

Der Einfluß von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung

Inaugural - Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Mathematisch - Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich - Wilhelms - Universität

zu

Bonn

vorgelegt von

Tobias Wider

aus Grevesmühlen

Bonn im Mai 1999

Angefertigt mit Genehmigung
der Mathematisch - Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich - Wilhelms - Universität
zu Bonn

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: Prof. Dr. Peter Herzog
Tag der Promotion:

Für Johanna

*”Wollte ich Vollkommenheit anstreben,
würde meine Arbeit nie fertig.“*

Tai T'ung
(China, 13. Jahrhundert)

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird die Rolle der Versetzungen für den Positroneneinfang in polykristallinem Aluminium und Kupfer untersucht, wobei die Dopplerverbreiterung der Annihilationsstrahlung als Meßgröße dient.

Der Nachweis von Fehlstellen, die infolge schwacher Zugverformung entstehen, ist mit Positronen ab einer Schubspannung von $\tau = 4 \pm 1$ MPa in Aluminium und $\tau = 9 \pm 1$ MPa in Kupfer möglich. Die korrespondierenden Versetzungsdichten liegen in beiden Materialien bei $\rho \approx 2 - 4 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$.

Die Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung zwischen 10 K und Raumtemperatur zeigt, daß Versetzungen flache Haftstellen sind, die eine Positronenbindungsenergie von $E_b \approx 50$ meV in Kupfer und $E_b \approx 36$ meV in Aluminium besitzen. Die spezifische Einfangrate in die Versetzungslinie beträgt etwa $\nu \approx 0,8 - 1,7 \text{ cm}^2/\text{s}$. In Kupfer wurden charakteristische Unterschiede zwischen schwach und stark verformten Proben beobachtet. Der Übergang des Positroneneinfanges von einem Verhalten in das andere findet bei $\tau = 20 - 30$ MPa statt. Ähnliche Effekte wurden in Aluminium nicht gefunden.

An unverformten und verformten Aluminium wurde die Rückdiffusion der Positronen an die Oberfläche mit einem langsamen Positronenstrahl als Funktion der Eindringtiefe untersucht. Nach längerem Polieren ($t \geq 30$ s) in heißer Phosphorsäure stieg die Rückdiffusion in den verformten Proben an. Aus diesen Experimenten ergeben sich einerseits Hinweise auf eine gerichtete Diffusion der Positronen entlang der Versetzungslinien und andererseits auf eine Reduzierung des Positroneneinfanges aufgrund einer Wasserstoffdotierung. Die Bildung von stabilen Oxidschichten auf dem Aluminium führt jedoch dazu, daß quantitative Ergebnisse mit großer Vorsicht zu betrachten sind.

Aus Messungen der Positronenzerstrahlung im thermischen Gleichgewicht bei hohen Temperaturen – $T = 400^\circ\text{C}$ bei Aluminium und $T = 750^\circ\text{C}$ bei Kupfer – konnte die spezifische Formänderung der Annihilationslinie für die Positronenzerstrahlung in Leerstellen ermittelt werden. Der Vergleich mit der Linienformänderung nach plastischer Verformung ergab eine weitgehende Übereinstimmung. Die Haftstellen, aus denen die Positronen in plastisch verformtem Aluminium und Kupfer zerstrahlen, sind auf diese Art nicht von Einfach Leerstellen zu unterscheiden.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Fehlstellen und plastische Verformung reiner Metalle | 4 |
| 2.1 | Fehlstellen in Kristallen | 4 |
| 2.1.1 | Einfachleerstellen | 4 |
| 2.1.2 | Versetzungen | 5 |
| 2.1.3 | Korngrenzen, Stapelfehler, Leerstellencluster | 9 |
| 2.2 | Plastische Verformung | 10 |
| 2.2.1 | Der Zugversuch | 10 |
| 2.2.2 | Versetzungsmultiplikation und Verfestigung | 11 |
| 2.2.3 | Leerstellenentstehung infolge plastischer Verformung | 12 |
| 3 | Positronen als Fehlstellensonden | 14 |
| 3.1 | Positronenquellen | 14 |
| 3.2 | Das Positron im Festkörper | 15 |
| 3.3 | Die Annihilation von Positron und Elektron | 17 |
| 3.4 | Die Wechselwirkung mit Fehlstellen | 19 |
| 3.4.1 | Einfachleerstellen | 19 |
| 3.4.2 | Versetzungen | 19 |
| 3.4.3 | Andere Haftstellen | 21 |
| 3.4.4 | Ein temperaturabhängiges Trapping-Modell | 21 |
| 3.5 | Langsame Positronen | 24 |
| 4 | Experimentelle Methoden | 26 |
| 4.1 | Probenform und Probenvorbereitung | 26 |
| 4.2 | Plastische Verformung | 27 |
| 4.3 | Messung und Charakterisierung von Dopplerspektren | 28 |
| 4.4 | Tiefentemperaturmessungen | 32 |
| 4.5 | Hochtemperaturmessungen | 33 |

| | |
|--|-----------|
| 5 Die Empfindlichkeitsschwelle | 35 |
| 5.1 In-situ Messungen | 35 |
| 5.2 Diskussion der Ergebnisse | 37 |
| 6 Flache Haftstellen bei tiefen Temperaturen | 41 |
| 6.1 Die Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung in Kupfer . | 42 |
| 6.2 Die Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung in Aluminium | 46 |
| 6.3 Parameter des Trapping Modells | 47 |
| 6.4 Diskussion der Ergebnisse | 49 |
| 6.4.1 Einfang in Leerstellen | 49 |
| 6.4.2 Einfang in Versetzungen bei schwacher Verformung | 50 |
| 6.4.3 Einfang in Versetzungen bei starker Verformung | 52 |
| 7 Fehlstellen nahe der Oberfläche | 54 |
| 7.1 Rückdiffusion nach Zugverformung in Aluminium(5N) | 55 |
| 7.2 Rückdiffusion nach Zugverformung in Aluminium(4N) | 57 |
| 7.3 Diskussion der Ergebnisse | 59 |
| 8 Die Form der Annihilationslinie | 63 |
| 8.1 Thermische Leerstellen in Aluminium | 65 |
| 8.2 Thermische Leerstellen in Kupfer | 67 |
| 8.3 Differenzierung von Fehlstellentypen anhand der Linienformänderung | 69 |
| 8.4 Diskussion der Ergebnisse | 71 |
| 9 Ausblick | 73 |
| Literaturverzeichnis | 74 |
| Lebenslauf | 81 |

Kapitel 1

Einleitung

Die plastische Verformbarkeit der Metalle wird ermöglicht durch die Bewegung intrinsischer, linienartiger Defekte in der kristallinen Struktur: den Versetzungen. Ihre Bedeutung für die Plastizität entdeckten in den Jahren 1929-1935 M. Polanyi, E. Orowan und G.I. Taylor [1, 2, 3]. Sie fanden in den Versetzungen die Erklärung, warum die experimentell beobachteten kritischen Schubspannungen für das Einsetzen der plastischen Verformung um einen Faktor 10^3 bis 10^4 zu klein waren, um durch das Abscheren kompletter Kristallebenen erklärt zu werden. Dieser rein theoretisch gewonnenen Erkenntnis folgten viele weitere Entdeckungen durch die zahlreichen experimentellen Methoden, die entwickelt wurden, um die mikroskopischen Prozesse aufzuklären, die der Plastizität zugrunde liegen [4]. Insbesondere die Transmissions-Elektronenmikroskopie ermöglichte es, Versetzungen und andere Defekte in der Kristallstruktur direkt abzubilden. Sie hat damit viel zu deren Verständnis beigetragen und gezeigt, welche große Bedeutung die Mikrostruktur für die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen besitzt. Als Mikrostruktur soll in diesem Zusammenhang die räumliche Anordnung der verschiedenen Kristallbaufehler verstanden werden, die sich bei thermischer und mechanischer Belastung in charakteristischer Weise verändert [5, 6, 7, 8].

Für die technische Anwendung sucht man heute nach zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden, die Auskunft über den Zustand der Mikrostruktur von Bauteilen geben und dadurch Aussagen über deren Lebensdauer erlauben. Eine aktuelle Zusammenfassung dieser Methoden gibt es von Dobmann et al. [9].

Es besteht jedoch immer noch ein Mangel an zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden, die an Bauteilen anwendbar sind, bei denen eine hohe Empfindlichkeit für die frühzeitige Erkennung sich vermehrender Kristallfehlern gefordert ist. Insbesondere die Bildung von Leerstellenclustern entlang der Korngrenzen unterstützt die Rissbildung und kann damit zum Ausfall mechanisch belasteter Komponenten führen. Ursache für die Entstehung der Leerstellen sind Wechselwirkungsprozesse der Versetzungen untereinander, die die Versetzungsdichte vervielfachen und Leerstellen und Zwischengitteratome entstehen lassen. Eine hohe Empfindlichkeit gegenüber kleinsten Leerstellenkonzentrationen (10^{-6} /Atom) und ihre

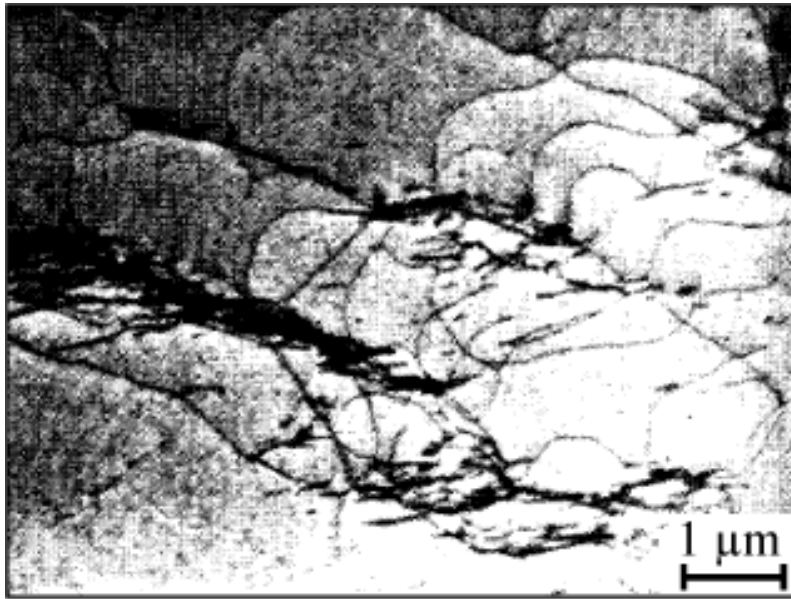


Abbildung 1.1: Elektronenmikroskopische Aufnahme von Versetzungen in der Hauptgleitebene von einkristallinem Kupfer, das bei 78 K bis zu einer Schubspannung von $\tau = 12$ MPa verformt wurde.

Zerstörungsfreiheit zeichnen die Methode der Positronenannihilation aus und legen daher ihre Anwendung auf dem Gebiet der Plastizität nahe. Die Sensitivität gegenüber Versetzungen, Korngrenzen und Leerstellenclustern wurde bereits ebenso wie die prinzipielle Einsetzbarkeit unter Feldbedingungen gezeigt [10, 11, 12]. Allerdings ist für eine erfolgreiche Anwendung ein profundes Verständnis der Wechselwirkung der Positronen mit den Defekten der Kristallstruktur vorteilhaft. An grundlegenden Experimenten besteht trotz der über 30-jährigen Geschichte [13, 14], die das Positron als Sondenteilchen in der Materialforschung mittlerweile hat, immer noch ein Bedarf.

Die Wechselwirkung von Positronen mit unterschiedlichen Fehlstellentypen stand im Mittelpunkt vieler Forschungsarbeiten (vgl. [15, 16, 17, 18]). Der Positroneneinfang in atomaren Leerstellen ist dabei das bisher am besten verstandene Phänomen. Leerstellen können im thermischen Gleichgewicht bei hohen Temperaturen erzeugt und untersucht werden. Störende Einflüsse durch andere Defekte sind dabei minimal. Die plastische Verformung und damit das Studium der Positron-Versetzungswechselwirkung bietet diesen Vorteil nicht, denn die Versetzungsbewegung und die Entstehung von Leerstellen sind miteinander verknüpft [19, 20, 21]. Der Anstieg der Versetzungsdichte während der Verformung führt zu einer Zunahme der Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander. Dazu gehören unter anderem Schneidprozesse und die Annihilation von Stufenversetzungen, die die Entstehung von Leerstellen und Zwischengitteratomen zur Folge haben. Experimentelle

Untersuchungen an Versetzungen stellen daher eine Herausforderung dar.

In Abhängigkeit von ihrer Mobilität können Leerstellen, die bei der plastischen Verformung entstanden sind, wieder verschwinden, in dem sie zu Senken wie Oberflächen, Korngrenzen und Versetzungen wandern oder Cluster bilden. Aber selbst ihre erfolgreiche Eliminierung kann zu neuen Unsicherheiten bei der Untersuchung von Versetzungen führen. Die Zahl monoatomarer Sprünge auf der Versetzungslinie kann sich durch die Absorption von Zwischengitteratomen und Einfachleerstellen sowohl erhöhen als auch erniedrigen. Aus diesen Gründen liegt es nahe, Positronenuntersuchungen zunächst an ausgelühten, schwach verformten Proben durchzuführen, d.h. bei Verformungsgraden von $\varepsilon \approx 1\%$ oder weniger, um hauptsächlich Versetzungen zu erzeugen und die begleitende Leerstellenkonzentration möglichst gering zu halten.

Idealerweise sollten die Versetzungen homogen verteilt sein. Die beste experimentelle Annäherung dieser Situation wird durch schwache, uniaxiale Zugverformung erreicht, da bei stärkerer Verformung die Versetzungsstruktur zellartig und inhomogen wird [5, 22, 23].

In dieser Arbeit wird der Einfluß der Versetzungen auf die Positronenannihilation in zwei kubisch flächenzentrierten Modellsystemen, Kupfer und Aluminium, untersucht. In den Kapiteln 2 und 3 werden die Grundlagen der Entstehung von Fehlstellen infolge plastischer Verformung sowie die Methode der Positronenannihilation kurz dargestellt. Die eingesetzten experimentellen Techniken werden im Kapitel 4 beschrieben. Anschließend werden in den Kapiteln 5 bis 8 jeweils die Ergebnisse vorgestellt und diskutiert. Eine Vielzahl verschiedener experimenteller Ansätze war notwendig, um Verformungsgrad, Anlaßtemperaturen, Messtemperaturen (zwischen 10 K und 1000 K) sowie die Eindringtiefe der Positronen in das Material variieren zu können. Daraus ergibt sich ein facettenreiches Bild, das über die Bedeutung der Versetzungen für die Positronenzerstrahlung in Metallen Auskunft gibt.

Kapitel 2

Fehlstellen und plastische Verformung reiner Metalle

2.1 Fehlstellen in Kristallen

Die mechanischen Eigenschaften der Metalle werden durch Fehlstellen bestimmt, die insbesondere auch das Annihilationsverhalten der Positronen beeinflussen. Diese Abweichungen von der idealen kristallinen Struktur lassen sich entsprechend ihrer Dimension klassifizieren. In den folgenden Kapiteln werden die für die Positronenannihilation bedeutenden Fehlstellentypen in der Reihenfolge ihrer räumlichen Ausdehnung vorgestellt.

2.1.1 Einfachleerstellen

Die einfachsten denkbaren Fehlstellen in einer kristallinen Struktur sind die 0-dimensionalen, atomaren Leerstellen und Zwischengitteratome. Leerstellen können außer durch Verformungsprozesse (vgl. Kapitel 2.2.3) auch bei hohen Temperaturen im thermischen Gleichgewicht gebildet werden. Dilatometrie-Experimente haben gezeigt, daß Zwischengitteratome bei diesen Temperaturen nicht vorliegen [24, 25]. Für die Temperaturabhängigkeit der Konzentration von Einfachleerstellen gilt

$$C_{1V}(T) = \exp\left(-\frac{G_{1V}^F}{k_B T}\right), \quad \begin{array}{l} k_B : \text{Boltzmannkonstante} \\ T : \text{absolute Temperatur} \end{array}$$

wobei die freie Energie für die Leerstellenbildung $G_{1V}^F = H_{1V}^F - S_{1V}^F \cdot T$ durch die Enthalpie H_{1V}^F und die Entropie S_{1V}^F bestimmt wird (Abb. 2.1). Aus Positronenannihilationsmessungen ist die Leerstellenbildungsenthalpie H_{1V}^F für viele Metalle bekannt, während man für Wert der Entropie S_{1V}^F auf theoretische Überlegungen angewiesen ist. Für Temperaturen sehr nahe dem Schmelzpunkt T_m ist auch die Bildung von Doppelleerstellen denkbar, jedoch ist ihr Anteil in Aluminium und Kupfer bei niedrigeren Temperaturen vernachlässigbar klein [26].

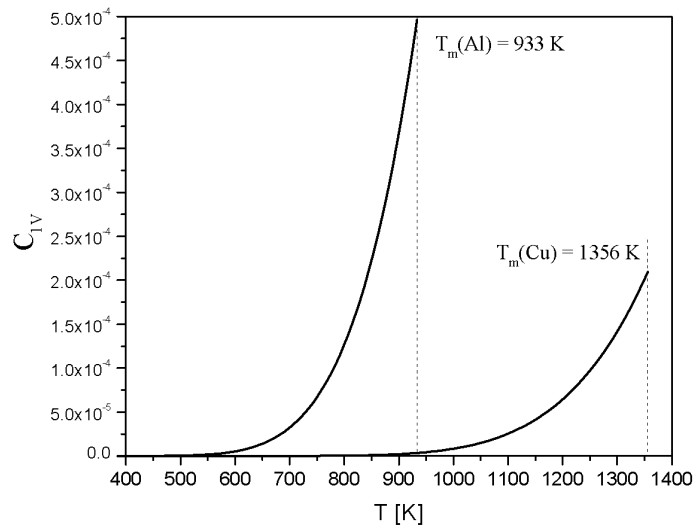


Abbildung 2.1: Die Konzentration $C_{1V}(T)$ der thermischen Leerstellen in Aluminium und Kupfer als Funktion der Temperatur bis zum Schmelzpunkt T_m . Die Bildungsenthalpie H_{1V}^F beträgt in Aluminium $0,66$ eV und in Kupfer $1,06$ eV, während für beide eine Leerstellenbildungsentropie von $S_{1V}^F = 0,6 k_B$ angegeben wird [26].

2.1.2 Versetzungen

Geometrie

Die Versetzungen sind 1-dimensionale, linienhafte Fehler in der Kristallstruktur, die sich aus zwei fundamentalen Typen zusammensetzen. Diese werden als Stufen- und Schraubenversetzung bezeichnet (Abb. 2.2). Entlang des Versetzungskerns, wie die nahe Umgebung der Versetzungslinie bezeichnet wird, sind die Atome abweichend von der Gleichgewichtslage im perfekten Kristall angeordnet. Um eine reine Stufenversetzung gibt es Bereiche mit vergrößerten und verringerten mittleren Atomabständen. Über die genaue Struktur des Versetzungskerns ist bislang nur wenig bekannt, da die Ergebnisse von Simulationen empfindlich von den verwandten Potentialen der atomaren Wechselwirkungen abhängen [27]. Um die Versetzungslinie entsteht infolge der Verzerrung des Gitters ein weitreichendes Spannungsfeld, das mit $1/r$ abfällt, wobei r den Abstand von der Versetzungslinie bezeichnet. Aufgrund dieser Spannungsfelder kommt es zu komplexen Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander und mit anderen Kristalldefekten.

Zur Beschreibung von Versetzungen hat sich neben der Richtung der Versetzungslinie \vec{s} der Burgersvektor \vec{b} bewährt, der für einen Umlauf um die Versetzungslinie die Summe der elastischen Verschiebungen aller Atome angibt. Die Unterscheidung zwischen Schrauben- und Stufencharakter spiegelt sich in der Orientierung der beiden Vektoren zueinander wider. Im Falle einer reinen Stufenversetzung sind \vec{s} und

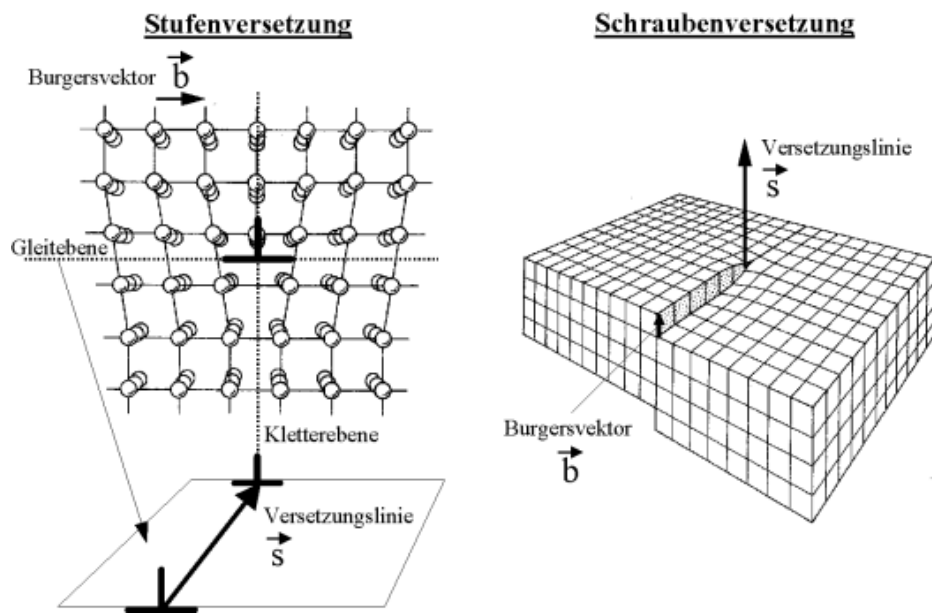


Abbildung 2.2: Die beiden fundamentalen Versetzungstypen sind die Stufenversetzung (links) und die Schraubenversetzung (rechts). Sie werden durch den Burgersvektor \vec{b} und die Richtung der Versetzungslinie \vec{s} beschrieben.

\vec{b} orthogonal zueinander, während sie für eine reine Schraubenversetzung parallel sind. Praktisch kommen auch beliebig gemischte Zustände vor, deren Burgersvektor dann die Summe der Burgersvektoren aus Stufen- und Schraubenanteil ist.

