordnungen primärer Versetzungen - z.B. Versetzungsdipole - als Hindernisse in Frage, die immobil in der Gleitebene liegen (Abb. 2.7). Unter Waldversetzungen versteht man Versetzungen inaktiver Gleitsysteme, die die Hauptgleitebene durchstoßen.

Eine immobile Versetzungsanordnung bilden beispielsweise Stufenversetzungen mit antiparallelem Burgersvektor. Sie bewegen sich zunächst aufgrund einer externen Spannung entgegengesetzt durch den Kristall. Treffen sie dabei in einem geringen Abstand aufeinander, bildet sich ein *Versetzungsdipol*, der beide Versetzungen am Weitergleiten hindert [14, 15]. Je geringer die Distanz, desto stabiler ist die Anordnung. Unterschreitet der Abstand einen Grenzwert von 1.6 nm in Kupfer [16], dann annihilieren beide Stufenversetzungen, und das Kristallgitter ist an dieser Stelle wieder ungestört.

Bei der Versetzungsbewegung kann es auch zu Schneidprozessen zwischen Versetzungen unterschiedlicher Gleitebenen kommen, die zur Bildung von Sprüngen führen.

Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt die Bewegungsfähigkeit der Versetzungen stark ab, denn die Versetzungsdichte steigt durch sogenannte Versetzungsquellen, z.B. Frank-Read Quellen [12], enorm an. Die Versetzungsdichte $\rho = V/L$ ist definiert als die Länge L der Versetzungslinien, die sich in einem Volumen V befindet. In Einkristallen liegt ρ bei ungefähr $10^{10}/\text{m}^2$, während nach Kaltverformung Werte von $10^{14}/\text{m}^2$ bis $10^{15}/\text{m}^2$ erreicht werden [17, 18].

Das Phänomen, daß mit zunehmender plastischer Deformation die Schubspannung τ zur Aufrechterhaltung der Abgleitung ansteigt, wird als *Verfestigung* bezeichnet. Anhand der Spannungs-Dehnungs-Kurve (Abb. 2.1) wurde auf dieses

Verhalten schon einmal hingewiesen, das aber erst im Zusammenhang der Wechselwirkung der Versetzungen untereinander verständlich ist. In einer bereits 1934 aufgestellten Theorie der Verfestigung verknüpfte TAYLOR den mittleren Abstand d zwischen den Hindernissen, die die Versetzungsbewegung behindern, mit der Schubspannung τ : $\tau \sim 1/d$. Für eine statistische Versetzungsverteilung der Dichte ρ ist $d \approx 1/\sqrt{\rho}$. Damit ergibt sich [20]

$$\tau = \frac{\alpha \cdot G \cdot b}{d} = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho},$$

wobei G das Schubmodul, b den Betrag des Burgersvektors und ρ die Versetzungsdichte bezeichnet. Die geometrische Konstante α liegt in einem Bereich $0.1 \leq \alpha \leq 0.5$.

2.1.4 Entstehung von Leerstellen infolge plastischer Verformung

Die thermische Erzeugung von Einfachleerstellen in Kupfer kann bei Raumtemperatur aufgrund der Bildungsenergie von $E_V^f = 1.3 \text{ eV}$ vernachlässigt werden [22]. Infolge plastischer Verformung ist die Erzeugung aber sehr wohl möglich.

Bei der Annihilation von Stufenversetzungen kann gleich eine ganze "Perlenkette" an Einfachleerstellen gebildet werden, wenn die beiden Versetzungen nicht in der selben sondern in eng ($\leq 1.6 \text{ nm}$) benachbarten Gleitebenen liegen. Dabei entsteht auf engem Raum eine hohe Konzentration von Leerstellen, die die Bildung von Leerstellenagglomeraten ermöglicht. Diese stellen ein Hindernis für die Versetzungsbewegung dar und tragen dadurch zum Verfestigungsprozeß bei.

Die Bewegung der Versetzungssprünge, die sich aufgrund von Schneidprozessen bilden können, ist ebenfalls eine Ursache für die Produktion von Leerstellen. Ein Sprung kann sich unter dem Einfluß einer Schubspannung entlang der Versetzungslinie durch den Kristall bewegen. Bei einer Versetzung mit Stufencharakter führt dies zu einem Kletterprozeß. Die eingeschobene Halbebene wandert dabei entweder weiter in den Kristall hinein oder heraus. Dies erfordert im ersten Fall die Emission im zweiten die Anlagerung von Leerstellen an der Versetzungslinie. Die Leerstellenanlagerung wird durch die Diffusion ermöglicht und ist material- und temperaturabhängig. Beispielsweise ist die Leerstellendiffusion in Kupfer bei Raumtemperatur möglich [24], während sie dann in Nickel noch stark unterdrückt ist.

Ein Sprung in einer Schraubenversetzung entspricht einem Stück Stufenversetzung von atomarer Länge, das nicht gleitfähig in der Gleitebene der Schraubenversetzung ist. Soll sich dieser Sprung zusammen mit der Schraubenversetzung bewegen, muß das Stück Stufenversetzung klettern. Dazu ist wiederum die Emission oder Kondensation von Einfachleerstellen erforderlich.

Die Energie für die Erzeugung von Leerstellen stammt in diesem Fall aus der bei der Verformung geleisteten mechanischen Arbeit. Die der Anlagerung voran-

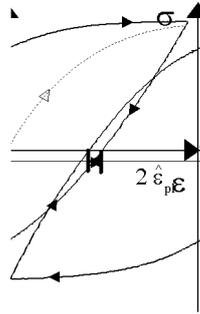


Abbildung 2.8: Hystereseschleife mit Neukurve einer wechselverformten Probe

gehende Diffusion der Leerstellen an die Versetzung ist hingegen ein thermisch aktivierter Prozeß.

Zwischen Leerstellen und Versetzungen besteht eine elastische Wechselwirkung, die dazu führt, daß einzelne Leerstellen durch eine passierende Versetzung eingesammelt werden können. Entlang der Versetzung entstehen dadurch atomare Sprünge, die die Beweglichkeit von Stufenversetzungen nicht beeinflussen.

Die Bildungs- und Wanderungsenergie von Einfachleerstellen ist aufgrund der geringeren Bindungsenergie der Atome entlang der Versetzungslinie im allgemeinen kleiner als im ungestörten Kristall. Das lokale thermische Gleichgewicht führt daher im Dilatationsbereich um eine Versetzung zu einer größeren Konzentration elastisch gebundener Leerstellen als im übrigen Kristallgitter [22].

2.2 Zyklische Verformung

Unter dem Begriff *zyklische Verformung* soll hier die symmetrische Wechselverformung in Zug und Druck verstanden werden, bei der eine Probe um eine konstante Abgleichungsamplitude verlängert bzw. verkürzt wird. Diese Form der plastischen Verformung führt in der Spannungs-Dehnungs-Darstellung zu einer Hystereseschleife, wie sie in der Abbildung 2.8 zu sehen ist.

Die folgenden Abschnitte beschreiben das typische Verhalten eines kfz-Einkristalls unter dieser besonderen Form der mechanischen Belastung.

2.2.1 Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve

In einem Wechselverformungsexperiment mit konstanter Gesamtamplitude $\hat{\epsilon}$ macht sich die Verfestigung auf zwei Arten bemerkbar. Zum einen steigt die Kraft, die benötigt wird, um die Amplitude aufrecht zu erhalten. Zum anderen verringert sich die Öffnung der Hystereseschleife von Zyklus zu Zyklus. Im Extremfall verschwindender plastischer Verformung schließt sie sich wieder ganz.

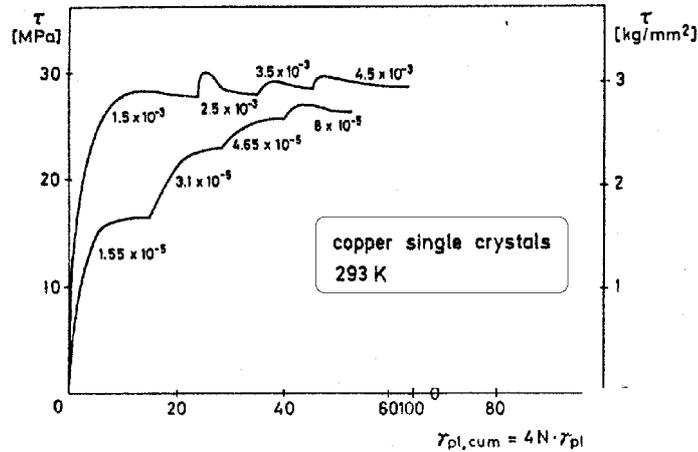


Abbildung 2.9: Zyklische Verfestigungskurven für Kupfer bei verschiedenen $\hat{\gamma}_{pl}$

Die halbe Öffnung einer Hystereseschleife bei Spannung Null entspricht gerade der plastischen Verformungsamplitude $\hat{\varepsilon}_{pl}$ ². Bei $\hat{\varepsilon}_{pl} = 0$ finden nur noch reversible Prozesse statt, die die Mikrostruktur unverändert lassen.

Die makroskopische Amplitude $\hat{\gamma}_{pl}$ steht für die Summe über alle mikroskopischen Versetzungslaufwege innerhalb einer Viertelperiode des Verformungszyklus. Um Aussagen über die Entwicklung der Dichte und Anordnung der Versetzungen zu treffen, die sich in der Schubspannungsamplitude $\hat{\tau}$ ausdrückt, regelt man in Wechselverformungsexperimenten wenn möglich auf eine konstante Abgleichungsamplitude $\hat{\gamma}_{pl}$.

Das typische Verhalten eines metallischen kfz-Einkristalls unter diesen Versuchsbedingungen, $\hat{\gamma}_{pl} = const$, kann einer zyklischen Verfestigungskurve entnommen werden (Abb. 2.9). In einem solchen Diagramm wird $\hat{\tau}$ gegen die kumulative Ableitung

$$\gamma_{cum} = 4N \hat{\gamma}_{pl}$$

aufgetragen, wobei N für die Zyklenzahl steht.

Die Verfestigung führt dazu, daß $\hat{\tau}$ in den ersten Zyklen sehr schnell ansteigt und dann mit zunehmendem γ_{cum} und kontinuierlich abnehmender Steigung weiter anwächst³, bis ein Sättigungszustand erreicht ist. Innerhalb der Sättigung sind die Hystereseschleifen in sich geschlossen und ändern ihre Form praktisch nicht mehr.

Werden die jeweiligen Sättigungsspannungen für verschiedene Abgleichungsamplituden $\hat{\gamma}_{pl}$ aufgetragen, so ergibt sich die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve

²Zur Erinnerung: Bei einkristallinen Proben kann über den Orientierungsfaktor μ die Abgleichungsamplitude $\hat{\gamma}_{pl} = \hat{\varepsilon}_{pl}/\mu$ und die Schubspannungsamplitude $\hat{\tau} = \mu\sigma$ berechnet werden.

³Bei Legierungen oder vorverformten Kristallen kann es auch zu einer Entfestigung im Laufe der zyklischen Verformung kommen. Dabei nimmt $\hat{\tau}$ mit zunehmendem γ_{cum} ab.

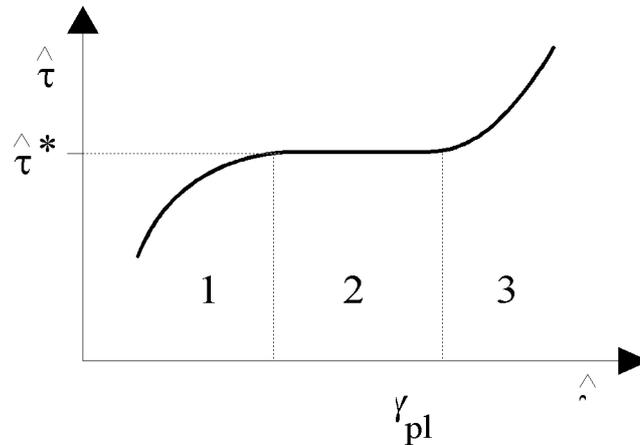


Abbildung 2.10: Zyklische Spannungs-Dehnungskurve nach Mughrabi

in Abbildung 2.10. Sie weist für kfz-Metalle drei charakteristische Bereiche auf. Im Bereich 1 und 3 nimmt $\hat{\tau}$ monoton mit zunehmender Abgleitungsamplitude $\hat{\gamma}_{pl}$ zu. Dagegen erstreckt sich im Bereich 2 ein Plateau über ein großes Intervall plastischer Amplituden, in dem die Spannungsamplitude $\hat{\tau}$ in der Sättigung praktisch konstant bleibt. Für Kupfer erstreckt sich bei Raumtemperatur der Bereich 2 von $\hat{\gamma}_{pl} = 6 \cdot 10^{-5}$ bis $\hat{\gamma}_{pl} = 9 \cdot 10^{-3}$ bei $\hat{\tau}^* \approx 28$ MPa. Schließlich setzt im Bereich 3 der Kurve die Vielfachgleitung ein. Weitere Gleitsysteme werden mit ansteigendem $\hat{\gamma}_{pl}$ aktiviert und die Verfestigung nimmt wieder stark zu.

2.2.2 Mikrostrukturbildung durch Wechselverformung

Mit den drei Bereichen der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve lassen sich aufgrund zahlreicher elektronenmikroskopischer Untersuchungen jeweils spezifische Mikrostrukturen in Verbindung bringen. Im folgenden Abschnitt wird in chronologischer Reihenfolge der Aufbau der für die Wechselverformung typischen Mikrostruktur beschrieben.

Ausgehend von einem Einkristall mit sehr geringer Versetzungsdichte und statistischer Versetzungsverteilung kann innerhalb der ersten Verformungszyklen fast jede Versetzung große Laufwege zurücklegen ohne auf Hindernisse zu stoßen, so daß die Abgleitung schon bei geringer Spannung erfolgt. Die vor Hindernissen aufgehaltenen Versetzungen können zu der durch $\hat{\gamma}_{pl} = const$ geforderten Abgleitung nicht beitragen, wodurch eine Versetzungsvervielfachung durch Quellmechanismen eintritt.

Aufgrund der Erhöhung der Versetzungsdichte steigt die Wahrscheinlichkeit, daß es zur Wechselwirkung der Versetzungen untereinander kommt. Durch die herabgesetzte Beweglichkeit der Versetzungen steigt die Fließspannung. Das ist jene



Abbildung 2.11: TEM-Aufnahme der Venen und Kanäle in der Matrixstruktur in einem bei Raumtemperatur ermüdeten Kupfereinkristall; Blick auf die Hauptgleitebene

Spannung, die benötigt wird, um die Verformung aufrecht zu erhalten; die Verfestigung setzt ein. Die Laufwege der Versetzungen werden kürzer, da immer mehr Hindernisse produziert werden. Dieses erfordert wiederum noch mehr Versetzungen, um der geforderten Abgleitung zu genügen. So kommt es zu einem monotonen Ansteigen von $\hat{\tau}$ mit wachsender Zyklenzahl.

Die Wechselwirkung der Versetzungen führt zu einer Reihe von Versetzungsreaktionen. Es kommt zur Bildung von Versetzungsdipolen aus Stufenversetzungen mit antiparallelen Burgersvektoren in benachbarten, parallelen Gleitebenen. Stauen sich Versetzungen vor einem Hindernis, können sie über Quergleitprozesse, die durch das erhöhte Spannungsfeld ausgelöst werden, die Gleitebene wechseln und so Hindernisse umgehen. Des Weiteren bilden sich durch Schneidprozesse Versetzungssprünge, die ebenfalls die Beweglichkeit der Versetzungen behindern können.

Im Verlauf der Verformung annihilieren Schraubenversetzungen mit antiparallelem Burgersvektor aufgrund der eintretenden Quergleitung, während sich die Stufenversetzungen akkumulieren. Mit zunehmender Zyklenzahl bildet sich eine regelrechte Struktur aus Versetzungsdipolen (Abb. 2.11). Diese besteht aus Bereichen sehr hoher Versetzungsdichte, den sogenannte *Venen*, und dazwischenliegenden Bereichen mit niedriger Versetzungsdichte, *Kanäle* genannt. In der Sättigung besteht zwischen beiden Bereichen ein dynamisches Gleichgewicht, das zu einem quasi stationären Zustand führt, der als *Matrixstruktur* bezeichnet wird.

In bei Raumtemperatur zyklisch verformten Kupfer liegt die Dichte der Versetzungen in den Venen bei ungefähr 10^{15} m^{-2} , während sie in den Kanälen um drei Zehnerpotenzen geringer ist. Innerhalb der Kanäle befinden sich Schrauben-

versetzungen, die sich mit der alternierenden Spannung hin und her bewegen. Aufgrund der geringeren Versetzungsdichte können sie wesentlich größere Laufwege zurücklegen als die Stufenversetzungen in den Venen.

Die Bildung von Versetzungsdipolen in den Venen schirmt die Spannungsfelder um die Versetzungen ab, so daß keine weitreichenden Spannungen entstehen. Dies gilt aber nur für kleine plastische Amplituden.

Der starke Anstieg der Sättigungsspannung mit zunehmendem $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ im Bereich 1 der Spannungs-Dehnungs-Kurve geht auf die Ausbildung der Matrixstruktur zurück. Sie behindert die Bewegung der Versetzungen nachhaltig. Im Laufe der zyklischen Verformung nehmen die Venen und Kanäle einen Volumenanteil von jeweils ca. 50% ein.

berschreitet die plastische Amplitude einen gewissen Wert, der bei Kupfer bei $\hat{\gamma}_{\text{pl}} \geq 6 \cdot 10^{-5}$ liegt [7], dann wird die Matrixstruktur instabil. Die Matrix bricht lokal an den Stellen zusammen, wo eine besonders große Abgleitung einsetzt. Hier beginnt sich die plastische Verformung in gewissen Bändern zu konzentrieren, und auf der Oberfläche der Probe werden charakteristische Linien sichtbar [10]. Diese Bereiche werden als *persistente Gleitbänder*⁴ (PGB) bezeichnet. Die Oberflächeneffekte sind ein Anzeichen für eine irreversible Strukturänderung im Volumen.

Die PGB (Abb. 1.2) weisen in Richtung des Burgersvektors eine regelmäßige Leiterstruktur auf, die aus Sprossen bzw. Wänden mit einer hohen Versetzungsdichte von 10^{15} - 10^{16} m^{-2} gebildet wird. Getrennt werden die Wände von versetzungsarmen Kanälen, in denen die Versetzungsdichte um 2-3 Zehnerpotenzen geringer ist. Diese Wände bestehen gleich den Venen in der Matrixstruktur aus engen Dipolen aus Stufenversetzungen.

In bei Raumtemperatur ermüdetem Kupfer beträgt der mittlere Wandabstand in einem PGB $1.4 \mu\text{m}$. Es zeigt sich, daß dieser Abstand in bei geringeren Temperaturen ermüdeten Kristallen systematisch kleiner wird.

Der Volumenanteil der PGB steigt im idealisierten Fall mit $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ linear von 0% auf 100%, bis der gesamte Kristall durch die PGB-Struktur ausgefüllt ist. Da die Gleitbänder wesentlich weicher sind als die sie umgebende Matrixstruktur, konzentriert sich die gesamte plastische Verformung auf diese Bereiche.

Bei Amplitude über $9 \cdot 10^{-3}$ werden sekundäre Gleitsysteme aktiv, und die Sättigungsspannung $\hat{\tau}$ steigt wieder monoton mit $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ an. Dieses läßt sich auf die Wechselwirkung zwischen dem primären und den sekundären Gleitsystemen zurückführen.

⁴Persistent heißen sie deshalb, weil die Bänder an genau derselben Stelle wieder entstehen, wenn die zyklische Verformung nach Polieren der Oberfläche fortgesetzt wird.

2.3 Positronen in der Materialuntersuchung

2.3.1 Kennzeichen der Positron-Elektron-Annihilation

Das Positron ist ein besonderes Elementarteilchen. Als Antiteilchen zum Elektron stellt es eine empfindliche Sonde gerade für die Teilchen dar, die die Bindung zwischen den Atomen realisieren und dadurch die Struktur der Festkörper bestimmen.

Die Wechselwirkung zwischen einem freien Elektron und einem freien Positron, die sich im Vakuum aufeinander zu bewegen, kann drei mögliche Resultate haben, nämlich

- die Streuung (Bhabha-Streuung),
- die Bildung eines gebundenen Zustandes oder
- die direkte Annihilation in $e^+ + e^- \rightarrow n \cdot \gamma$ mit $n \geq 2$.

Die Bildung eines gebundenen Zustands, *Positronium* genannt, endet ebenfalls mit der Annihilation. Die Lebensdauer des Positroniums hängt davon ab, mit welcher Spinorientierung Positron und Elektron miteinander gebunden sind. Der *Singulett*-Zustand mit antiparallelen Spins besitzt eine Lebensdauer von 125 ps und kann nur in eine gerade Anzahl von Photonen zerfallen [29], während der *Triplet*-Zustand in eine ungerade Anzahl von Photonen zerfallen muß (Spinerhaltung), was zu einer ≈ 1000 -fach längeren Lebensdauer von 140 ns führt [30]. Die Besetzungswahrscheinlichkeit von Triplet- zu Singulett-Zustand beträgt aufgrund der Multiplizität der Zustände 3:1.

Dringt ein hochenergetisches Positron in ein Material wie Kupfer ein, so findet eine Folge von Prozessen statt, die auf der Wechselwirkung mit einer großen Zahl von Elektronen und den Atomkernen beruht, und an deren Ende die Annihilation mit einem Elektron steht. Diese Prozesse werden in dem Abschnitt 2.3.3, *Thermalisierung, Diffusion und Fehlstelleneinfang*, im Detail vorgestellt.

Der eigentliche Vorgang, der somit beobachtet werden kann, ist die Annihilation von Elektron und Positron. Die dabei emittierten γ -Quanten werden in der Positronenspektroskopie genutzt, um Informationen über den Ort der Zerstrahlung zu gewinnen. Im Kontext der Materialermüdung bedeutet dieses, einen Zusammenhang zwischen den Änderungen der Mikrostruktur, d.h. der Art und der Verteilung der Fehler in der Kristallstruktur, und den γ -Quanten der Positronenannihilation herzustellen.

Im folgenden Kapitel werden die in dieser Arbeit eingesetzten Positronenquellen vorgestellt. Anschließend geht es um die prinzipiellen Wechselwirkungen eines Positrons mit den Atomkernen und Elektronen innerhalb eines Kristalls. Der Einfluß von Kristallfehlern auf die Observablen Lebensdauer τ_{e^+} und Dopplerverbreiterung wird diskutiert.