Versetzungsbewegung

Die plastische Verformung von Metallen geschieht durch die *Gleiten* genannte Bewegung von Versetzungen auf den dichtest gepackten kristallographischen Ebenen, die entsprechend als Gleitebenen bezeichnet werden (Abb. 2.3). In der kubisch-flächenzentrierten Struktur von Aluminium und Kupfer sind dies die $\{111\}$ -Ebenen. Die Gleitebene wird für Stufenversetzungen durch \vec{s} und \vec{b} aufgespannt. Eine Schraubenversetzung besitzt, da \vec{s} und \vec{b} parallel sind, keine ausgezeichnete Gleitebene. Zusammen mit einer Gleitrichtung bildet jede Gleitebene ein sogenanntes Gleitsystem. Ausgehend von der Zahl der aktiven Gleitsysteme unterscheidet man bei der plastischen Verformung zwischen Einfach- und Mehrfachgleitung.

Neben der Bewegung innerhalb der Gleitebene können sich Versetzungen auch quer dazu bewegen. Diese Prozesse werden Klettern und Quergleitung genannt. Das Klettern erfordert je nach Orientierung die Emission oder Absorption von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen an der Versetzungslinie. Die Quergleitung führt dagegen auf Schraubenversetzungen zur Bildung nicht gleitfähiger Sprünge.

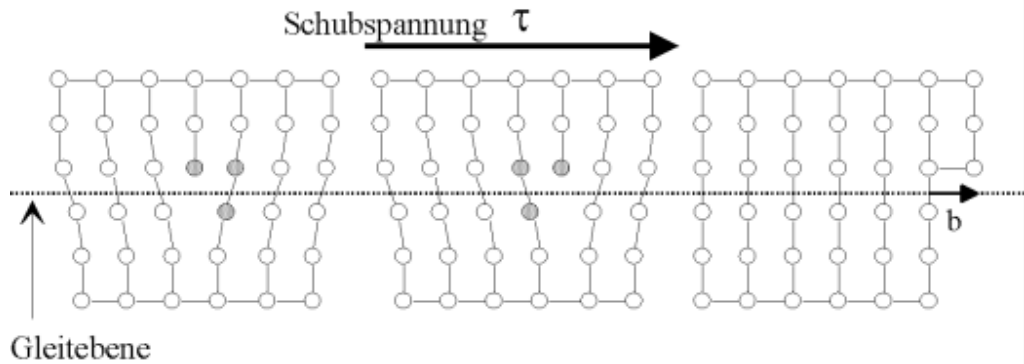


Abbildung 2.3: Einer Stufenversetzung gleitet infolge der parallel zur Gleitebene wirkenden Schubspannung τ durch das Kristallgitter. Wenn sie die Oberfläche erreicht, bleibt eine Stufe von der Höhe eines Burgersvektors \vec{b} zurück.

Defekte entlang der Versetzungslinie

Um die elastische Energie des Verzerrungsfeldes zu minimieren, tendieren Versetzungen dazu, in Teilversetzungen aufzuspalten (Abb. 2.4). Zwischen den Teilversetzungen entsteht ein Stapelfehler. Die Größe der Stapelfehlerenergie γ eines Materials entscheidet daher, ob eine Aufspaltung vorteilhaft ist und wie weit die Teilversetzungen gegebenenfalls auseinanderliegen. Die Aufspaltungsweite w lässt sich über

$$w = \frac{Ga^2}{24\pi\gamma} \quad (2.1)$$

abschätzen [28], wenn der Schubmodul G , die Gitterkonstante a und die Stapelfehlerenergie γ bekannt sind. Aluminium besitzt beispielsweise eine sehr große Stapelfehlerenergie und damit so gut wie keine aufgespaltenen Versetzungen, während in Kupfer die Aufspaltung etwa fünf Gitterkonstanten beträgt (Tab. 2.1).

Neben der Aufspaltung treten weitere strukturelle Defekte entlang der Versetzungslinie auf. Als *Kinke* wird der Wechsel der Versetzungslinie zwischen zwei parallelen Gleichgewichtslagen innerhalb einer Gleitebene bezeichnet. *Sprung* oder *Jog* wird die Stelle genannt, an der eine Versetzung die Gleitebene wechselt (Abb. 2.5). Derartige Sprünge entstehen bei der plastischen Verformung, wenn sich Versetzungen unterschiedlicher Gleitebenen schneiden.

| | Al | Cu | Ni |
|------------------------------|-------|-------|-------|
| G [GPa] | 25 | 46 | 8 |
| a [Å] | 4,05 | 3,61 | 3,52 |
| γ [J/m ²] | 0,135 | 0,045 | 0,125 |
| w [a] | 1 | 5 | 3 |

Tabelle 2.1: Mit Hilfe des Schubmoduls G , der Gitterkonstante a und der Stapelfehlerenergie γ kann die Aufspaltungsweite von Versetzungen gemäß Gleichung 2.1 abgeschätzt werden [28, 29].

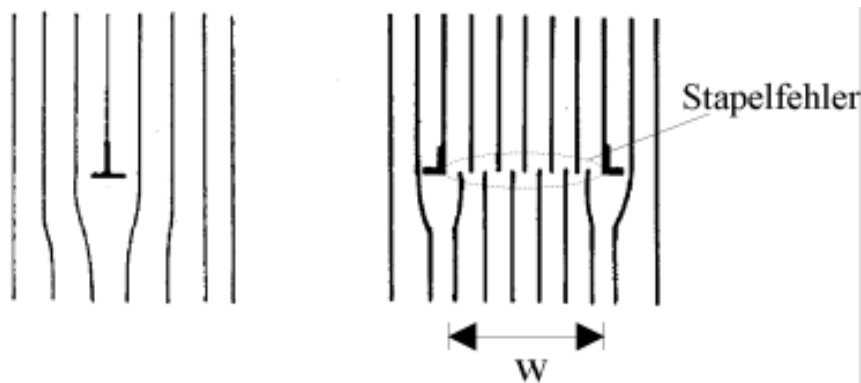


Abbildung 2.4: Die Aufspaltung einer Versetzung (hier einer Stufenversetzung) führt zu zwei Teilversetzungen, die einen Stapelfehler begrenzen. Die Weite der Aufspaltung w wird durch die Stapelfehlerenergie bestimmt.

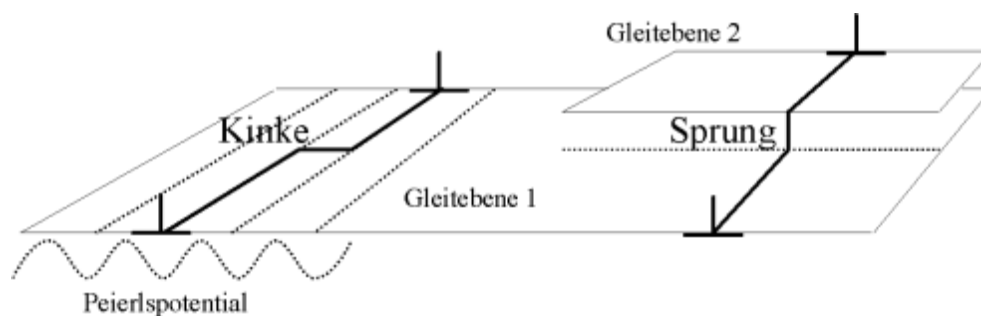


Abbildung 2.5: Wechselt ein Stück der Versetzungslinie von einer Gleichgewichtslage des Peierlspotentials in eine benachbarte, so spricht man von einer Kinke. Sprung oder Jog wird der Wechsel der Gleitebene genannt. Als Peierlspotential bezeichnet man das periodische Potential, in dem sich eine gleitende Versetzungslinie bewegt [30].

2.1.3 Korngrenzen, Stapelfehler, Leerstellencluster

Neben Leerstellen und Versetzungen kommen weitere Fehlstellen in der atomaren Struktur der Metalle vor, die 2- oder 3-dimensional sind und im allgemeinen keine einheitliche Struktur besitzen. Unter dem Begriff *Korngrenzen* faßt man die Grenzflächen zwischen einkristallinen Bereichen (den Körnern) gleicher Struktur aber unterschiedlicher Orientierung zusammen (Abb. 2.6). Kleinwinkelkorngrenzen sind beispielsweise stabile Konfigurationen von Stufenversetzungen, die nur wenig gegeneinander verkippte Kristallbereiche miteinander verbinden. Die atomare Struktur von Großwinkelkorngrenzen ist weniger einfach zu beschreiben.

Stapelfehler in der Abfolge der Netzebenen, wie sie zwischen aufgespaltenen Versetzungen vorkommen, können auch durch die Zusammenlagerung von Leerstellen oder Zwischengitteratomen innerhalb einer Ebene entstehen. Sie werden am Rand durch eine Teilversetzung begrenzt, deren Burgersvektor kleiner als eine primitive Translation des Kristallgitters ist. Findet die Kondensation der Leerstellen nicht nur in einer Ebene statt, so bilden sich Hohlräume, die als *Leerstellencluster* bezeichnet werden. Sie können in der Größe je nach vorhandener Leerstellenkonzentration zwischen wenigen Ångström und einigen Nanometern variieren. Ein schönes Beispiel dafür sind die Stapelfehlertetraeder, die in Materialien mit geringer Stapelfehlerenergie, z.B. Gold und Silber, nach Teilchenbestrahlung entstehen [30].

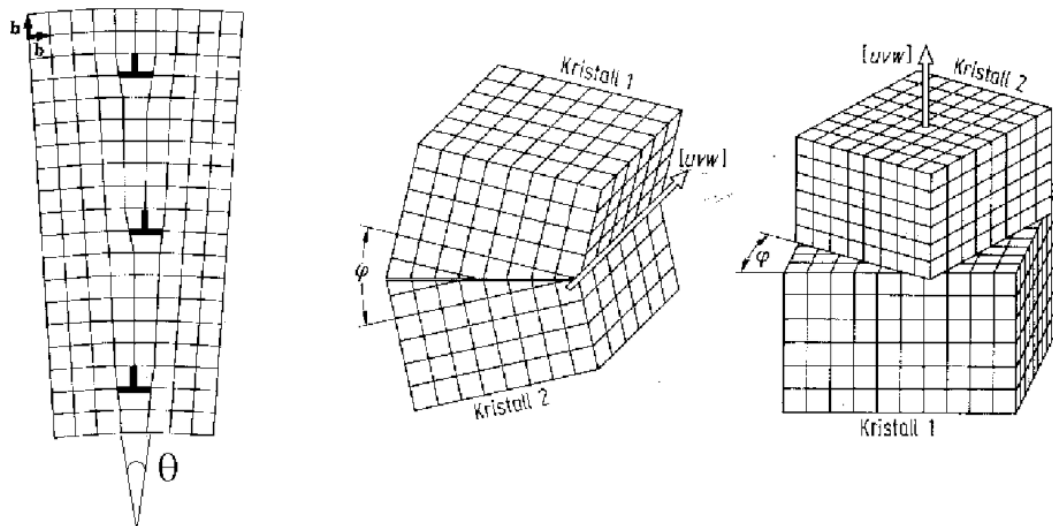


Abbildung 2.6: Eine Kleinwinkelkorngrenze (links) besteht aus mehreren Stufenversetzungen. Entsprechend der relativen Orientierung der beiden Körner unterscheidet man Kipp- und Drehkorngrenzen (Mitte bzw. rechts), die auch kombiniert auftreten können.

2.2 Plastische Verformung

2.2.1 Der Zugversuch

Grundsätzlich ist das Verhalten von Festkörpern in Verformungsexperimenten abhängig von der Art ihrer Belastung. Die zugrunde liegenden Mechanismen der Verformbarkeit werden in standardisierten Experimenten untersucht. Neben Kriechversuchen bei konstanter Kraft und erhöhten Temperaturen gehören auch zyklische Wechselbelastungen in Zug und Druck dazu. Die grundlegende Beschreibung der Materialeigenschaften erfolgt jedoch im allgemeinen zuerst durch Zugversuche, in denen eine zylindrische Probe in Richtung ihrer Symmetrieachse kontinuierlich gedehnt wird.

Übersteigt mit zunehmender Dehnung die äußere mechanische Spannung die Elastizitätsgrenze, so führt dies bei bestimmten Festkörpern zu einer bleibenden Verformung. Dieses Verhalten wird als *duktil* und die Art der Verformung als *plastisch* bezeichnet. In einem Zugversuch ist die Dehnung

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

gegeben durch die Längenänderung ΔL der ursprünglichen Länge L der Probe. Die für die Verformung aufzubringende Spannung

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

kann aus der angelegten Kraft F und der Fläche des Probenmaterials im Probenquerschnitt A berechnet werden. Den typischen Verlauf der Spannung σ in einem Zugversuch mit konstanter Dehnrate $\dot{\varepsilon}$ zeigt die Darstellung der Spannungs-Dehnungskurve in Abbildung 2.7.

Die angelegte Spannung σ erzeugt in den kristallographischen Ebenen eine auf die Versetzungen wirkende Schubspannung τ , die bei bekannter Orientierung eines Einkristalls bezüglich seiner Zugachse für jedes Gleitsystem exakt berechnet werden kann. Das Hauptgleitsystem besteht dabei aus jener Gleitebenenschar und den Versetzungen mit dem Burgersvektor, die die kleinste kritische Schubspannung für das Gleiten der Versetzungen aufweisen [31, 32]. Bei Verformungsexperimenten an Polykristallen kann τ gemäß

$$\tau = \frac{\sigma}{M}$$

abgeschätzt werden, wobei M einen Orientierungsfaktor bezeichnet, der sich aus einer geeigneten Mittelung über viele Körner ergibt. Dieser sogenannte TAYLOR-Faktor $M = 3,06$ läßt sich aus der Forderung ableiten, daß in den einzelnen Körnern Mehrfachgleitung¹ auftritt, um die geometrische Kompatibilität zu gewährleisten.

¹vgl. dazu Kapitel 2.1.2-Versetzungsbewegung

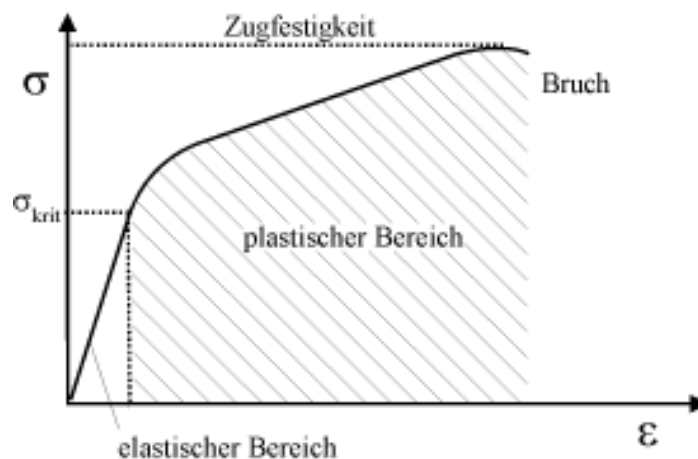


Abbildung 2.7: Die Spannungs-Dehnungskurve eines Zugversuches mit konstanter Dehnrates $\dot{\epsilon}$. Die plastische Verformung beginnt, wenn die kritische Spannung σ_{krit} überschritten wird.

Kontinuumsmechanische Überlegungen von KRÖNER lassen den Übergang von Einfach- zu Mehrfachgleitung im Bereich der plastischen Verformung $10^{-4} \leq \epsilon_{\text{pl}} \leq 10^{-3}$ erwarten [33]. Der TAYLOR-Faktor sollte daher für den gesamten Bereich der in den Experimenten untersuchten Verformungsgrade einen Vergleich zu einkristallinen Proben erlauben.

2.2.2 Versetzungsmultiplikation und Verfestigung

Da plastische Verformungsvorgänge die Bewegung von Versetzungen erfordern, hängt das Verformungsverhalten von Metallen empfindlich von der Beweglichkeit dieser linienartigen Kristallfehler ab. Aufgrund der weitreichenden Spannungsfelder besteht eine Wechselwirkung der Versetzungen untereinander, die ihre Beweglichkeit beeinflusst. Es können dadurch stabile Versetzungsanordnungen - z.B. Versetzungsdipole - entstehen, die unbeweglich in der Gleitebene liegen und zum Aufstauen anderer Versetzungen führen [7, 32]. Schneidprozesse, die zur Bildung von Sprüngen führen, schränken die Bewegungsmöglichkeiten der Versetzungen ebenfalls ein, da die Sprünge eine andere Gleitebene besitzen können.

Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt die Versetzungsdichte stark zu. Versetzungsanordnungen, wie die in Abbildung 2.8 gezeigte Frank-Read-Quelle, emittieren Versetzungsringe unter Einwirkung einer Schubspannung τ in der Gleitebene [34]. Die Versetzungsdichte $\rho = L/V$ ist definiert als die Länge der Versetzungslinien L in einem Volumen V . In Metallen läßt sich ρ durch plastische Verformung zwischen 10^{10} m^{-2} in guten Einkristallen und 10^{15} m^{-2} in stark verformten Proben variieren [30].

Zur Aufrechterhaltung der Abgleitung steigt mit zunehmender plastischer Verfor-

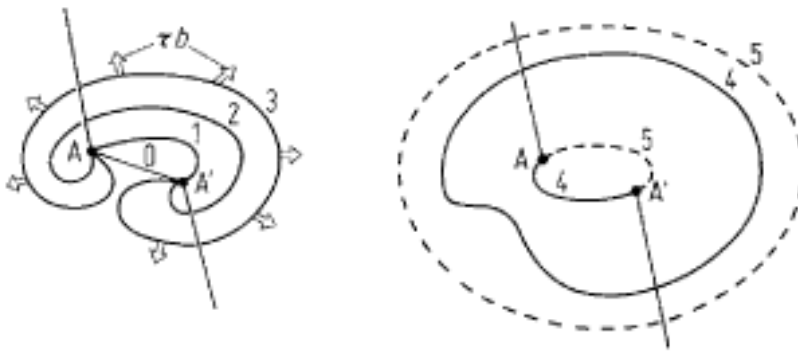


Abbildung 2.8: Schematische Funktionsweise einer Frank-Read-Quelle: Ein zunächst gerades Versetzungssegment zwischen den unüberwindbaren Hindernissen A und A' wölbt sich unter dem Einfluß der Schubspannung τ zunehmend aus (Schritte 1, 2 und 3), bis sich ab einer gewissen Krümmung ein vollständig geschlossener Ring ablöst (Schritt 4). Ein kurzes Versetzungssegment bleibt danach zwischen A und A' zurück, so daß analog weitere Versetzungsringe entstehen können.

mung die Schubspannung τ an. Dieses Phänomen wird als *Verfestigung* bezeichnet. TAYLOR stellte bereits 1934 einen Zusammenhang zwischen der Schubspannung τ und der Versetzungsdichte ϱ auf [35]

$$\varrho = \left(\frac{\tau}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2, \quad (2.2)$$

der es erlaubt, die Versetzungsdichte durch den Schubmodul G , den Betrag des Burgersvektors b und eine geometrische Konstante α abzuschätzen, die je nach Verfestigungsmechanismus zwischen 0,3 und 0,5 liegt [36]. Voraussetzung für Gleichung 2.2 ist eine homogene Versetzungsverteilung, so daß für den mittleren Abstand d zwischen den Versetzungen $d = 1/\sqrt{\varrho}$ gilt.

2.2.3 Leerstellenentstehung infolge plastischer Verformung

Die plastische Verformung von Metallen erhöht nicht nur die Versetzungsdichte, sondern führt auch zur Entstehung von Leerstellen, deren thermische Erzeugung in Aluminium und Kupfer bei Raumtemperatur praktisch ausgeschlossen ist. Die wichtigsten Mechanismen der Leerstellengeneration infolge plastischer Deformation sind die Annihilation von Stufenversetzungen und das Ziehen unbeweglicher Sprünge auf Schraubenversetzungen [19].

Zur Annihilation von Stufenversetzungen kommt es, wenn sich zwei Versetzungen mit unterschiedlichem Vorzeichen auf eng benachbarten Gleitebenen begegnen. Es entsteht dann eine ganze Perlenkette von Leerstellen oder Zwischengitteratomen, die sich entsprechend ihrer Beweglichkeit entweder zu Agglomeraten zusammenlagern oder einzeln ins Gitter diffundieren können. Die Wahrscheinlichkeit, daß es zur

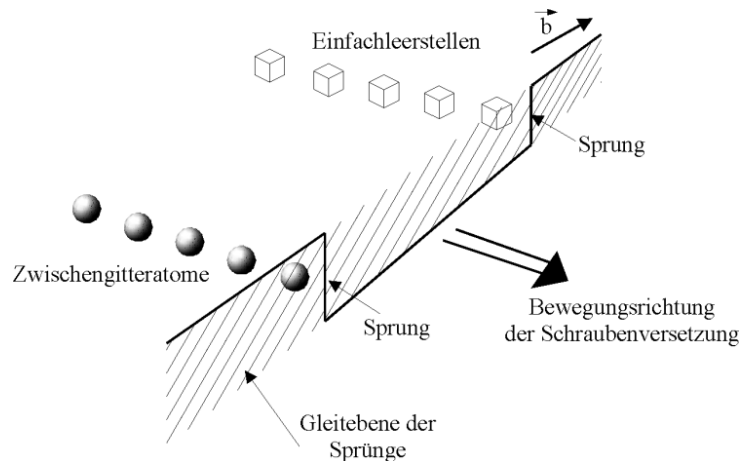


Abbildung 2.9: Die Sprünge (bzw. Jogs) auf einer Schraubenversetzung besitzen Stufencharakter und haben demzufolge eine andere Gleitebene als die Versetzung selbst. Der infolge einer äußeren Spannung gleitenden Versetzung können sie nur durch Klettern folgen, wodurch atomare Leerstellen und Zwischengitteratome emittiert werden [19].

Annihilation von Versetzungen und somit zur Entstehung großer Konzentrationen von Leerstellen kommt, ist für schwache Verformungsgrade, d.h. geringe Versetzungsdichten, geringer als bei stärkerer Verformung.

Ein Sprung auf einer Schraubenversetzung entspricht einem Stück Stufenversetzung, das nicht gleitfähig in der Gleitebene der Schraubenversetzung ist (Abb. 2.9). Der Bewegung der Schraubenversetzung kann der Sprung nur durch Klettern folgen, also durch Emission oder Absorption von Leerstellen und Zwischengitteratomen. Die Energie zur Erzeugung der Leerstellen stammt aus der bei der Verformung aufgebrauchten mechanischen Arbeit. Die Diffusion der Leerstellen und Zwischengitteratome, die der Absorption vorausgeht, ist hingegen ein thermisch aktivierter Prozeß.

Zwischen Leerstellen und Versetzungen besteht eine elastische Wechselwirkung. Einzelne Leerstellen können daher durch eine passierende Versetzung „eingesammelt“ werden, wodurch atomare Sprünge entlang der Versetzungslinie entstehen. Die Bildungs- und Wanderungsenergie von atomaren Leerstellen ist in den Bereichen vergrößerter Atomabstände um die Versetzungslinie kleiner als im ungestörten Kristall. Das lokale thermische Gleichgewicht führt daher im Dilatationsbereich um eine Versetzung zu einer höheren Konzentration an Leerstellen [37].

Kapitel 3

Positronen als Fehlstellensonden

3.1 Positronenquellen

Positronen entstehen in der Natur in vielerlei Prozessen wie z.B. beim Zerfall der Myonen aus der Höhenstrahlung $\mu_+ \rightarrow e^+ + \bar{\nu}_\mu + \nu_e$. Für den Einsatz als Fehlstellensonden in der Materialforschung werden vor allem Positronen aus neutronenarmen Atomkernen genutzt. Der β^+ -Zerfall wandelt in diesen Kernen ein Proton in ein Neutron unter Emission eines Positrons und eines Elektronneutrinos um: $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$. Insbesondere das Isotop ^{22}Na ist für derartige Untersuchungen weitverbreitet und wurde auch in den nachfolgend beschriebenen Experimenten eingesetzt. ^{22}Na zeichnet sich durch eine relativ große Halbwertszeit von 2,6 Jahren sowie ein promptes

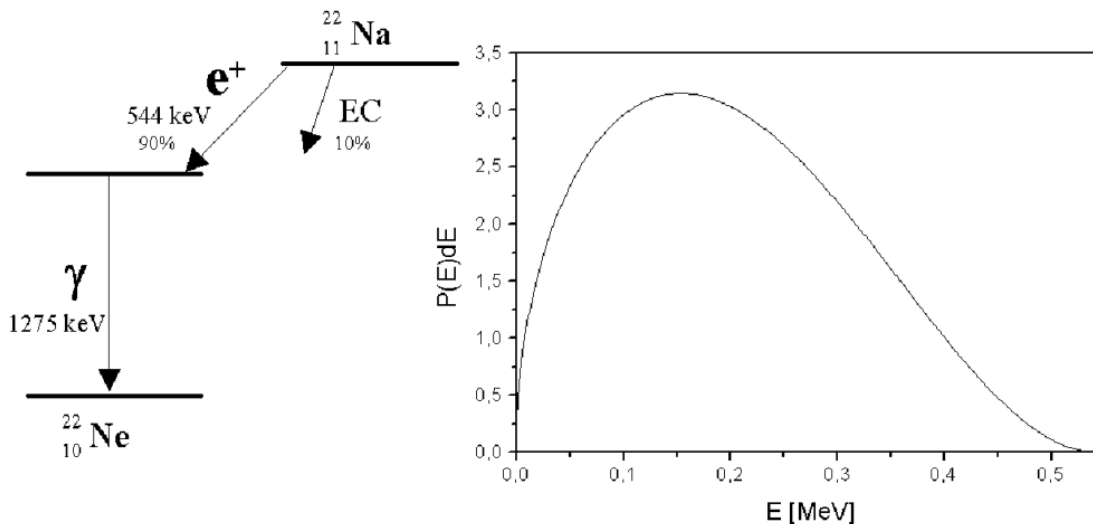


Abbildung 3.1: Ein ^{22}Na Kern besitzt eine mittlere Lebensdauer von 2,6 Jahren und emittiert Positronen mit einer maximalen Energie von 544 keV. Infolge des 3-Körperzerfalles, $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$, ist das rechts dargestellte Energiespektrum der Positronen kontinuierlich.

γ -Quant mit 1275 keV aus, das der Emission eines Positrons folgt (Abb. 3.1). Dieses wird als Startsignal für die Positronenlebensdauermessung genutzt. Die maximale kinetische Energie der Positronen beträgt 544 keV.

Ein monoenergetischer langsamer Positronenstrahl (SLOWPOS) mit einstellbaren Energien zwischen 1 und 10 keV kam ebenfalls in den Experimenten als Positronenquelle zum Einsatz. Der monoenergetische Strahl wird durch Moderation von Positronen aus einer ^{22}Na -Quelle und anschließender Nachbeschleunigung erzeugt. Der Strahldurchmesser beträgt am Probenort ca. 2 mm.¹

3.2 Das Positron im Festkörper

Thermalisierung

Positronen, die mit einer kinetischen Energie zwischen einigen keV und wenigen MeV in einen Festkörper eindringen, werden innerhalb weniger Picosekunden auf thermische Energien abgebremst. Bezogen auf die mittlere Lebensdauer bedeutet dies, daß die Thermalisierung selbst bei Proben Temperaturen von einigen Kelvin nur wenige Prozent der Gesamtlebensdauer im Festkörper ausmacht. Die Energie-dissipation erfolgt im Wesentlichen durch Ionisation, Anregung von Rumpf- und Valenzelektronen, Anregung von Exzitonen und schließlich bei niedrigen Energien (<10 eV) über Plasmonen- und Phononenanregung. Im Gegensatz zu Metallen ist die Thermalisierung in Isolatoren aufgrund der bestehenden Bandlücke zwischen Valenz- und Leitungsband weniger effizient und daher verlangsamt [17, 18].

Eindringtiefe

Wie tief die Positronen in ein Material eindringen, wird durch ihre kinetische Energie und die Massendichte ρ der Substanz bestimmt. Unter der Annahme, daß die Positronenintensität $I(z)$ mit der Tiefe z wie

$$I(z) = I_0 \exp(-\alpha_+ z)$$

abnimmt, läßt sich für Positronen aus einem radioaktiven Präparat mit einer maximalen Energie E_{\max} eine charakteristische Eindringtiefe $1/\alpha_+$ angeben. Für diese wurde empirisch der Ausdruck

$$\alpha_+ \approx 17 \frac{\rho}{E_{\max}^{1.43}}$$

gefunden [18], wobei α die Einheit $[\text{cm}^{-1}]$ hat, wenn ρ in $[\text{g}/\text{cm}^3]$ und E_{\max} in $[\text{MeV}]$ eingesetzt wird.

¹Eine ausführliche Beschreibung des SLOWPOS und der Moderation findet man in [38].

Für Positronen aus einer ^{22}Na -Quelle mit $E_{\max} = 544\text{ keV}$ ergeben sich in Kupfer und Aluminium die in folgender Tabelle angegebenen Werte.

| | ρ [g/cm ³] | $1/\alpha_+$ [μm] |
|-----------|-----------------------------|--------------------------------|
| Kupfer | 8.9 | 30 |
| Aluminium | 2.7 | 90 |

Für langsame monoenergetische Positronen mit Energien E_+ im Bereich von 3 keV bis 30 keV, wie sie im Falle des Bonner Positronenstrahles (SLOWPOS) vorliegen, gilt für die mittlere Eindringtiefe

$$\bar{z} = \frac{A}{\rho} \cdot (E_+[\text{keV}])^n. \quad (3.1)$$

Die Konstante $A \approx 4\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$ sowie die Exponenten n in Aluminium $n = 1,69$ und in Kupfer $n = 1,54$ wurden aus Simulationen der Stoppverteilung der Positronen gewonnen [17, 18]. Bei einer Strahlenergie von beispielsweise 12 keV ergibt sich damit eine mittlere Eindringtiefe der langsamen Positronen in Kupfer von $0,2\ \mu\text{m}$ und in Aluminium von $1\ \mu\text{m}$ (vgl. Abb. 3.6).

Diffusion

Den weitaus längsten Teil seiner Lebensdauer diffundiert das thermalisierte Positron durch den Festkörper. Die typische Diffusionslänge L_+ wird durch die mittlere Lebensdauer τ_{e^+} gemäß

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau_{e^+}} \quad (3.2)$$

bestimmt. Die nur ungenau bekannte Diffusionskonstante D_+ liegt in vielen Materialien bei ca. $1\ \text{cm}^2/\text{s}$ [17]. Diese große Beweglichkeit, die zu Diffusionslängen von $0,1\text{-}0,4\ \mu\text{m}$ führt, ist die Ursache für die hohe Empfindlichkeit der Positronen gegenüber Defekten in der kristallinen Struktur. Im thermalisierten Zustand ist seine Wellenfunktion über mehrere Gitterkonstanten ausgedehnt, so daß man von einem delokalisierten Zustand spricht. Aufgrund der abstoßenden Coulombkraft der Ionenrümpfe hält sich das freie, diffundierende Positron vorzugsweise in Zwischen-gitterplätzen auf. Gitterfehler wie atomare Leerstellen (Abb. 3.2) führen zu einer Absenkung des abstoßenden Coulombpotentials, da hier die mittleren Abstände der Ionenrümpfe vergrößert sind. Für Positronen besitzen diese Defekte daher ein attraktives Potential, in dem sie eingefangen, d.h. lokalisiert, werden können, wenn ihre Bindungsenergie dort ihre thermische Energie deutlich übersteigt.

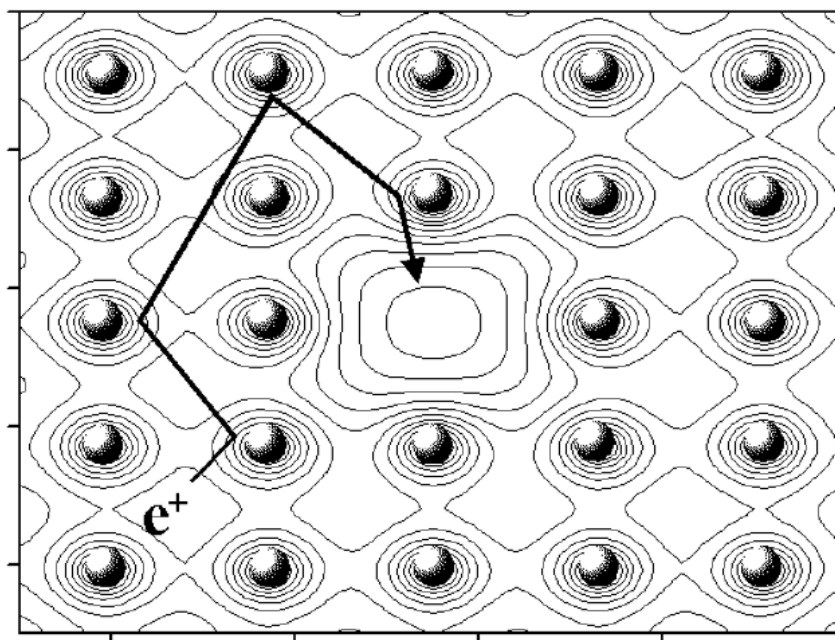


Abbildung 3.2: Atomare Leerstellen bilden ein attraktives Potential, in das diffundierende Positronen eingefangen werden können. Die Equipotentiallinien des abstoßenden Coulompotentials der Ionenrümpfe sind schematisch eingezeichnet.

3.3 Die Annihilation von Positron und Elektron

Der weitaus wahrscheinlichste Prozeß für die Annihilation eines Elektron-Positron-Paares ist die Zerstrahlung in zwei γ -Quanten, wobei die Energie der Gesamtruhe-masse des Systems $2m_0c^2 = 1022 \text{ keV}$ symmetrisch auf beide aufgeteilt wird. Für langsame Positronen ergibt sich ein Wirkungsquerschnitt $\sigma = \pi r_0^2 c/v$ ($r_0 = e^2/m_0c^2$ klassischer Elektronenradius), der umgekehrt proportional der Geschwindigkeit v ist. Die Zerstrahlungsrate

$$\lambda = \sigma v n_e \sim n_e$$

wird daher durch die Elektronendichte n_e bestimmt und die Positronenlebensdauer $\tau_{e^+} \equiv 1/\lambda$ durch deren Kehrwert. Die Lebensdauer der Positronen in Materie ändert sich dementsprechend mit der elektronischen Umgebung und liefert somit Information über den Ort der Zerstrahlung. Typische Lebensdauern in defektfreien Metallen liegen zwischen 100 und 200 ps [18]. Der Positroneneinfang in Fehlstellen erhöht infolge einer lokal geringeren Elektronendichte im allgemeinen die Positronenlebensdauer.

Zusätzlich zu der Lebensdauer können zwei weitere Charakteristika der Zerstrahlung genutzt werden, um Aussagen über den Zustand des Elektron-Positron-Paares

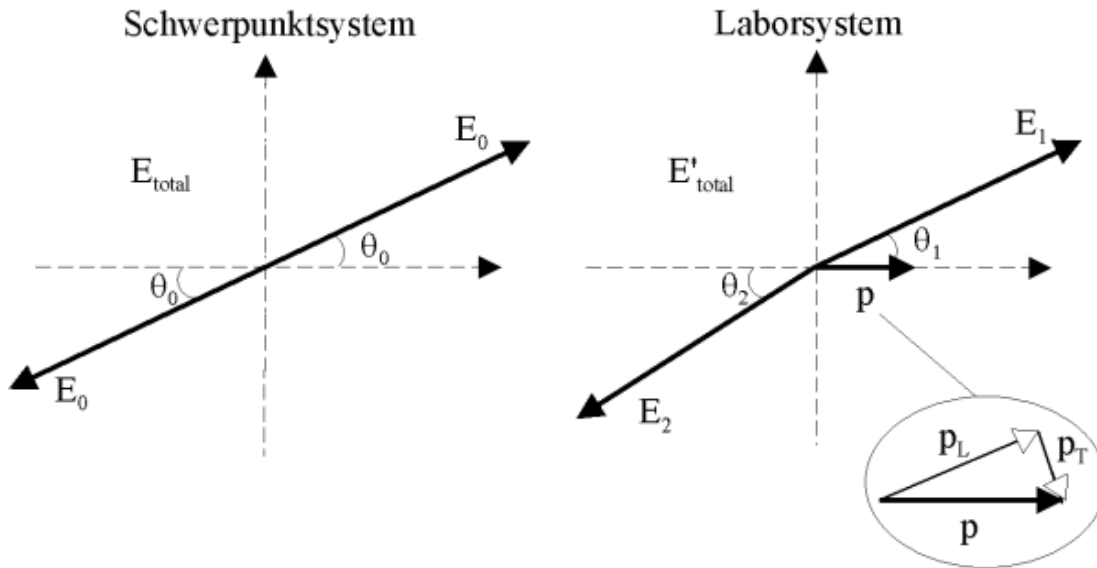


Abbildung 3.3: Im Schwerpunktsystem (links) werden beide Photonen bei der Annihilation antiparallel emittiert. Im Laborsystem (rechts) kommt es aufgrund des Impulses p des Elektron-Positron-Paares zu einer Abweichung von der Antiparallelität und einer Energieänderung der Annihilationsquanten.

zum Zeitpunkt der Annihilation zu erhalten. Die relative Richtung der beiden γ -Quanten zueinander sowie ihre Energien lassen Rückschlüsse auf den Gesamtimpuls des Annihilations-Paares zu.

Im Schwerpunktsystem (Abb. 3.3) werden beide Photonen antiparallel zueinander emittiert, mit jeweils der halben Gesamtenergie E_{total} des Systems, $E_0 = E_{\text{total}}/2$, wobei $E_{\text{total}} = 2m_0c^2 + E_b$. Die Bindungsenergie E_b des Elektrons und des Positrons an den Festkörper verringert geringfügig die Energie der Annihilationsquanten. Die Transformation in das Laborsystem führt zu einer geringen Abweichung von der Antiparallelität der γ -Quanten

$$\delta\theta = \Theta_1 - \Theta_2 \approx \frac{p_T}{m_0c}$$

verursacht durch die transversale Impulskomponente p_T des Elektron-Positron-Paares². Die Methode der Winkelkorrelation nutzt diesen Effekt für detaillierte Messungen der Impulsverteilung der Elektronen in Materie.

Der longitudinale Anteil des Paarimpulses p_L trägt im Laborsystem aufgrund des

²Transversal und longitudinal bezieht sich auf die Emissionsrichtung der γ -Quanten (Abb. 3.3).

Dopplereffektes zur Energie $E_{1,2}$ der γ -Quanten entsprechend

$$E_{1,2} = \frac{1}{2} E'_{\text{total}} \left(1 \pm \frac{p_L}{2m_0c} \right) \quad (3.3)$$

bei. Die Gesamtenergie im Laborsystem E'_{total} ergibt sich aus der relativistischen Transformation $E'_{\text{total}} = E_{\text{total}} / \sqrt{1 - v^2/c^2}$, wobei v die Geschwindigkeit des Schwerpunktes des Elektron-Positron-Paares bezeichnet.

Die Annihilationslinie ist um E'_{total} symmetrisch und durch p_L verbreitert. Änderungen in E'_{total} führen daher zu einer Verschiebung der Annihilationslinie, die in den meisten Fällen jedoch vernachlässigbar klein ist. Die Veränderung der γ -Quantenenergie aufgrund des Impulses p_L beträgt dagegen für ein ruhendes Positron und ein Elektron mit einer kinetischen Energie von 10 eV ($p_L = 6,3 \cdot 10^{-3} m_0c$) maximal etwa 1,6 keV. Germaniumdetektoren mit Energieauflösungen von 1,2 keV bei 511 keV können diese Verbreiterung nachweisen.

3.4 Die Wechselwirkung mit Fehlstellen

3.4.1 Einfachleerstellen

Die Charakterisierung von Defekten in Bezug auf ihre Fähigkeit Positronen einzufangen geschieht meist durch sogenannte *Trapping*-Modelle. Die Rate κ , mit der die Positronen pro Zeiteinheit in einen bestimmten Haftstellentyp eingefangen werden, ergibt sich nach

$$\kappa = \nu \cdot C$$

aus der spezifischen Einfangrate ν , die den Defekttyp beschreibt, und der Konzentration C des Defektes. Für einen merklichen Einfang muß $\kappa \approx \lambda_b$ sein, wobei λ_b die Zerstrahlungsrate der Positronen im ungestörten Kristall ist. Soweit experimentell bestimmbar, werden Haftstellen auch durch ihre Bindungsenergie E_b für ein Positron charakterisiert. Im Falle der Einfachleerstellen wird $E_b \geq 1$ eV angegeben, da selbst bei Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt vieler Metalle kein Entkommen der Positronen aus dem Haftstellenpotential beobachtet wurde [26]. Die spezifische Einfangrate der atomaren Leerstellen liegt bei $\nu \approx 10^{14} - 10^{15} \text{s}^{-1}$, woraus sich die Nachweisgrenze für diesen Defekttyp von ca. $10^{-6}/\text{Atom}$ ergibt. Die Positronenlebensdauer in Einfachleerstellen ist für viele Metalle bekannt und kann heute teilweise auch rechnerisch bestätigt werden [18].

3.4.2 Versetzungen

Experiment und Theorie sind sich einig, daß Versetzungen im Gegensatz zu Einfachleerstellen flache Positronenhaftstellen mit einer Bindungsenergie von $E_b \leq 100$ meV

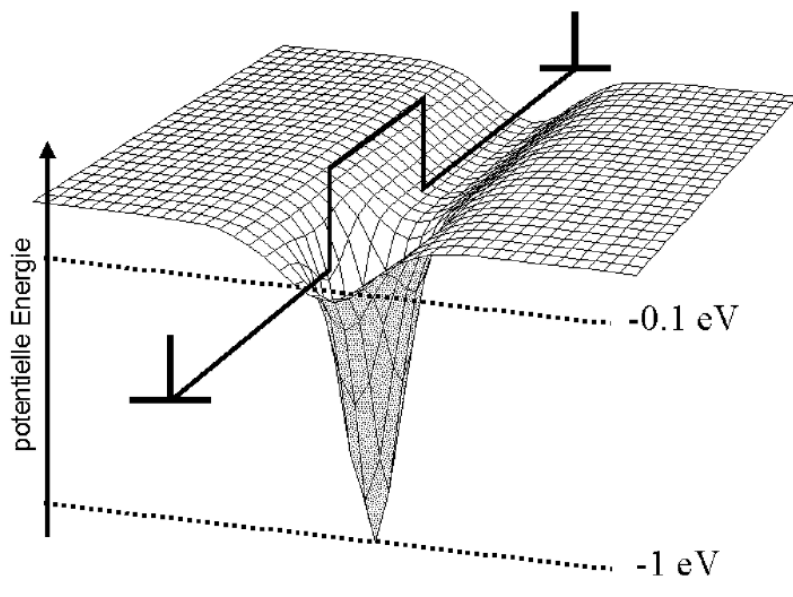


Abbildung 3.4: Eine Leerstelle, die sich wie hier an eine Stufenversetzung anlagert, bildet einen monoatomaren Sprung. Der schematisch dargestellte Potentialverlauf zeigt an dieser Stelle ein tiefes, leerstellenartiges Potential. Das flache Potential der Versetzungslinie kann die Übergangsrate der Positronen in derartige Fehlstellen vergrößern.

darstellen [27, 39, 40, 41]. Die Positronenlebensdauern, die mit Versetzungen verbunden werden, sind jedoch nur geringfügig kürzer als die der Einfachleerstellen [42, 43, 44]. Diese Feststellung führte zu der Idee, daß die Versetzungslinie eine Art Übergangszustand für Positronen bildet, bevor diese in tieferen Haftstellen eingefangen werden, die mit der Versetzung assoziiert sind (Abb. 3.4). Dafür kommen vor allem die Sprünge auf der Versetzungslinie in Betracht sowie Leerstellen, die durch das Spannungsfeld um die Versetzungslinie nahe an sie gebunden sind [39, 45, 46]. Die Anwesenheit der Versetzungslinie erhöht demnach die Einfangrate in die assoziierten Defekte. Diese werden oft als *leerstellenartig* bezeichnet [42, 47, 48]. Die Konsequenzen dieses Modells insbesondere auf die Temperaturabhängigkeit der Positroneneinfangrate wurde von verschiedenen Autoren diskutiert [41, 49, 50]. Im Abschnitt 3.4.4 wird darauf im Detail eingegangen. Der Positroneneinfang durch Versetzungen wird aufgrund des flachen Potentials erst bei Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur sichtbar, indem entweder der Einfang in die assoziierten Defekte verstärkt oder der Einfang in andere Haftstellen reduziert wird, die nicht mit der Versetzungslinie verbunden sind. In den später vorgestellten Experimenten konnten beide Situationen in Abhängigkeit vom Grad der Verformung beobachtet werden.