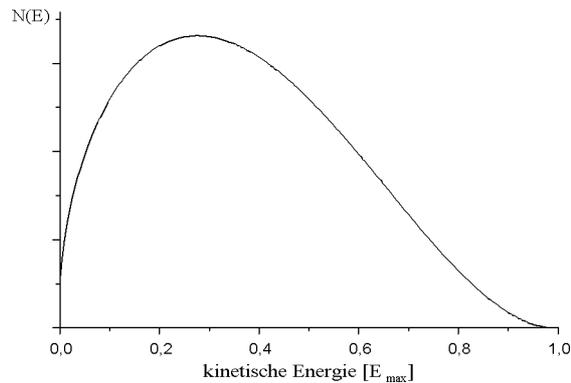
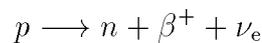


Abbildung 2.12: β^+ -Spektrum ohne Coulomb-Korrektur für Energien nahe Null

2.3.2 Positronenquellen

Positronenquellen, die für die Untersuchung von Materialien eingesetzt werden, sind künstlich erzeugte, neutronenarme Kerne, die in einem bergang ihres Zerfallsschemas Positronen (β^+) emittieren. Im Kern wird dabei ein Proton in ein Neutron umgewandelt, wobei ein Positron und ein Neutrino emittiert werden:



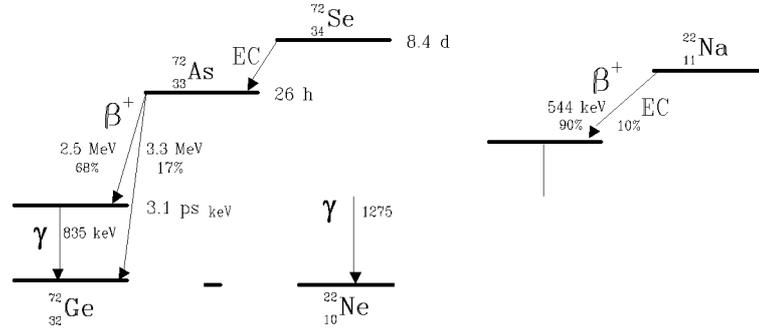
Das Energiespektrum der Positronen ist wie das β^- -Spektrum kontinuierlich (Abb.2.12). Für geringe Energien ergeben sich aber Unterschiede, die auf die Coulombabstoßung zwischen Positron und Kern zurückzuführen sind.

Die Erzeugung monoenergetischer Positronenstrahlen ist technisch sehr aufwendig. Einfacher ist es, mit dem gesamten natürlichen β^+ -Spektrum eines Positronen emittierenden Präparates zu arbeiten. Die meisten Positronen werden dabei mit einer Energie von $1/3$ der maximalen Energie emittiert.

Die Eignung eines β^+ -Strahlers zu Positronen-Annihilations-Messungen wird im wesentlichen durch drei Parameter entschieden:

1. die maximale Energie E_{\max} der emittierten β^+ , welche die Eindringtiefe in das Material bestimmt;
2. die Halbwertszeit $t_{1/2}$, welche die Einsatzdauer der Quelle begrenzt;
3. die Emission von γ -Quanten quasi gleichzeitig mit der β^+ -Emission, die als Startsignal in Lebensdauermessungen genutzt werden können.

Aus den maximalen Positronen-Energien lassen sich die Eindringtiefen berechnen. Dies geschieht nach einem empirischen Gesetz, das für aus radioaktiven Quellen emittierte, hochenergetische Positronen gültig ist [31]. Unter der Annahme, daß

Abbildung 2.13: Zerfallschemata von ^{22}Na und ^{72}Se

die Positronenintensität $I(z)$ exponentiell mit der Tiefe z abnimmt, gilt,

$$I(z) = I_0 \exp(-\alpha_+ z) \quad \text{mit} \quad \alpha_+ \approx 17 \frac{\rho[\text{g}/\text{cm}^3]}{E_{\text{max}}^{1.43}[\text{MeV}]} [\text{cm}^{-1}]$$

wobei $1/\alpha_+$ jene Länge bezeichnet, nach der die Intensität auf $1/e$ gefallen ist. Sie ist daher ein Maß für die mittlere Eindringtiefe. Für Kupfer mit einer Dichte $\rho=8.9 \text{ g}/\text{cm}^3$ und Aluminium mit $\rho=2.7 \text{ g}/\text{cm}^3$ ergeben sich in Abhängigkeit von E_{max} die in der Tabelle angegebenen Werte.

In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Positronenquellen eingesetzt, deren Eigenschaften hier zusammengefaßt sind.

Quelle	^{22}Na	^{72}Se - ^{72}As
$t_{1/2}$	2.6 a	8.4 d
E_{max}	544 keV	2.5 und 3.3 MeV
Prompt/Start γ	1275 keV	835 keV
$\frac{1}{\alpha_+}(\text{Cu})$	$30 \mu\text{m}$	245 bzw. $364 \mu\text{m}$
$\frac{1}{\alpha_+}(\text{Al})$	$98 \mu\text{m}$	807 bzw. $1200 \mu\text{m}$

Die beiden markantesten Unterschiede zwischen ^{22}Na und ^{72}As bestehen in der Halbwertszeit und den maximalen Positronenenergien. Der Einsatz des zweiten Präparates ist aufgrund des relativ kurzen $t_{1/2}$ von 8.4 Tagen auf wenige Wochen beschränkt, während das ^{22}Na mehrere Jahre genutzt werden kann.

^{22}Na zerfällt über β^+ - und γ -Emission in den Grundzustand ^{22}Ne , wie das Zerfallsschema 2.13 zeigt. Beim Isotopengenerator ^{72}Se - ^{72}As zerfällt der Mutterkern ^{72}Se über Elektroneneinfang in ^{72}As , das wiederum über β^+ - und γ -Emission in ^{72}Ge übergeht. Die Halbwertszeit des gesamten Systems von 8.4 Tagen wird dabei durch das ^{72}Se bestimmt, nachdem sich das radioaktive Gleichgewicht nach ca. drei Tagen eingestellt hat.

Die wesentlich höhere Emissionsenergie der Positronen aus der ^{72}As -Quelle führt zu einem tiefen Eindringen in die Probe, wodurch der Einfluß der Oberfläche reduziert wird und Volumeneffekte zugänglich werden.

2.3.3 Thermalisierung, Diffusion und Fehlstelleneinfang

Die Positronen geben beim Eindringen in das Probenmaterial sehr schnell ihre kinetische Energie an die Umgebung ab. Dieser Prozeß wird *Thermalisierung* genannt, da sich das Positron anschließend im thermischen Gleichgewicht mit dem umgebenden Kristall befindet. Seine kinetische Energie liegt dann in der Größenordnung von $\frac{3}{2}k_{\text{B}}T \approx 1/25 \text{ eV}$.

Die für den Energieverlust dominanten Prozesse lassen sich nach einer Zeitskala einordnen, die mit der Energie des Positrons korreliert ist, und mit dem Eindringen in den Festkörper beginnt (nach [31, 33]):

0-0.1 ps, MeV - eV: Für Energien im Bereich von einigen MeV dominiert der Energieverlust durch Bremsstrahlung im Coulombfeld der Atomkerne. Anschließend verliert das Positron weiter Energie durch Streuung an Elektronen, und es entsteht eine zufällige Impulsorientierung durch Mottstreuung. Der Energieübertrag bei der Streuung an den Elektronen führt anfangs überwiegend zur Anregung kernnaher Elektronen, so daß die zugehörigen Atome ionisiert werden. Mit abnehmender Energie spielt die Anregung von Valenzelektronen eine wichtigere Rolle. Dadurch reduziert sich die anfängliche Positronenenergie innerhalb von 0.1 ps auf die Größenordnung weniger eV.

0.1-10 ps, eV - meV: Inelastische Streuung an Leitungselektronen unter Bildung von Elektron-Loch-Paaren sowie die Plasmonenanregung dominieren den Thermalisierungsprozeß in Metallen für Positronenergien nahe der Fermienergie E_{F} ⁵. Schließlich ist die inelastische Streuung an Phononen in der letzten Stufe des Abbremsvorganges für Energien unterhalb E_{F} vorherrschend.

10-100 ps, thermische Energie: Nach dem Erreichen des thermischen Gleichgewichtes diffundiert das Positron durch den Kristall. Dabei überwiegt die quasi-elastische Streuung an Phononen, d.h. die Absorption und Emission von Phononen durch das Positron ist im zeitlichen Mittel ausgeglichen.

Die Streuung an Elektronen spielt eine untergeordnete Rolle. In einem klassischen Bild entspricht die Bewegung des Positrons durch den ungestörten Kristall einem beinahe isotropen "random walk"⁶. In dieser Phase kann es zur Bindung des Positrons an eine Haftstelle kommen.

Die Annihilation des Positrons mit einem Elektron kann in jeder der aufgeführten Phasen erfolgen. Allerdings zeigt die mittlere Lebensdauer von ca. 100 ps in

⁵ E_{F} bezeichnet die Fermienergie der Elektronen.

⁶Die Streuzentren (Atomkerne) sind aufgrund der Anisotropie des Gitters nur näherungsweise isotrop verteilt.

Metallen, daß der Großteil der Positronen tatsächlich bis auf thermische Energien abgebremst wird.

Die Aktivität der verwendeten Quellstärken von $\leq 30\mu\text{Ci}$ gewährleistet, daß sich zu jedem Zeitpunkt höchstens ein einzelnes Positron in der Probe befindet. Im Gegensatz zu den Elektronen unterliegt es daher nicht dem Pauliprinzip und kann immer den Grundzustand einnehmen.

An die Phase der Thermalisierung schließt sich die *Diffusion* des Positrons durch den Kristall an. Im semi-klassischen Bild des "random walk" kann die mittlere Diffusionslänge

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau_{\text{eff}}}$$

bis zur Annihilation des Positrons durch den Diffusionskoeffizienten D_+ und die effektive Lebensdauer τ_{eff} ausgedrückt werden.

D_+ wird durch die mittlere thermische Energie des Positrons sowie der mittleren freien Weglänge zwischen den Streueignissen bestimmt. Experimentell wurde in einkristallinem Kupfer $D_+ = 0.9 \text{ cm}^2/\text{s}$ gefunden [33]. Daraus ergibt sich bei einer theoretischen Lebensdauer des Positrons in einem ungestörten Kupferkristallgitter von $\approx 110 \text{ ps}$ [32, 31] eine mittlere Diffusionslänge von $L_+ = 240 \text{ nm}$. Die effektive Lebensdauer ist mit der effektiven Annihilationsrate λ_{eff} über

$$\tau_{\text{eff}}^{-1} \equiv \lambda_{\text{eff}} = \lambda_b + \kappa(\vec{r})$$

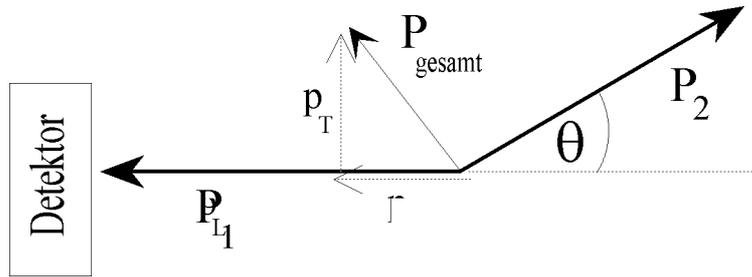
verknüpft. λ_b ist die Annihilationsrate im ungestörten Kristall und somit konstant für ein gegebenes Material. Die Einfangrate $\kappa(\vec{r})$ ist proportional zu der Defektdichte und abhängig von den Defektarten. Durch die Ortsabhängigkeit wird berücksichtigt, daß die Defektkonzentration lokal variieren kann.

Eine quantenmechanische Größe, die den delokalisierten Zustand des thermalisierten Positrons durch seinen Wellencharakter beschreibt, ist die de-Broglie-Wellenlänge

$$\Lambda_+ = \frac{h}{\sqrt{3m^*k_B T}} \approx 50 \cdot \sqrt{300 \text{ K}/T} \text{ \AA}.$$

Bei einer Temperatur des Kristallgitters von 300 K beträgt $\Lambda_+ \approx 50 \text{ \AA}$. Das Positron befindet sich während der Diffusion im Kristall in einem delokalisiertem Zustand, der sich in Kupfer bei Raumtemperatur über ca. 14 Gitterkonstanten ($a=3.6 \text{ \AA}$) erstreckt, und damit eine deutlich größere Ausdehnung besitzt als eine Leerstelle.

An Fehlern im Kristall, wo die Atomabstände aufgeweitet sind oder ganze Atome fehlen, ist das abstoßende Coulombpotential der Kerne erniedrigt. Dadurch entsteht ein attraktives Potential für die Positronen. So kann es dazu kommen, daß ein lokalisierter Zustand an einem Kristallfehler einen niedrigeren Energieeigenwert besitzt als der delokalisierte Zustand. In einem solchen Fall kann das Positron von der Fehlstelle *eingefangen* werden. Die dabei freiwerdende Energie wird an das Kristallgitter abgeführt. Mehr zur *Wechselwirkung mit Kristallfehlern* findet sich im gleichnamigen Kapitel 2.3.5.

Abbildung 2.14: Impulserhaltung in der 2- γ -Annihilation

2.3.4 Observablen der Positronenspektroskopie

In der Positronenspektroskopie gibt es im wesentlichen zwei physikalische Effekte, die experimentell zugänglich sind. Zum einen ist dies die Lebensdauer des Positrons, in der zu untersuchenden Probe, zum anderen die Impulsverteilung der Annihilationsquanten im Laborsystem, die in longitudinaler Richtung durch energieauflösende, in transversaler Richtung durch winkelauffösende Messungen erfaßt werden kann.

Die Ursache für die Doppler-Verbreiterung der 511 keV-Annihilationslinie liegt im Impuls des an der Annihilation beteiligten Elektrons. Betrachtet man die 2- γ -Annihilation von Elektron und Positron im *Schwerpunktsystem*, dann besitzen beide γ -Quanten jeweils eine Energie von 511 keV und werden unter 180° zueinander emittiert. Die gemeinsame Ruhemasse von Elektron und Positron von $2m_0c^2 = 1022$ keV ist dann symmetrisch auf beide γ -Quanten verteilt. Der Gesamtimpuls des Systems beträgt Null.

Im *Laborsystem* hingegen besitzt zwar das Positron im thermalisierten Zustand einen vernachlässigbar kleinen Impuls nicht aber das Elektron (Abb. 2.14). Der Gesamtimpuls P_{gesamt} des Systems ist daher ungefähr gleich jenem des Elektrons. Dieser muß nach der Annihilation erhalten bleiben. Daraus ergibt sich die beobachtbare Dopplerverschiebung in der Energie der Annihilationsquanten. Die gemessene Energie der γ -Quanten ändert sich dabei um $+\frac{1}{2}p_Lc$ bzw. $-\frac{1}{2}p_Lc$, wobei c die Lichtgeschwindigkeit und p_L die longitudinale Impulskomponente des Elektrons bezogen auf die Achse Detektor-Zerstrahlungsort bezeichnet.

Auf der anderen Seite bewirkt die transversale Impulskomponente, daß die γ -Quanten nicht mehr antiparallel sondern unter einem kleinen Winkel θ zueinander emittiert werden. Der transversale Anteil der Impulsverschiebung wird durch Winkelkorrelationsexperimente gemessen.

Die Annihilation des Positrons mit einem Elektron von 10 eV kinetischer Energie ändert beispielsweise die Energie eines γ -Quants um 1.6 keV, was mit einem Germanium-Detektor, wie er in dieser Arbeit eingesetzt wurde, nachgewiesen werden kann.

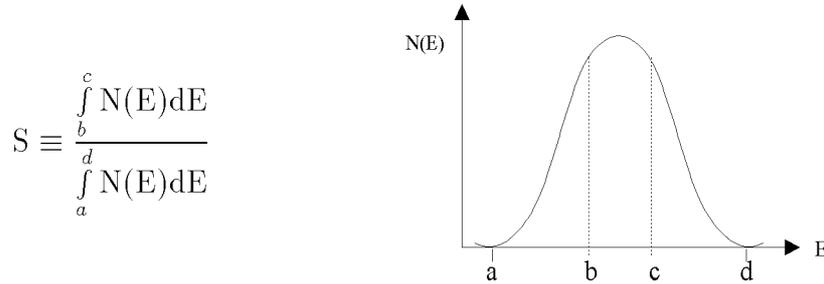


Abbildung 2.15: Definition des S-Parameters

Die Messung der Doppler-Verbreiterung gewährt daher Zugang zu einer Größe, die empfindlich auf die Impulse der Elektronen ist, mit denen die Positronen zerstrahlen.

Valenzelektronen besitzen nur eine geringe Bindungsenergie und somit auch einen kleinen Impuls, während die kernnah gebundenen Elektronen einen deutlich größeren Impuls aufweisen. ndern sich die Anteile dieser Elektronentypen, mit denen die Positronen zerstrahlen, dann folgt daraus eine meßbare Formänderung der Annihilationslinie.

Um einen empfindlichen Parameter für eine Formänderung der 511 keV-Annihilations-Linie zu erhalten, hat es sich bewährt, das Flächenverhältnis eines schmalen zentralen Bereiches dieser Linie zur Gesamtfläche zu bilden [35]. Dieser Parameter heißt S-Parameter (*shape-parameter*, siehe Abb. 2.15).

Nach der Thermalisierung, d.h. bei geringer Relativgeschwindigkeit v zu den Elektronen, hängt die Annihilationsrate

$$\Gamma = \sigma_2 v n_e = \text{const} \cdot n_e$$

des Positrons zum einen vom Wirkungsquerschnitt der 2-Photonen-Annihilation σ_2 ab, der proportional zu $1/v$ ist, zum anderen von der Elektronendichte n_e .

Die mittlere Lebensdauer $\tau_{e^+} \sim 1/\Gamma$ ist somit proportional zur Elektronendichte und unabhängig von der Geschwindigkeit v . Typische Werte in Metallen liegen zwischen 80 und 200 ps [31]. Die Bildung von Positronium wurde in Metallen nicht beobachtet, abgesehen von der Zerstrahlung in Hohlräumen, in denen sie denkbar ist.

Die experimentelle Bestimmung der Positronenlebensdauer erfolgt über zeitauflösende Messungen mit einem Lebensdauerspektrometer, wie es im Kapitel 4.1, *Messung der Positronenlebensdauer*, beschrieben wird.

2.3.5 Wechselwirkung von Positronen mit Kristallfehlern

Die Wechselwirkung zwischen einem Positron und den verschiedenen Fehlerrundungen des Kristallgitters bildet die Grundlage der Positronenspektroskopie. Im

folgenden Abschnitt werden daher die für die plastische Verformung wichtigsten Fehlstellentypen und ihre Wechselwirkung mit den Positronen diskutiert.

Die Lebensdauer der Positronen im ungestörten Gitter der wichtigsten Elemente kann heute in befriedigender bereinstimmung mit den experimentellen Werten berechnet werden [31]. Die Aussagen über den Einfluß der unterschiedlichen Kristallfehler auf die Annihilationscharakteristik sind bis auf die Rolle der Leerstellen weniger eindeutig.

Leerstellen bilden für die Positronen attraktive Potentiale, die in der Größenordnung von 1-2 eV tief sind [32]. Ein thermisch aktiviertes Entkommen ist daher ausgeschlossen, so daß sie effektive Einfangzentren darstellen.

Separate Leerstellen in der Kristallstruktur stellen dabei die tiefsten Potentiale für den Positroneneinfang dar, während Leerstellen, die sich an Versetzungslinien oder Stapelfehlern anlagern, etwas flacher sind. In der Tabelle 2.1 sind einige berechnete Werte für die Bindungsenergie E_b und die daraus resultierende Lebensdauer τ_{th} der Positronen an verschiedenen Leerstellentypen in Kupfer angegeben [32].

Defektyp	perf.Kristall	Leerstelle	L.+Versetzung	L.+Stapelfehler
E_b [eV]	-	1.6	0.8	1.2
τ_{th} [ps]	113	185	166	177

Tabelle 2.1: Theoretische Werte für die Bindungsenergie und die Lebensdauer von Positronen an unterschiedlichen Leerstellentypen. (L.=Leerstelle)

Bilden mehrere Leerstellen ein Leerstellenagglomerat, dann erwartet man eine Abhängigkeit der Positronenlebensdauer von dessen Größe. Mit zunehmender Größe steigt der Theorie zu Folge auch die Lebensdauer der Positronen innerhalb dieser Haftstelle bis zu einem Wert von ca. 450 ps an, bei dem das Agglomerat eine Größe von 50 Gitterplätzen umfaßt [31, 34]. Experimentelle Ergebnisse dazu weisen große Unsicherheiten in den bestimmten Lebensdauern auf, da in den durch Wärmebehandlung präparierten Proben ein Spektrum unterschiedlicher Agglomeratgrößen vorliegt [36].

Die experimentelle Beobachtung, daß plastische Verformung insbesondere die Wechselverformung von Metallen die mittlere Positronenlebensdauer deutlich vergrößert [39], legt die Frage nach der Bedeutung der Versetzungen nahe. Ihre Dichte steigt während der plastischen Verformung drastisch an.

Aus Restwiderstandsmessungen ist bekannt, daß besonders in Aluminium [45] aber auch in Kupfer [24] die Einfach Leerstellen bei Raumtemperatur beweglich sind und an Versetzungen annihilieren oder elastisch gebunden werden. Sie stehen dann nicht mehr in großer Zahl als separate Einfangpotentiale für die Positronen zur Verfügung.

Die Frage, ob der Versetzungskern an sich eine Haftstelle bildet, oder ob es vielmehr mit der Versetzung assoziierte atomare Fehlstellen sind, die den Positroneneinfang verursachen, hat sich bisher nicht eindeutig klären lassen.

Der Versetzungskern ist nach heutiger Meinung ein eher flaches Potential [31], das erst bei niedrigen Temperaturen ≤ 100 K als Einfangzentrum in Erscheinung tritt [46]. Neuere Berechnungen führen zu Potentialtiefen von $\leq 60-80$ meV, aus denen die thermische Anregung der Positronen bei Raumtemperatur ohne weiteres möglich ist [32, 40]. Bei so flachen Potentialen unterscheidet sich die Positronenlebensdauer aber nicht wesentlich von jener im ungestörten Kristall.