3.4.3 Andere Haftstellen

In Metallen sind neben atomaren Leerstellen und Versetzungen viele andere Haftstellentypen bekannt. Korn- und Phasengrenzen bilden ebenso wie Leerstellencluster attraktive Potentiale für die Positronen. Deren experimentelle Untersuchung ist bislang jedoch schwierig. So ist es praktisch unmöglich, Leerstellencluster nur einer speziellen Größe zu präparieren. Durch Teilchenbestrahlung wird z.B. meist ein ganzes Spektrum unterschiedlicher Cluster erzeugt. Theoretische Rechnungen für die zu erwartenden Positronenlebensdauern helfen hier weiter, sind aber schwer zu verifizieren [51]. Der Einfang von Positronen an Korngrenzen spielt in feinkörnigen Materialien eine wichtige Rolle. Experimentelle Fortschritte für die Charakterisierung dieser Haftstellentypen sind vor allem durch den Einsatz fein fokussierter Positronenstrahlen zu erwarten. Sie ermöglichen es bei Strahldurchmessern von ca. $1\ \mu\text{m}$ einzelne und damit wohldefinierte Fehlstellen zu untersuchen [52].

3.4.4 Ein temperaturabhängiges Trapping-Modell

Die Bedeutung der Versetzungen als flache Haftstelle für Positronen läßt sich insbesondere durch temperaturabhängige Experimente unterhalb Raumtemperatur untersuchen. Für eine quantitative Analyse der dabei gewonnenen Daten ist es notwendig, ein bestimmtes Modell anzunehmen. In der Literatur hat sich ein 3-Zustands-Modell durchgesetzt, das geeignet ist, die Temperaturabhängigkeit des Positroneneinfanges durch die Versetzungslinie zu beschreiben [40, 45, 50, 53].

Das Modell (Abb. 3.5) basiert auf den folgenden Annahmen: Die drei Zustände, in denen sich das Positron befinden kann, sind der freie Zustand im ungestörte Gitter, die Versetzungslinie und leerstellenartige Defekte. In Übereinstimmung mit den meisten Experimenten (z.B. [41, 45]) und theoretischen Überlegungen [27, 50, 54] wird die Versetzungslinie als flache Positronenhaftstelle mit einer Bindungsenergie $E_b \leq 100\ \text{meV}$ aufgefaßt. Die Positronenlebensdauern im ungestörten Gitter und in der Versetzungslinie sind sehr ähnlich und können experimentell nicht zuverlässig getrennt werden. Die Versetzungslinie kann für den Positroneneinfang eine besondere Rolle spielen, da sie einen Übergangszustand für den Einfang in tiefere Haftstellen wie Sprünge oder Leerstellen in ihrer unmittelbaren Nähe bildet. Die Übergangsraten η' und η in diese leerstellenartigen Defekte sind temperaturunabhängig [55, 56]. Für gleiche Fehlstellenkonzentrationen ist die Übergangsraten η in die mit der Versetzungslinie assoziierten Defekte größer als der direkte Einfang η' [50].

Da die Annihilationsrate der Positronen im ungestörten Gitter (λ_b) und entlang der Versetzungslinie einerseits und in einer Leerstelle oder einem Sprung andererseits jeweils so ähnlich sind, kann das Experiment nur zwischen Positronen unterscheiden, die aus tiefen Defekten zerstrahlen und anderen. Das Modell in Abbildung 3.5

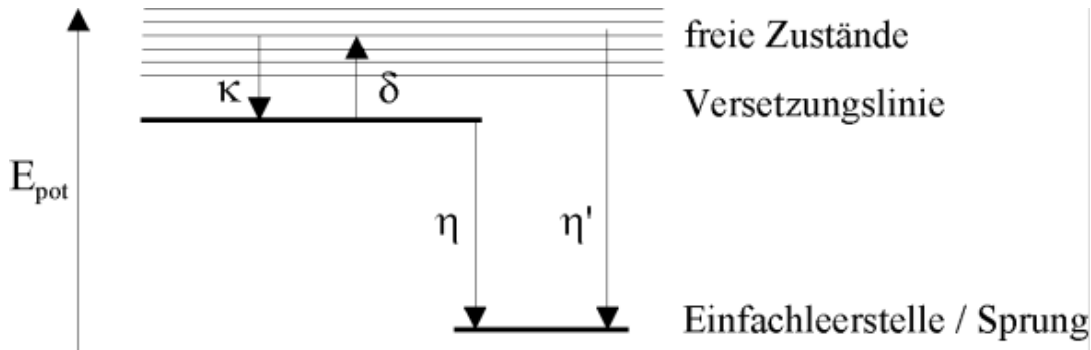


Abbildung 3.5: Das Trapping-Modell für die Auswertung temperaturabhängiger Messungen nimmt drei mögliche Zustände für die Positronen an: den freien Zustand, die Versetzungslinie und leerstellenartige Defekte. Die Übergangsraten vom Gitter in die Versetzungslinie oder direkt in einen leerstellenartigen Defekt sind mit κ und η' bezeichnet. Positronen können von der Versetzungslinie mit der Rate δ wieder ins Gitter entkommen oder mit der Einfangrate η in einem assoziierten Defekt eingefangen werden.

kann daher in ein effektives 2-Zustands-Modell umgewandelt werden. Die Wahrscheinlichkeit $P(T)$, aus einer tiefen Haftstelle zu zerstrahlen, läßt sich dann durch die Übergangsraten ausdrücken als [50]

$$P(T) = \frac{\eta'(\lambda_b + \delta(T) + \eta) + \eta\kappa(T)}{(\lambda_b + \kappa(T) + \eta')(\lambda_b + \eta) + \delta(T)(\lambda_b + \eta')}. \quad (3.4)$$

Die Temperaturabhängigkeit von $P(T)$ beruht auf der Einfangrate in die Versetzungslinie $\kappa(T)$ und der Entkommrate aus diesem Zustand $\delta(T)$. Für beide werden von PETERSEN et al. [41] und SMEDSKAJAER et al. [50] numerische Ausdrücke angegeben. Die Einfangrate der Positronen in die Versetzungslinie

$$\kappa(T) = \varrho \cdot \nu(T)$$

hängt von der Versetzungsdichte ϱ und der spezifischen Einfangrate $\nu(T)$ ab, die durch

$$\nu(T) = \nu_1 + \nu_0 \cdot \exp \left\{ -\frac{k_B \cdot T}{2(k_B \Theta_D - E_b)} \right\} \quad (3.5)$$

angenähert werden kann. Darin bezeichnet k_B die Boltzmannkonstante, Θ_D die Debye-Temperatur und E_b die Bindungsenergie des Positrons, d.h. die Tiefe der flachen Haftstelle. Der Übergang des Positrons in eine flache Haftstelle wie der Versetzungslinie erfolgt unter Emission akustischer Phononen, wenn für die Energie des Positrons E_p gilt: $E_p < k_B \Theta_D - E_b$. Für den Einfangprozeß in tiefere Fallen

gewinnt die Anregung von Elektronen an Bedeutung, die weitgehend temperaturunabhängig ist. Es sollte hier betont werden, daß der Ausdruck für $\nu(T)$, der von PETERSEN et al. [41] vorgeschlagen wurde, eine Näherung ist, die von $E_b < k_B \Theta_D$ ausgeht. SMEDSKAJAER et al. [50] verwenden einen ähnlichen Term ohne jedoch den Zusammenhang des Exponenten mit E_b zu spezifizieren.

Die starke Temperaturabhängigkeit der Entkommrate wird beschrieben durch

$$\delta(T) = C_0 \cdot \nu(T) \cdot k_B T \sqrt{\frac{k_B T}{E_b}} \cdot \exp \left\{ -\frac{E_b}{k_B T} \right\} \quad (3.6)$$

mit der Konstante $C_0 = m_0^*/(4\sqrt{\pi}\hbar^2)$, in der die effektive Positronenmasse m_0^* gleich der Ruhemasse des Elektrons m_0 gesetzt wurde.

Der Ausdruck 3.4 für $P(T)$ liefert zusammen mit den beiden analytischen Ausdrücken für $\kappa(T)$ und $\delta(T)$ ein Modell für die Temperaturabhängigkeit des Positroneneinfanges in flachen Haftstellen. Für die numerische Anpassung kann die unhandliche Gleichung 3.4 vereinfacht werden, indem bestimmte Annahmen über das untersuchte Material getroffen werden.

In Aluminium und schwach verformtem Kupfer kann man annehmen, daß $\eta \gg \lambda_b$ und $\eta' = 0$ gilt. Das bedeutet zum einen, daß Positronen, die bereits entlang der Versetzungslinie lokalisiert sind, auch in assoziierte Defekte gelangen werden, und zum anderen, daß der direkte Einfang in Leerstellen vernachlässigt werden kann. Diese Annahmen erscheinen sinnvoll, da Einfachleerstellen bei Raumtemperatur in Aluminium bereits hoch beweglich sind [57] und ihre Konzentration in Kupfer bei schwacher Verformung noch gering ist. Die beweglichen Leerstellen lagern sich auch an den Versetzungen an, wodurch η vergrößert und η' verringert wird. Damit ergibt sich

$$P(T) \approx \frac{\kappa(T) \frac{\eta}{\eta + \delta(T)}}{\lambda_b + \kappa(T) \frac{\eta}{\eta + \delta(T)}}. \quad (3.7)$$

In stark verformtem Kupfer kann der direkte Einfang in Einfachleerstellen nicht vernachlässigt werden, so daß direkt Gleichung 3.4 für die Analyse angewandt wurde.

In verformtem Aluminium wurde in den Tieftemperaturexperimenten kein Einfluß von $\delta(T)$ festgestellt, woraus im Hinblick auf Gleichung 3.7 geschlossen werden kann, daß $\eta \gg \delta(T)$ zutrifft. Für die Analyse der Aluminiumdaten wurde Gleichung 3.7 daher weiter zu

$$P(T) \approx \frac{\kappa(T)}{\lambda_b + \kappa(T)} \quad (3.8)$$

vereinfacht.

3.5 Langsame Positronen

Langsame, monoenergetische Positronenstrahlen bieten die Möglichkeit, die Eindringtiefe der Positronen zu variieren (Abb. 3.6). Prinzipiell ist damit eine tiefenabhängige Bestimmung von Fehlstellenverteilungen möglich. Die breite Stoppverteilung und die große Diffusionslänge der Positronen in kristallinen Materialien verringert jedoch die erreichbare Tiefenauflösung. Die hohe Beweglichkeit der Positronen kann aber auch anderweitig genutzt werden. Eindringtiefen in der Größenordnung der Diffusionslänge L_+ lassen einen gewissen Anteil der implantierten Positronen wieder an die Oberfläche zurückdiffundieren [17] (Abb. 3.7). Dort zerstrahlen sie aus Oberflächenzuständen vorwiegend mit Leitungselektronen, die sich durch eine geringe Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie auszeichnen. Mit zunehmender Eindringtiefe nimmt der Anteil der zurückdiffundierenden Positronen ab, und die Dopplerverbreiterung nähert sich jener im Kristallinneren an.

Die Rückdiffusion der Positronen wird sehr empfindlich durch ihre Beweglichkeit bestimmt. In der Gegenwart von Fehlstellen, in denen die Positronen lokalisiert sind, nimmt ihre Beweglichkeit und damit ihre Rückdiffusion ab. Es sind ebenso Defekte denkbar, die die Beweglichkeit der Positronen in Richtung der Oberfläche erhöhen.

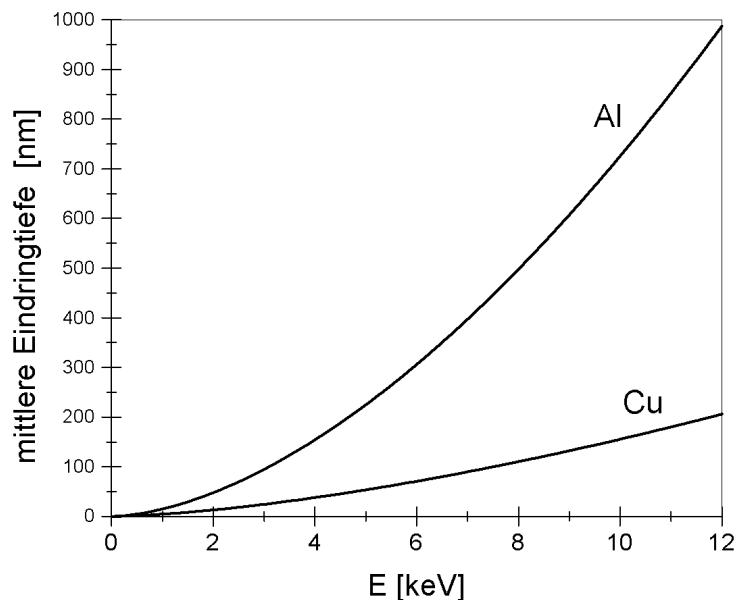


Abbildung 3.6: Die mittlere Eindringtiefe der Positronen in Aluminium und Kupfer nach Gleichung 3.1. Gezeigt ist der Energiebereich den der Bonner langsame Positronenstrahl (SLOWPOS) zur Verfügung stellt.

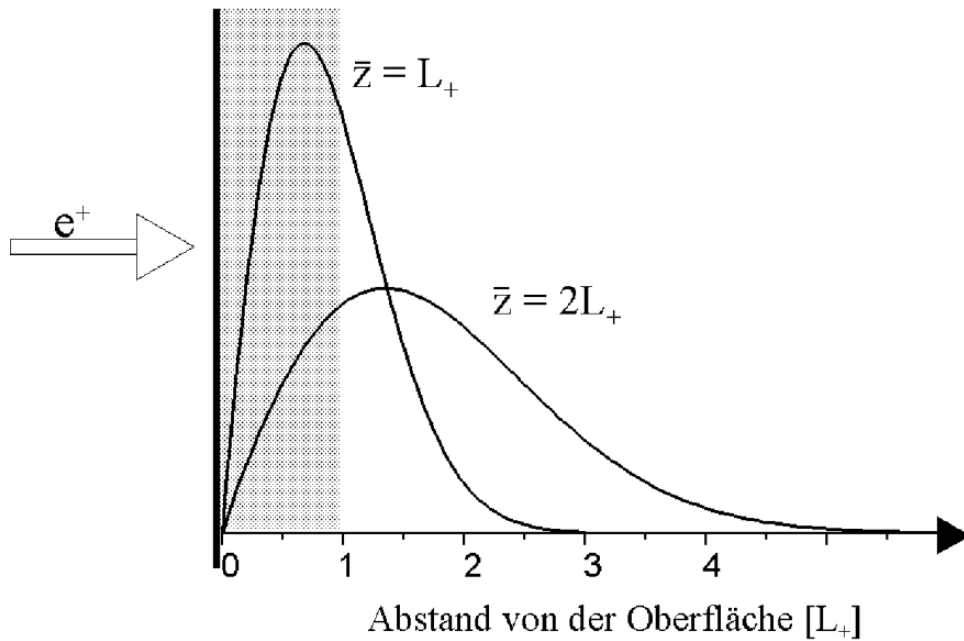


Abbildung 3.7: Die Stoppverteilung der Positronen wird mit zunehmender mittlerer Eindringtiefe \bar{z} breiter. Positronen, die innerhalb ihrer Diffusionslänge L_+ thermalisieren (schraffierter Bereich), können an die Oberfläche zurückdiffundieren.

Versetzungen, die an die Oberfläche führen, könnten durch eine gerichtete Diffusion der Positronen entlang der Versetzungslinie den zurückdiffundierenden Anteil vergrößern. Durch Messung der Rückdiffusion sind daher Haftstellen nachweisbar, deren Dopplerverbreiterung sich kaum von der im ungestörten Kristall unterscheidet, die aber die Beweglichkeit der Positronen beeinflussen.

Kapitel 4

Experimentelle Methoden

4.1 Probenform und Probenvorbereitung

Für die Verformungsexperimente wurden hochreine polykristalline Aluminium- (99.999%) und Kupfer-Röhrchen (99.99%) verwendet. In ihrem Inneren war während der Verformung eine Positronenquelle plziert (Abb. 4.1). Dadurch konnte die gesamte Entwicklung der Dopplerverbreiterung an jeder Probe in-situ während der Verformung verfolgt werden. Unbeabsichtigte Einflüsse durch die Handhabung der weichgeglühten Proben wurden so ebenfalls ausgeschaltet. An beiden Enden der Röhrchen wurden Edelstahlstöpsel eingepaßt, von denen einer ein Loch hatte. Durch dieses wurde an einem Edelstahlstift eine $2\ \mu\text{Ci}$ ^{22}Na -Quelle eingeführt. Diese war zuvor als $^{22}\text{NaCl}$ auf einem Stück $2\ \mu\text{m}$ dünner Mylarfolie eingetrocknet worden, das

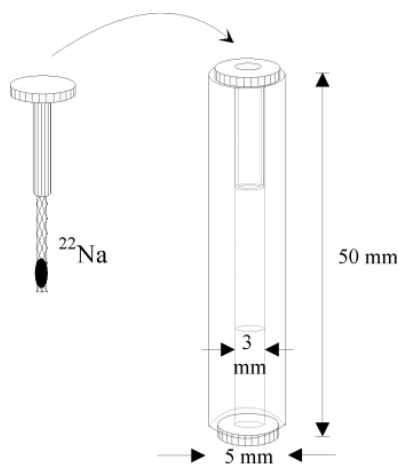


Abbildung 4.1: In den Verformungsexperimenten wurden Proben in Röhrchenform eingesetzt. Für die Formstabilität beim Einspannen in die Verformungsmaschine sorgten Stöpsel aus Edelstahl, von denen einer eine Bohrung aufwies. Eine entnehmbare $2\ \mu\text{Ci}$ ^{22}Na -Positronenquelle konnte dadurch eingeführt werden.

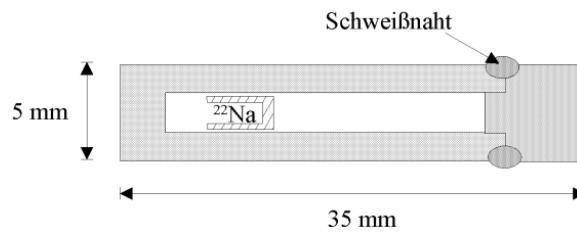


Abbildung 4.2: Für die Hochtemperaturexperimente wurde eine ^{22}Na -Positronenquelle in das Probenmaterial eingebracht und die Proben anschließend im Vakuum elektronenstrahlverschweißt.

an den Stift geklebt wurde. Die Positronenquelle konnte so vor Anlaßbehandlungen einfach entnommen werden, wodurch eine Kontamination des Ofens ausgeschlossen wurde.

Die Aluminium- und Kupferröhrchen wurden vor der Verformung für 4 Stunden im Vakuum ($p \leq 2 \cdot 10^{-5}$ hPa) bei 600°C bzw. 1000°C gegläht und langsam über mehrere Stunden wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Rekristallisation ließ Körner der Größenordnung 1 mm entstehen. Der Einfluß von Korngrenzen auf den Positroneneinfang war daher vernachlässigbar [58].

Für die Experimente mit Leerstellen im thermischen Gleichgewicht kam eine andere Probenform zum Einsatz (Abb. 4.2). Das ebenfalls hochreine Material war vor den Messungen ausgeglüht worden. Die Positronenquelle befand sich in diesem Fall direkt in den hohlen Proben, bevor diese im Vakuum ($p \approx 1 \cdot 10^{-5}$ hPa) mittels eines Elektronenstrahles zugeschweißt wurden. Auf diese Art können Positronenmessungen bis nahe an den Schmelzpunkt des jeweiligen Metalls gemacht werden, ohne daß das radioaktive Präparat entweicht. Diese Messungen sind praktisch untergrundfrei, da das $^{22}\text{NaCl}$ zuvor in einem kleinen Topf ebenfalls aus Probenmaterial eingetrocknet wurde.

4.2 Plastische Verformung

Die plastische Verformung der Proben wurde mit einer piezoelektrischen Verformungsapparatur durchgeführt, die bereits in [59, 60] im Detail vorgestellt worden ist. Die auf die Probe einwirkende Kraft F und die resultierende Verlängerung ΔL wurden dabei aufgezeichnet. Die Verformungslänge L wird durch die freie Länge zwischen den Einspannbacken bestimmt und beträgt 18 mm. Die relative Verlängerung der Proben ergibt sich damit aus $\varepsilon = \Delta L/L$. Die Zugversuche wurden mit einer konstanten Dehnrage von $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$ durchgeführt.

Der Verformungsgrad der Proben wird im folgenden durch die Schubspannung τ beschrieben, die sich aus der Spannung $\sigma = F/A$ ableiten läßt (vgl. Kapitel 2.2).

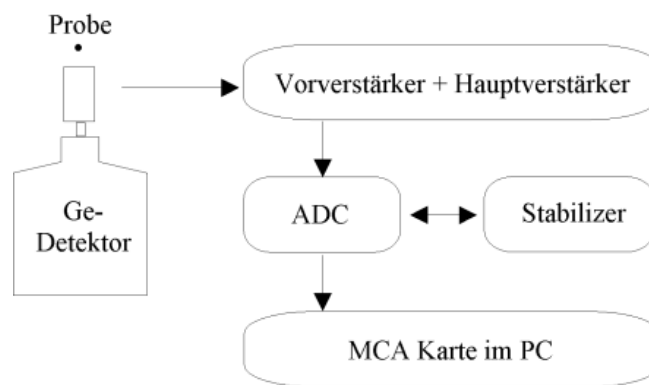


Abbildung 4.3: Die Messung der Dopplerverbreiterung erfolgt mit einem hochauflösendem Germaniumdetektor. Eine elektronische Stabilisierung wurde auf der ${}^7\text{Be}$ Monitorlinie bei 478 keV vorgenommen.

Die Verringerung der Querschnittsfläche A mit zunehmender Verformung wurde vernachlässigt. Bei einer Poissonzahl¹ von $\nu \approx 0.3$ ist der Fehler in A unter 5% bei maximaler Dehnung.

4.3 Messung und Charakterisierung von Dopplerspektren

Die Messungen der Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie im Kryostaten und während der Zugversuche wurde mit einem Germaniumdetektor mit einer Energieauflösung von 1,2 keV durchgeführt². Der schematische Aufbau ist in der Abbildung 4.3 dargestellt. Für die Experimente mit dem langsamen Positronenstrahl wurde ein anderer Ge-Detektor mit einer Auflösung von 1,4 keV verwendet. Dieser Detektor wurde in 2- γ -Koinzidenz unter 180-Grad mit einem BGO-Detektor betrieben, wobei sich die Probe zwischen beiden Detektoren befand [38]. Auf diese Weise wurden nur Ereignisse gezählt, bei denen das Positron tatsächlich in der Probe zerstrahlt ist.

Eine Stabilisierung der Elektronik wurde auf einer gleichzeitig aufgenommenen Monitorlinie bei 478 keV (${}^7\text{Be}$) durchgeführt³.

Um die Energieverteilung der γ -Quanten zu beschreiben, wie sie in Abbildung 4.4 gezeigt ist, wird häufig nach der Untergrundsubtraktion der sogenannte S-Parameter

¹Die Poissonzahl beschreibt für eine zylindrische Probe das Verhältnis der Änderung des Durchmessers zur Änderung der Länge.

²FWHM bei 514 keV (${}^{85}\text{Sr}$)

³Das Isotop ${}^7\text{Be}$ ($t_{1/2}=48$ d) besitzt nur eine γ -Linie und ist am Zyklotron leicht herzustellen: ${}^{12}\text{C}(\alpha, 2n){}^7\text{Be}$ oder ${}^{12}\text{C}({}^3\text{He}, 2\alpha){}^7\text{Be}$

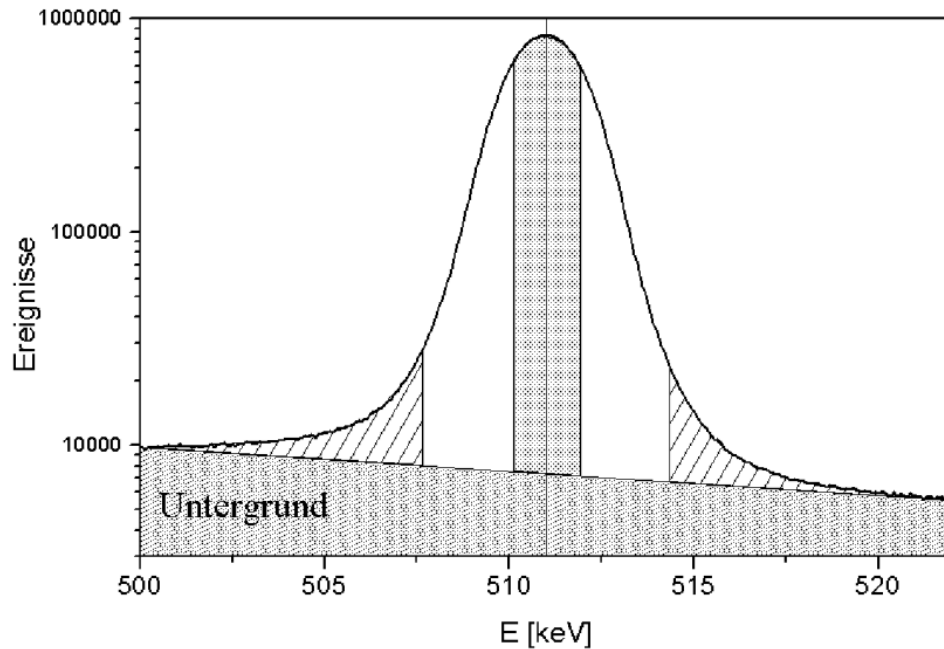


Abbildung 4.4: Der S-Parameter einer Annihilationslinie wird nach der Subtraktion des linearen Untergrundes aus dem Flächenverhältnis des zentralen, schattierten Bereiches zur Gesamtfläche der Linie bestimmt. Analog ergibt sich der W-Parameter aus dem Verhältnis der äußeren, schraffierten Flächen zur Gesamtfläche.

eingeführt. Er ist definiert als der Quotient

$$S \equiv \frac{A}{B}$$

zweier Flächeninhalte A und B . A bezeichnet den Inhalt eines symmetrisch in der Mitte der Annihilationslinie gelegenen Bereiches und B die Fläche der gesamten Linie. Die Grenzen der Fläche A werden zu Beginn der Experimente so gewählt, daß $S \approx 0.5$ ist, und anschließend konstant gehalten. Der relative Fehler der Änderung des S-Parameters ist dann minimal [61]. Physikalisch gesehen gibt der S-Parameter ein Maß für den Anteil der Positronen an, die mit Elektronen mit geringem Impuls zerstrahlen. Da der Impuls des thermalisierten Positrons klein gegenüber jenem des Elektrons ist, beruht die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie im wesentlichen auf der Impulsverteilung der Elektronen am Ort der Zerstrahlung. Diese ändert sich drastisch, wenn Positronen statt aus dem ungestörten Gitter aus einer Leerstelle annihilieren (Abb. 4.5). Aufgrund des größeren Abstandes zu den Atomrümpfen verringert sich der Anteil der kernnahen Elektronen mit großem Impuls, mit denen das Positron zerstrahlen kann. Der Beitrag der Elektronen mit geringem Impuls nimmt dementsprechend in der Zerstrahlungslinie zu. Das spiegelt sich in einer schmalen Linie und damit in einem größeren S-Parameter wider.

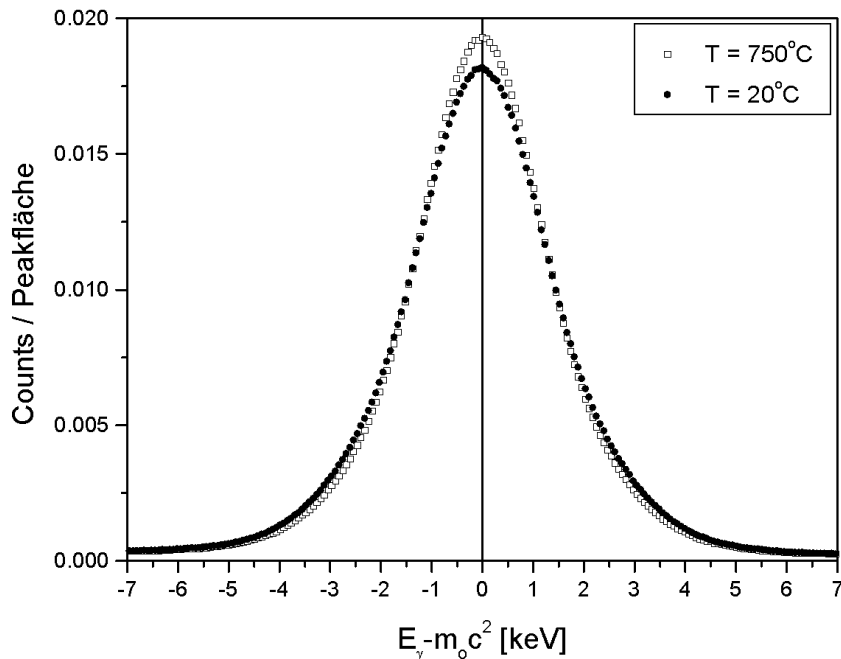


Abbildung 4.5: Die Annihilationslinien in Kupfer bei Raumtemperatur und bei 750°C unterscheiden sich deutlich. Ursache ist der Positroneneinfang in thermischen Leerstellen bei erhöhten Temperaturen.

Die Positronenlebensdauerspektroskopie bietet die Möglichkeit, defektspezifische Informationen wie eine charakteristische Lebensdauer zu bestimmen. Dies gelingt allerdings nur zuverlässig unter der Voraussetzung, daß sich die Lebensdauerkomponenten des Gitters und der verschiedenen Fehler ausreichend unterscheiden. In Metallen ist diese Bedingung im allgemeinen nicht erfüllt, wenn einmal von großen Leerstellenclustern abgesehen wird. Die Bemühungen, auch aus Dopplerspektren derartige Informationen zu gewinnen, haben zur Definition eines Parameters

$$R \equiv \frac{\Delta S}{\Delta W}$$

geführt, der sich aus der Änderung des bekannten S-Parameters und der Änderung eines weiteren Linienformparameter W ergibt [62]. Der W-Parameter ist analog zum S-Parameter definiert, nur daß er die Flächen bei sehr großen Dopplerverschiebungen, also am Rand des Peaks, ins Verhältnis zur Gesamtfläche setzt (Abb. 4.4). Der Quotient R gibt somit an, in welchem Verhältnis sich der Anteil von Elektronen mit niedrigem und hohem Impuls zueinander verändert. Diese Veränderung ist der Theorie zufolge eine fehlerstellenspezifische und konzentrationsunabhängige Konstante [62]. In der Praxis hat sich allerdings gezeigt, daß die Differenzierung der Fehlertypen in Metallen auch mit dieser Methode meistens nicht möglich ist. Lediglich große Leerstellencluster führen zu einer signifikanten Änderung von ΔR .

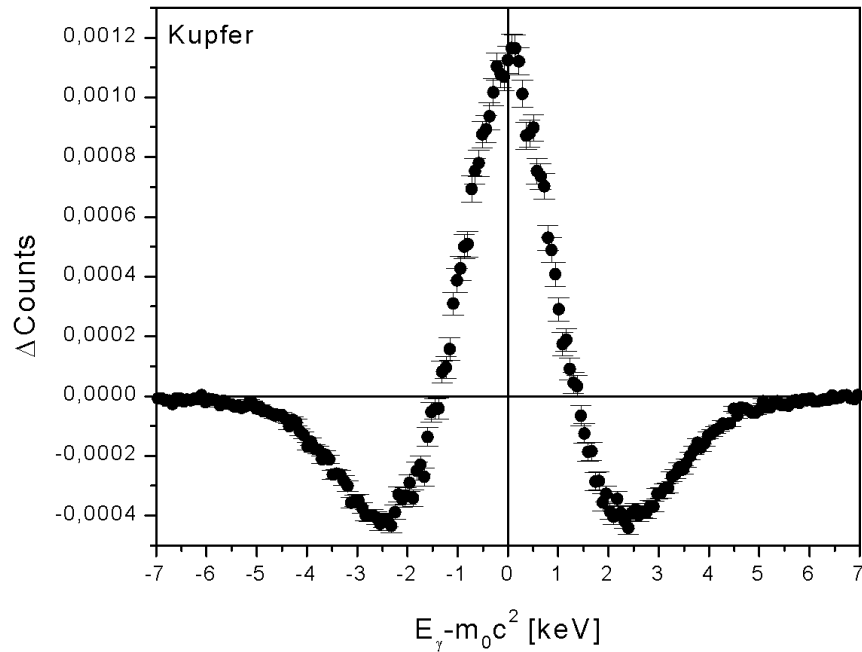


Abbildung 4.6: Die Differenz der auf gleiche Flächeninhalt normierten Zerstrahlungslinien in Kupfer bei 750°C und 20°C aus Abbildung 4.5 zeigt die Veränderung der Linienform, die infolge des Positroneneinfanges in Einfach-leerstellen auftritt.

Einen wesentlich differenzierteren Ansatz zur Analyse der Form der Zerstrahlungslinie bietet die Betrachtung von Differenzspektren. Dieser Methode wurde bislang nur wenig Aufmerksamkeit geschenkt [61]. Die auf gleichen Flächeninhalt normierten Zerstrahlungslinien werden hierbei voneinander abgezogen, so daß die Änderung der Linienform übrig bleibt (Abb. 4.6). Ob die Form der Differenzspektren Aussagen über Defekttypen zuläßt, ist eine offene Frage, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wird. Für zuverlässige Aussagen werden hierfür Dopplerspektren mit sehr guter Statistik benötigt, d.h. Spektren mit mehr als 10^7 Ereignissen in der Zerstrahlungslinie.

4.4 Tieftemperaturmessungen

Für die Tieftemperaturexperimente ist ein Kryostat (Abb. 4.7) entwickelt worden, der in einem Temperaturbereich von 10 K bis 290 K Messungen der Positronenstrahlung mit einer hohen Temperaturstabilität erlaubt. Flüssiges Helium, das am Ort der Probe in einer gewundenen Kupferkapillare verdampft (siehe Einsatz in Abb. 4.7), kühlt die Probe, während eine NiCr-Heizleiterspule am Probenort gleichzeitiges Heizen ermöglicht. Zur Temperaturmessung dient ein AuFe-Chromel Thermoelement⁴ zusammen mit einer Null-Grad-Zelle als Referenz. Die Temperaturregelung wird bei konstantem Heizstrom, der der Solltemperatur angepaßt ist, durch die Steuerung des He-Gasflusses realisiert. Mit Hilfe eines PID-Reglers wird dadurch eine Temperaturstabilität von $\Delta T < 1$ K erreicht, die lediglich bei sehr niedrigen Temperaturen $T \leq 30$ K mit $\Delta T \leq 2$ K etwas schlechter ist. Die Probe befindet sich in dem Kryostaten in einer Heliumatmosphäre in einem Abstand von 4 cm zu dem außerhalb stehenden Germaniumdetektor.

Die Temperaturabhängigkeit der Dopplerverbreiterung wurde zwischen 13 K und 263 K mit einer Schrittweite von $\Delta T = 10$ K gemessen. Die Reversibilität der Messung wurde geprüft, indem jedes zweite Dopplerspektrum von hohen zu niedrigen Temperaturen aufgezeichnet wurde und die andere Hälfte auf dem Weg zurück.

⁴von W.C. Heraeus GmbH, Hanau

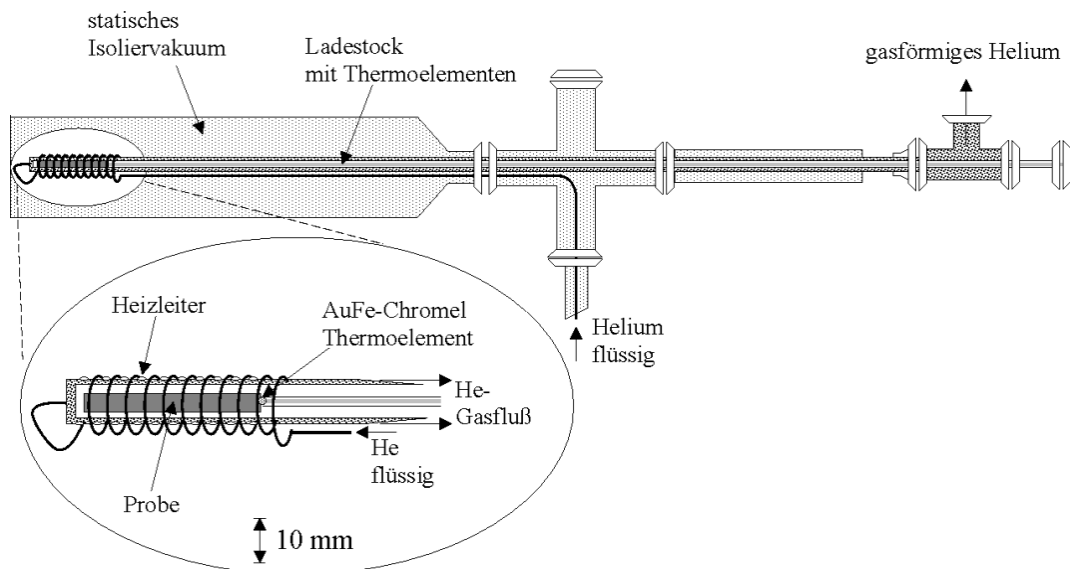


Abbildung 4.7: Schematischer Aufbau des Helium-Durchflußkryostaten

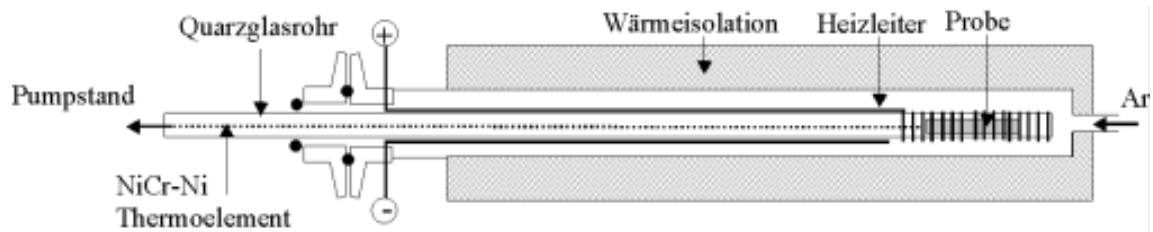


Abbildung 4.8: Schematischer Aufbau des Rohröfens

4.5 Hochtemperaturmessungen

Für die Untersuchung von Leerstellen im thermischen Gleichgewicht ist ein Rohröfen konstruiert worden, den analog zum Kryostaten ein geringer Abstand zwischen Probe und Detektor sowie eine hohe Temperaturstabilität auszeichnet (Abb. 4.8). Ein NiCr-Heizleiter in einer Argonatmosphäre ermöglicht eine stabile Proben temperaturen ($\Delta T = 1^\circ\text{C}$) im Bereich 100°C bis 800°C . Die Temperaturregelung erfolgt wiederum durch einen PID-Regler, der den Stromfluß durch den Heizleiter steuert. Ein NiCr-Ni Mantel-Thermoelement⁵ dient zur Temperaturmessung. Die Probe befindet sich während der Hochtemperaturrexperimente in einem evakuierten Quarzglasrohr.

⁵Thermocoax, TK I 05/50/NN

Kapitel 5

Die Empfindlichkeitsschwelle

5.1 In-situ Messungen

Die in-situ Messungen der Dopplerverbreiterung wurden während der plastischen Zugverformung im belasteten Zustand durchgeführt. Die angelegte Spannung relaxierte dabei um einige Prozent. Vor der Fortsetzung der Verformung wurde jeweils ein Dopplerspektrum im unbelasteten Zustand aufgezeichnet. Es konnte jedoch kein Einfluß der Spannungsrelaxation auf den S-Parameter festgestellt werden.

Der Zusammenhang zwischen dem S-Parameter und der relativen Verlängerung der Probe ε (Abb. 5.1) zeigt, daß die Positronen im Bereich $0,001 \leq \varepsilon \leq 0,01$ empfind-

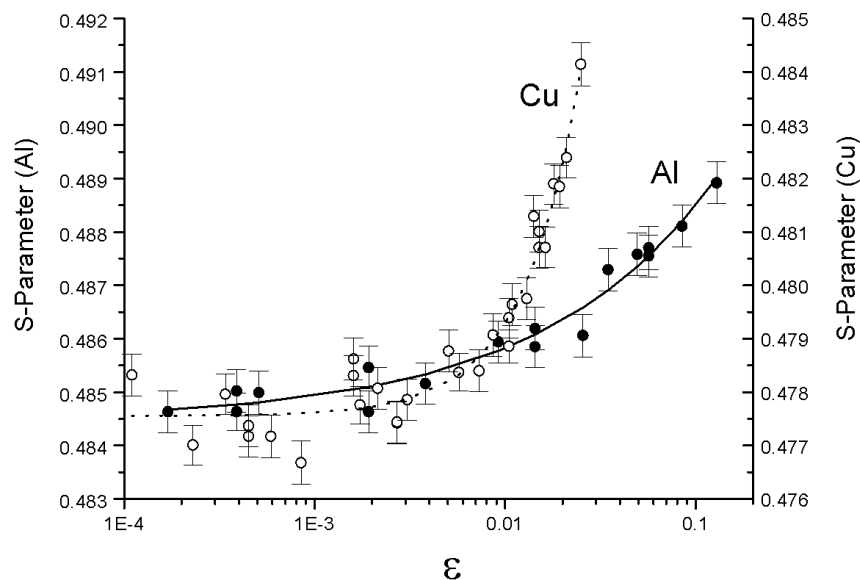


Abbildung 5.1: Der S-Parameter als Funktion der Dehnung ε (logarithmische Skala) für Aluminium- und Kupfer-Polykristalle. Die Linien sind Anpassungen der Beziehung $S(\varepsilon) = S_b + \alpha \cdot \varepsilon^\beta$ (Tab. 5.1).

| Material | S_b | α | β |
|----------|--------|-------------------|-----------------|
| Cu | 0,4775 | $1,3 \pm 0,8$ | $1,44 \pm 0,16$ |
| Al | 0,4844 | $0,012 \pm 0,002$ | $0,48 \pm 0,07$ |

Tabelle 5.1: Der Parameter β in der Gleichung $S(\varepsilon) = S_b + \alpha \cdot \varepsilon^\beta$ hängt stark vom Material ab. Der Unterschied zwischen Aluminium ($S \sim \sqrt{\varepsilon}$) und Kupfer ($S \sim \varepsilon^{3/2}$) ist offensichtlich.

lich für die durch die Verformung erzeugten Fehler werden. Die Abhängigkeit $S(\varepsilon)$ kann gut durch die Form

$$S(\varepsilon) = S_b + \alpha \cdot \varepsilon^\beta$$

beschrieben werden, wobei α , β zwei Konstanten und S_b der S-Parameter in der unverformten Probe ist. Der Exponent β zeigt eine starke Materialabhängigkeit (Tab. 5.1). In dieser rein empirisch begründeten Darstellung ist jedoch keine materialabhängige Empfindlichkeitsschwelle zu erkennen.

Stellt man dagegen den S-Parameter als Funktion der Schubspannung τ dar (Abb. 5.2), so wird die Existenz einer materialabhängigen Empfindlichkeitsschwelle deutlich. Die Positronen reagieren auf die plastische Verformung durch einen ansteigenden S-Parameter ab $\tau = 9 \pm 1$ MPa in Kupfer und $\tau = 4 \pm 1$ MPa in Alu-

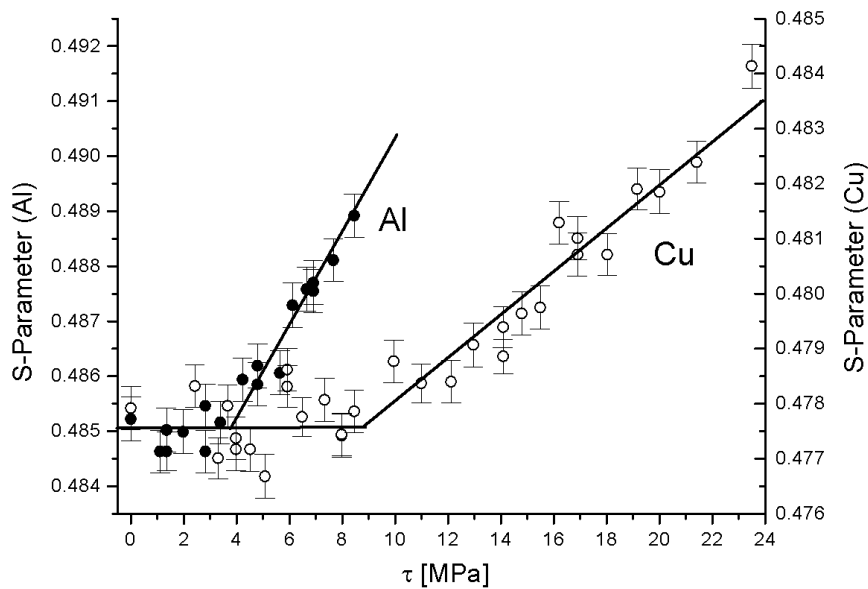


Abbildung 5.2: Der S-Parameter als Funktion der Schubspannung τ zeigt die Existenz einer Empfindlichkeitsgrenze bei $\tau = 9 \pm 1$ MPa in Kupfer und $\tau = 4 \pm 1$ MPa in Aluminium. Die Verformung und die Messung der Dopplerverbreiterung wurde bei Raumtemperatur durchgeführt.

minium. Die funktionale Abhängigkeit zwischen S-Parameter und τ ist oberhalb der Empfindlichkeitsschwelle in guter Näherung linear. Die Steigung $dS(\tau)/d\tau$ belegt im plastischen Bereich eine stärkere Spannungsabhängigkeit des S-Parameters in Aluminium als in Kupfer.