Eine mögliche Einfangstelle für die Positronen bilden die an eine Versetzung elastisch gebundenen Leerstellen oder einzelne Versetzungssprünge. Ein Versetzungssprung (Jog) bildet Rechnungen zu folge ein attraktives Potential für Positronen, das etwas flacher aber vergleichbar den separaten Einfachleerstellen ist [40].

Daß die Annihilation in der Tat aus einem *leerstellenartig* lokalisierten Zustand erfolgt, wird auch durch Winkelkorrelationsmessungen nahegelegt, die ein isotropes Verhalten des Elektronenimpulses am Zerstrahlungsort zeigen [47].

Diesen theoretischen berlegungen und Rechnungen stehen insbesondere beim Einsatz der Positronenspektroskopie auf dem Gebiet der plastischen Verformung nur wenige systematische Experimente gegenüber. Daher stand in dieser Arbeit die Schaffung der experimentellen Voraussetzungen für die in-situ-Positronenspektroskopie an plastisch verformten Metallen im Vordergrund, die eine eindeutige Zuordnung der Positronenmeßgrößen zum Verformungsgrad der untersuchten Probe gestattet. Die dazu entwickelte Verformungsapparatur wird im anschließenden Kapitel vorgestellt.

Kapitel 3

Aufbau einer Verformungsapparatur

Für die kontrollierte Verformung standardisierter Proben im Mikrometerbereich wurde eine Apparatur entwickelt, deren Antrieb auf einem Piezotranslator basiert.

Die Proben besaßen eine zylindrische Form. Bei einer Gesamtlänge von ca. 5 cm und einem Durchmesser von 5 mm waren sie in der Mitte auf einer Länge von ca.

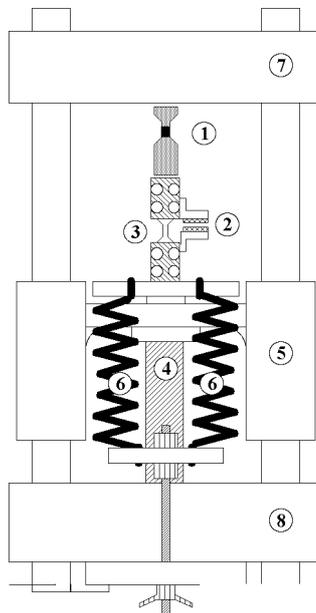


Abbildung 3.1: Schema der Verformungsapparatur: 1) Kraftmeßdose, 2) kapazitive Wegsensoren, 3) Probe, 4) Piezotranslator, 5) bewegliches Mitteljoch, 6) Federn für Vorspannung, 7)+8) oberes und unteres Joch

10 mm verjüngt. Die Verjüngung sorgt dafür, daß sich die Proben nur in einem wohldefinierten Gebiet mit dem geringsten Querschnitt und somit der höchsten Zugspannung verformen.

Bei der mechanischen Konstruktion wurde besonderer Wert auf die Steifigkeit des Rahmens und der belasteten Teile gelegt, damit der Verlust an effektivem Stellweg aufgrund der elastischen Verformung der belasteten Apparatur möglichst gering ausfällt. Auf Abbildung 3.1 befindet sich eine Schemazeichnung der realisierten Apparatur.

Um eine kontrollierte Verformung durchführen zu können, müssen die auf die Probe einwirkende *Kraft* und die *Längenänderung* gemessen werden. Dazu werden zwei Meßgrößenaufnehmer benötigt, die in den folgenden Abschnitten zusammen mit den Eigenschaften des Piezotranslators im Detail vorgestellt werden. Daran schließt sich eine kurze Beschreibung der selbstentwickelten Software an, die die Steuerung der Apparatur und die Meßwerterfassung ausführt.

3.1 Komponenten

3.1.1 Kraftmeßdose

Eine Methode, um Kräfte zu messen, basiert auf der Empfindlichkeit von Dehnmeßstreifen (DMS) gegenüber kleinen Längenänderungen. Der in der Abbildung 3.2 dargestellte Aufbau beruht auf diesem Prinzip. Die Längenänderung eines Rohres wird dabei mit Hilfe von vier DMS gemessen, die zu einer Wheatstoneschen-Brücke verschaltet sind.

Durch eine geeignete Dimensionierung des Rohres wurde ein Kompromiß zwischen hoher Auflösung und geringer elastischer Verformung gefunden. Die Auslegung der Kraftmeßdose erfolgte für einen Belastungsbereich von ± 2 kN. Dazu wurde ein zylindrisches Bronze-Vollmaterial (E-Modul=116 GPa [56]) auf einer Länge von 15 mm auf eine Wandstärke von 0.5 mm bei einem Innendurchmesser von 19 mm abgedreht. Daraus ergibt sich ein belasteter Querschnitt von 30.6 mm^2 . In dem abgedünnten Bereich maximaler Verformung wurden die DMS aufgeklebt. Die eingesetzten DMS sind ohmsche Widerstände von $R = 350 \Omega$, die auf Längenänderungen mit einer Änderung ihres Widerstandes reagieren. Sie werden durch einen dimensionslosen Proportionalitätsfaktor k charakterisiert, der durch die Beziehung

$$\frac{\Delta R}{R} = k \cdot \frac{\Delta L}{L}$$

zwischen der relativen Längen- und Widerstandsänderung definiert wird. Für die eingesetzten DMS¹ beträgt $k = 2.0$. Bei der Auswahl spielt die Größe und das Temperaturverhalten eine wichtige Rolle. Der Temperatureausdehnungskoeffizient α sollte auf das Basismaterial, auf das die Dehnmeßstreifen aufgeklebt werden,

¹LK-11 der Serie K von Hottinger und Baldwin

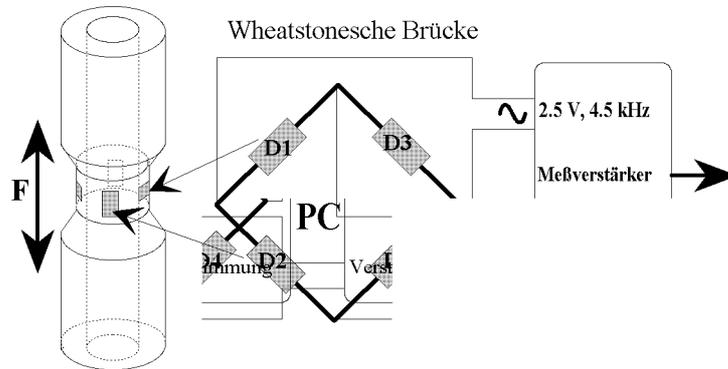


Abbildung 3.2: Kraftmeßdose - die DMS, D1 bis D4, sind zu einer Wheatstoneschen-Brücke verschaltet.

abgestimmt sein. Es wurden DMS mit einem auf Stahl abgestimmten $\alpha = 10.8 \cdot 10^{-6}$ gewählt.

Welche Längenänderungen meßbar sind, liegt an der Empfindlichkeit, mit der die Widerstandsänderung der DMS erfaßt wird. Eine bewerte Methode, um sehr empfindlich zu messen, ist die Anwendung einer Wheatstoneschen-Brücke. Dazu werden zwei DMS parallel zur Kraftachse und die anderen beiden senkrecht dazu angeordnet (Abb. 3.2). Mit Hilfe dieser Ausrichtung und der Brückenschaltung wird der Effekt der Querdehnung bzw. Querkontraktion automatisch kompensiert. Diese Schaltung ermöglicht es, relative Längenänderungen der Dehnmeßstreifen von $\varepsilon = 10^{-6}$ zu messen.

Die Brücke wird durch eine Wechselspannung von 2.5 V und 4.5 kHz gespeist, die der Meßverstärker zur Verfügung stellt. Die Größe der Amplitude stellt dabei einen Kompromiß zwischen Meßempfindlichkeit und den auftretenden Wärmeverlusten dar, die die Messung beeinflussen können. Die Verwendung einer hohen Trägerfrequenz von 4.5 kHz ermöglicht einerseits eine einfache und effektive Unterdrückung von Störsignalen durch den Meßverstärker und andererseits eine große bertragungsbandbreite. Deshalb eignet sich der Verstärker auch für schnelle Kraftwechsel bei hohen Verformungsfrequenzen.

Befindet sich die DMS-Brücke für das unbelastete Rohr im ausgeglichenen Zustand, das bedeutet, der Mittelabgriff ist spannungsfrei, dann führt eine einwirkende Kraft zu einer Längenänderung des Rohres, die wiederum eine Verstimmung der Brücke verursacht. Diese elektrische Spannung ist für kleine Dehnungen, die hier über den gesamten Einsatzbereich auftreten, linear zur Kraft [60]. Die Proportionalitätskonstante zwischen der Ausgangsspannung ΔU des Verstärkers und der einwirkenden Kraft F wurde experimentell mittels bekannter Gewichte in einem Bereich von ± 1370 N bestimmt. Die Eichgerade ist in Abbildung 3.3 dargestellt. Die ermittelte Eichkonstante beträgt 470 N/V.

Die absolute Genauigkeit der Kraftmessung wurde bei der Eichung durch die Re-

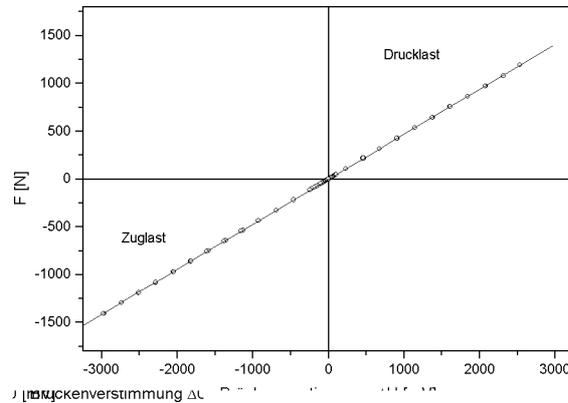


Abbildung 3.3: Eichung der Kraftmeßdose - mit folgenden Parametern: Brückenspannung 2,5 V, Empfindlichkeitbereich 2 mV/V. Die Regression lieferte $F \text{ [N]} = -1.5(2) \text{ N} + 0.4705(2) \text{ N/mV} \cdot \Delta U \text{ [mV]}$.

produzierbarkeit verschiedener Belastungen ermittelt. Sie beläuft sich auf $\pm 2 \text{ N}$. Die Kraftmeßdose kann nur dann zuverlässig arbeiten, wenn ihre Belastung axial erfolgt und Biegemomente vermieden werden. Sie wurde daher entlang der Verformungsachse in die Apparatur integriert und der freie, verbiegungsanfällige Teil möglichst kurz gehalten.

3.1.2 Wegaufnehmer

Als zweite Meßgröße wird die Längenänderung der Probe während der Verformung durch ein kapazitives Verfahren gemessen.

Zwei polierte, parallele Platten aus Aluminium bilden einen Kondensator mit einem Luftspalt. Bei einem Nominalabstand der Platten von $300 \mu\text{m}$ besitzt dieser Kondensator eine Kapazität von 3.3 pF . Der zugehörige Ladungs-Meßverstärker verfügt intern über einen Referenzkondensator der gleichen Kapazität. Ändert sich der Abstand zwischen den Platten, so bewirkt dies eine Kapazitätsänderung, die der Verstärker in eine der Abstandsänderung proportionale Ausgangsspannung umwandelt ².

Die mechanische Justierung der Platten auf den Nominalabstand geschieht über eine Mimik, die aus einem in zwei Richtungen verkippbaren oberen Plattenhalter und einem verschiebbaren unteren Plattenhalter besteht. Bei der Ausrichtung ist besonders auf die Parallelität der Platten zu achten, damit die lineare Beziehung zwischen Ausgangsspannung und Abstandsänderung erhalten bleibt.

²Die Änderung der Kapazität C eines Plattenkondensators verläuft eigentlich $C \sim 1/d$, wobei d der Plattenabstand ist. Nimmt man an, daß die Ladung Q auf den Platten konstant ist, ergibt sich aber aus $U = Q/C$, daß sich die Spannung an den Platten mit $U \sim d$ ändert.

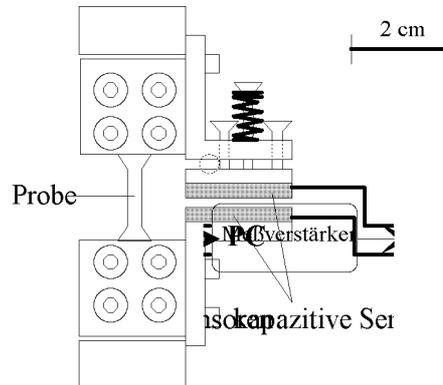


Abbildung 3.4: Kapazitive Wegaufnehmer

Die ebenfalls auf einer Trägerfrequenz basierende Meßelektronik kann Abstandsänderungen der Platten von ca. $0.1 \mu\text{m}$ auflösen bei einer Übertragungsbandbreite von 1.5 kHz . Der nutzbare Meßbereich beträgt symmetrisch um den Nominalabstand $\pm 150 \mu\text{m}$. Die Längenänderungen in diesem Bereich werden in Ausgangsspannungen von $\pm 5 \text{ V}$ abgebildet, wobei der Nullpunkt variabel ist. Die bauartbedingte Proportionalitätskonstante beträgt $30 \mu\text{m/V}$.

3.1.3 Piezotranslator

Ein Piezotranslator³ dient als Antrieb für die Verformungsapparatur. Er besteht aus einem Stapel dünner Piezokeramiken, die elektrisch parallel geschaltet sind. Der inverse piezoelektrische Effekt bewirkt, daß eine angelegte Spannung zu einer mikroskopischen Ausdehnung der Keramikscheibchen führt. Für den eingesetzten Translator beträgt die maximale Längenänderung im unbelasteten Zustand $l_0 = 180 \mu\text{m}$ bei einer angelegten Spannung von -1000 V . Die maximale Kraft, die er dabei aufzubringen vermag, ist mit 4.5 kN angegeben.

Piezoelemente zeigen ein Hystereseverhalten, das 10-15% des maximalen Hubes ausmacht. So bleibt für einen Spannungsverlauf von 0 Volt auf Maximalspannung und zurück auf 0 Volt eine remanente Polarisierung zurück, die durch Anlegen eines umgekehrt polarisierten Koerzitivfeldes beseitigt werden kann. Der Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und resultierender Ausdehnung ist daher nicht linear. In einem gewissen Rahmen ist es sinnvoll einen Piezo bipolar zu betreiben, um Spannungsspitzen, die in den Bereich der Maximalspannung kommen, zu vermeiden. Auf bis zu ca. 30% Gegenspannung reagiert die Keramik nämlich mit Zusammenziehen, so daß sich der nutzbare Stellbereich durch die reduzierte Spitzenspannung nicht ändert.

Der in der Verformungsapparatur eingesetzte Piezotranslator wurde in einem

³Stapeltranslator P-239.180 von PI

Spannungsbereich von -750 bis +250 V betrieben. Der Punkt der mittleren Ausdehnung, das ist der Nullpunkt für die Wechselverformung, liegt somit bei -250 V. Der durch die Hysterese verursachte nichtlineare Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und Stellweg erfordert für die absolute Positionierung eine Regelung, die dieses Verhalten ausgleicht. Die Details zur Regelung werden im Abschnitt 3.2, *Steuerung und Datenverarbeitung*, erläutert.

Das Verhalten der maximal erreichbaren Ausdehnung des Piezos unter konstanter oder federnder Belastung entscheidet über die effektiven Stellwege, die die Verformungsapparatur ausführen kann.

Grundsätzlich begrenzt eine konstante Kraft F , die der Bewegung des Translators entgegenwirkt, nicht seine Ausdehnungsfähigkeit. Die Kraft drückt den Piezo entsprechend seiner Steifigkeit von $c_T = 40 \text{ N}/\mu\text{m}$ [55] um die Länge

$$l_1 = \frac{F}{c_T}$$

zusammen. Eine federnde Belastung, bei der die aufzuwendende Kraft proportional zur Ausdehnung steigt, $F = -c_F \Delta l$, reduziert den effektive Stellweg Δl des Translators vom Leerlaufhub l_0 auf

$$\Delta l = l_0 \cdot \frac{c_T}{c_T + c_F}.$$

Theoretisch ergibt sich bei der verwendeten Probenform⁴ für Kupfer (E-Modul=125 GPa [56]) eine Federkonstante der Probe von $c_F = 156 \text{ N}/\mu\text{m}$. Unter der Annahme, daß sich die Probe rein elastisch verformt, beträgt der effektive Stellweg des Piezos dann nur noch $37 \mu\text{m}$. Bezogen auf eine Länge von 10 mm entspricht dieses einer relativen Verformung der Probe um über 3%. Kupfereinkristalle verformen sich bereits bei viel geringeren Dehnungen von $\varepsilon \approx 10^{-4}$ plastisch, so daß der effektive Stellbereich doch deutlich größer ist. Bei Wechselverformungen wurden mit Kupfereinkristallen Amplituden von bis zu $35 \mu\text{m}$ realisiert.

Für eine Wechselverformung müssen sowohl Druck- als auch Zugkräfte auf die Probe wirken. Der Piezotranslator kann aber nur Druckkräfte aufbringen. Dieses Problem wurde durch Federn gelöst, die mit einer konstanten Kraft von maximal 2 kN den Translator zusammendrücken. Der Stellweg wird dadurch nicht beeinträchtigt, da die Längenänderungen des Piezos bezogen auf die Ausdehnung der Federn vernachlässigbar gering ist. Verlegt man die Nullstellung in den halbausgedehnten Zustand des Piezos, dann ist um diesen Punkt eine symmetrische Wechselverformung möglich. Die Federn realisieren die Zugverformung, während der Piezo die Druckkräfte übernimmt. Die Federvorspannung muß ausreichen, um die maximal auftretenden Zugkräfte zu bewältigen.

⁴Verformungslänge = 10 mm und Querschnittsfläche = 12.5 mm^2

Die mechanische Konstruktion gewährleistet eine rein axiale Belastung des Piezotranslators. Dazu dienen Kugelgelenke an beiden Enden des Piezos und eine Linearführung des mittleren Jochs, das durch den Translator bewegt wird.

Für den dynamischen Einsatz muß man die Resonanzfrequenz des bewegten Teils der Apparatur kennen. Sie wird durch die Masse der bewegten Teile, das sind der Piezo (m_p) und das mittlere Joch (M), festgelegt [55].

$$f_{\text{res}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{c_T}{m_p + M}}$$

Größenordnungsmäßig liegt die Resonanzfrequenz unserer Verformungsapparatur bei $f_{\text{res}} \approx 500$ Hz, bei einer bewegten Masse von ca. 4 kg. Durch die Reduktion dieser Masse kann die Resonanzfrequenz weiter erhöht werden.

Die schnellen Längenänderungen im dynamischen Betrieb erfordern eine ausreichende Leistung vom Hochspannungsverstärker, der die zur Umladung des Piezos notwendige Ladung hinreichend schnell bewegen muß. Elektrisch können Piezotranslatoren als eine Kapazität mit sehr hohem Innenwiderstand beschrieben werden. Für eine sinusförmige Ansteuerung mit der maximalen Amplitude $U=500$ V und einer Frequenz $f=50$ Hz ergibt sich der Spitzenstrom I_{max} und die Leistung P aus

$$I_{\text{max}} = \pi \cdot f \cdot C \cdot U \quad \text{bzw.} \quad P = \pi \cdot f \cdot C \cdot U^2.$$

Die Kapazität des eingesetzten Piezotranslators beträgt $C = 3 \mu\text{F}$ [55], so daß sich $I_{\text{max}}=0.24$ A und $P=118$ W ergibt. Für Experimente mit geringeren Amplituden und hohen Frequenzen reicht die Leistung des eingesetzten Verstärkers von 100 W voll aus.

3.2 Steuerung und Datenverarbeitung

Kennzeichen einer universellen Verformungsapparatur ist es, daß der Benutzer eine Verformungsvorschrift vorgibt, und die Apparatur diese geregelt auf die Probe anwendet. Die Schnittstelle zwischen Maschine und Benutzer, die dieses ermöglicht, bildet eine selbstentwickelte Software, die auf einem PC installiert ist. Ihre wichtigsten Aufgaben gliedern sich in

- Definition der Versuchsparameter,
- Steuerung der Piezobewegung,
- Steuerung der Verformung mit simultaner Meßwerterfassung und graphischer Darstellung.

Bevor diese Punkte im Detail erläutert werden, muß auf eine notwendige Erweiterung des eingesetzten Rechners hingewiesen werden. Die Kommunikation zwischen der Software und der Hardware außerhalb des Computers erfolgt über eine

AD-DA-Wandlerkarte⁵. Sie wandelt die von den beiden Meßverstärkern für die Weg- und die Kraftmessung generierten analogen Spannungssignale in digitale 12-Bit-Zahlen um (AD-Wandlung), die dann von der Software weiterverarbeitet werden können. Auf der anderen Seite kann sie Steuerwerte, die intern als 12-Bit-Zahlen vorliegen, extern als Spannungen ausgeben (DA-Wandlung) und damit den Analogeingang des Hochspannungsverstärker für den Piezotranslator ansteuern.

3.2.1 Versuchsparmeter

Bei einer geregelten Verformung wird eine der beiden Größen Kraft F oder Weg x einer Sollfunktion nachgeführt, die zu jedem Zeitpunkt t einen Sollwert $x(t)$ oder $F(t)$ definiert.

In der aktuellen Version erlaubt die Verformungsapparatur, die gesamte Längenänderung x als Regelgröße vorzugeben.

Die Definition der Sollfunktion erfolgt in zwei Schritten. Dazu gehört zunächst die Festlegung, ob es sich um eine einsinnige Verformung oder eine Wechselverformung handelt. Im Falle der einsinnigen Verformung, d.h. Zug- oder Druckversuch, besteht die Sollfunktion aus einer Rampe mit positiver oder negativer Steigung. Diese wird durch Angabe der Steigung \dot{x} sowie eines Grenzwertes x_{\max} festgelegt. Für symmetrische Wechselverformungen stehen zwei Funktionstypen zur Auswahl. Die Sinus- und die Dreieckfunktion werden durch eine Frequenz f und eine Amplitude x_{\max} definiert. Das Versuchsende wird bei zyklischen Belastungen durch die Anzahl der zu durchlaufenden Zyklen bestimmt.

3.2.2 Steuerung der Piezoausdehnung

Die Steuerung des Piezotranslators erfolgt durch den DA-Wandler auf der Rechnerkarte, der einen Sollwert an den Analogeingang des Hochspannungsverstärkers gibt (Abb. 3.5).