5.2 Diskussion der Ergebnisse

Die Abbildungen 5.3 und 5.4 zeigen die Schubspannung τ als Funktion der Dehnung ε für gut ausgeglühtes und somit sehr fehlerarmes Aluminium und Kupfer. Da die Fehlstellendichte mit zunehmendem Verformungsgrad ansteigt, können die gekennzeichneten Stellen als Empfindlichkeitsschwellen aufgefaßt werden, an denen die Positronenannihilation auf diese Fehlstellen anzusprechen beginnt. Die Schwellen ergeben sich aus Abbildung 5.2 durch Interpolation unter der Annahme, daß der S-Parameter zunächst bei geringen Dehnungen konstant ist und anschließend linear ansteigt.

Um die Empfindlichkeitsschwelle der Positronen für plastische Verformung zu ermitteln, war es notwendig, Zugversuche mit sehr geringen Verformungsgraden durchzuführen, bei denen sowohl die mechanische Spannung σ als auch die Dehnung ε aufgezeichnet wurde. Die Existenz einer Ansprechschwelle wurde bereits in Kupfereinkristallen nachgewiesen [12]. Die dort vermutete Beziehung zwischen der mittleren Diffusionslänge $L_+ = \sqrt{6D_+/\lambda_b}$ und dem mittleren Versetzungsabstand

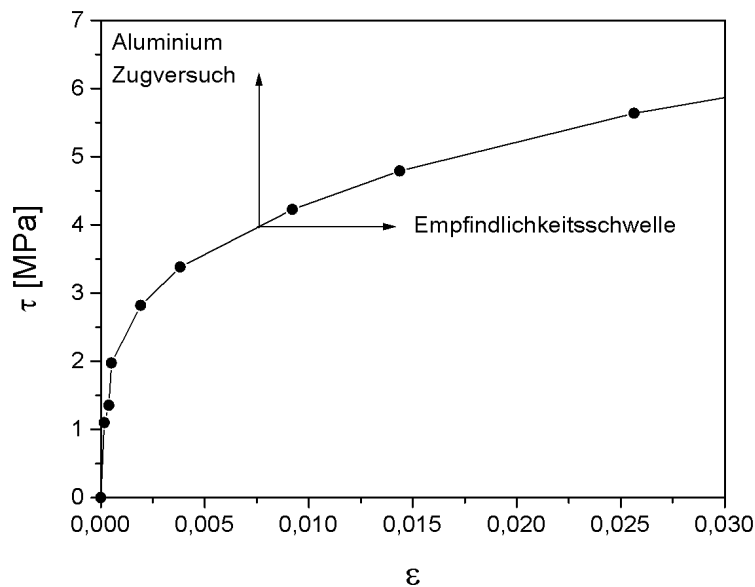


Abbildung 5.3: Schubspannungs-Dehnungskurve für Aluminium mit eingezeichneter Empfindlichkeitsschwelle

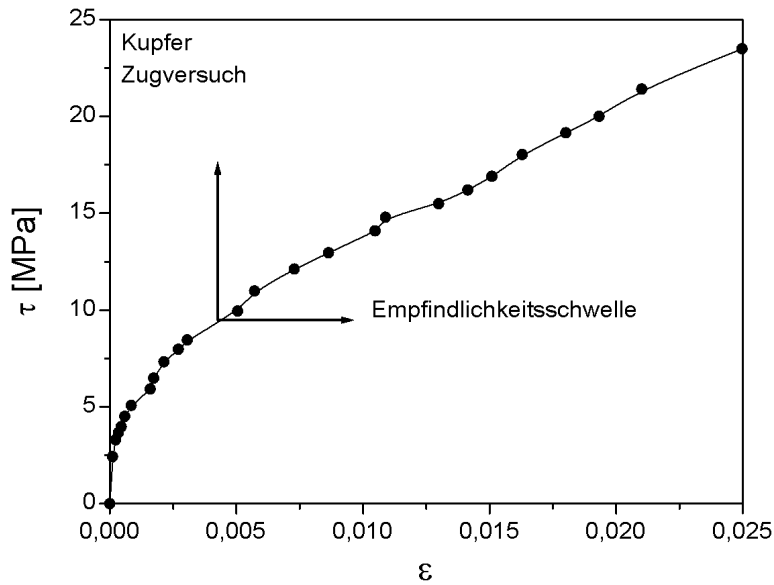


Abbildung 5.4: Schubspannungs-Dehnungskurve für Kupfer mit eingezeichneter Empfindlichkeitsschwelle

| Material | τ_{Schwelle} MPa | ϱ m^{-2} | d nm | $2 \cdot L_+$ nm |
|----------|---------------------------------|------------------------------|---------------|---------------------|
| Cu | 9 ± 1 | $4 \cdot 10^{12}$ | 500 ± 60 | 510 |
| Al | 4 ± 1 | $2 \cdot 10^{12}$ | 710 ± 180 | 630 |

Tabelle 5.2: Die experimentell ermittelten Empfindlichkeitsschwellen τ_{Schwelle} und die entsprechenden Versetzungsdichten ϱ (berechnet nach Gleichung 2.2) sind mit dem mittleren Versetzungsabstand d über $d = 1/\varrho^{0,5}$ verknüpft. Die zweifache mittlere Diffusionslänge L_+ ist ungefähr gleich d .

d an der Ansprechschwelle

$$d = 2 \cdot L_+ \quad (5.1)$$

ist auch in polykristallinem Kupfer und Aluminium erfüllt. Tabelle 5.2 faßt die Werte zusammen, die sich aus dem Ausdruck 2.2 für die Versetzungsdichte ϱ und Gleichungen 5.1 ergeben. Die verwendeten Materialkonstanten sind in Tabelle 6.3 angegeben.

Gleichung 5.1 stellt einen Zusammenhang zwischen der Diffusionslänge der Positronen im defektfreien Material und der Versetzungsdichte auf. Wenn sich diese Beziehung in weiteren Materialien bestätigen läßt, kann sie dazu dienen, den Verformungsgrad abzuschätzen, ab dem Positronen auf Versetzungen anzusprechen beginnen.

nen.

Die Beobachtung, daß die Beziehung 5.1 sowohl in Aluminium als auch in Kupfer zutrifft, kann als starker Hinweis dafür angesehen werden, daß die Versetzungen schon bei Raumtemperatur eine wichtige Rolle für den Positroneneinfang spielen. Die durch die Verformung erzeugte Leerstellenkonzentration in den Proben ist im Bereich der Ansprechschwelle noch unterhalb der Nachweisgrenze von 10^{-6} /Atom [12].

Aus den Tieftemperaturmessungen im nachfolgenden Kapitel 6 wird außerdem deutlich, daß die Empfindlichkeitsschwelle eine Funktion der Proben­temperatur ist. Bei Raumtemperatur können die Positronen nicht zwischen unverformtem und bis $\tau = 10$ MPa verformten Kupfer unterscheiden. Bei 13 K unterscheiden sich dagegen die S-Parameter in beiden Proben signifikant (Abb. 5.5). Die Ursache dafür ist das gemeinsam mit der Temperatur T abnehmende Verhältnis $\delta(T)/\kappa(T)$ der Entkommrate $\delta(T)$ und der Einfangrate $\kappa(T)$ in die Versetzungen. Bei niedrigen Temperaturen werden daher noch geringere Versetzungskonzentrationen nachweisbar.

Der materialabhängige Exponent β , der sich aus der Anpassung eines Potenzgesetzes an die $S(\varepsilon)$ -Kurven in Abbildung 5.1 ergab, ist ein weiteres Ergebnis der in-situ Experimente. Aluminium und Kupfer unterscheiden sich im wesentlichen in

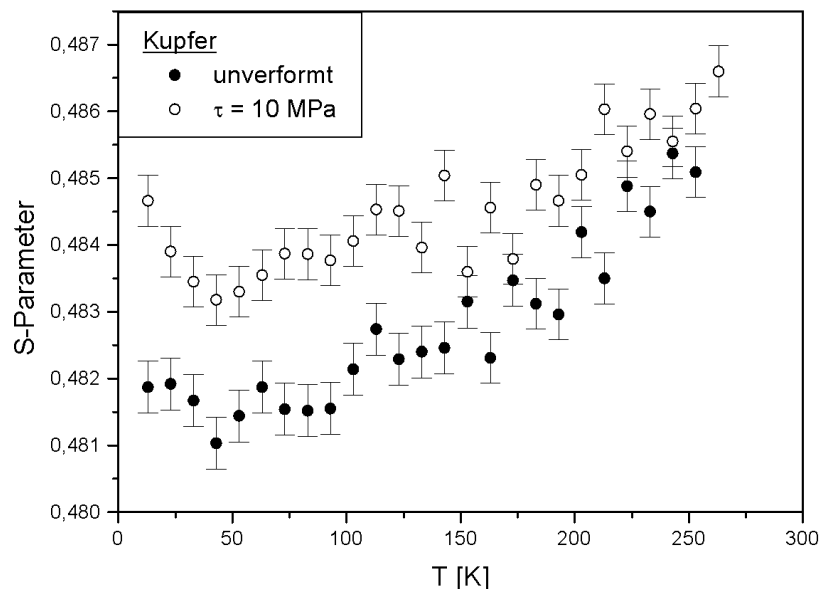


Abbildung 5.5: Der S-Parameter in einer bis $\tau = 10$ MPa zugverformten Kupferprobe unterscheidet sich bei Raumtemperatur kaum von dem in unverformten Kupfer gemessenen Wert. Bei niedrigeren Temperaturen ($T < 150$ K) weichen die Meßwerte in beiden Proben jedoch deutlich voneinander ab.

der Beweglichkeit der Leerstellen bei Raumtemperatur und der Struktur des Versetzungskernes. Beides beeinflußt die Art der Fehlstellen, die infolge der plastischen Verformung entstehen. Leerstellen, die durch das Ziehen nicht gleitfähiger Sprünge entstehen, heilen in Aluminium viel schneller aus als in Kupfer. Der Exponent β , der den Anstieg des S-Parameters mit fortschreitender Verformung beschreibt, ist empfindlich für die Effektivität, mit der Fehlstellen produziert werden, die mit Positronen nachweisbar sind. Das bedeutet, daß β ein Maß ist für die Akkumulationsrate von leerstellenartigen Defekten im Verlauf eines Zugversuches.

Kapitel 6

Flache Haftstellen bei tiefen Temperaturen

Für die analytische Auswertung der Tieftemperaturexperimente ist es sinnvoll, die ermittelte Temperaturabhängigkeit des S-Parameters $S(T)$ in die Wahrscheinlichkeit $P(T)$ umzurechnen, mit der ein Positron aus tiefen, leerstellenartigen Fehlstellen zerstrahlt. Diese müssen dabei nicht unbedingt entlang der Versetzungslinie liegen (vgl. Kapitel 3.4.4).

Aufgrund der Zugverformung liegen in den Proben vor allem Versetzungen und Leerstellen als Positroneneinfangzentren vor. Da die Positronenzerstrahlung nicht zwischen Leerstellen im Gitter und in der Umgebung von Versetzungen unterscheiden kann, ist die Anwendung eines vereinfachenden Zweistufenmodells zulässig. Die Dopplerverbreiterung des ungestörten Gitters und der Versetzungslinie ist wahrscheinlich analog zu den Zerstrahlungsraten λ_b und λ_D sehr ähnlich [27, 41], so daß auch die S-Parameter S_b und S_D ungefähr gleich sind. Wir setzen daher $S_D = S_b$ und können so $P(T)$ aus $S(T)$ nach

$$P(T) = \frac{S(T) - S_b(T)}{S_v - S_b(T)} \quad (6.1)$$

berechnen. Die Temperaturabhängigkeit der Annihilation im defektfreien Kristall $S_b(T)$ wurde an einer ausgeglühten Probe gemessen und konnte gut durch ein Polynom zweiten Grades beschrieben werden. Sie geht auf die thermische Ausdehnung des Kristallgitters zurück. Mit abnehmender Temperatur verringert sich der mittlere Atomabstand und die Wahrscheinlichkeit für die Positronen mit kernnahen Elektronen zu zerstrahlen nimmt zu. Der S-Parameter wird daher zu geringeren Temperaturen hin kleiner [63]. Die gleichzeitige Abnahme der kinetischen Energie des Positrons kann in Kupfer und Aluminium nicht beobachtet werden. In Materialien deren Atomrümpfe im Vergleich zur Gitterkonstante extrem klein sind (z.B. Lithium), kann die Abnahme der kinetischen Energie des Positrons und der Leitungselektronen auch zu einem Anstieg des S-Parameters mit abnehmender Temperatur führen.

S_v ist der S-Parameter für den Sättigungseinfang der Positronen in leerstellenartigen Fehlstellen, der weitgehend temperaturunabhängig ist und als um 8% größer als $S_b(T)$ ($T = 290\text{ K}$) angenommen wird. Dies ist in Übereinstimmung mit Messungen im thermischen Gleichgewicht an Aluminium und Kupfer, bei denen ein Anstieg des S-Parameters für den Sättigungseinfang in der gleichen Größenordnung gefunden wurde [64, 65]. Diese grobe Abschätzung von S_v ist in jedem Fall unkritisch für die spätere Auswertung. Sie beeinflusst lediglich den Absolutwert von $P(T)$ und nur sehr schwach die Form der Temperaturabhängigkeit. Der Nenner in Gleichung 6.1 ändert sich für Temperaturen zwischen 10 K und 260 K nur um etwa 5%, während die Veränderungen des Zählers viel stärker sind. Deshalb wird die Abschätzung der Bindungsenergie der Positronen an die Versetzungslinien kaum durch die Unsicherheit in S_v berührt.

6.1 Die Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung in Kupfer

Schwache Zugverformung

Die Wahrscheinlichkeit des Positroneneinfanges in tiefen Haftstellen $P(T)$ zeigt eine charakteristische Temperaturabhängigkeit für Verformungen zwischen der Ansprechschwelle bei $\tau = 9\text{ MPa}$ und etwa $\tau = 20\text{ MPa}$. Diesen Bereich bezeichnen wir als *schwache Zugverformung* von Kupfer (Abb. 6.1 und 6.2). Diese Temperaturabhängigkeit besteht aus einem Anstieg in $P(T)$ von 263 K zu 150 K, dem ein konstanter Abschnitt bis hinunter zu 70 K folgt. Anschließend fällt $P(T)$ leicht ab. Bei etwa 50 K deutet sich wiederum ein Anstieg an.

Das Anlassen der bis $\tau = 15\text{ MPa}$ verformten Probe für eine Stunde bei 550 K reduzierte die Größe von $P(T)$ um rund 50%. Die charakteristische Form blieb jedoch weitgehend erhalten. Lediglich der Anstieg bei sehr niedrigen Temperaturen verschwand.

Starke Zugverformung

An stark zugverformten Proben wurde eine deutlich veränderte Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung festgestellt. Der Übergang zwischen dem Verhalten bei schwacher zu dem bei starker Verformung findet bei $\tau \approx 30\text{ MPa}$ statt (Abb. 6.3). Die Temperaturabhängigkeit für stark verformtes Kupfer ($\tau = 53\text{ MPa}$) zeigt zwei unterschiedliche Abschnitte, wie in Abbildung 6.4 oben zu sehen. Für Temperaturen zwischen 263 K und 90 K ist $P(T)$ weitgehend konstant. Unterhalb von 90 K nimmt der Einfang in tiefe Fehlstellen jedoch kontinuierlich ab.

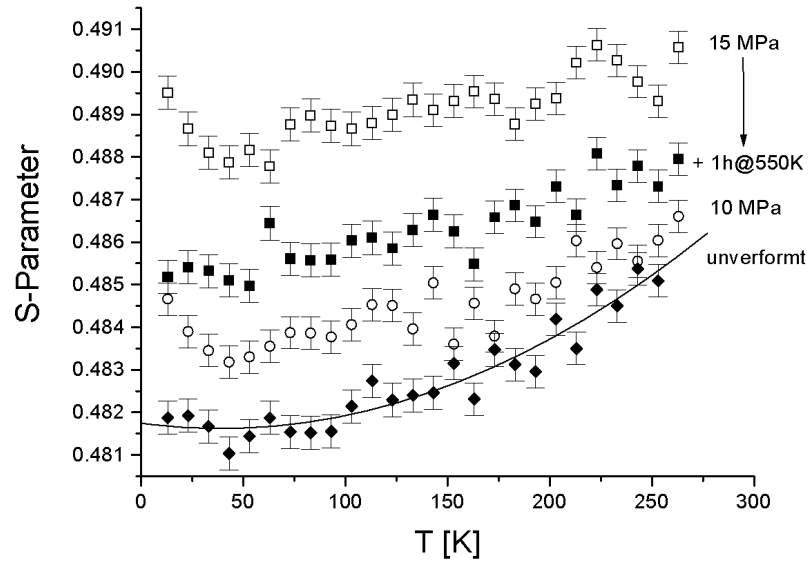


Abbildung 6.1: Die Abbildung zeigt die Temperaturabhängigkeit des S-Parameters in schwach zugverformtem Kupfer. Die Probe wurde zuerst bis an die Empfindlichkeitsgrenze bei $\tau = 10$ MPa verformt und anschließend bis $\tau = 15$ MPa. Die Anlaßbehandlung für eine Stunde bei 550 K reduzierte die Zunahme des S-Parameters um etwa 50%. Ein Polynom zweiten Grades wurde dem Verlauf $S_b(T)$ der unverformten Probe angepaßt.

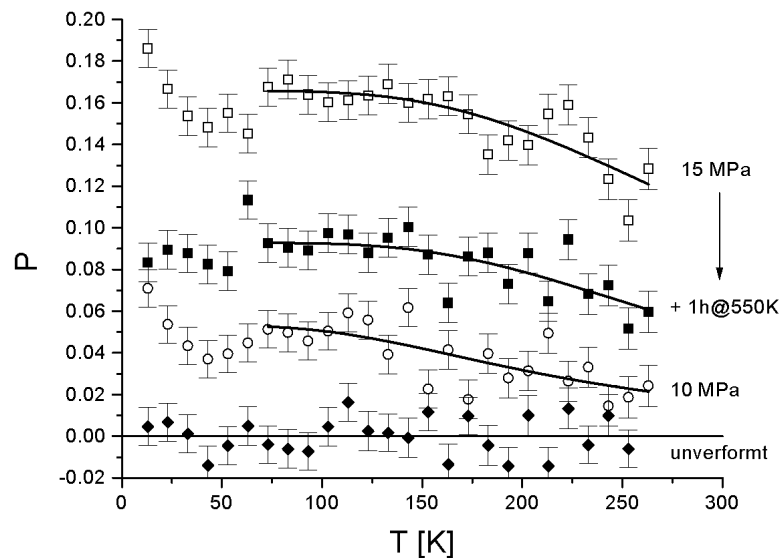


Abbildung 6.2: Aus den Meßdaten für Kupfer in Abbildung 6.1 wurde $P(T)$ berechnet. Die durchgezogenen Kurven entsprechen Anpassungen des im Abschnitt 3.4.4 beschriebenen Modells.

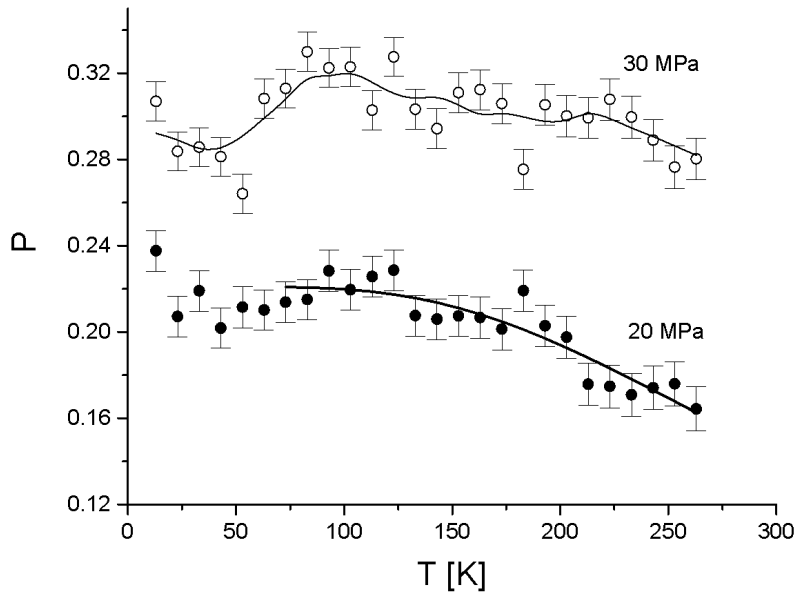


Abbildung 6.3: Die typische Temperaturabhängigkeit der schwach zugverformten Kupferproben verändert sich zwischen 20 MPa und 30 MPa. Eine Abnahme von $P(T)$ für Temperaturen unterhalb von 90 K tritt auf. Die Linie für $\tau = 20$ MPa ist eine Anpassung des Modells aus Kapitel 3.4.4, während die Linie für $\tau = 30$ MPa nur der Lesbarkeit halber eingezeichnet wurde.

Der Einfluß einer isochronen Anlaßbehandlung wurde systematisch auch an einer stark verformten Probe ($\tau = 53$ MPa) untersucht (Abb. 6.4). Für jeweils eine Stunde wurde die Probe einer Temperatur zwischen 350 K und 650 K ausgesetzt, wobei die Temperatur in Schritten von $\Delta T = 50$ K erhöht wurde. Die Behandlungen von 350 K bis zu 550 K reduzieren zwar $P(T)$ um 30%, die typische Form der $P(T)$ -Kurve verändert sich jedoch nicht. Nach dem Anlassen bei 600 K verringert sich die Höhe der Stufe zwischen $P(T = 100 \text{ K})$ zu $P(T = 13 \text{ K})$ merklich. Dies setzt sich mit zunehmender Anlaßtemperatur fort. In Abbildung 6.4 tritt nach dem Anlassen bei 650 K ein bereits bekanntes Merkmal wieder auf. Der zuvor in schwach verformtem Kupfer bemerkte Anstieg von $P(T)$ zwischen 263 K und 150 K erscheint wieder.