Die Spannungssignale des Wandlers im Bereich von 0 bis -10 V werden durch die Regeleinheit des Piezos, das Piezo-Control-Modul, in Hochspannungen für die Ausdehnung des Translators umgesetzt. Dazu besitzt diese Einheit zwei Eingänge und einen Ausgang. Die kapazitiven Abstandssensoren liefern das eine Eingangssignal, während der DA-Wandler das andere vorgibt. Der Ausgang führt zum Hochspannungsverstärker. Wie das Sollsignal des DA-Wandlers sich auf den Hochspannungsausgang und dadurch auf den Translator auswirkt, bestimmt der Modus, in dem das Modul betrieben wird.

Befindet sich das Piezo-Control-Modul im *VC-Mode* (Voltage Control), dann wird der Sollwert direkt in eine dazu proportionale Ausgangsspannung des Hochspannungsverstärkers umgewandelt. Der Verstärkungsfaktor beträgt 100, so daß eine

⁵LabCard PCL-812G von Messcomp Datentechnik

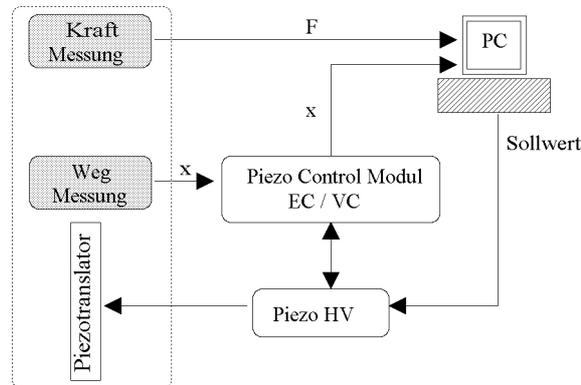


Abbildung 3.5: Schema der Steuerung des Piezotranslators

DA-Wandlerspannung von -10 V zu einer Ausgangsspannung von -1000 V am Piezo führt. Die Bewegung des Piezos erfolgt also spannungsgeregt.

Im anderen Fall befindet sich die Regeleinheit im *EC-Mode* (Expansion Control). In diesem Modus wird der durch den Rechner vorgegebene Sollwert auf die Stellung der Wegsensoren (Ist-Wert) bezogen, und die Hochspannungsversorgung des Piezos so nachgeregt, daß die Abweichung zwischen Ist- und Sollwert minimiert wird. Es handelt sich dabei um einen geschlossenen Regelkreis, da Längenänderungen des Piezos über die Wegsensoren zurückgekoppelt werden.

Eine durch den Rechner vorgegebene Längenänderung wird im EC-Mode des Piezo-Control-Moduls direkt auf die Probe übertragen, da die Längenmessung an der Probe selbst und nicht am Piezo erfolgt. Elastische Anteile der Apparatur werden dadurch automatisch kompensiert.

Die relative Genauigkeit, mit der die Längenänderung einer Probe ausgeführt wird, läßt sich aus der Auflösung der Wandlerkarte berechnen, da die kleinste darstellbare Änderung durch das letzte Bit gegeben wird. 12-Bit, auf ein Spannungsintervall der Sollwerte von 0 bis 10 V bezogen, entsprechen einer Schrittweite von 2.4 mV . Im VC-Mode führt dies zu einer Stellgenauigkeit von 0.24 V oder $0.04\text{ }\mu\text{m}$, wenn der Leerlaufhub des Piezos von $180\text{ }\mu\text{m}$ berücksichtigt wird. Im EC-Mode bezieht sich das Steuersignal auf den Abstand der kapazitiven Sensoren. Der Stellbereich, in dem diese arbeiten, beträgt $300\text{ }\mu\text{m}$. Daraus ergibt sich eine Stellgenauigkeit von $0.07\text{ }\mu\text{m}$. Aus dieser Abschätzung erkennt man, daß die 12-Bit Auflösung des DA-Wandlers geeignet ist, einen quasi kontinuierlichen Kurvenverlauf vorzugeben.

3.2.3 Steuerung der Verformung mit paralleler Meßwerterfassung

Um die Eingaben des Benutzers in den Einheiten [N] oder [μm] und die Spannungen der Meßverstärker in einander umrechnen zu können, benötigt das Steuerprogramm die Angabe der Proportionalitätsfaktoren für die Kraft- und die Wegmessung. Diese wurden im Fall der Kraftmeßdose ermittelt zu 470 N/V. Für die Wegsensoren ergibt sich bauartbedingt 30 $\mu\text{m}/\text{V}$.

Startet der Benutzer nach der Festlegung der Versuchsparameter das Experiment, dann führt das Programm zunächst eine zeitliche Diskretisierung der Sollfunktion durch. Dazu zerlegt es das gewünschte $x(t)$ in zeitlich diskrete Blöcke konstanter Breite Δt . Ein Zeitschritt besitzt die Länge 2.5 ms, was einer Abtastfrequenz von 400 Hz entspricht. Das Programm nährt die Sollfunktion an, in dem es pro Sekunde 400 Sollwerte berechnet. Für die Wechselverformung werden diese für einen gesamten Zyklus in einem Puffer gespeichert. Während der Verformung kann dann aus diesem Puffer jeweils der nächste Werte ausgelesen werden, ohne daß jedesmal Rechenzeit für die sich wiederholende Sequenz gebraucht wird.

Aus der endlichen Größe des Puffers ergibt sich eine Grenze für sehr geringe Verformungsfrequenzen. Bei einer Frequenz von 0.05 Hz dauert ein Zyklus 20 s, und es werden dafür 8000 Sollwerte berechnet. In der jetzigen Version der Software ist damit der Puffer erschöpft.

Natürlich entspricht der Funktionsverlauf nach der Diskretisierung nicht mehr einer glatten Kurve, aber die Approximation ist aufgrund der 12-Bit Auflösung des Wandlers ausreichend gut. Allerdings wird die Ungenauigkeit durch die konstante Abtastrate mit zunehmender Frequenz der Sollfunktion größer. Im Bereich von $f \leq 4$ Hz beträgt die Anzahl der Punkte, mit der $x(t)$ dargestellt wird, aber mindestens noch 100 und ist daher hinreichend genau. Sollen später einmal höhere Frequenzen realisiert werden, muß die Abtastrate ebenso erhöht werden.

Im Falle einer Zug- oder Druckverformung ist die Berechnung der Sollwerte im voraus nicht sinnvoll, da es keine periodische Wiederholung gibt. Durch die meist geringen Verformungsraten genügt es, den jeweils nächsten Sollwert für $x(t)$ während des Versuches zu berechnen, wodurch die Versuchsdauer unabhängig von der Puffergröße ist.

Die Umsetzung der benutzerdefinierten Funktion $x(t)$ in eine Bewegung des Piezos erfolgt durch die Ausgabe der berechneten Sollwerte als Spannungen über den DA-Wandler. Das Programm *steuert* dabei lediglich die Verformung durch die Vorgabe der Sollfunktion, während die Regelung das Piezo-Control-Modul im EC-Mode übernimmt.

Aus der Abtastfrequenz der Sollfunktion von 400 Hz ergibt sich, daß die Sollwerte ebenfalls mit dieser Frequenz ausgegeben werden müssen, um die definierte Funktion als Längenänderung der Probe zeitlich korrekt zu realisieren.

An dieser Stelle kommt die Meßwerterfassung parallel zur Verformung ins Spiel. Die auf die Probe ausgeübte Kraft und die ausgeführte Verformung werden über

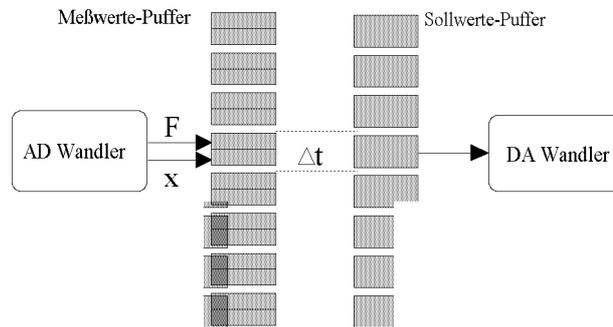


Abbildung 3.6: Prinzip der Meßwertspeicherung und Sollwertausgabe

zwei AD-Eingänge ebenfalls mit einer konstanten Frequenz von 400 Hz in den Rechner eingelesen. Der Karte kann dabei softwaremäßig die Frequenz und Anzahl der einzulesenden Wertepaare Weg/Kraft vorgegeben werden, die sie dann in einen zuvor festgelegten Puffer schreibt. Der Status dieses Puffers generiert dabei gleichzeitig den Takt für die Sollwert-Ausgabe. Sobald ein neues Wertepaar eingetroffen ist, wird der nächste Sollwert ausgegeben. Dadurch ergibt sich eine mit konstanter Frequenz ablaufende Prozedur, die aus dem Einlesen der Meßwerte und der Ausgabe des Steuerwertes besteht (Abb.3.6).

Der Puffer für die Wertepaare Weg/Kraft ist so dimensioniert, daß jeweils ein ganzer Zyklus bei der Wechselverformung und eine konstante Anzahl von Meßwerten bei der einsinnigen Verformung abgespeichert werden kann, bevor er wieder überschrieben wird.

Parallel zu dieser zyklisch ablaufenden Prozedur erfolgt die graphische Darstellung der aktuellen Meßwerte auf dem Bildschirm. So kann das Aussehen der Hystereseschleife bzw. das Verfestigungsverhalten direkt während des Versuchs beurteilt werden.

Um weitere on-line Informationen über den Status der Probe zu erhalten, erfolgt im Zug- oder Druckversuch die Angabe der aktuellen Meßwerte für Kraft und Längenänderung. Bei Wechselverformungen werden die minimale F_{\min} und die maximale F_{\max} Kraftamplitude zusammen mit der Öffnung der Hystereseschleife bei Kraft Null ermittelt und ausgegeben. Aus den Kraftamplituden kann man mittels der Probenparameter μ und A die Schubspannungsamplitude $\hat{\tau}$ berechnen:

$$\hat{\tau} = \frac{\mu}{A} \cdot \frac{F_{\max} - F_{\min}}{2}$$

Die Öffnung der Hystereseschleife im i -ten Zyklus $\Delta x_{F=0,i}$ entspricht der doppelten plastischen Verformungsamplitude und wird von der Software während der Verformung bestimmt. Durch Summation über alle N Zyklen erhält man einen Wert, der unter Kenntnis der Probenparameter μ und L in die kumulative Abgleichung

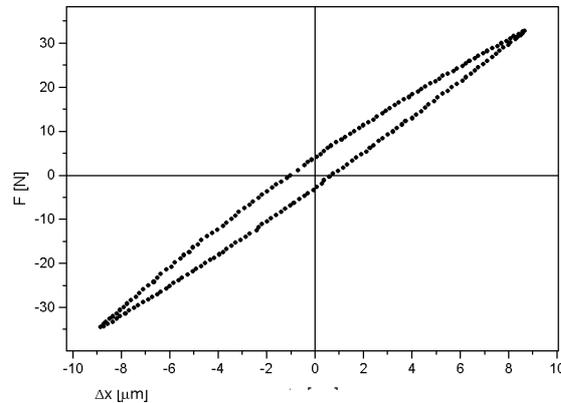


Abbildung 3.7: Hystereseschleife gespeichert mit 200 Punkten - Versuchsparameter: $f = 1$ Hz, Amplitude= $9 \mu\text{m}$

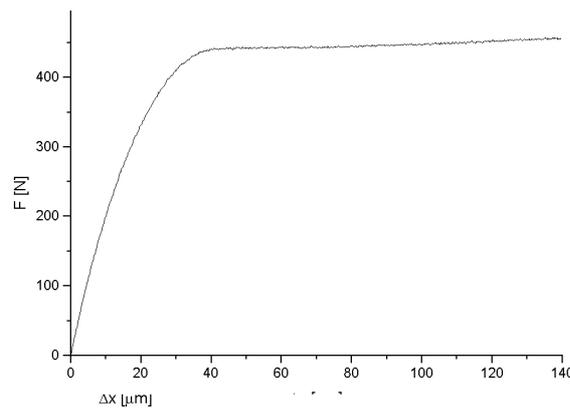


Abbildung 3.8: Zugversuch an einem vorverformten Kupfereinkristall - Versuchsparameter: $\dot{x} = 1 \mu\text{m/s}$, $x_{\text{max}} = 140 \mu\text{m}$

γ_{cum} umgerechnet werden kann:

$$\gamma_{\text{cum}} = \frac{1}{\mu L} \cdot 2 \cdot \sum_{i=1}^N \Delta x_{F=0,i}$$

Dabei bezeichnet L die Meßlänge auf der die Verformung stattfindet. Die beiden mechanischen Größen $\hat{\tau}$ und γ_{cum} werden später zur Beschreibung der Verformung in der Auswertung der Experimente benötigt.

Gespeichert werden bei Wechselverformungen nicht alle Zyklen, sondern nach einem quasi logarithmischen Verfahren nur jeweils der 1, 2, ..., 10, 20, ..., 100, 150, ..., 1000, 1100, ..., 10000, 10500, ... Zyklus zusammen mit dem aktuellen Wert von γ_{cum} . Dadurch können die mechanischen Daten nach dem Versuch schnell aus-

gewertet werden, und der Fehler bei der Bestimmung von γ_{cum} ist kleiner, da über die Öffnung *aller* Hystereseschleifen summiert wird. Aus Gründen der Datenreduktion werden nur 200 der insgesamt 400 Meßwerte pro Sekunde abgespeichert, da bei niedrigen Verformungsfrequenzen diese Zahl voll ausreicht, um eine Hystereseschleife wie in Abbildung 3.7 zu beschreiben. Die Speicherung der Meßwerte einer einsinnigen Verformung geschieht dagegen kontinuierlich mit 10 Werten pro Sekunde. Ein Beispiel sieht man in Abbildung 3.8.

Die mechanischen Meßwerte liegen nach Versuchsende in einer kompakten Datei vor, die mittels eines kleinen Hilfsprogramms in das ASCII-Format überführt werden kann. Die Versuchsparameter werden ebenfalls in einer Datei abgelegt.

3.3 Leistungsmerkmale

Die vorgestellte Verformungsapparatur wurde für die dehnungsgeregelte Verformung von Standardproben entwickelt. Grundsätzlich sind sowohl einsinnige als auch zyklische Verformungen durchführbar.

Der Leerlaufhub von $180\ \mu\text{m}$ des Piezotranslators begrenzt die maximale Amplitude in Wechselverformungsexperimenten auf die Größenordnung von $\varepsilon = 10^{-3}$ bei einer Verformungslänge der Probe von 10 mm. Für Experimente mit geringer plastischer Verformung ist dieser Bereich aber ausreichend.

Mit der aktuellen Version der Software können Frequenzen der Sollfunktion zwischen 0.05 und 4 Hz realisiert werden, wobei die Datennahme mit einer konstanten Frequenz von 400 Hz für die Wertepaare Kraft/Weg abläuft. Als Sollfunktionen stehen bei Wechselverformungen nullpunktsymmetrische Sinus- und Dreieckfunktionen zur Verfügung.

Einsinnige Verformungen lassen sich aufgrund des geringen Stellweges des Piezotranslators nur in begrenztem Rahmen durchführen. Zugversuche unterliegen dabei geringeren Beschränkungen als Druckversuche, da die Federn im Zugversuch die Kraft aufbringen und nicht der Piezo. Die Verkürzung des Stellweges aufgrund einer federnden Belastung durch die Probe entfällt somit. Anders ist dies im Druckversuch, wo die elastische Verformung der Probe zu einer ansteigenden Kraft führt, die der Ausdehnung des Translators entgegenwirkt. Der effektive Stellweg wird daher im Druckversuch mit zunehmender Verfestigung der Probe verringert.

Durch den Antrieb mit einem Piezotranslator besitzt die Apparatur ein bislang noch nicht umgesetztes Potential. Er ermöglicht Verformungsfrequenzen, die deutlich höher sind, als die mit Standardverformungsmaschinen erreichbaren. Die Dauer von Ermüdungsexperimenten kann dadurch stark verkürzt werden. Allerdings erfordert die Ausnutzung dieser Fähigkeit neben mechanischen Anpassungen eine schnellere Meßwerterfassung und gegebenenfalls eine davon getrennte Steuerung der Apparatur.

Kapitel 4

Meßmethoden der Positronenspektroskopie

Im Rahmen dieser Arbeit wurden sowohl Messungen der Positronenlebensdauer als auch Messungen des S-Parameters durchgeführt. Beide Methoden werden in diesem Kapitel im Hinblick auf ihre experimentelle Realisierung vorgestellt.

4.1 Messung der Positronenlebensdauer

Zunächst werden die Grundlagen der Positronen-Lebensdauerspektroskopie erläutert. Anschließend wird ein neu entwickeltes Spektrometer vorgestellt, das für die in-situ-Messungen eingesetzt wurde.

4.1.1 Prinzip der β^+ - γ und γ - γ -Koinzidenz

Das Prinzip jeder Positronen Lebensdauermessung besteht aus der Messung der Zeitdifferenz Δt zwischen einem Startsignal (Emission) und einem Stoppsignal (Annihilation). Die Häufigkeitsverteilung der von vielen Positronen ermittelten Δt bezeichnet man als *Lebensdauerspektrum*.

In einigen radioaktiven Präparaten folgt der Emission eines Positrons aus dem Kern unmittelbar (≤ 10 ps) ein γ -Quant, welches sich als Startsignal für die Lebensdauer dieses Positrons verwenden läßt. Das Stoppsignal, das das Ende der Lebensdauer markiert, liefern die bei der Annihilation mit einem Elektron emittierten γ -Quanten.

Die Meßmethode, die auf der Detektierung der zusammengehörenden Start- und Stopp- γ -Quanten beruht, wird als γ - γ -Koinzidenz bezeichnet. Die Signalverarbeitung kann über eine Fast-Slow-Koinzidenz erfolgen, wie sie in Abbildung 4.1 dargestellt ist.

Für den Nachweis der γ -Quanten werden Detektoren benötigt, die eine gute Energie *und* Zeitauflösung zulassen. Ein Szintillationsdetektor bestehend aus ei-

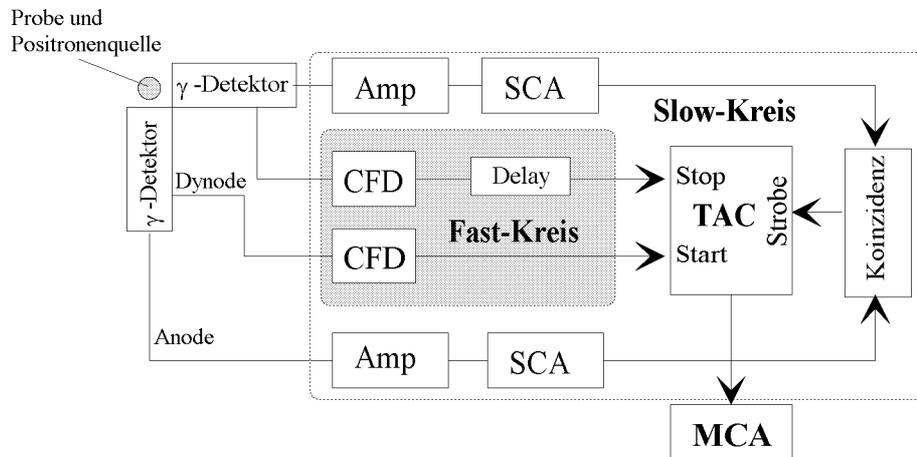


Abbildung 4.1: Fast-Slow-Koinzidenz - Bezeichnungen: Amp=Amplifier, CFD=Constant Fraction Discriminator, MCA=Multichannel Analyser, SCA=Single Channel Analyser, TAC=Time to Amplitude Converter

nem BaF₂-Kristall und einem Photomultiplier (PMT) erfüllt diese Anforderungen. Die Signale zur Zeitmessung werden an der Dynode des PMT ausgekoppelt, um eine steile Anstiegsflanke der Spannungspulse (≤ 1 ns) und damit eine gute Zeitauflösung zu erhalten.

Im Fast-Kreis erzeugt ein Constant-Fraction-Diskriminator (CFD) ausgelöst durch das Startsignal einen Rechteckpuls, der die Zeitmessung des Time-to-Amplitude-Converter (TAC) startet. Das analog erzeugte Stoppsignal muß anschließend innerhalb einer gewissen Zeitspanne eintreffen, um die Zeitmessung zu beenden, da ansonsten das Ereignis verworfen wird. Um überhaupt Zeitmessungen im 100 Picosekunden Bereich zu ermöglichen, wird das Stoppsignal um einen konstanten Wert von einigen Nanosekunden verzögert (Delay).

Der Slow-Kreis führt eine Energieselektion der γ -Quanten durch. Je ein Einkanalanalysator (SCA) ist dazu auf die Energie des Start- bzw. Stoppquants abgestimmt. Für ein ²²Na Präparat sind das 1275 keV für das Startquant und 511 keV für das Stoppquant. Vor den SCA ist ein Integrationsverstärker geschaltet, der das Anodensignal des Photomultipliers integriert und verstärkt.

Werden ein Start- und ein Stoppsignal koinzident detektiert, dann gibt der TAC das gemessene Δt an einen Vielkanalanalysator (MCA) weiter, der eine Häufigkeitsverteilung mit einer Auflösung von 8192 Kanälen erstellt.

Typische Zeitauflösungen eines solchen Systems liegen im Bereich von 300 ps¹. Eine andere Methode der Lebensdauermessung beruht auf der sogenannten β^+ - γ -Koinzidenz, wie sie in [41, 42] vorgeschlagen wurde. Dabei wird das Startsignal

¹Messung der Halbwertsbreite der 511-511 keV Koinzidenz

nicht durch ein promptes γ -Quant erzeugt, sondern das Positron fliegt, bevor es in die Probe gelangt, durch einen dünnen Plastik-Szintillator, der das Startsignal liefert. So kann es mit einer Wahrscheinlichkeit nahe 100% nachgewiesen werden, wo hingegen die Nachweiswahrscheinlichkeit in einem BaF_2 -Szintillator unter 10% liegt. Dadurch erreicht man wesentlich höhere Koinzidenzraten (kHz) bei gleicher Quellenstärke.

Die Positronen erleiden beim Durchdringen eines 1 mm dicken Plastik-Szintillators im Schnitt einen Energieverlust von ca. 150 keV. Der Einsatz hochenergetischer Positronenstrahler wie ^{72}As erlaubt es, diesen Verlust in Kauf zu nehmen.