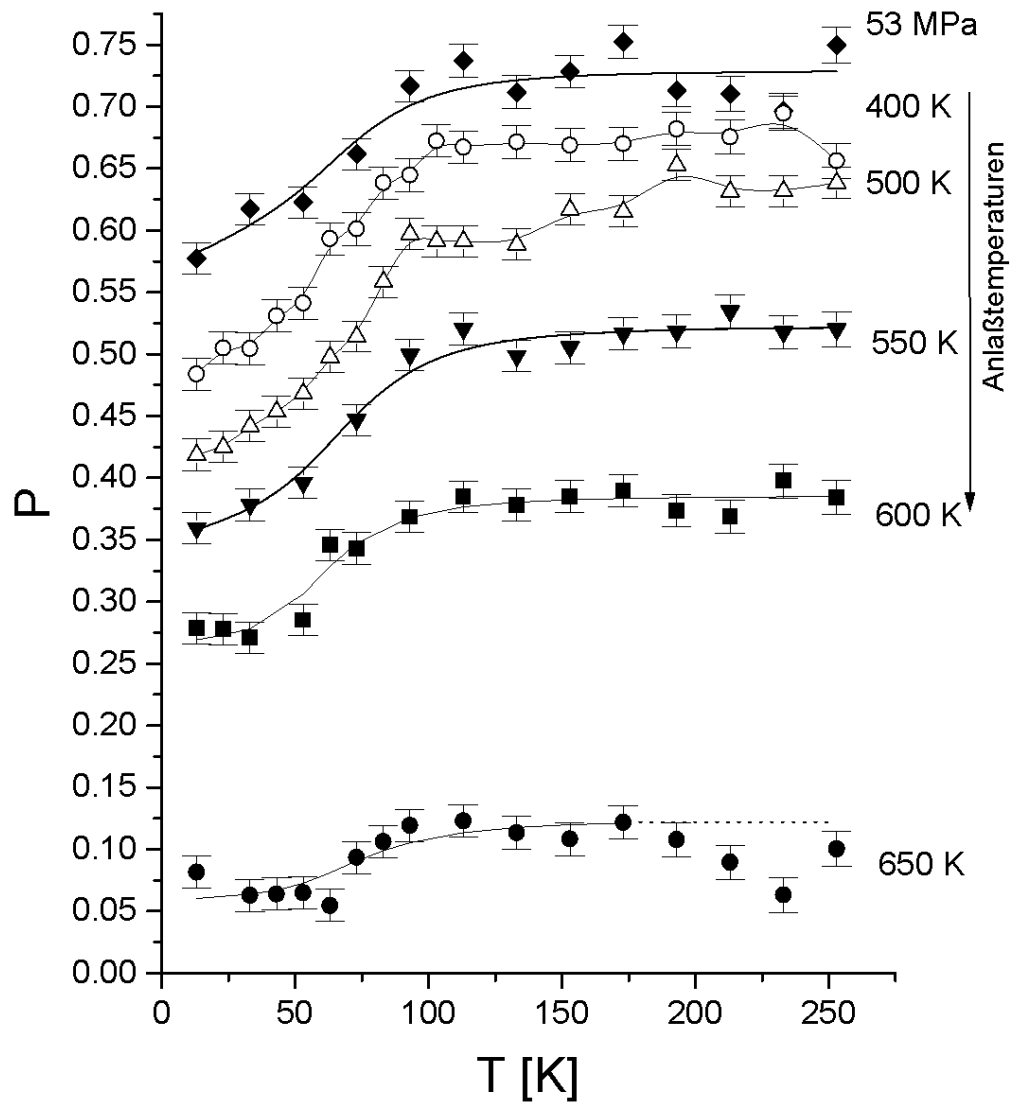


Abbildung 6.4: Die charakteristische Temperaturabhängigkeit von $P(T)$ in stark verformtem Kupfer ($\tau = 53$ MPa) widersteht Anlaßbehandlungen von jeweils einer Stunde bis zu 550 K. Die $P(T)$ -Kurven wandern lediglich zu geringeren Werten. Erst bei Anlaßtemperaturen $T \geq 600$ K wird der Kurvenverlauf flacher.

6.2 Die Temperaturabhängigkeit der Positronenzerstrahlung in Aluminium

Das Temperaturverhalten von $S(T)$ und $P(T)$ in Aluminium nach Zugverformung bis zu einer Schubspannung $\tau = 4,8 \text{ MPa}$ und $\tau = 6,9 \text{ MPa}$ ist in den Abbildungen 6.5 und 6.6 dargestellt. Der Verlauf von $P(T)$ ist im wesentlichen flach bis hinunter zu 70 K. Unterhalb dieser Temperatur setzt ein Anstieg ein, der mit zunehmender Verformung deutlicher hervortritt. Diese Temperaturabhängigkeit entwickelt sich im Aluminium kontinuierlich von schwach zu stark verformten Proben.

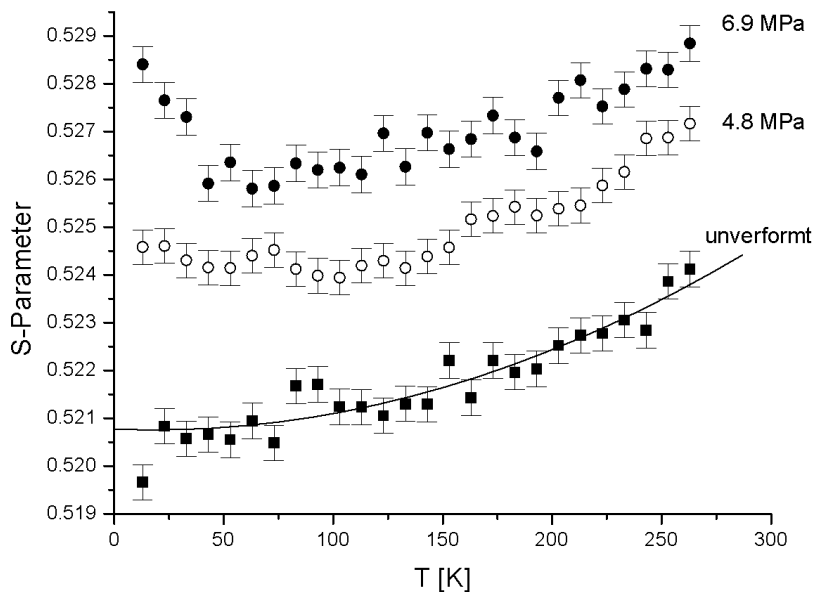


Abbildung 6.5: Die Temperaturabhängigkeit des S-Parameters in zugverformtem Aluminium zeigt mit zunehmender Verformung einen charakteristischen Anstieg für $T \leq 70 \text{ K}$. $S_b(T)$ wird durch ein Polynom zweiten Grades angenähert.

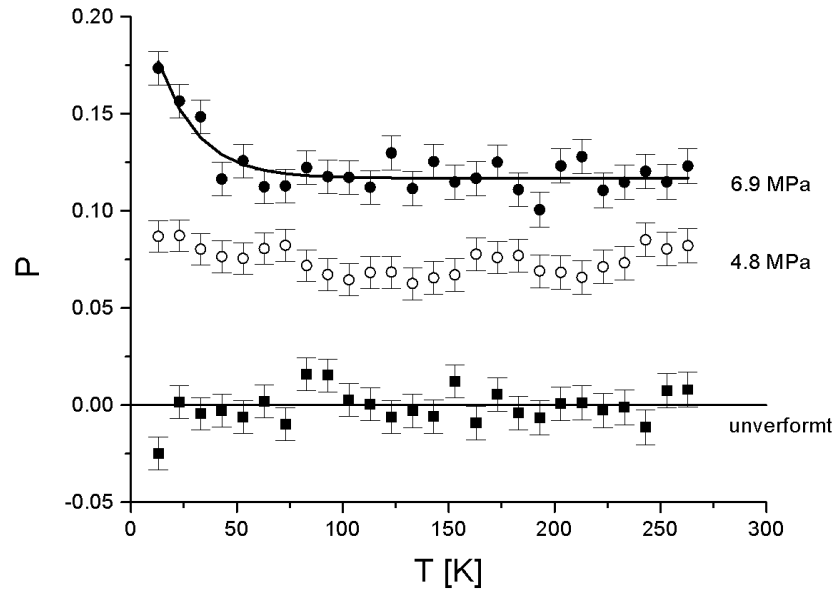


Abbildung 6.6: $P(T)$ wurde aus den Messpunkten in Abbildung 6.5 berechnet. Eine Anpassung des Modells aus Kapitel 3.4.4 ergab die durchgezogene Linie.

6.3 Parameter des Trapping Modells

Das in Kapitel 3.4.4 beschriebene Modell wurde an die temperaturabhängigen $P(T)$ -Messungen in Kupfer und in Aluminium angepaßt. Daraus ergeben sich die in den Tabellen 6.1 und 6.2 zusammengefaßten Parameter. Die Anpassung wurde für schwach verformtes Kupfer auf den Temperaturbereich $73\text{ K} \leq T \leq 263\text{ K}$ beschränkt. In allen anderen Fällen umfaßt sie den gesamten Meßbereich von $13\text{ K} \leq T \leq 263\text{ K}$.

Die Versetzungsdichte ϱ wurde aus der Schubspannung τ durch

$$\varrho = \left(\frac{\tau}{\alpha \cdot b \cdot G} \right)^2 \quad (6.2)$$

abgeschätzt (vgl. Gleichung 2.2). Die eingesetzten numerischen Werte für den Betrag des Burgersvektors und den Schubmodul sind in Tabelle 6.3 angegeben.

| Probe | ν_1 [10^{-4} m ² /s] | ν_0 [10^{-4} m ² /s] | ϱ [10^{12} /m ²] | E_b [meV] | η [1/ps] | η' [1/ns] |
|------------|---|---|--|----------------|------------------|-------------------|
| Al 6.9 MPa | 1.3 ± 0.03 | 1.7 ± 0.5 | 6 | 36 ± 0.3 | | * 0 |
| Cu 10 MPa | 1.2 ± 0.2 | * 0 | 4.3 | 26 ± 30 | 0.9 ± 2 | * 0 |
| Cu 15 MPa | 1.5 ± 0.05 | * 0 | 12 | 47 ± 28 | 1.2 ± 2 | * 0 |
| + 1h@550K | 0.8 ± 0.4 | * 0 | 12 | 50 ± 40 | 0.4 ± 0.9 | * 0 |
| Cu 20 MPa | 1.3 ± 0.03 | * 0 | 20 | 39 ± 16 | 1.6 ± 1.6 | * 0 |

Tabelle 6.1: Anpassparameter für Aluminium und schwach verformtes Kupfer: ν_1, ν_0 : spezifische Einfangraten in die Versetzungslinie, ϱ : Versetzungsdichte, E_b : Bindungsenergie des Positrons an die Versetzungslinie, η : Übergangsrate in Leerstellen aus der Versetzungslinie, η' : Übergangsrate direkt in Leerstellen.

Die Versetzungsdichte wurde nach Gleichung 6.2 abgeschätzt. Parameter, die mit einem * gekennzeichnet sind, wurden gleich Null gesetzt. Zum einen wurde temperaturunabhängiger Einfang an der Versetzungslinie angenommen ($\nu_0 = 0$), zum anderen daß der direkte Einfang in Leerstellen vernachlässigbar ist ($\eta = 0$).

| Probe | ν_0 [10^{-4} m ² /s] | ϱ [10^{13} /m ²] | E_b [meV] | η [1/ps] | η' [1/ns] |
|-------------------|---|--|----------------|------------------|-------------------|
| Cu 53 MPa | 1.3 ± 1.1 | 8 ± 6 | 25 ± 4 | 0 | 25 ± 1 |
| + 1 h @ 350-550 K | 1.0 ± 0.9 | 10 ± 8 | 23 ± 6 | 0 | 10.0 ± 0.2 |
| + 1 h @ 600 K | 1 ± 3 | 7 ± 18 | 21 ± 15 | 0 | 5.7 ± 0.2 |

Tabelle 6.2: Anpassparameter für stark verformtes Kupfer und anschließende Anlaßbehandlung. Die beste Anpassung wurde mit $\eta = 0$ erhalten, d.h. wenn der Übergang der Positronen in die mit der Versetzungslinie assoziierten tieferen Fehlstellen unterdrückt ist. Dies ist effektiv der Fall, wenn $\eta < 1/\text{ns}$ ist.

| | λ_b [1/ns] | α – | b [10^{-10} m] | G [MPa] | D_+ [cm ² /s] | Θ_D [K] |
|--------|-----------------------|---------------|------------------------|--------------|-------------------------------|-------------------|
| Cu | 9.1 | 0.4 | 2.56 | 46000 | 1.0 | 343 |
| Al | 6 | 0.4 | 2.86 | 25000 | 1.0 | 428 |
| Quelle | [18] | [35] | [29] | [29] | [17, 77] | [78] |

Tabelle 6.3: Materialspezifische Konstanten für Kupfer und Aluminium. λ_b : Zerstrahlungsrate im perfekten Kristall; α : Geometrische Konstante; b : Betrag des Burgersvektors; G : Schubmodul; D_+ : Diffusionskonstante der Positronen; Θ_D : Debye-Temperatur.

6.4 Diskussion der Ergebnisse

6.4.1 Einfang in Leerstellen

Die Leerstellenkonzentration steigt in Kupfer mit zunehmender Verformung stark an, und ein großer Teil der Positronen wird direkt in ihnen eingefangen. Die Ausheilexperimente mit stark verformtem Kupfer (Abb. 6.4) lassen daher Rückschlüsse auf die Temperaturabhängigkeit des Positroneneinfanges in Leerstellen in Abhängigkeit von deren Konzentration zu.

Der Temperaturbereich 350 K bis 550 K entspricht im Kupfer den Ausheilstufen III und IV, in denen Leerstellen wandern und in Senken wie Versetzungslinien und Korngrenzen verschwinden können [57]. Die $P(T)$ -Kurven verschieben sich durch das Ausheilen der Leerstellen in diesem Temperaturbereich zu niedrigeren Werten ohne die charakteristische Form der Temperaturabhängigkeit zu verändern. Bis zu dem Anlaßschritt bei 550 K bleibt die Stufenhöhe $P(153\text{ K}) - P(13\text{ K}) \approx 0,17$ praktisch konstant. Die Abnahme der Stufenhöhe bei höheren Temperaturen geht auf das Ausheilen der Versetzungen zurück. Der Beitrag der Positroneneinfangrate η' in leerstellenartige Defekte zu $P(T)$ ist folglich temperaturunabhängig.

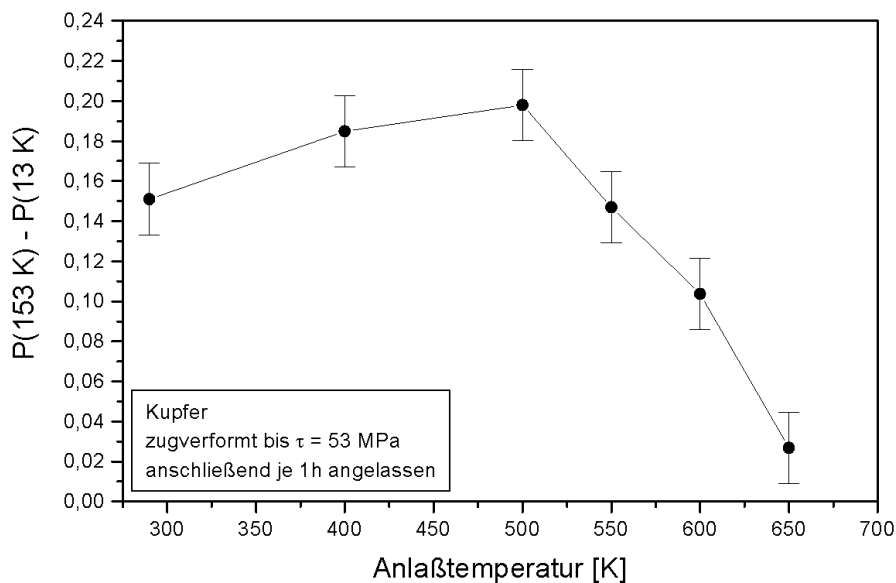


Abbildung 6.7: Die Höhe der Stufe $P(103\text{ K}) - P(13\text{ K})$ in der Temperaturabhängigkeit von $P(T)$ in stark verformtem Kupfer bleibt bis zu einer Anlaßtemperatur von 550 K etwa konstant und nimmt dann ab (aus Abb. 6.4).

6.4.2 Einfang in Versetzungen bei schwacher Verformung

i) Kupfer - die Bindungsenergie der Positronen an die Versetzungslinie

Die Temperaturabhängigkeit der Positronenannihilation in schwach verformtem Kupfer geht im Rahmen des Modells aus Kapitel 3.4.4 auf die Entkommrate aus der Versetzungslinie $\delta(T)$ zurück. Die Abnahme von $\delta(T)$ bei geringeren Temperaturen erhöht die Wahrscheinlichkeit für ein Positron, entlang der Versetzungslinie lokalisiert und anschließend in einer assoziierten tieferen Fehlstelle eingefangen zu werden. Der Bereich der Anpassung wurde auf Temperaturen $T \geq 70$ K beschränkt, wo $\kappa(T)$ als konstant angenommen wurde, d.h. $\kappa(T) = \rho\nu(T) = \rho\nu_1$. Die resultierende Bindungsenergie E_b des Positrons an die Versetzungslinie nimmt mit zunehmender Verformung von 50 ± 40 meV ($\tau = 15$ MPa + 6 h bei 550 K) auf 39 ± 16 meV ($\tau = 20$ MPa) nur wenig ab.

Die idealerweise getrennt verlaufenden Versetzungen, wie sie in gut ausgeglühten Proben vorliegen, tendieren aufgrund ihrer weitreichenden elastischen Wechselwirkung im Laufe der Verformung zur Bildung von Versetzungsbündeln. Es ist denkbar, daß aus dieser Wechselwirkung eine große Zahl unterschiedlicher Positronenbindungsenergien hervorgeht. Das effektive Potential, welches die Positronen an einer Versetzungslinie sehen, kann in der durch andere Versetzungen gestörten Umgebung flacher werden. Dieser Umstand wurde bislang in der Auswertung der meisten Experimente vernachlässigt. Die Bindungsenergie sollte im Fall sehr niedriger Versetzungskonzentrationen der einer einzelnen Versetzung am nächsten zu kommen. Versetzungslinien in Kupfer stellen daher für Positronen ein flaches Potential mit einer Bindungsenergie in der Größenordnung von $E_b \approx 50$ meV dar. Dieses Ergebnis befindet sich in guter Übereinstimmung mit Simulationsrechnungen, die für die Positronenbindungsenergie an eine Stufenversetzung in Kupfer $E_b = 60$ meV ergeben [27].

ii) Kupfer - der Übergang in die Versetzungslinie

Der Energieübertrag für den Übergang des Positrons vom perfekten Gitter in die Versetzungslinie kann nicht allein durch die Emission eines einzelnen akustischen Phonons erfolgen, da E_b größer ist als $k_B\Theta_D(\text{Cu}) \approx 30$ meV¹. Es müssen daher elektronische Anregungen berücksichtigt werden. Nach SMEDSKJAER et al. [50] führt dies zu einer schwächeren Temperaturabhängigkeit der spezifischen Einfangrate $\nu(T)$ und unterstützt so die zuvor getroffene Annahme, daß $\nu(T)$ im betrachteten Temperaturbereich konstant ist.

Die Versetzungsdichte der bis 15 MPa verformten Kupferprobe ändert sich nur wenig durch die Anlaßbehandlung von 1 h bei 550 K, wie aus dem Ausheilverhalten bekannt ist [57]. Allerdings verschiebt sich die gesamte $P(T)$ -Kurve zu niedrigeren

¹Dies ist die maximale Energie, die ein akustisches Phonon in der Debye-Näherung in Kupfer besitzen kann.

Werten (Abb. 6.2). Das zeigt, daß bereits in diesem Verformungszustand Fehlstellen, deren Wanderung leicht thermisch aktivierbar ist, wichtige Positronenhaftstellen darstellen. Bei diesen Fehlstellen kann es sich neben Einfachleerstellen auch um Sprünge handeln, die bei höheren Temperaturen durch die Anlagerung von Leerstellen an der Versetzungslinie verschwinden. Die abnehmende Konzentration von Sprüngen kann ebenso für die Abflachung der Temperaturabhängigkeit $P(T)$ für $T < 50$ K verantwortlich sein (Abb. 6.2). Das mit niedrigeren Temperaturen zunehmende Verhältnis $\kappa(T)/\delta(T)$ der Einfangrate $\kappa(T)$ zur Entkommrate $\delta(T)$ kann nur dann in einem Anstieg des S-Parameters sichtbar werden, wenn die zusätzlich entlang der Versetzungslinie eingefangenen Positronen auch tiefere Haftstellen in ihrer Umgebung finden und in diese ein Übergang möglich ist. Anderenfalls zerstrahlen die Positronen direkt aus der Versetzungslinie, wodurch $P(T)$ ebenfalls abnimmt.

iii) Aluminium - die Bindungsenergie der Positronen an die Versetzungslinie

Die Form der Temperaturabhängigkeit der Positronenannihilation in Aluminium erweist sich als wesentlich einfacher. Die $P(T)$ -Kurven zeigen einen Anstieg unterhalb von 70 K, der mit zunehmender Verformung deutlicher hervortritt. Die Bindungsenergie der Positronen an die Versetzungslinie von $36 \pm 0,3$ meV entspricht dem von PETERSEN et al. gefundenen Wert [41]. E_b ist damit kleiner als in schwach verformtem Kupfer.