Zusätzlich zur höheren Nachweiswahrscheinlichkeit hat diese Methode den Vorteil, daß vornehmlich nur die Positronen durch ein Startsignal erfaßt werden, die auch tatsächlich in der Probe zerstrahlen. Der Untergrund an Positronen, der in der Quelle oder anderen Teilen annihiliert, wird dadurch deutlich unter 50% reduziert.

Lediglich die niederenergetischen Positronen, die direkt im Plastik-Szintillator zerstrahlen, verursachen einen zusätzlichen Untergrund, der aber elektronisch reduziert werden kann.

Das Stoppsignal erzeugt bei der β^+ - γ -Koinzidenz weiterhin ein 511 keV Annilationsquant, das in einem BaF_2 -Detektor nachgewiesen wird. Für die Signalverarbeitung bietet es sich an, eine modifizierte Elektronik zu verwenden, um die höheren Zählraten effizienter zu verarbeiten. Diese wird im nun folgenden Abschnitt vorgestellt.

4.1.2 Mobiles β^+ - γ -Lebensdauerspektrometer

Für die in-situ-Messung der Positronenlebensdauer wurde ein Spektrometer entwickelt, daß nicht auf der konventionellen Sandwich Anordnung beruht. Für die Sandwich-Anordnung wird die Positronenquelle von zwei identischen Proben umgeben, so daß nur ein geringer Untergrundanteil auftritt. Das Problem dieser Methode besteht darin, daß entweder identische Proben benötigt werden, oder eine zerschnitten werden muß, um diese Anordnung zu realisieren. Eine zerstörungsfreie Untersuchung an beliebigen Bauteilen ist daher auf diese Art nicht möglich. Mit dem im folgenden vorgestellten Spektrometer kann dagegen eine einzelne in die Verformungsapparatur eingespannte Standardprobe untersucht werden, während sie plastisch verformt wird.

Das Lebensdauerspektrometer basiert auf der β^+ - γ -Koinzidenztechnik und besteht aus drei Komponenten, von denen die erste schon beschrieben wurde:

1. dem BaF_2 -Detektor zur Registrierung der γ -Quanten,
2. dem Startzähler mit integrierter Positronenquelle und
3. der modifizierten Signalverarbeitung.

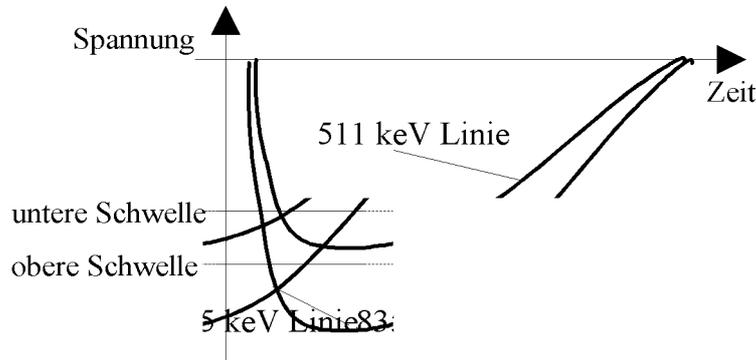


Abbildung 4.2: Diskriminator-Schwellen zur Selektion der 511 keV Ereignisse am Spektrum des γ -Detektors. Dargestellt sind die zeitlichen Signalverläufe für ein detektiertes 511 keV und ein 835 keV γ -Quant

Die Schlüsselkomponente des Lebensdauerspektrometers bildet der Startzähler mit der integrierten ^{72}As -Positronenquelle, wie er auf Abbildung ?? schematisch dargestellt ist. Die Quelle wurde in einen kleinen Goldtiegel eingedampft, der bei einem Außendurchmesser von 2 mm mit einer inneren Bohrung von 0.6 mm Durchmesser versehen ist ². Dieser Tiegel fungiert als Kollimator, aus dem nur die Positronen, die in Richtung der Öffnung fliegen, ungehindert austreten können. Die anderen werden aufgrund der hohen Dichte von Gold stark abgebremst oder annihilieren in der Tiegelwand. Der Tiegel befindet sich in einer Bohrung an der Spitze eines Plexiglaskonus. Direkt über der Öffnung des Tiegels klebt der schnelle, 1 mm dicke Plastik-Szintillator³ auf dem Konus, der das Startsignal generiert. Der Plexiglaskonus dient als Lichtleiter zu einem schnellen Photomultiplier⁴. Die optische Verbindung zwischen diesen beiden Teilen gewährleistet eine dünne Schicht Silikonöl. Das Ganze befindet sich in einem lichtdichten Aluminiumgehäuse, wobei das Austrittsfenster für die Positronen aus einer 20 μm dicken Aluminiumfolie besteht.

Die höheren Zählraten, die mit der β^+ - γ -Koinzidenz Methode möglich sind, erfordern eine schnellere Signalverarbeitung als durch die oben beschriebene Fast-Slow-Koinzidenz. Dazu wird die Energieselektion nicht mehr mit einem SCA sondern mittels zweier Diskriminatoren durchgeführt, die jeweils die untere und die obere Grenze des gewünschten Energiebereiches festlegen.

Den Bereich der 511 keV Linie, die der γ -Detektor erfasst, definieren dann zwei Schwellen, wie in Abbildung 4.2 dargestellt. Analog dazu begrenzen zwei weitere Schwellen das kontinuierliche Spektrum des β^+ -Startzählers.

²Die Herstellung der ^{72}As -Quelle und das Aufdampfverfahren sind in [44] beschrieben.

³BC-418 von Bicron

⁴Philips XP 2020

Durch die obere Schwelle im β^+ -Spektrum kann der hochenergetische Teil des Startzählerspektrums gezielt abgeschnitten werden. Dies kommt einer elektronischen Fokussierung und Untergrundreduktion gleich. Denn die Positronen, die nicht auf dem kürzesten Weg zur Probe durch den Plastik-Szintillator fliegen, erleiden den größten Energieverlust und bilden daher den hochenergetischen Teil des Startzählerspektrums. Ein Untergrundanteil von $\approx 30\%$ kann dadurch erreicht werden.

Die Ausgänge der Diskriminatoren, die die Schwellen definieren, werden als logische Signale weiterverarbeitet. Ein Ereignis wird genau dann gezählt, wenn die unteren Schwellen im β^+ - und im γ -Spektrum überschritten wurden, die oberen aber nicht. Vom Prinzip arbeiten dann zwei Diskriminatoren in Verbindung mit einer logischen Einheit wie zuvor ein SCA, nur eben schneller. Allerdings nimmt dabei die Energieauflösung infolge kürzerer Integrationszeiten ab, da aus dem Szintillationslicht des BaF_2 -Detektors nur die kurzlebige, intensitätsschwache Komponente genutzt wird.

Mit Hilfe dieser Technik ist es einfach neben dem Lebensdauerspektrum gleichzeitig ein Promptspektrum aufzunehmen, das über die Zeitauflösung und Stabilität des Systems während der Messung Auskunft gibt.

4.1.3 Simultane Promptkurve als Monitor

Das prompte 835 keV γ -Quant der ^{72}As -Quelle wird beim Einsatz der β^+ - γ -Koinzidenztechnik nicht mehr genutzt, obwohl der BaF_2 -Detektor es auch weiterhin detektiert. Es kann dennoch genutzt werden, indem die logische Verknüpfung der energieselektiven Diskriminatoren dahingehend modifiziert wird, daß die obere Schwelle der 511 keV-Linie einen Schalter triggert, der die anfallenden Δt Werte in zwei getrennte Spektren sortiert. Ist diese Schwelle überschritten, dann wird das detektierte γ -Quant als 835 keV-Quant behandelt und in das Promptspektrum gezählt. Im anderen Fall war es ein 511 keV Ereignis, das zum Lebensdauerspektrum gehört. Das Schema der vorgestellten Schaltung befindet sich in der Abbildung 4.3.

Da die Flugstrecke des Positrons zwischen Emissionsort und Startzähler nur 3-4 mm beträgt, wird die durch das Startsignal und das 835 keV-Stoppssignal gegebene Verteilung der Δt überwiegend durch die zeitliche Auflösung des Spektrometers bestimmt.

Die obere Schwelle der 511 keV-Linie eignet sich als eindeutige Trennung zwischen den Annihilationsquanten und den Promptquanten, da keine weiteren störenden γ -Quanten im Energiebereich ≥ 511 keV von der ^{72}As -Quelle emittiert werden.

Der Vorteil der simultanen Aufzeichnung des Promptspektrums liegt auf der Hand. Man erhält dadurch einen Anhaltspunkt für die Stabilität und Auflösung der Elektronik während der Messung. Dieses ist eine der wesentlichen Voraussetzungen, die an ein mobil einsetzbares Spektrometer gestellt werden müssen, um vergleichbare Ergebnisse auch außerhalb der Laborumgebung zu erzielen.

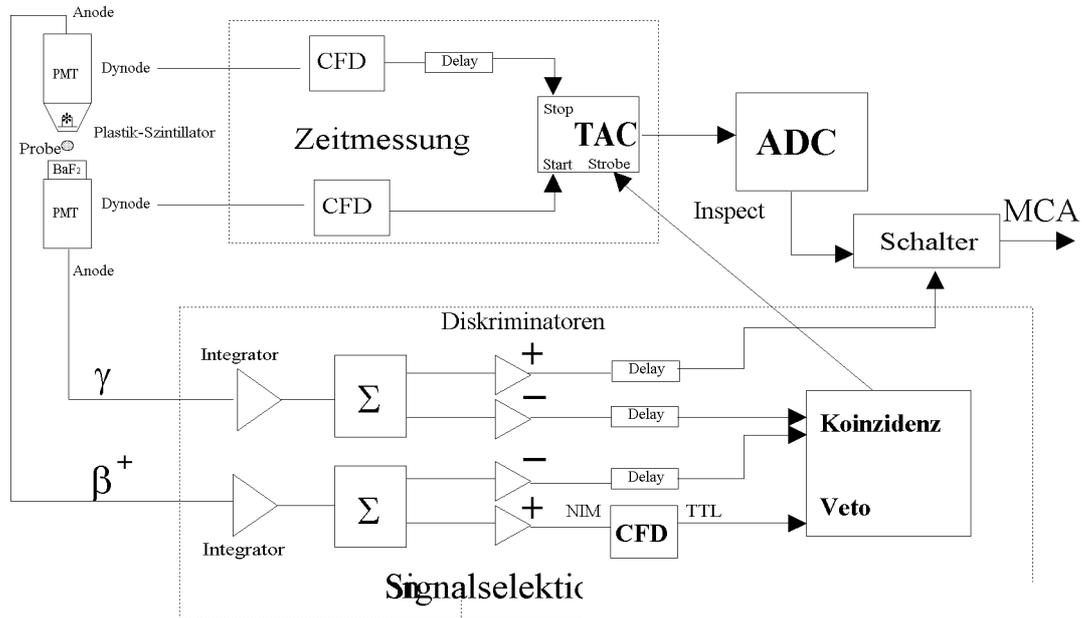
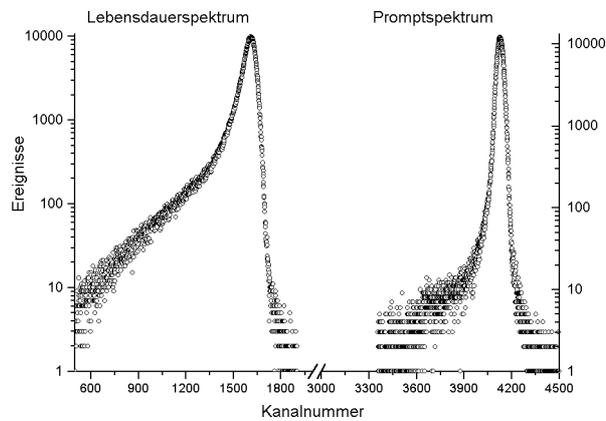
Abbildung 4.3: Schaltplan des β^+ - γ -Spektrometers

Abbildung 4.4: Simultan aufgenommenes Lebensdauer- und Promptspektrum. Die Zeitachse verläuft entgegen der Konvention von rechts nach links.

Die Abbildung 4.4 zeigt ein Beispiel für ein gleichzeitig aufgenommenes Lebensdauer- und Promptspektrum.

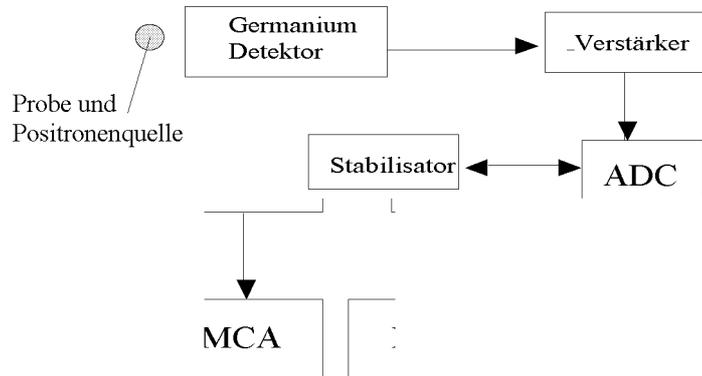


Abbildung 4.5: Schaltskizze zur Messungen der Dopplerverbreiterung

4.2 Messung der Dopplerverbreiterung

Die Messung der Dopplerverbreiterung erfordert einen γ -Quantendetektor mit einer sehr guten Energieauflösung, da die Energieänderung der γ -Quanten aufgrund der Dopplerverschiebung im Bereich 1 keV liegt. Halbleiterdetektoren, wie der eingesetzte Germanium-Detektor, verfügen über typische Energieauflösungen von 1.2-1.3 keV im Bereich der 482 keV Linie des Hafnium 181. Dieses Isotop wird als Monitor verwendet, um die Stabilität des Meßsystems zu überwachen. Der an der Hafnium-Linie bestimmte S-Parameter sollte im Idealfall konstant sein.

Das Signal des Ge-Detektors wird entsprechend der Schaltung auf Abbildung 4.5 zuerst verstärkt und dann von einem Analog-Digital-Wandler digitalisiert. Den gewonnenen Zahlenwert speichert ein Vielkanalanalysator (MCA) und erstellt daraus eine Häufigkeitsverteilung, die dem Energiespektrum der detektierten γ -Quanten entspricht. Die Verstärkung wird dabei so gewählt, daß die 511 keV Linie durch möglichst viele Kanäle aufgelöst wird.

Da sich eine geringe Drift der Elektronik nie ganz vermeiden läßt, ist der Einsatz eines Stabilisators eine Voraussetzung, um „erfolgreich“ zu messen. Unter der Annahme, daß die beobachtete Linie symmetrisch zu ihrem Schwerpunkt ist, regelt er die Verstärkung in engen Grenzen nach, um die Position des Schwerpunktes konstant zu halten.

Die integrale Zählrate, das sind alle Ereignisse pro Zeiteinheit, die der Ge-Detektor erfaßt, darf nicht zu groß werden, um zählratenabhängige Meßeffecte zu vermeiden. Die $30 \mu\text{Ci } ^{72}\text{As}$ -Positronenquelle eignete sich nicht für die Messung der Dopplerverbreiterung, da beim Herstellungsprozeß auch Selenisotope produziert wurden, die zwei intensive γ -Linien im Bereich $\leq 300 \text{ keV}$ besitzen. Eine 3 mm Bleiabschirmung reduzierte den unerwünschten Teil des Spektrums zwar um über 80%, führte aber gleichzeitig zu einer Absorption der 511 keV Ereignisse von ca. 50%. Ein größerer Abstand des Detektors zur ^{72}As -Quelle ändert dage-

gen nicht das Signal-Untergrund-Verhältnis. Die integrale Zählrate lag weit über 20 kHz, und es wurde auf den gleichzeitigen Einsatz des Ge-Detektors und der ^{72}As -Quelle verzichtet. Mit einer $1.5\ \mu\text{Ci}$ ^{22}Na -Quelle konnte allerdings erfolgreich eine Messung durchgeführt werden.

Kapitel 5

Experimente

Nach der Art der Proben sind die durchgeführten Experimente in zwei Abschnitte unterteilt, von denen der erste die Untersuchungen an mittelorientierten Kupfer-einkristallen zusammenfaßt. Der zweite Abschnitt stellt die Messungen an Kupferpolykristallen vor.

Zunächst werden die Methoden erläutert, mit denen die mechanischen Daten und die Lebensdauerspektren analysiert wurden.

5.1 Auswertung der Messungen

In allen Experimenten wurden die Proben bei Raumtemperatur durch eine symmetrische Wechselverformung ermüdet. Die Verformungsfrequenzen lagen in einem Bereich von 0.05 bis 2 Hz, in dem sich kein Einfluß der Frequenz auf das Verfestigungsverhalten der Kupferproben zeigt. Das Verfestigungsverhalten wird somit allein durch die angelegte Abgleichungsamplitude $\hat{\gamma}_{pl}$ bestimmt.

Da die Verformungsapparatur zur Zeit nur eine Regelung auf die Gesamtamplitude erlaubt, mußte $\hat{\gamma}_{pl}$ manuell auf einen gegebenen Wert nachgeregelt werden. Der aktuelle Wert von $\hat{\gamma}_{pl}$ wurde während der Verformung aus der Öffnung der Hystereseschleifen bei Kraft Null bestimmt. Die kumulierte Abgleichung γ_{cum} konnte somit durch fortlaufende Addition der plastischen Verformungsamplitude berechnet werden.

Um eine ausreichende Statistik in den Positronen-Lebensdauerspektren zu erreichen, wurde die Meßdauer so gewählt, daß ca. 10^6 Ereignisse pro Spektrum erfaßt wurden. In Abhängigkeit der Aktivität der eingesetzten Quellen variierten die Meßdauern daher zwischen 15 min und 1 h. Bei laufender Verformung erfolgte eine kontinuierliche Aufzeichnung der Spektren. Dabei nimmt man in Kauf, daß sich die Mikrostruktur der Probe während der Aufnahme eines Spektrums leicht ändert.

Bei geringen Verformungsfrequenzen (≤ 2 Hz) und kleinen plastischen Amplituden ($\leq 10^{-4}$) verändert sich die Mikrostruktur jedoch langsamer, als bei den

gegebenen Positronenmeßdauern aufgelöst werden kann.

Die Auswertung der Lebensdauerspektren erfolgte in zwei Schritten:

1. Subtraktion des Untergrundes vom gemessenen Spektrum
2. gewichtete, lineare Regression zur Bestimmung von τ_{e+} .

Dazu wird vor einem Versuch ein Untergrund-Lebensdauerspektrum aufgenommen, bei dem anstelle der Kupferprobe eine Plexiglasprobe in die Apparatur eingesetzt wird. Denn Plexiglas und das den Untergrund verursachende Szintillatormaterial zeigen eine identische Spektrenform. Zusätzlich befand sich um die Proben ein Plexiglasmantel, in dem jene Positronen annihilieren, die die Probe verfehlen.

Auf diese Art erhält man ein reines Untergrundspektrum, das eine sehr lange Lebensdauerkomponente von $\tau_{e+} \approx 1200$ ps besitzt. Diese Komponente geht auf die Pick-Off-Zerstrahlung¹ des Positroniums im Plexiglas zurück und unterscheidet sich deutlich von den in Metallen zu erwartenden Lebensdauern von wenigen 100 ps.

Die Pick-Off-Komponente bleibt in allen Spektren, in denen Kupferproben gemessen werden, prominent vorhanden und eignet sich daher zur Bestimmung des Gewichtungsfaktors für die Untergrundsubtraktion. Dazu wird die integrale Zählrate in einem Bereich bestimmt, der eindeutig nur in der langlebigen Komponente liegt, einmal im Untergrundspektrum und einmal an gleicher Stelle im auszuwertenden Spektrum. Der Quotient beider Zahlen ist der Gewichtungsfaktor, mit dem der Untergrund multipliziert und vom Kupferspektrum abgezogen werden muß. In Abbildung 5.1 sind ein typisches Untergrundspektrum und ein korrigiertes Kupferspektrum dargestellt.

Der Anteil des Untergrundes lag bei den meisten Experimenten bei 70%, da die Möglichkeit der elektronischen Fokussierung anfangs nicht ausreichend ausgeschöpft wurde. Für die Auswertung stellte dies jedoch kein Problem dar, da der Untergrund wie oben beschrieben aus den gemessenen Spektren entfernt werden konnte.

Die *mittlere* Positronenlebensdauer wurde aus den untergrundkorrigierten Spektren durch eine gewichtete, lineare Regression berechnet [59]. Dazu wird in der logarithmierten Darstellung des Spektrums ein Bereich definiert, in dem sich der lineare Zusammenhang aus dem Zerfallsgesetz

$$\ln \left(\frac{N(t)}{N_0} \right) = -\frac{1}{\tau_{e+}} \cdot t$$

¹Für den Fall, daß Elektron und Positron zu Positronium gebunden sind und parallelen Spin besitzen, kann die Annihilation des Positrons in einem Festkörper mit einem Elektron der Umgebung stattfinden, das einen antiparallelen Spin aufweist. Dieses bezeichnet man als Pick-Off-Prozeß [30].

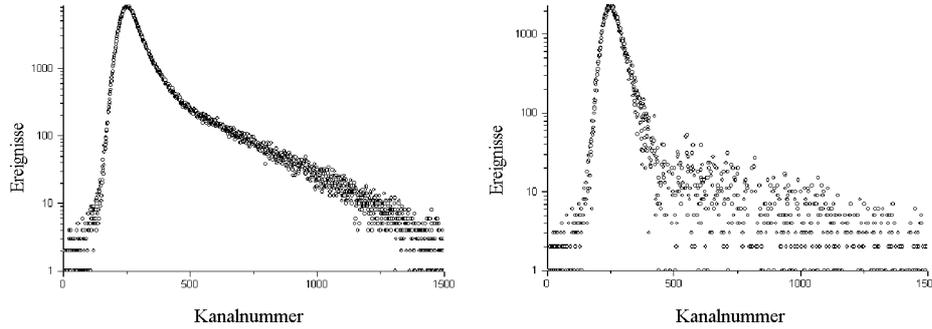


Abbildung 5.1: Lebensdauerspektren des Untergrundes (links) und ein Kupferspektrum (rechts), bei dem der Untergrund gewichtet abgezogen wurde.

deutlich zeigt. Die Steigung der Geraden $-1/\tau_{e^+}$ liefert dann die mittlere Positronenlebensdauer.

Die so ermittelten Werte sind vollständig ausreichend, um relative Änderungen aufzuzeigen; für absolute Lebensdauern ist eine Entfaltung mit der Auflösungsfunktion durchzuführen.

Da die apparativen Schwankungen größer sind als die Standardabweichung der linearen Regression, wird die experimentell bestimmte Streuung der Lebensdauern als Fehler angenommen. Die mehrmals wiederholte Messung einer unveränderten Kupferprobe ergab eine mittlere Streuung der Lebensdauern von ± 2 ps, die vor allem auf die temperaturbedingten Schwankungen in der Ausgangsspannung von TAC, Photomultiplier und ADC zurückgeht. Dieser Wert wurde pauschal als Fehler aller später ermittelten τ_{e^+} angesehen.

Die Zuordnung der mechanischen Daten zu den Lebensdauerspektren erfolgte über die gemeinsame Zeitskala. Anhand der bekannten Verformungsfrequenz und der Meßdauer je Spektrum wurden γ_{cum} , $\hat{\tau}$ und τ_{e^+} zueinander synchronisiert.

Neben den Lebensdauermessungen wurde auch eine S-Parameter-Messung (Dopplerverbreiterung) durchgeführt. Die Energiespektren wurden ebenfalls kontinuierlich während der Verformung aufgenommen mit einer Statistik von $2 \cdot 10^6$ Ereignissen in der 511 keV-Annihilationlinie.

5.2 Mittellorientierte Kupfereinkristalle

Alle Einkristalle waren zylindrisch geformt mit einer Länge von ca. 50 mm und einem Durchmesser von 5 mm. In der Mitte wurden die Proben auf einer Länge L auf einen Querschnitt A abpoliert². Die genauen Werte für L , A und den Orientierungsfaktor μ sind in der nachfolgenden Tabelle angegeben.

²Der Durchmesser wurde von 5 auf 4.5 mm durch Funkerosion abgedünnt und anschließend elektrolytisch auf 4 mm poliert.

Bezeichnung	L [mm]	A [mm ²]	μ [-]
Cu-79	13	12.5	0.451
Cu-157	13	12.5	0.40
Cu-137	10	12.5	0.455
Cu-130	10	12.5	0.482

Tabelle 5.1: Probendaten der Kupfereinkristalle

Bezeichnung	Cu-79	Cu-130	Cu-137	Cu-157
$\hat{\tau}_{\max}$	34	30.7	29.5	-

Tabelle 5.2: Maximale Spannungsamplituden während der Ermüdung. Der Kristall Cu-157 wurde nicht so lange bei großer Amplitude verformt, daß er die Grenze von 28 MPa überschritt. Daher ist kein Wert für τ_{\max} angegeben.

Die zyklische Verformung der Kupfereinkristalle erfolgte in mehreren Phasen. Bei kleinen Amplituden $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ zwischen $1.7 \cdot 10^{-5}$ und $2 \cdot 10^{-4}$ wurde zuerst die Matrixstruktur der Versetzungen eingestellt.

Die erreichten Spannungsamplituden waren nicht im Bereich der Sättigung und lagen durchweg unterhalb von 28 MPa. Es bildeten sich noch keine PGB. Anschließend wurde die Verformung mit einer erhöhten Amplitude fortgesetzt, die zwischen $5 \cdot 10^{-4}$ und $4 \cdot 10^{-3}$ lag. Nach einigen hundert Zyklen bei großer Amplitude verfestigten die Proben nicht weiter, sondern $\hat{\tau}$ blieb nach dem berschreiten eines Spitzenwertes $\hat{\tau}_{\max}$ auf leicht verringertem Niveau konstant. Diese Entfestigung ist ein Zeichen für die Bildung der persisten Gleitbänder. In den drei in der Tabelle 5.2 angegebenen Fällen befanden sich auf der Oberfläche des polierten Bereiches deutlich sichtbare Gleitbänder.

In Abbildung 5.2 ist die Spannungsamplitude $\hat{\tau}$ zusammen mit der Positronenlebensdauer τ_{e+} als Funktion von γ_{cum} im Verlauf des Experimentes Cu-79 dargestellt. Die Punkte, an denen ein Wechsel der Verformungsamplitude stattfand, sind mit den entsprechenden Werten von $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ markiert.

Der Verlauf der mittleren Positronenlebensdauer weist drei charakteristische Bereiche auf. Im ersten bleibt τ_{e+} weitgehend konstant, obwohl der Kristall schon eine leichte Verfestigung auf 4.5 MPa zeigt. Der Großteil der Positronen annihiliert im noch ungestörten Kristallgitter nach einer mittleren Lebensdauer von 132 ps.

Ab einer gewissen unteren Spannungsamplitude $\hat{\tau}_u$ beginnt im Bereich zwei die Positronenlebensdauer zu steigen. Sie verläuft dabei nahezu parallel zur anstei-

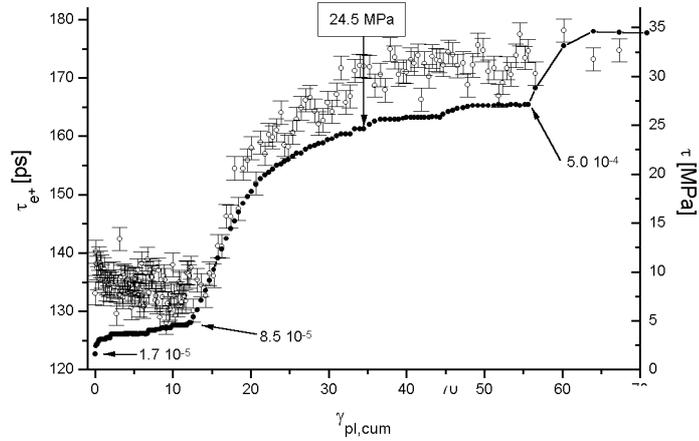
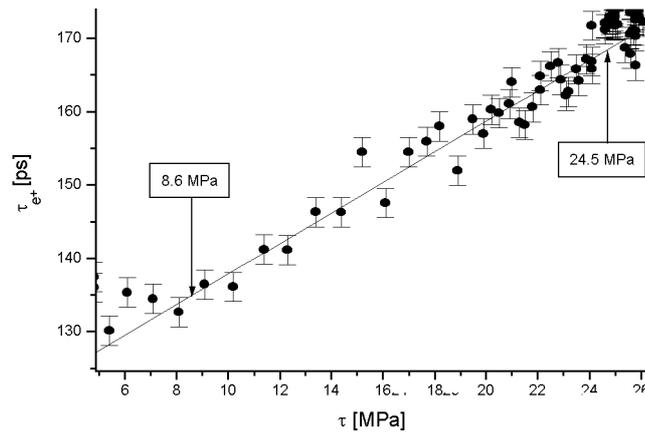


Abbildung 5.2: Experiment Cu-79

Abbildung 5.3: Die Abhängigkeit zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ (bei Cu-79)

genden Spannungsamplitude, bevor im dritten Bereich eine Sättigung einsetzt. In diesem Bereich ist die Defektkonzentration so groß geworden, daß nahezu alle Positronen in Fehlstellen eingefangen werden und dort zerstrahlen. Die mittlere Lebensdauer ist bei einer Spannung von $\hat{\tau}_o = 24.5 \pm 0.5$ MPa auf einen Sättigungswert von 172 ps gestiegen. Dies entspricht einer relativen Erhöhung von +30%. Einem weiteren Spannungsanstieg folgt τ_{e+} nicht mehr in signifikanter Weise. Die Beobachtung, daß τ_{e+} und $\hat{\tau}$ im mittleren Bereich miteinander korreliert sind, legt eine Darstellung von τ_{e+} als Funktion von $\hat{\tau}$ nahe, wie sie Abbildung 5.3 zeigt. Die untere Schwelle, ab der sich die Positronenlebensdauer signifikant ändert, kann aus dieser Darstellung zu $\hat{\tau}_u = 8.5 \pm 0.5$ MPa ermittelt werden. Darüber hinaus zeigt sich ein *linearer* Zusammenhang zwischen der mittleren Lebensdauer

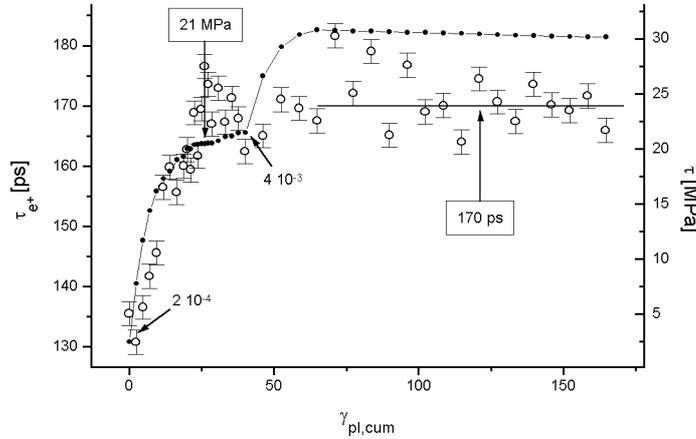


Abbildung 5.4: Experiment Cu-130

er der Positronen und der Spannungsamplitude, die zur Aufrechterhaltung der Abgleichsamplitude aufgebracht werden muß.

Da der Anstieg der Spannungsamplitude auf die zunehmende Zahl der Versetzungen zurückgeht, kann aus dieser Messung geschlossen werden, daß ein Zusammenhang zwischen der Versetzungsdichte und der Positronenlebensdauer besteht. Ein Experiment mit größeren Verformungsamplituden wurde mit dem Kristall Cu-130 durchgeführt. Der Kristall wurde mit einer Amplitude von $\hat{\gamma}_{pl} = 2 \cdot 10^{-4}$ bis zu einer Spannungsamplitude von $\hat{\tau} = 21$ MPa verformt, bevor ein Amplitudenwechsel auf $\hat{\gamma}_{pl} = 4 \cdot 10^{-3}$ stattfand, der die Bildung persistenter Gleitbänder ermöglichte.

Die untere Schwelle, ab der τ_{e+} zu steigen beginnt, konnte in diesem Experiment zu $\hat{\tau}_u \approx 10.0 \pm 2$ MPa bestimmt werden. Aufgrund der großen Verformungsamplitude erfolgten die mikrostrukturellen Veränderungen sehr rasch, so daß nur wenige Spektren im bergangsbereich lagen. Die Sättigung erreichte τ_{e+} bei einer oberen Schwelle von $\hat{\tau}_o = 21 \pm 0.5$ MPa.

Auffällig in Abbildung 5.4 ist die große Streuung der Positronenlebensdauern nach dem Amplitudenwechsel bei $\gamma_{cum} = 50$. Dabei weicht τ_{e+} von der eingezeichneten Sättigungslebensdauer von 170 ps in diesem Bereich überwiegend zu größeren Werten hin ab. Bei einer rein statistischen Streuung wären Abweichungen in beide Richtungen gleichermaßen zu erwarten.

Nimmt man an, daß während der Bildung der persistenten Gleitbänder Fehlorderungen in der Kristallstruktur erzeugt werden, an denen die Positronen mit deutlich längeren Lebensdauern zerstrahlen, dann sind diese Beobachtungen erklärbar. Denn eine Erhöhung der mittleren Positronenlebensdauer ist für den Fall, daß bereits alle Positronen an Fehlstellen eingefangen werden, nur mit einer Änderung des Fehlstellentyps vereinbar. Ein dafür in Frage kommender Fehlertyp sind Leerstellenagglomerate.

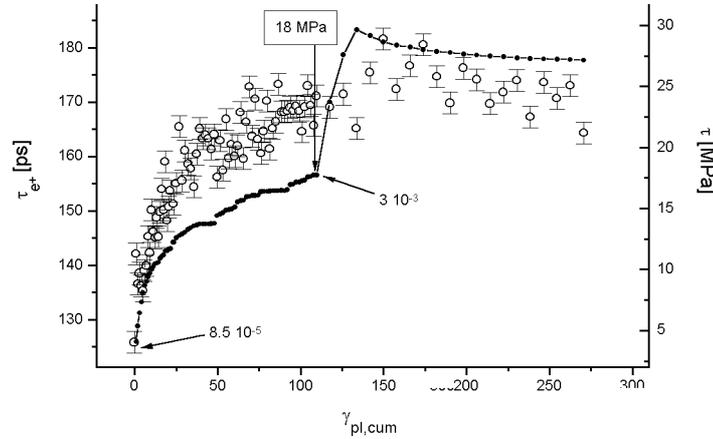


Abbildung 5.5: Experiment Cu-137

Mit zunehmendem γ_{cum} pendelt sich die mittlere Lebensdauer nach dem Amplitudenwechsel dann bei einem Wert von 170 ps ein. Wenn es sich bei dem neuen Fehlstellentyp tatsächlich um Agglomerate handelt, dann werden diese im Laufe der Verformung durch Versetzungen zerschnitten und verschwinden schließlich wieder.

Die Abbildungen 5.5 und 5.6 zeigen das Experiment Cu-137. Die untere Schwelle, ab der sich τ_{e+} zu ändern beginnt, wurde wieder bei $\hat{\tau}_u = 8.5 \pm 0.5$ MPa gefunden, während die Sättigung bei $\hat{\tau}_o = 18 \pm 1$ MPa mit einer mittleren Lebensdauer von 170 ps einsetzte. Nach dem Amplitudenwechsel bei $\gamma_{cum} = 110$ zeigt sich ein leichter Anstieg der Positronenlebensdauer, der im weiteren Verlauf der Wechselverformung wieder zurückgeht. Dieses Verhalten wurde auch bei Cu-130 beobachtet.

Die lineare Zunahme von τ_{e+} mit ansteigendem $\hat{\tau}$ im Bereich zwischen $\hat{\tau}_u$ und $\hat{\tau}_o$ zeigt sich wiederum deutlich in der Abbildung 5.6.

Eine etwas abgewandelte Versuchsführung erfolgte mit dem Kristall Cu-157. Er wurde bei einer Amplitude von $\hat{\gamma}_{pl} = 5 \cdot 10^{-5}$ so lange ermüdet, bis die mittlere Positronenlebensdauer um die Hälfte des Gesamthubes, das sind ca. 15%, gestiegen war. Dann wurde die Probe für 200 Zyklen mit einer Amplitude von $\hat{\gamma}_{pl} = 3 \cdot 10^{-3}$ verformt. Nach dem 5,10,20,50... Zyklus wurde jeweils die Verformung gestoppt, und ein Lebensdauerspektrum aufgezeichnet. Anschließend wurde die Ermüdung mit $\hat{\gamma}_{pl} = 5 \cdot 10^{-5}$ fortgesetzt. In diesem Fall ist bekannt, daß sich die mesoskopische Versetzungsanordnung nicht weiter ändert [25]. Der resultierende Spannungsverlauf und das Positronensignal sind in Abbildung 5.7 wiedergegeben.

Auf den Spannungsanstieg nach dem Amplitudenwechsel reagiert τ_{e+} praktisch verzögerungsfrei. Die zuvor gefundene Sättigungslebensdauer von ca. 170 ps wird jedoch nicht erreicht. Die verstärkte Bildung von Haftzentren reicht folglich während der wenigen Zyklen nicht aus, um alle Positronen einzufangen.

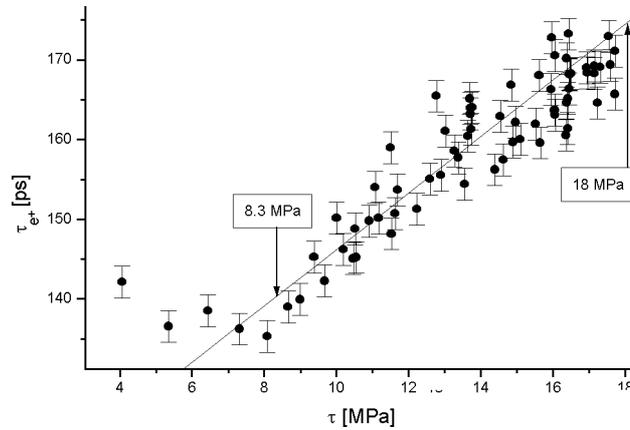
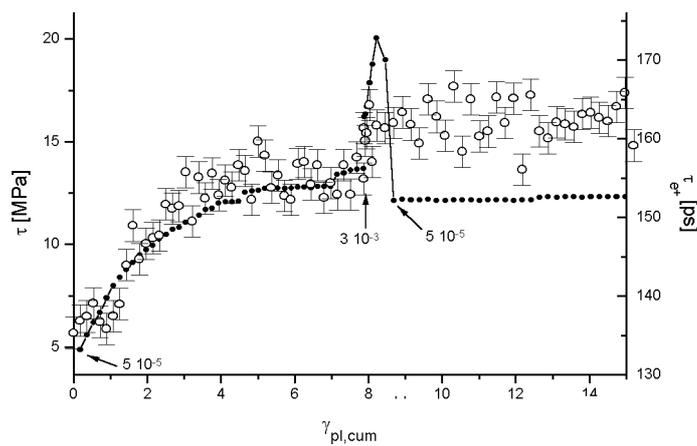
Abbildung 5.6: Abhängigkeit zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ bei Cu-137

Abbildung 5.7: Experiment Cu-157

Die Reduzierung der Amplitude bewirkt keine weitere Änderung von τ_{e+} . Die für den Positroneneinfang verantwortlichen Fehlernungen in der Kristallstruktur bleiben bei dieser Versuchsführung offensichtlich erhalten. Sie bilden eine Art Gedächtnis der Verformungsgeschichte, welches durch die Positronenlebensdauer abgebildet wird.

Nach der Wechselverformung des Kristalls Cu-79 wurde ein Anlaßversuch durchgeführt, der im Anhang beschrieben wird.

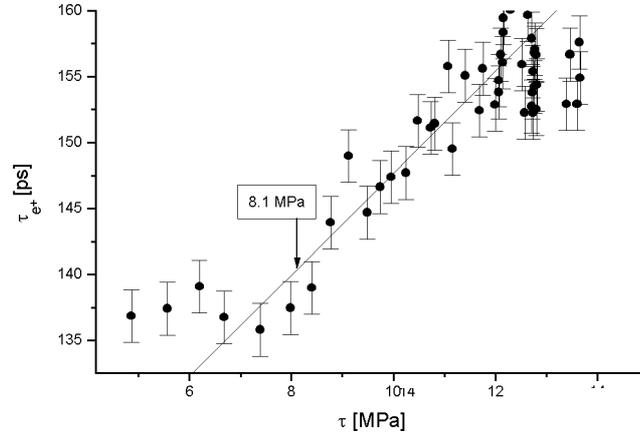


Abbildung 5.8: Abhängigkeit zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ bei Cu-157

5.3 Kupferpolykristalle

Polykristalline Kupfer-Röhrchen wurden aus CuO_2 freiem Kupfer gefertigt. Sie besaßen bei einer Länge von 5 cm einen Außendurchmesser von 5 mm und eine Wandstärke von 0.95 mm. Die Röhrchen wurden bei einer Temperatur von ca. 900°C über zwei Stunden lang im Vakuum ($p < 10^{-4}$ mbar) geglüht, um die Versetzungen ausheilen zu lassen. Anschließend wurden die Proben über mehrere Stunden auf Raumtemperatur abgekühlt, damit keine überhöhte Leerstellenkonzentration eingeschreckt wird. Auf der Oberfläche waren nach dieser Behandlung einzelne Körner mit dem Auge auszumachen, die sich durch die Rekristallisation gebildet hatten. Ihre Größe lag im Bereich von 1 mm.

In der Tabelle 5.3 sind die Probandaten der beiden untersuchten polykristallinen Kupferröhrchen zusammengefaßt. Dabei bezeichnet L die Verformungslänge, A den belasteten Querschnitt und M den Sachs-Faktor.

Bezeichnung	L [mm]	A [mm ²]	M [-]
Cu-ptf-1	20	12.1	2.24
Cu-ptf-3	20	12.1	2.24

Tabelle 5.3: Probandaten der polykristallinen Kupferröhrchen

Eine zyklische Verformung mit $\hat{\gamma}_{\text{pl}} = 2 \cdot 10^{-5}$ wurde mit dem Röhrchen Cu-ptF-3 durchgeführt, und die mittlere Positronenlebensdauer simultan dazu gemessen. Auf den Abbildungen 5.9 und 5.10 sind die Ergebnisse dieses Experimentes dargestellt.

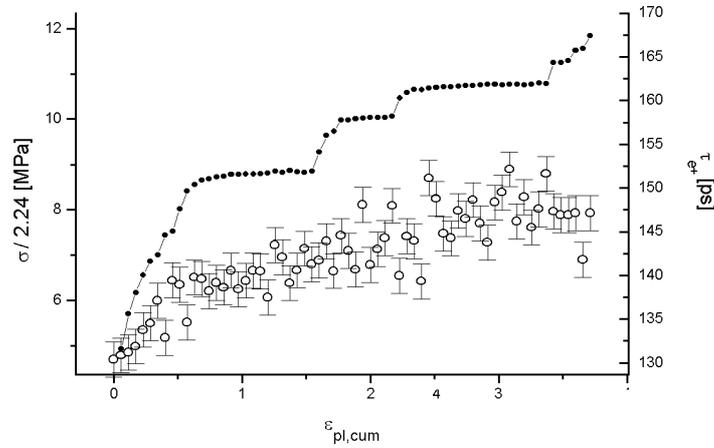
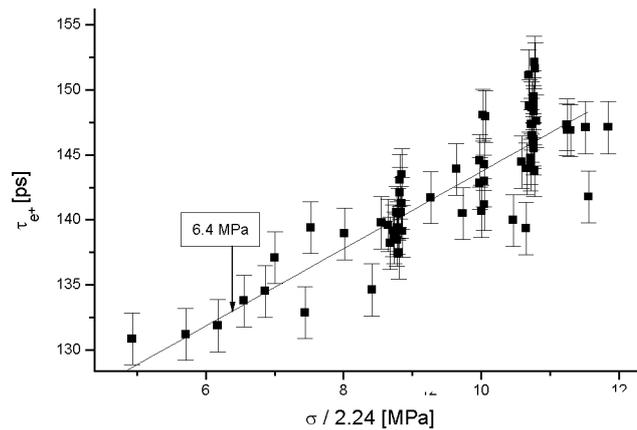


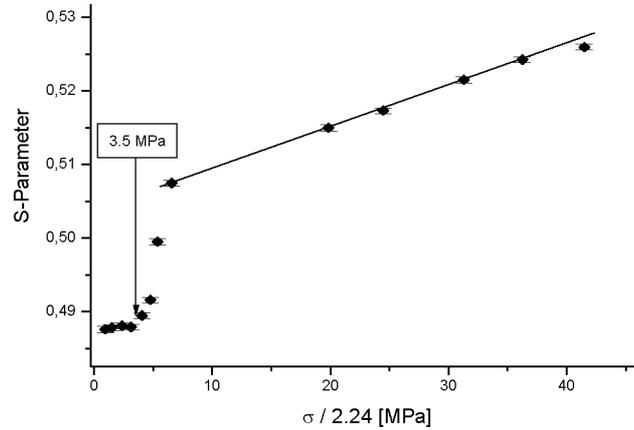
Abbildung 5.9: Experiment Cu-ptF-3

Abbildung 5.10: Abhängigkeit zwischen τ_{e^+} und $\hat{\sigma}$ bei Cu-ptF-3

Die anfängliche Positronenlebensdauer von 132 ps entspricht sehr gut den an Einkristallen gemessenen Werten. Aufgrund der Korngrößen, die wesentlich größer sind als die mittlere Diffusionslänge eines Positrons, war dies auch zu erwarten. Weiterhin zeigen die Lebensdauermessungen an den Polykristallen ein ähnliches Verhalten wie zuvor an den Einkristalle. Die mittlere Positronenlebensdauer steigt auch hier mit zunehmender Spannungsamplitude.

Die Änderung der mittleren Positronenlebensdauer setzt jedoch schon bei einem deutlich geringeren Spannungswert ein als bei den Einkristallen. Die untere Schwelle lag bei $\hat{\sigma}_u = 6.5 \pm 0.5$ MPa.

Die obere Schwelle $\hat{\sigma}_o$ konnte nicht ermittelt werden, da bis zu einer Spannung von 12 MPa noch keine Sättigung des Positronensignals erreicht war.

Abbildung 5.11: Abhängigkeit zwischen S-Parameter und $\hat{\tau}$ bei Cu-ptF-1.

$\hat{\epsilon}$ [10^{-4}]	0.75	1	1.25	2	3	4.5	6	7.5	10	12.5	13.5
Zyklen [10^3]	14.4	14	11	11.2	11.3	11.4	3.6	3.6	3.6	3.5	3.8

Tabelle 5.4: Cu-ptF-1: Verformungsamplituden $\hat{\epsilon}$ und zugehörige Zyklenzahlen

Mit dem Röhrchen Cu-ptF-1 wurde ein Experiment zur Bestimmung der Dopplerverbreiterung während der zyklischen Verformung gemacht. Dabei kam eine $2\ \mu\text{Ci}$ ^{22}Na -Quelle zum Einsatz, die auf einer $2\ \mu\text{m}$ dicken Mylar-Folie als Trägermaterial innerhalb des Röhrchens angebracht wurde. Durch diese besondere Anordnung annihilieren fast alle Positronen im Kupfer und nur wenige in der Trägerfolie, so daß eine nahezu untergrundfreie Messung möglich ist.

Die Verformung erfolgte in diesem Fall nicht mit einer konstanten plastischen Amplitude, sondern $\hat{\epsilon}$ wurde nach einer festen Zyklenzahl sukzessive erhöht. Simultan dazu wurden die Energiespektren aufgenommen.

Die Resultate dieses Experimentes sind in der Abbildungen 5.11 dargestellt. Der Kurvenverlauf unterscheidet sich von den vorstehenden Lebensdauermessungen. Die ersten Meßpunkte zeigen einen konstanten S-Parameter. Der Anstieg des S-Parameters bei $\hat{\epsilon} = 1.25 \cdot 10^{-4}$ kann in Verbindung gebracht werden mit der bei dieser Amplitude einsetzenden plastischen Verformung.

Der steile Anstieg setzt sich bis zu einer Amplitude von $\hat{\epsilon} = 4.5 \cdot 10^{-4}$ fort. Der anschließende flachere Verlauf der Kurve zeigt einen linearen Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und $\hat{\tau}$. Das Abknicken des Kurvenverlaufs erfolgte koinzident mit der Reduzierung der durchschnittlichen Zyklenzahl ab einer Gesamtamplitude von $\hat{\epsilon} = 6 \cdot 10^{-4}$ (Tabelle 5.4). Über die möglichen Ursachen kann derzeit nur spekuliert werden. Eindeutige Aussagen bezüglich des Verhaltens des S-Parameters erfordern dagegen weitere Experimente.

Kapitel 6

Ergebnisse und Diskussion

In den vorangegangenen Experimenten wurden Kupfereinkristalle bei konstanten Abgleichungsamplituden ermüdet. Es zeigt sich ein Bereich, in dem die mittlere Positronenlebensdauer *linear* zur Spannungsamplitude der Wechselverformung zunimmt.

Die untere Schwelle $\hat{\tau}_u$ (Ansprechschwelle) und die obere Schwelle $\hat{\tau}_o$ (Sättigungsschwelle) grenzen diesen Empfindlichkeitsbereich ein, in dem die Änderung der Positronenlebensdauer von einem Anfangswert von 133 ± 2 ps auf einen Sättigungswert von 171 ± 2 ps stattfindet. Die Tabelle 6.1 enthält die ermittelten Spannungswerte.

Bezeichnung	$\hat{\tau}_u$ [MPa]	$\hat{\tau}_o$ [MPa]	Meßgröße
Cu-79	8.5 ± 0.5	24.5 ± 0.5	τ_{e+}
Cu-130	(10 ± 2)	21.0 ± 0.5	τ_{e+}
Cu-137	8.5 ± 0.5	18.0 ± 0.5	τ_{e+}
Cu-157	8.0 ± 0.5	-	τ_{e+}
Cu-ptF-3	6.5 ± 0.5	-	τ_{e+}
Cu-ptF-1	3.5 ± 0.5	-	S-Parameter

Tabelle 6.1: Experimentelle Werte der unteren ($\hat{\tau}_u$) und oberen ($\hat{\tau}_o$) Schwelle des Empfindlichkeitsbereiches

Die Änderung der Spannungsamplitude im Verlauf der Ermüdung geht in erster Linie auf eine Zunahme der Versetzungsdichte zurück. Die Messungen zeigen daher eindeutig, daß die Positronen an Fehlstellen in der Kristallstruktur zerstrahlen, die mit den Versetzungen assoziiert sind.

Bei geringen plastischen Amplituden ($\hat{\gamma}_{pl} \leq 1 \cdot 10^{-4}$) besteht die Versetzungsanordnung in der ersten Phase der Ermüdung aus Flecken, in denen sich die Stufenversetzungsdipole anhäufen [8, 10]. Betrachtet man diese Anordnung bezogen auf ein größeres Volumen (mm^3) als weitgehend homogen, dann läßt sich

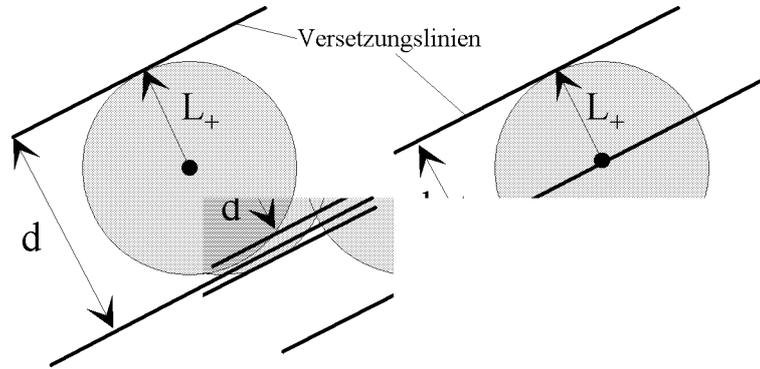


Abbildung 6.1: Zur Abschätzung der unteren (links) und oberen (rechts) Grenze des Empfindlichkeitsbereichs - L_+ ist die mittlere Diffusionslänge eines Positrons und d der mittlere Abstand zwischen den Versetzungen

ein mittlerer Abstand d zwischen den Versetzungen definieren, der im Laufe der Verformung kontinuierlich abnimmt. Eine Abschätzung der theoretisch zu erwartenden unteren Spannungsschwelle $\hat{\tau}_u$ ist mit der in Kapitel 2.1.3 eingeführten Beziehung

$$\tau = \frac{\alpha \cdot G \cdot b}{d} \quad (6.1)$$

möglich. Die mittlere Positronenlebensdauer beginnt sich deutlich zu ändern, wenn *jedes* Positron bei günstiger Diffusionsrichtung die Möglichkeit hat in einer Fehlstelle eingefangen zu werden. Dies ist genau dann der Fall, wenn der mittlere Versetzungsabstand d dem doppelten der mittleren Diffusionslänge L_+ der Positronen entspricht (Abb. 6.1 - links). Daraus läßt sich für die untere Grenze der Ausdruck

$$\hat{\tau}_{u,th} = \frac{\alpha \cdot G \cdot b}{2 \cdot L_+} = 9 \text{ MPa}$$

ableiten. Dabei wurden die bekannten Konstanten für Kupfer bei Raumtemperatur ($\alpha \approx 0.4$, $G = 42.7 \text{ GPa}$, $b = 2.58 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ [57, 58], $L_+ = 240 \text{ nm}$ [Kap. 2.3.3]) eingesetzt. Der aus der Theorie abgeschätzte Wert stimmt sehr gut mit den experimentell ermittelten Werten überein.

Welcher Art die Fehlstellen sind, an denen die Positronen zerstrahlen, kann anhand dieses Ergebnisses nicht gesagt werden. Allerdings müssen sie entlang der Versetzungslinien lokalisiert sein, da die obige Abschätzung sonst nicht zutreffen würde.

Aus Zugexperimenten wurde eine untere Schwelle von 10 MPa ermittelt [44], also etwas höher als bei Wechselverformungen. Die lineare Zunahme von τ_{e+} mit steigendem $\hat{\tau}$ fand sich auch dort, wenngleich die Lebensdaueränderung bei einander entsprechenden Spannungswerten ($\tau = \hat{\tau}$) deutlich kleiner war. Daraus kann geschlossen werden, daß die Versetzungsdichte nicht die einzige Größe ist,

die die Wahrscheinlichkeit des Positroneneinfangs beschreibt. Ein weiterer Parameter, der die Struktur der Versetzungslinien in bezug auf ihre Effektivität für den Positroneneinfang beschreibt, spielt hier eine Rolle.

Ein Defekttyp, der bei Wechselverformungen in wesentlich größerem Umfang entsteht als bei einsinnigen Verformungen, sind die Einfachleerstellen [8]. Sie können entlang der Versetzungslinie annihilieren und dadurch monoatomare Sprünge bilden. Versetzungen sind zugleich Quellen und Senken für Einfachleerstellen. Dies führt aufgrund eines lokalen Quasigleichgewichtes zu einer Leerstellenkonzentration um die Versetzungslinie, die höher ist, als das thermische Gleichgewicht im ungestörten Gitter zwischen den Versetzungen fordert [22].

Sowohl Sprünge als auch elastisch gebundene Leerstellen stellen für die Positronen effektive Einfangzentren dar, die als „mit der Versetzungslinie assoziiert“ bezeichnet werden können.

Die hier präsentierten Experimente in Verbindung mit den in [44] gefundenen Ergebnissen legen den Schluß nahe, daß diese Haftstellen für den Großteil der Änderungen in der mittleren Positronenlebensdauer verantwortlich sind.

Die Ausbildung einer inhomogenen Mikrostruktur (Matrix, PGB) im Zuge der Ermüdung wurde bislang nicht berücksichtigt. Die geringe Ortsauflösung der Positronenmessungen mit einer makroskopischen β^+ -Quelle bewirkt eine Integration über alle Fehlstellentypen in einem Volumen von einigen mm^3 . Die Bereiche der Mikrostruktur erstrecken sich dagegen in der Größenordnung $\leq \mu\text{m}^3$. Eine Abschätzung der oberen Schwelle, ab der fast jedes Positron in einer Fehlstelle annihiliert, ist schwierig. Der Abstand d in der Beziehung 6.1 bezeichnet für eine inhomogene Versetzungsverteilung nicht mehr den mittleren Abstand zwischen den Versetzungen sondern einen mittleren Abstand zwischen den Hindernissen in der Gleitebene. Dieses können zum Beispiel immobile Versetzungsanordnungen sein. Als untere Abschätzung für $\hat{\tau}_o$ mag die Beziehung 6.1 dennoch ausreichen. Im ungünstigsten Fall beginnt ein Positron nach der Thermalisierung von einer Versetzung in seiner unmittelbaren Nähe weg zu diffundieren (Abb.6.1 rechts). Die nächste Versetzung kann es dann gerade noch im Abstand L_+ erreichen. In diesem Fall gelangt fast jedes Positron zu einer Versetzung bzw. den mit ihr assoziierten Einfangzentren. Für die obere Schwelle ergibt sich

$$\hat{\tau}_{o,\text{th}} = \frac{\alpha \cdot G \cdot b}{L_+} = 18 \text{ MPa},$$

unter der Annahme, daß *alle* Positronen in der Nähe einer Versetzung eingefangen werden. Die theoretische Schwelle ist etwas niedriger, als die in den Ermüdungsexperimenten gefundenen.

In der Nähe einer Versetzung werden demnach tatsächlich fast alle Positronen an Haftstellen gebunden und zwar wesentlich mehr als in zugverformten Proben, in denen selbst bei Spannungen von 40-50 MPa noch keine Sättigung von τ_{e+} erreicht war [44]. Die Zahl der mit einer Versetzung assoziierten Fehler muß bei einer Zugverformung also wesentlich geringer sein. Die Konzentration der elastisch an eine

Versetzung gebundenen Leerstellen ist für eine gegebene Temperatur konstant. Ein entscheidender Unterschied in der Struktur der Versetzungen zwischen den beiden Verformungsarten kann aber die Zahl der monoatomaren Sprünge sein.

Die obere Schwelle kann experimentell nicht so genau bestimmt werden wie die untere. Denn bei welcher Spannungsamplitude die Sättigung von τ_{e+} einsetzt, ist prinzipiell nur dann eindeutig festgelegt, wenn sich die Art der Fehler, an denen die Positronen zerstrahlen, nicht ändert. Die mittlere Positronenlebensdauer kann sowohl durch einen größeren Anteil eingefangener Positronen als auch durch eine längere Lebensdauerkomponente aus einem neuen Haftstellentyp steigen.

Gerade die Umwandlung der Matrixstruktur in die persistenten Gleitbänder erzeugt eine Vielzahl zusätzlicher Fehlstellen wie z.B. Leerstellenagglomerate, in denen die Positronen eine deutlich längere Lebensdauer besitzen als in Einfachleerstellen. Die obere Schwelle $\hat{\tau}_o$ hängt daher vermutlich stark von der *Verformungsgeschichte* der Probe ab. Dadurch wird die große Schwankung in den gemessenen Werten (18-24.5 MPa) erklärbar.

Die Experimente mit Kupfer Polykristallen zeigen, daß auch hier die Korrelation zwischen $\hat{\tau}$ und τ_{e+} besteht. Eine signifikante Änderung der mittleren Lebensdauer setzte bereits bei einer Spannung von 6.5 ± 0.5 MPa ein. Die Positronenlebensdauer war vor der Verformung identisch zu der in den Einkristallen. Eine Ursache für das frühe Ansteigen von τ_{e+} mag die Rolle der Korngrenzen spielen, die als zusätzliche Quelle und Senke für Versetzungen und Leerstellen wirken [22].

Der S-Parameter zeigte in dem ermüdeten Polykristall Cu-ptF-1 bereits bei 3.5 MPa einen Anstieg. Systematische Versuche zur Messung der Korrelation zwischen $\hat{\tau}$ und der Dopplerverbreiterung wurden bisher nicht durchgeführt. Mit der internen ^{22}Na -Quelle versprechen sie aber aufgrund des sehr geringen Untergrundes noch präziser als die Lebensdauermessungen zu sein. Ob sich der S-Parameter und τ_{e+} analog zu $\hat{\tau}$ verhalten, ist dabei eine offene Frage.

Der lineare Zusammenhang zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ in dem durch die Schwellen $\hat{\tau}_u$ und $\hat{\tau}_o$ gekennzeichneten Bereich, der zu Beginn dieses Kapitels aufgestellt wurde, läßt sich durch die Geradensteigung

$$c_F \equiv \frac{\partial \tau_{e+}}{\partial \hat{\tau}} = \text{const}$$

beschreiben, die aus den Meßpunkten durch eine lineare Regression ermittelt wurde. Der Kristall Cu-79 paßt nicht aufgrund seiner abweichenden Verformungsgeschichte zu den Werten in Tabelle 6.2. Er wurde bei einer kleineren Amplitude vorverformt, bevor der lineare Bereich einsetzte.

Eine grafische Darstellung zeigt die Systematik, die in den c_F Werten als Funktion der plastischen Amplitude $\hat{\gamma}_{pl}$ steckt (Abb. 6.2).

Mit zunehmender Amplitude $\hat{\gamma}_{pl}$ nimmt die Geradensteigung c_F ab, wobei Abbildung 6.2 in dem dargestellten Bereich eine lineare Beziehung nahelegt. Im Grenzwert einer extrem großen plastischen Amplitude nähert man sich einem

Probe	Cu-157	Cu-137	Cu-130	Cu-ptF-3
$\hat{\gamma}_{\text{pl}} [10^{-5}]$	5	8.5	20	2
$c_{\text{F}} [\text{ps}/\text{MPa}]$	3.8	3.5	2.8	2.9

Tabelle 6.2: Die Steigung c_{F} im Empfindlichkeitsbereich in Abhängigkeit von der plastischen Amplitude $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$

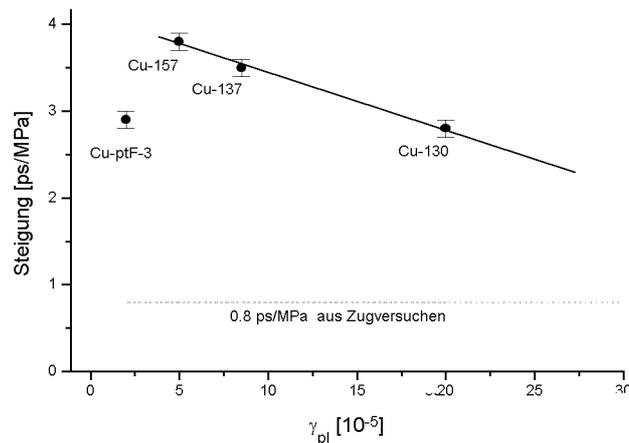


Abbildung 6.2: Die Steigung c_{F} als Funktion der plastischen Amplitude $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$. Für $\hat{\gamma}_{\text{pl}} \rightarrow \infty$ erfolgt der bergang von der Wechselverformung zu einem Zugversuch.

Zugversuch, wo in der Tat sehr geringe Steigungen (≈ 0.8 ps/MPa [44]) beobachtet werden.

Nehmen wir an, daß bei kleinen Abgleitungsamplituden die Konzentration der Sprünge auf der Versetzungslinie höher ist als bei großen Amplituden. Die Zahl der Einfangzentren für die Positronen steigt dann mit zunehmender Versetzungsdichte schneller an. Die Größe $\partial\tau_{e^+}/\partial\hat{\tau}$ wäre demnach eine Art *Strukturparameter*, der von der Konzentration der Sprünge auf der Versetzungslinie abhängt. Anders gesagt scheint für kleinere $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ die Reversibilität der Versetzungsbewegungen höher und damit das *Aufammeln* der erzeugten Leerstellen effektiver zu sein.

In der Literatur wurden schon oft Messungen der Positronenlebensdauer an Versetzungen vorgestellt und spezifische Einfangraten dafür berechnet [49, 51, 52]. Die Proben wurden dazu durch Kaltverformung, Ermüdung oder Zugversuche plastisch verformt und anschließend wärmebehandelt, so daß die Einfachleerstellen *ausgeheilt* sind, bevor Positronenmessungen durchgeführt werden. Der Begriff Ausheilen bezieht sich dabei auf Erfahrungen aus Restwiderstandsmessungen, bei denen sich in einem gewissen Temperaturbereich die Zahl der Streuzentren

deutlich verringert [24, 45]. Diese Streuzentren sind Einfachleerstellen¹, die agglomerieren oder an Versetzungen annihilieren. Für die Leitungselektronen verringert sich durch die Zusammenlagerung der Kristallfehler der effektive Streuquerschnitt und damit auch der elektrische Widerstand. Allerdings sind diese Fehler als Sprünge in der Versetzungslinie, elastisch gebundene Einfachleerstellen oder als Agglomerate immer noch effektive Haftstellen für die Positronen. Diese mit den Versetzungslinien assoziierte Mikrostruktur korreliert mit der Verformungsgeschichte, wie der Vergleich zwischen Ermüdungsexperimenten und Zugversuchen nahe legt.

Eine spezifische Positroneneinfangrate oder Lebensdauer im Umfeld einer Versetzung besitzt demzufolge auch eine Abhängigkeit von der Verformungsgeschichte und ist daher kein universeller Wert.

Ausheilexperimente kombiniert mit Positronenmessungen [48, 53, 54] können als Test für diese Vorstellung dienen. Interessant ist, daß in [53] auf einen deutlichen Unterschied zwischen zugverformten und ermüdeten Proben hingewiesen wird. Demzufolge heilen zugverformte Kupferproben bereits bei niedrigeren Temperaturen aus als ermüdete Proben desselben Materials.

Dies spricht dafür, daß die Positronenzerstrahlung in zugverformten Proben zu einem großen Teil in *freien* Einfach- oder Doppelleerstellen erfolgt, da diese leicht durch thermische Energie zum ausheilen gebracht werden können.

Bei ermüdeten und kaltverformten Proben beobachtet man hingegen, daß in dem Temperaturbereich, in dem der Restwiderstand durch Anlagerung der Einfachleerstellen an Versetzungen deutlich sinkt, die Positronenlebensdauer weitgehend konstant bleibt [48, 54].

Erst wenn die Temperatur über $\geq 500\text{ K}$ erhöht wird, beginnen die Versetzungen durch Klettern auszuheilen, so daß die Versetzungsdichte abnimmt. Dabei kommt es auch zur Annihilation der Sprünge. Gleichzeitig wird eine kontinuierliche Abnahme der Positronenlebensdauer auf Werte festgestellt, die in unverformten Kristallen gefunden werden [48].

Die zitierten Anlaßexperimente zeigen, daß in ermüdeten Kupferproben der Großteil der Einfangzentren für die Positronen mit den Versetzungen assoziiert ist. Für zugverformte Proben ist dieser Anteil geringer.

Die Interpretation der c_F -Werte als ein Maß für die Dichte der Sprünge auf den Versetzungslinien ist mit den geschilderten Beobachtungen ohne weiteres vereinbar.

¹...und Zwischengitteratome, die aber nur einen geringen Einfluß auf die Positronenlebensdauer besitzen.

Kapitel 7

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Positronenannihilationsspektroskopie eingesetzt, um in-situ-Messungen an Kupferkristallen während plastischer Wechselverformung durchzuführen.

Als Voraussetzung für diese Messungen wurde eine Verformungsapparatur und ein mobil einsetzbares Positronen-Lebensdauerspektrometer entwickelt. Die Verformungsapparatur basiert auf einem Piezotranslator als Antrieb.

Das Lebensdauerspektrometer enthält eine ^{72}Se - ^{72}As Positronenquelle, die sich aufgrund der hohen Energie der emittierten Positronen, $E_{\text{max}}=2.5$ und 3.3 MeV, insbesondere zur Messung von Volumeneigenschaften weit von der Oberfläche der Probe eignet. Die eingesetzte β^+ - γ -Koinzidenz-Technik führt zu hohen Zählraten und kurzen Meßzeiten. Diese Technik erlaubt eine effiziente Untergrundunterdrückung der nicht in Richtung der Probe fliegenden Positronen, so daß eine Standardprobenform für die Verformungsexperimente verwendet werden konnte, die nicht für diese Messungen optimiert war.

Durch die geschaffenen Voraussetzungen war es möglich eine kontrollierte mechanische Ermüdung bei gleichzeitiger Messung der Positronenlebensdauer durchzuführen. Über den gesamten Ablauf der Verformung wurden kontinuierlich Lebensdauerspektren aufgezeichnet. So konnten die mechanischen Daten wie die kumulative Abgleitung γ_{cum} , die Abgleichungsamplitude $\hat{\gamma}_{\text{pl}}$ und die Spannungsamplitude $\hat{\tau}$ mit der mittleren Positronenlebensdauer τ_{e+} korreliert werden.

Es wurde der Empfindlichkeitsbereich, in dem die Positronenlebensdauer einer Änderung der Spannungsamplitude folgt, experimentell durch zwei Schwellen ermittelt. Für die Einkristalle lag die untere Ansprechschwelle bei $\hat{\tau}_{\text{u}} = 8.0 \pm 0.5$ MPa, während die Sättigungsschwelle zwischen $\hat{\tau}_{\text{o}} = 18$ MPa und 24.5 MPa schwankte. Eine theoretische Abschätzung der unteren Schwelle ergab einen Wert von 9 MPa. Dazu wurde eine homogene Verteilung der Versetzungen angenommen, und der Fall betrachtet, ab dem jedes Positron die Möglichkeit hat eine Versetzungslinie zu erreichen. Dies führt zu einem mittleren Versetzungsabstand von $2 \cdot L_+$, wobei L_+ die mittlere Diffusionslänge der Positronen bezeichnet. Durch die Beziehung 6.1 ist dann der Rückschluß auf die zu erwartende untere

Schwelle möglich. Experimente an Polykristallen zeigen dagegen eine niedrigere Ansprechschwelle bei 6.5 ± 0.5 MPa.

Die obere Schwelle, ab der jedes Positron an eine Versetzungslinie gelangt, konnte nach unten mit 18 MPa nur grob abgeschätzt werden, da hier die Näherung einer homogenen Versetzungsverteilung nicht mehr zutrifft. In den Experimenten zeigte sich außerdem eine starke Abhängigkeit der oberen Schwelle von der Verformungsgeschichte.

Der Empfindlichkeitsbereich läßt sich durch einen linearen Zusammenhang zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ beschreiben. Als Ursache wurde die Positronenannihilation an mit den Versetzungslinien assoziierten Fehlern vorgeschlagen. Dazu gehören elastisch gebundene Leerstellen sowie Sprünge. Die sehr gute bereinstimmung der theoretischen Ansprechschwelle mit den experimentellen Werten weist auf eine Lokalisierung der Einfangzentren in unmittelbarer Nähe der Versetzungslinien. Die Zahl der mit einer Versetzungslinie pro Längeneinheit assoziierten Fehler setzt sich aus zwei Teilen zusammen. Die Konzentration der elastisch gebundenen Leerstellen ist für eine gegebene Temperatur konstant, während die Zahl der Sprünge pro Längeneinheit variieren kann. Die Steigung

$$c_F \equiv \frac{\partial \tau_{e+}}{\partial \hat{\tau}},$$

die sich aus der linearen Beziehung zwischen τ_{e+} und $\hat{\tau}$ ergibt, kann ein Maß für die Struktur der Versetzungslinien sein. Sie zeigt eine systematische Abhängigkeit von der Abgleichungsamplitude $\hat{\gamma}_{pl}$: Mit zunehmender Abgleichungsamplitude nimmt c_F ab. Durch $\hat{\gamma}_{pl} \rightarrow \infty$ kann außerdem der bergang zu Zugversuchen hergestellt werden. Das dort beobachtete $c_F \approx 0.8$ ps/MPa [44] paßt zu der in den Ermüdungsexperimenten gefundenen Tendenz.

Eine abnehmende Reversibilität in der Versetzungsbewegung für zunehmende $\hat{\gamma}_{pl}$ kann dafür als Erklärung dienen. Das Aufsammeln der erzeugten Leerstellen ist dann weniger effizient und die Dichte der Sprünge entlang einer Versetzungslinie wird somit geringer.

Auf der Grundlage der gewonnenen Erfahrung sind weitere Untersuchungen sowohl an Kupferpolykristallen als auch an anderen Materialien wünschenswert. Eine Verformung der Proben bei unterschiedlichen Temperaturen würde außerdem eine weitergehende Variation der Mikrostruktur erlauben.

Daneben sind auch umfangreichere Messungen der Dopplerverbreiterung während der Ermüdung interessant, um einen Vergleich zu den vorgestellten Lebensdauerermessungen zu ermöglichen. Schließlich würde die Kombination von Ausheilexperimenten mit den Positronenmessungen weiterführende Hinweise über die Leerstellenbildung infolge plastischer Verformung und über die Wechselwirkung von Positronen mit Sprüngen in der Versetzungslinie bringen.

Anhang A

Anlaßexperiment mit dem Kristall Cu-79

Vor der Wärmebehandlung erfolgte die erneute Bestimmung von τ_{e+} , da der Kristall bereits mehrere Wochen bei Raumtemperatur gelagert worden war. Es ergab sich kein signifikanter Unterschied zu den am Ende der zyklischen Verformung gemessenen Werten von 172 ± 2 ps.

Der Kristall wurde isochron für 1 h bei 450 K und 550 K in einem evakuierten Quarzglasrohr bei $p < 10^{-4}$ mbar angelassen, wobei die Temperatur durch ein Thermoelement direkt am Probenort gemessen wurde. Nach jedem Anlaßschritt erfolgte eine Positronenlebensdauermessung. Die Ergebnisse des Anlaßexperiments sind in der Abbildung A.1 zusammengefaßt.

Die beiden Temperaturen waren so gewählt, um zwischen freien Leerstellen¹ und Versetzungen als Einfangzentren für die Positronen zu unterscheiden. Einfach-leerstellen besitzen in Kupfer bei Raumtemperatur eine Mobilität, die ihnen un-

¹Das „freie“ soll abgrenzen gegenüber Leerstellen, die an Versetzungen oder Stapelfehler elastisch gebunden und daher weniger frei beweglich sind.

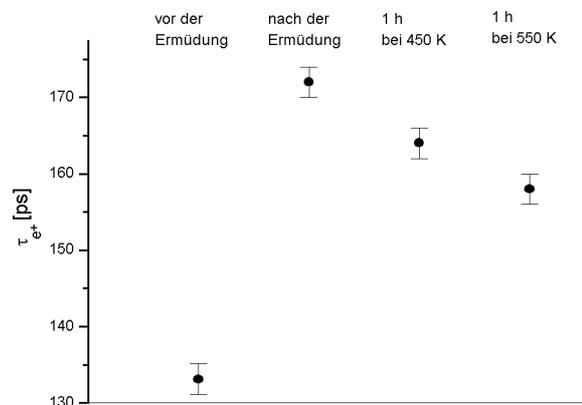


Abbildung A.1: Anlaßexperiment mit Cu-79

abhängig von der zugrunde liegenden Modellvorstellung die Diffusion ermöglicht [26], während Versetzungen erst ab 550 K thermisch aktiviert zu klettern beginnen [48].

Die Interpretation dieses Experimentes kann nur im Zusammenhang mit anderen Ergebnissen aus der Literatur erfolgen [43, 48, 53]. Die geringe Abnahme der mittleren Positronenlebensdauer nach dem ersten Anlaßschritt zeigt, daß freie Leerstellen nur einen kleinen Teil der Zerstrahlungszentren für die Positronen in bei Raumtemperatur ermüdeten Kupfereinkristallen darstellen.

Der zweite Anlaßschritt führte zu einer weiteren Reduzierung der Lebensdauer. Aus anderen Experimenten ist bekannt, daß der Großteil des Erholungsvorganges in ermüdeten Proben erst bei Temperaturen von ≥ 500 K einsetzt [53]. Das Ausheilen der Versetzungen führt zur Annihilation von Sprüngen auf den Versetzungslinien und reduziert aufgrund der abnehmenden Versetzungsdichte auch die Zahl der elastisch gebundenen Leerstellen. Die Reduzierung der mit den Versetzungen assoziierten Fehler kann daher eine Erklärung für die Abnahme der Positronenlebensdauer liefern.

Literaturverzeichnis

- [1] A. Wöhler, *Z. f. Bauwesen*, **8** (1858) 642-652
Bericht über die Versuche, welche auf der königl. Niederschlesisch-Märki-
schen Eisenbahn mit Apparaten zum Messen der Biegung und Verdrehung
von Eisenbahnwagenachsen während der Fahrt angestellt wurden
- [2] E. Orowan, *Zeitschrift für Physik* **89** (1934) 634
Zur Kristallplastizität. III. ber den Mechanismus des Gleitvorgangs
- [3] M. Polanyi, *Zeitschrift für Physik* **89** (1934) 660
ber eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte
- [4] G.I. Taylor, *Proc. Roy. Soc. London A* **145** (1934) 362
- [5] P.G. Hirsch, R.W Horne und M.J. Whealan, *Phil. Mag.* **1** (1956) 677
Direct observation of the arrangement and motion of dislocations in alumi-
nium
- [6] W. Bollmann, *Phys. Rev.* **103** (1956) 1588
Interference effects in the electron microscopy of thin crystal foils
- [7] H.Mughrabi, *Materials Science and Engineering*, **33** (1978) 207-223
The Cyclic Hardening and Saturation Behaviour of Copper Single Crystals
- [8] Z.S. Basinski, S.J. Basinski und A. Howie, *Phil. Mag.*, **19** (1969) 899-924
Early Stages of Fatigue in Copper Single Crystals
- [9] Z.S. Basinski, A.S. Korbel und S.J. Basinski, *Acta Metallurgica*, Vol. 28
(1979) 191-207
The temperature dependence of the saturation stress and dislocation sub-
structure in fatigued copper single crystals
- [10] Z.S. Basinski and S.J. Basinski, *Progress in Materials Science*, **36** (1992)
89-148
Fundamental aspects of low amplitude cyclic deformation in face-centred
cubic crystals
- [11] A.T. Winter, *Phil. Mag.* **30** (1974) 719-738
A model for the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes

- [12] F.C. Frank und W.T. Read, *Phys. Rev* **79** (1950) 722
- [13] A. Seeger, in: *Kristallphysik 1, Theorie der Gitterfehlstellen*, Handbuch d. Physik Band VII Teil 1, Hrsg. S. Flügge, S. 383
- [14] A. Seeger, in: *Kristallphysik 2, Kristallplastizität*, Handbuch d. Physik Band VII Teil 2, Hrsg. S. Flügge
- [15] H. Mughrabi, *Phil. Mag.*, Vol. 23, No. 183 (1971) 869-895, 897-929, 931-946
Versetzungsanordnung verformter Kupfereinkristalle im belasteten Zustand
- [16] U. Essmann und M. Rapp, *Acta Metallurgica*, Vol. 21 (1973) 1305 ff.
Slip in copper crystals following weak neutron bombardment
- [17] J.C. Grosskreutz und H. Mughrabi, in: *Constitutive Equations in Plasticity*, Hrsg. A.S. Argon, MIT Press Cambridge (Mass.), 1975) 251-326
Description of the work-hardened structure at low temperature in cyclic deformation
- [18] H. Mughrabi, in: *Constitutive Equations in Plasticity*, Hrsg. A.S. Argon, MIT Press Cambridge (Mass.) und London (1975) 199-250
Description of the dislocation structure after unidirectional deformation at low temperatures
- [19] H. Mughrabi and R. Wang, in: *Deformation of Polycrystals: Mechanisms and Microstructure*, Proc. 2nd Risø Int. Symp. on Metallurgy and Materials Science, Hrsg. H. Hansen A. Horsewell, T. Leffers, H. Lilholt (1981) 87-98
Cyclic deformation of face-centred cubic polycrystals: a comparison with observations on single crystals
- [20] H. Mughrabi, in: *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Materials Science and Technology, Vol. 6 , Hrsg.: H. Mughrabi (VCH, Weinheim 1993) S. 7
Microstructure and Mechanical Properties
- [21] S. Suresh, in: *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Materials Science and Technology, Vol. 6 , Hrsg.: H. Mughrabi (VCH, Weinheim 1993) S. 509
Cyclic Deformation and Fatigue
- [22] W. Schilling, in: *Bergmann und Schäfer: Lehrbuch der Experimentalphysik - Festkörper*, Band 6, (Walter de Gruyter, Berlin, New York 1992) S. 297
Fehlordnung in Kristallen
- [23] L.K. Thomas, in: *Bergmann und Schäfer: Lehrbuch der Experimentalphysik - Festkörper*, Band 6, (Walter de Gruyter, Berlin, New York 1992) S. 401
Mechanische Eigenschaften von Werkstoffen

- [24] T.H. Blewitt, R.R. Coltman and J.K. Redman, in: *Defects in Crystalline Solids*, (The Physical Society, London 1955) S. 369
Work hardening in Copper Crystals
- [25] U. Holzwarth und Eßmann, *Phil. Mag. Lett.*, Vol. 70, No. 2, (1994) 75-80
The irreversibility of dislocation-wall formation in persistent slip bands
- [26] P. Ehrhart, P. Jung, H. Schultz und H. Ullmaier, in: *Landolt-Börnstein New Series III/25*, Hrsg.: H. Ullmaier (Springer-Verlag)
Atomare Fehlstellen in Metallen
- [27] M.T. Hutchings, D.J. Buttle, R. Colbrook, W. Dalzell und C.B. Scruby, *Journal de Physique IV*, **5** (1995) C1-111 C1-117
Positron Annihilation for the Non-Destructive Assessment of Early Stages of Damage
- [28] B. Somieski und R. Krause-Rehberg, *Materials Science Forum*, Vols. 175-178 (1995) 989-992
Application of the positron lifetime spectroscopy as a method of non-destructive testing
- [29] D. Griffiths, *Introduction to Elementary Particles*, (John Wiley and Sons 1987) S. 159
- [30] R.N. West, *Advances in Physics* **22** (1973) 263-375
Positron studies of condensed matter
- [31] M.J. Puska und R.M. Nieminen, *Reviews of Modern Physics*, **66** (1994) 841-893
Theory of positrons in solids and on solid surfaces
- [32] H. Häkkinen, S.Mäkinen und M. Manninen, *Phys. Rev. B*, Vol. 41, No. 18 (1990) 12441-12449
Edge dislocation in fcc metals: Microscopic calculations of core structure and positron states in Al and Cu
- [33] P.J. Schultz und K.G. Lynn, *Reviews of Modern Physics* **60** (1988) 701-773
Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces
- [34] P. Hautojärvi, J. Heiniö und M. Manninen, *Phil. Mag.*, Vol.35, No. 4 (1977) 973-981
The effect of microvoid size on positron annihilation characteristics and residual resistivity in metals
- [35] P. Hautojärvi und A. Vehanen, in: *Positrons in Solids*, edited by P. Hautojärvi, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1979) 1-23
Introduction to Positron Annihilation

- [36] T. Lepistö, J. Yli-Kaupilla, P. Kettunen, und P. Hautojärvi, *Phys. Stat. Sol.* **67** (1981) K93-K97
Voids in Fatigued Copper Single Crystals
- [37] R.N. West, in: *Positrons in Solids*, Hrsg.: P. Hautojärvi, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1979) 89-139
Positron Studies of Lattice Defects in Metals
- [38] R.M. Nieminen und M.J. Manninen, in: *Positrons in Solids*, Hrsg.: P. Hautojärvi, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1979) 145-192
Positrons in Imperfect Solids: Theory
- [39] J.C. Grosskreutz und W.E. Millett, *Phys. Lett.*, Vol. 28A, No. 9 (1969) 621-622
The effect of cyclic deformation on positron lifetimes in copper and aluminium
- [40] H. Häkkinen, S. Mäkinen und M. Manninen, *Europhys. Lett.*, **9** (8), (1989) 809-814
Positron States in Dislocations: Shallow and Deep Traps
- [41] R.E. Bell und R.L. Graham, *Phys. Rev.*, **90** (1954) 644
- [42] K. Maier und R. Myllylä, *Proc. 5th Int. Conf. Positron Annihilation*, Japan (1979) 829-813
- [43] W.R. Wampler und W.B. Gauster, *Physics Letters*, Vol. 68A, (1978) 363-367
Annealing of vacancies in quenched copper studied by positron annihilation
- [44] S.Hansen, *Diplomarbeit*, Universität Bonn (1997)
Positronen-Lebensdauerspektroskopie an plastisch verformten Kupfereinkristallen
- [45] O. Haruyama, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 20, No. 9 (1981) 1641-1648
Isothermal recovery of electrical resistivity in aluminium immediately after deformation
- [46] E. Hashimoto, T. Shiraishi, N. Kamigaki und T. Kino *Journal of the Physical Society of Japan*, Vol. 57, No. 9 (1988) 3233-3238
Temperature dependence of positron annihilation in plastically deformed copper
- [47] S. Tanigawa, K. Ito, S. Terakado, A. Morisue, S. Fujii und Y. Iwase, *Proc. 7th Intern. Conf. Positron Annihilation*, Hrsg. von P.C. Singru und K.P. Gopinathan (World Scientific, Singapore) 1985
zitiert nach [40]

- [48] D.Segers, I.Lemahieu, L. Dorikens-Vanpraet, M. Dorikens und J. Paridaens, *Phys. Lett. A*, Vol. 133, No. 7,8 (1988) 455-458
Positron annihilation study of copper deformed at liquid nitrogen temperature
- [49] B.T.A. McKee, S. Saimoto, A.Stewart und M.J. Stott, *Can. J. Phys.*, **52** (1974) 759
Positron trapping at dislocations in copper
- [50] G. Trumpy, *Physics Letters A* 192, (1994) 261-264
Observation of dislocations by the positron annihilation method
- [51] Y.K. Park, J.T. Waber, M. Meshii, C.L. Snead und C.G. Park, *Physical Review B*, Vol. 34, No. 2 (1986) 823-836
Dislocation studies on deformed single crystals of high-purity iron using positron annihilation: Determination of dislocation densities
- [52] E. Hashimoto, Y. Ueda, N. Uematsu, M. Iwami und T. Kino, *Journal of the Physical Society of Japan*, Vol. 61, No. 10 (1992) 3799-3802
Positron trapping rate into dislocations in aluminium
- [53] S. Kupca, D.P. Kerr, B.G. Hogg und Z.S. Basinski, *Can. J. Phys.* **60** (1982) 201
Positron annihilation in fatigued copper
- [54] C. Dauwe, M. Dorikens-Vanpraet und D. Segers, *Appl. Phys.* 5 (1974) 117-120
Positron lifetimes and lineshape factors in deformed copper
- [55] PI Physik Instrumente GmbH, *Gesamtkatalog 1996*
Grundlagen der Piezostelltechnik
- [56] H. D. Motz, in: *Ingenieurmechanik: Techn. Mechanik f. Studium und Praxis*, VDI Verlag Düsseldorf (1991)
- [57] P. Coulomb, *Scripta Metallurgica*, Vol. 15 (1981) 769-770
- [58] G. Simmons und H. Wang, in: *Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties, A Handbook*, 2. Aufl., MIT Press Cambridge (Mass.) und London (1971)
- [59] W.R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*, 2. überarbeitete Auflage, (Springer New York, 1993)
- [60] Measurement Group Meßtechnik GmbH, *Tech Note TN-507*
Nicht-Linearität von Wheatstone-Brücken

Dank

Meinen besonderen Dank möchte ich Herrn Prof.Dr. Karl Maier aussprechen. Die interessante Aufgabenstellung und sein außergewöhnliches Engagement für seine Gruppe haben diese Diplomarbeit zum spannendsten Teil meines Studiums werden lassen.

Für sein Interesse und die bereitwillige Übernahme des Korreferates danke ich Herrn Prof.Dr. Reinhard Maschuw.

Zu großem Dank verpflichtet bin ich für die intensive Betreuung während dieser Arbeit *unserem* Assistenten Dr. Uwe Holzwarth. Seine ausdauernde Geduld und Hilfe verbunden mit seiner Erfahrung haben mir den Einstieg in die Metallphysik und das wissenschaftliche Arbeiten zu einem positiven Erlebnis gemacht.

Einen herzlichen Dank möchte ich an Sabine Hansen richten für die gute und erfolgreiche Zusammenarbeit an diesem Thema.

Allen Mitgliedern der Gruppe Maier sei für die Aufnahme in dieser hilfsbereiten, vergnüglichen und gemeinschaftlichen Atmosphäre gedankt. Dazu gehörten in meiner Zeit die „alten“ Christoph Deckers, Holger Greif, Dieter Platzek, Joachim Reske und Martin Tongbhoyai sowie die „jüngeren“ Carsten Bühner und Christoph Hugenschmidt und schließlich die „ganz jungen“ Thomas Albrecht, Matthias Haaks, Sabine Hansen, Ulrike Männig und der „jüngste“ Stefan Roth.

Für die konstruktive Zusammenarbeit danke ich den Mitarbeitern der feinmechanischen Werkstatt, der Zentralwerkstatt und der Elektronikwerkstatt, ohne deren Hilfe wir die Verformungsapparatur nicht binnen weniger Monate hätten bauen können.

Meiner Freundin Johanna danke ich für ihr Verständnis und die seelische Unterstützung, die sie mir zukommen läßt.

Mein abschließender Dank geht an meine Eltern, die mir ein sorgenfreies Studium ermöglicht haben und dadurch den Grundstein für den erfolgreichen Abschluß meiner Ausbildung gelegt haben.