Die Interpretation des Anpassungsparameters $E_b = 36 \pm 0,3$ meV als Bindungsenergie sollte mit Vorsicht erfolgen, da sie sehr nahe $k_B\Theta_D(\text{Al}) \approx 37$ meV liegt. Gleichung 3.5 ist nur eine Näherung für $\nu(T)$, die mit Sicherheit in der Nähe der Debye-Energie bei $E_b = k_B\Theta_D$ kritisch zu betrachten ist. Es ist interessant festzustellen, daß die spezifischen Einfangraten ν_1 und ν_0 ungefähr gleich groß sind. Man kann daraus schließen, daß in Aluminium ein temperaturunabhängiger Prozeß für den Übergang der Positronen in die Versetzungslinie nicht vernachlässigt werden kann. Aufgrund theoretischer Überlegungen ist die Temperaturunabhängigkeit für elektronische Anregungen bekannt [49]. Diese gewinnen an Bedeutung für den Einfangprozeß, wenn die Bindungsenergie größer als $k_B\Theta_D$ wird. Die Bindungsenergie des Positrons wird wahrscheinlich durch die Anwendung der Gleichung 3.5 mit der Restriktion $E_b < k_B\Theta_D$ unterschätzt. Aufgrund der stärkeren Lokalisierung des Versetzungskernes sollte man in Aluminium einen Wert für die Bindungsenergie des Positrons an eine Versetzung erwarten, der mindestens so groß wie jener in Kupfer ist.

iv) Aluminium - der Übergang in die Versetzungslinie

In Aluminium wurde kein Effekt einer mit der Temperatur zunehmenden Entkommrate $\delta(T)$ festgestellt, die sich in Abbildung 6.6 durch ein Abnehmen von $P(T)$ für $T > 100$ K äußern müßte. Versuchsweise ist dies erklärbar durch eine sehr große Übergangsrate η der Positronen von der Versetzungslinie in die assoziierten tieferen Fehlstellen. Wenn η im Vergleich zur Entkommrate δ groß ist, dann kann der An-

stieg von δ mit zunehmender Temperatur irrelevant für $P(T)$ sein (vgl. Gleichung 3.7 und 3.8). Eine denkbare Ursache kann in der Versetzungsstruktur aufgrund der unterschiedlichen Stapelfehlerenergien in Kupfer und Aluminium gefunden werden. Die breiten dissoziierten Versetzungen im Kupfer scheinen den Übergang in Sprünge und andere assoziierte Fehlstellen weniger zu fördern als die schmalen nicht aufgespaltenen Versetzungen im Aluminium.

Eine weitere Erklärung des fehlenden Beitrages der Entkommrate $\delta(T)$ in Aluminium wäre eine größere Sprungdichte auf den Versetzungslinien in Aluminium als in Kupfer, wodurch η ebenfalls ansteigen würde. Für die engen Versetzungen im Aluminium ist das Quergleiten leichter möglich als für die aufgespaltenen Versetzungen im Kupfer. Dadurch entstehen auf Schraubensetzungen nicht gleitfähige Sprünge, die beim erzwungenen Klettern Leerstellen und Zwischengitteratomen erzeugen. Diese können sich wiederum an die Versetzungslinien anlagern, wodurch neue Sprünge entstehen aber auch bestehende verschwinden können. Es ist daher keine klare Aussage möglich, ob die Konzentration der monoatomaren Sprünge in Aluminium tatsächlich größer ist als in Kupfer.

v) Kupfer und Aluminium - die Größenordnung der Einfangraten

Die hier ermittelten spezifischen Einfangraten ν_0 und ν_1 in die Versetzungslinie sind in Aluminium und Kupfer etwa gleich und liegen zwischen 0,8 und 1,7 cm²/s (Tab.6.1). Sie befinden sich damit zwischen theoretischen Abschätzungen von SMEDSKJAER et al. [50], die 0,2 bis 0,8 cm²/s ergeben, und experimentellen Werten von IWAMI et al. [66], die zwischen 1,0 und 4,5 cm²/s liegen. Letztere Autoren fanden die größten Werte bei den geringsten Versetzungskonzentrationen von ca. 10⁻¹² m⁻². Die spezifische Einfangrate nahm dann mit zunehmender Versetzungskonzentration ab.

Die Unsicherheit in der Bestimmung der Übergangsrates η von der Versetzungslinie in die assoziierten Fehlstellen ist sehr groß. Der Größenordnung nach liegt sie bei etwa $\eta \approx 10^{12} \text{ s}^{-1}$ und ist damit, wie zuvor angenommen, wesentlich größer als die Annihilationsrate λ_b .

6.4.3 Einfang in Versetzungen bei starker Verformung

i) Identifizierung des Fehlstellentyps

Die Wahrscheinlichkeit des Positroneneinfanges in tiefe Fehlstellen $P(T)$ zeigt einen auffälligen Unterschied zwischen schwach und stark verformtem Kupfer (Abb.6.2 und 6.4), der die Frage aufwirft, ob beide Temperaturabhängigkeiten durch den Positroneneinfang an Versetzungen verursacht werden, oder ob ein neuer Fehlstellentyp berücksichtigt werden muß, um die Beobachtungen zu erklären.

Ein leichter Abfall von $P(T)$ unterhalb von 75 K ist bereits in den bis 10 MPa und

15 MPa verformten Kupferproben zu beobachten. Das bedeutet, daß der verantwortliche Fehlstellentyp bereits bei schwacher Verformung entsteht, aber erst für $\tau \geq 30$ MPa beginnt, die Temperaturabhängigkeit signifikant zu beeinflussen.

Die Anlaßbehandlung (Abb. 6.4) der bis 53 MPa verformten Probe zeigt die Stabilität dieses Fehlstellentyps gegenüber hohen Temperaturen. Der typische Abfall von $P(T)$ bei niedrigen Temperaturen ist nach dem Anlassen bei 650 K immer noch sichtbar (Abb. 6.7), obwohl die gesamte $P(T)$ -Kurve bereits nahe der Temperaturabhängigkeit in der unverformten Probe bei $P(T) = 0$ liegt. Daraus kann geschlossen werden, daß die Dopplerverbreiterung in dem bei starker Verformung dominierenden Fehlstellentyp ähnlich der des ungestörten Gitters ist. Anhand dieser Indizien erscheint es naheliegend, diesen Fehlstellentyp mit der Versetzungslinie zu identifizieren, die im stark verformten Kupfer eine Bindungsenergie für die Positronen von $E_b = 25 \pm 4$ meV aufweist und im Gegensatz zum Aluminium den Übergang in tiefere Haftstellen behindert ($\eta < 10^9 \text{s}^{-1}$).

ii) Die Beweglichkeit der Positronen entlang den Versetzungen

Die Beweglichkeit der Positronen entlang der Versetzungslinie kann eine Erklärung der beobachteten Temperaturabhängigkeit liefern. Die atomare Struktur der Versetzungen ist sicherlich der Faktor, der die Positronenbeweglichkeit bestimmt. Es erscheint plausibel, daß sich das Positron leichter entlang einer perfekten, nicht aufgespaltenen Versetzung bewegen kann als in der komplizierten Struktur des Stapelfehlers zwischen zwei Teilversetzungen. Der Positroneneinfang an der Versetzungslinie selbst, der den Übergang in tiefere Fehlstellen verhindert, ist daher bei niedrigen Temperaturen durchaus denkbar.

Dieser Effekt tritt sicherlich nur bei starker Verformung auf, wenn die Konzentration der leerstellenartigen Defekte so groß ist, daß der direkte Positroneneinfang η' in diese Fehlstellen dominiert ($P(T)$ ist konstant bis hinunter zu 100 K). Der Anteil der Positronen, der dann bei niedrigen Temperaturen an aufgespaltenen Versetzungen eingefangen wird und nicht in tiefere Fehlstellen gelangt, führt zu einer merklichen Reduzierung des S-Parameters. Aus dieser Überlegung wird deutlich, daß neben der Einfangrate $\kappa(T)$ und der Entkommrate $\delta(T)$ auch die Beweglichkeit der Positronen entlang der Versetzungslinie mitberücksichtigt werden muß, um die Ergebnisse der Experimente zu erklären.

Experimentelle Aussagen über die Beweglichkeit der Positronen lassen sich durch Rückdiffusionsmessungen mit einem monoenergetischen Positronenstrahl in der Nähe der Oberfläche gewinnen. Im folgenden Kapitel werden dazu Messungen in Aluminium vorgestellt, da in diesem Material aufgrund der geringen Versetzungsaufspaltung eine größere Positronenbeweglichkeit entlang der Versetzungen erwartet wird als in Kupfer.

Kapitel 7

Fehlstellen nahe der Oberfläche

Mit einem langsamen Positronenstrahl wurden zugverformte Aluminium-Röhrchen der Reinheit 99,99% (4N) und 99,999% (5N) untersucht (Abb.4.1). Die Unterschiedliche Reinheit der Proben spiegelt sich in den Spannungs-Dehnungs-Kurven wider (Abb. 7.1). Der Einfluß der Versetzungen und ihrer assoziierten Fehlstellen auf die Beweglichkeit der Positronen stand im Mittelpunkt dieser Experimente, wobei die Rückdiffusion als ein empfindliches Maß für die Beweglichkeit der Positronen in Richtung der Oberfläche gemessen wurde (vgl. dazu Kapitel 3.5).

Die kinetische Energie der Positronen lag zwischen 2 keV und 9 keV, so daß die mittlere Eindringtiefe \bar{z} von 50 nm bis 600 nm variiert werden konnte. Die mittlere Diffusionslänge der Positronen in defektfreiem Aluminium beträgt $L_+ \approx 300$ nm.

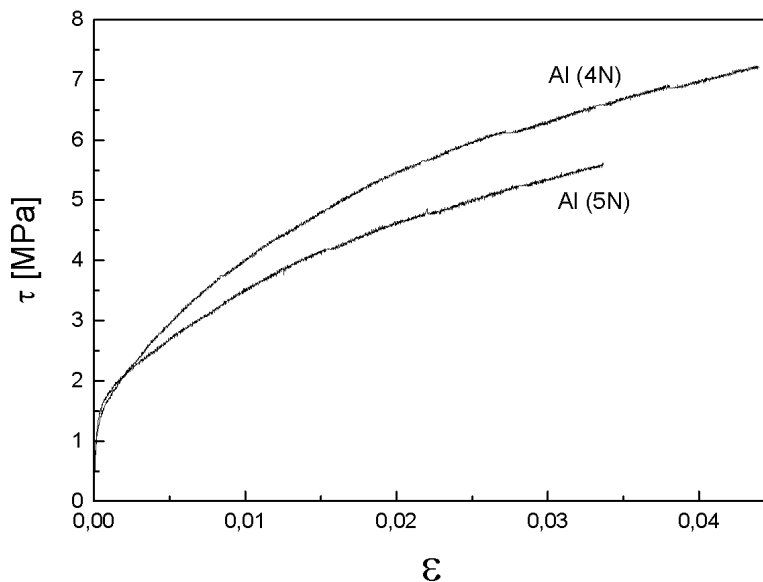


Abbildung 7.1: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Aluminium(4N) und Aluminium(5N). Die Verfestigung des reineren Materials ist geringer.

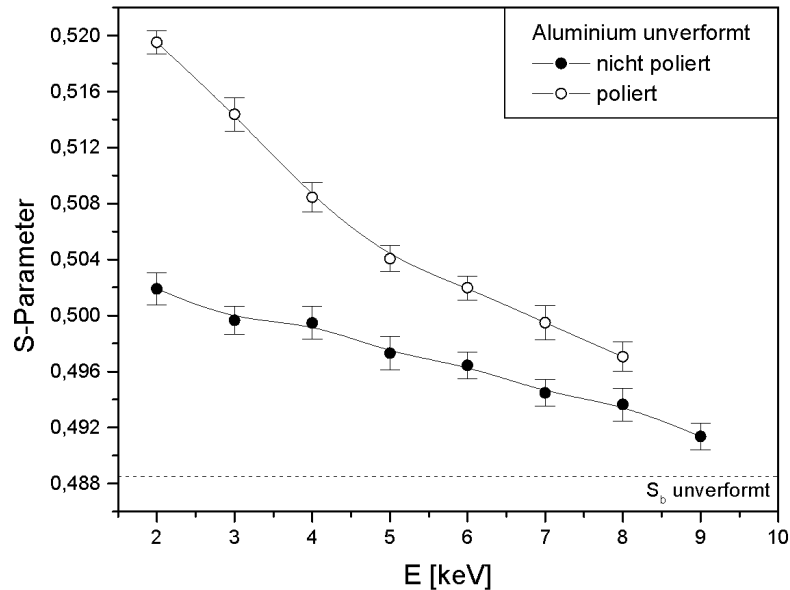


Abbildung 7.2: Mit zunehmender Einschussenergie diffundieren immer weniger Positronen zurück in Oberflächenzuständen, wo sie mit einem großen S-Parameter zerstrahlen. Eine dicke Aluminiumoxidschicht verringert den effektiven S-Parameter an der Oberfläche. Die Proben wurden daher in heißer Phosphorsäure poliert, um eine möglichst dünne Oxidschicht zu erhalten.

Es stellte sich heraus, daß eine dicke Aluminiumoxidschicht auf den unverformten und gut ausgeglühten Proben eine große Dopplerverbreiterung und damit einen kleinen S-Parameter an der Oberfläche verursachte [67]. Die Proben wurden daher stets nach dem Glühen in heißer Phosphorsäure ($T \approx 100^\circ\text{C}$) für 30 s poliert. Dadurch bildete sich anschließend an Luft eine wesentlich dünnere Oxidschicht. Die abnehmende Rückdiffusion mit zunehmender Eindringtiefe ließ sich in den polierten Proben viel empfindlicher nachweisen. Der in Abbildung 7.2 dargestellte Kurvenverlauf für unverformtes, poliertes Aluminium war mit verschiedenen Proben gut reproduzierbar.

7.1 Rückdiffusion nach Zugverformung in Aluminium(5N)

Ein hochreines Aluminiumröhrchen wurde bis $\tau = 5,2$ MPa zugverformt, also knapp oberhalb der Ansprechschwelle. Der S-Parameter im Inneren S_b stieg entsprechend den vorherigen Experimenten leicht an. Der Anteil der Positronen, der an die Oberfläche zurückdiffundiert, ändert sich durch diese Verformung nur wenig (Abb. 7.3). Für größere Einschussenergien beginnen die Kurven entsprechend den unterschied-

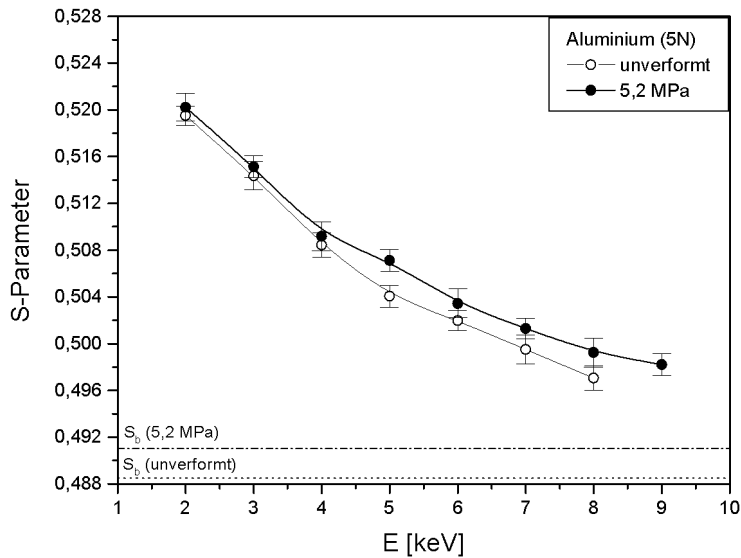


Abbildung 7.3: Die Positronen zeigen in der bis $\tau = 5,2$ MPa verformten Aluminium(5N)-Probe das gleiche Rückdiffusionsverhalten wie in der unverformten Probe, obwohl der S-Parameter S_b im Inneren leicht angestiegen ist.

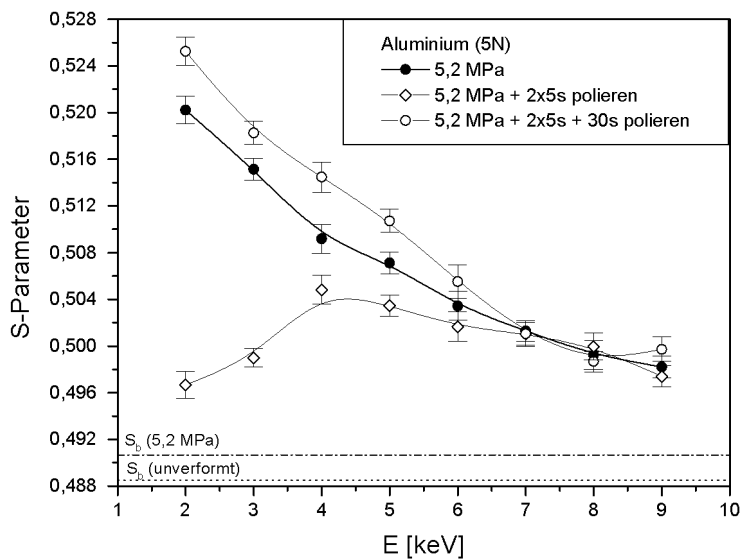


Abbildung 7.4: Nach der Zugverformung bis $\tau = 5,2$ MPa ist die Aluminium(5N)-Probe erst kurze und dann längere Zeit poliert worden. Kurzes Polieren reduziert den S-Parameter für Einschubenergien $E < 4$ keV sehr stark. Langes Polieren erhöht dagegen die Rückdiffusion der Positronen, so daß mehr Positronen als in der unverformten Probe an die Oberfläche gelangen.

lichen S_b -Werten auseinander zu laufen.

Da die Oberfläche eine Senke für Fehlstellen darstellt, ist die Versetzungsdichte nach der Zugverformung an der Oberfläche geringer als im Kristallinneren [68, 69]. Eine geringe Zunahme der Versetzungsdichte an der Oberfläche kann durch chemisches Polieren erreicht werden. Gleichzeitig wird in der heißen Phosphorsäure der Aluminiumoberfläche eine große Wasserstoffkonzentration angeboten. Welchen Einfluß das Polieren der verformten Probe auf die Rückdiffusion der Positronen hat, ist in Abbildung 7.4 dargestellt. Mehrmaliges Polieren für kurze Zeiten ($t = 5$ s) verringerte zunächst den S-Parameter an der Oberfläche drastisch. Der Materialabtrag ist dabei gering, da die Phosphorsäure erst richtig angreift, nachdem sie die Aluminiumoxidschicht aufgelöst hat.

Überraschend ist das Ergebnis der Rückdiffusionsmessung nach langem Polieren ($t = 30$ s). Die S-Parameter für geringe Einschußenergien ($E < 6$ keV) sind größer als in der unverformten Probe. Erst für Eindringtiefen, die größer als eine Diffusionslänge L_+ sind ($E > 6$ keV), verlaufen beide Kurven identisch.

7.2 Rückdiffusion nach Zugverformung in Aluminium(4N)

Die Rückdiffusion der Positronen nimmt mit zunehmender Verformung im Aluminium(4N) stetig ab (Abb. 7.5). Bereits für $\tau = 5$ MPa unterscheiden die Positronen zwischen unverformter und verformter Probe. Das Fehlstellenspektrum zwischen Aluminium(4N) und Aluminium(5N) muß sich demnach bei gleichem Verformungsgrad ($\tau \approx 5$ MPa) unterscheiden. Der S-Parameter S_b im Kristallinneren stieg im verformten Aluminium(4N) deutlich stärker an als im Aluminium(5N).

Die bis $\tau = 7,2$ MPa verformte Aluminium(4N)-Probe wurde anschließend für 40 s poliert. Wiederum steigt die Rückdiffusionswahrscheinlichkeit der Positronen nach dieser Behandlung an, jedoch nicht über die Werte der unverformten Probe (Abb. 7.6).

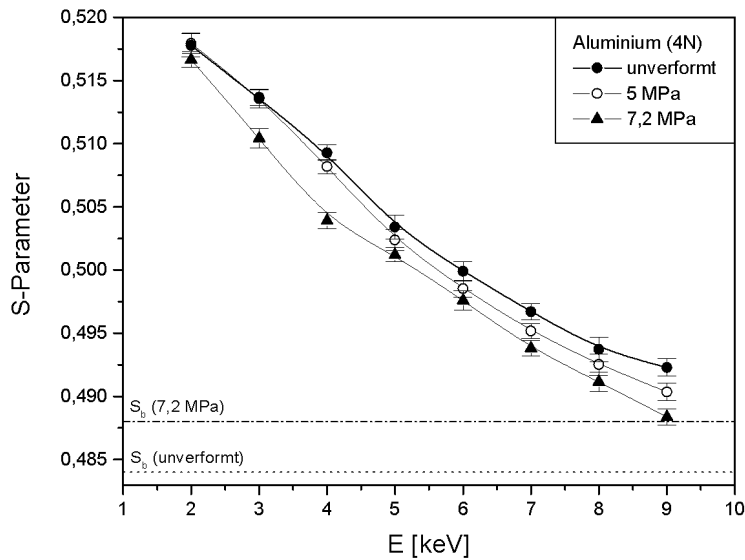


Abbildung 7.5: Mit zunehmender Verformung nimmt die Rückdiffusion im Aluminium(4N) ab und der S-Parameter im Inneren zu. Die $S(E)$ -Verläufe der unverformten und der verformten Proben müssen sich daher bei höheren Einschussenergien schneiden.

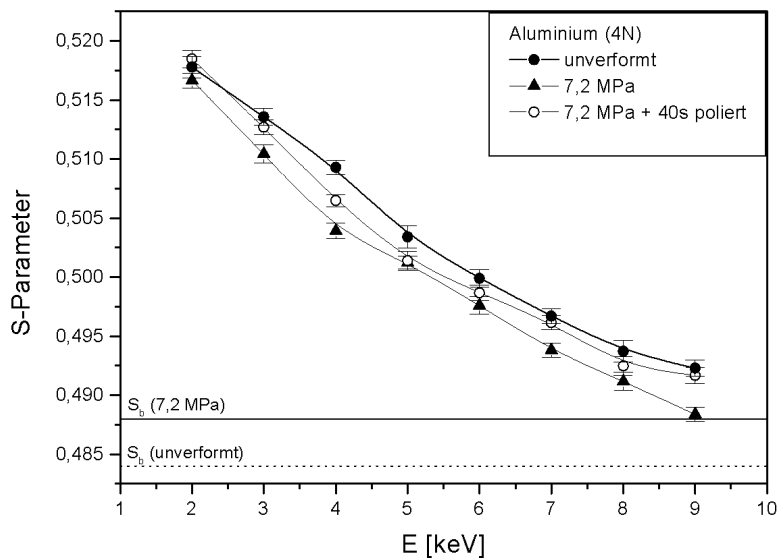


Abbildung 7.6: Nach der Zugverformung bis $\tau = 7,2$ MPa wurde die Aluminium(4N)-Probe für 40s poliert. Der Anteil der zurückdiffundierenden Positronen nahm dadurch leicht zu. Er lag jedoch weiterhin unterhalb der Werte in der unverformten Probe.

7.3 Diskussion der Ergebnisse

i) Der S-Parameter an der Oberfläche

Für die Auswertung der SLOWPOS-Experimente wäre es wünschenswert gewesen, den Anteil der Positronen P_{back} , der an die Oberfläche zurückdiffundiert, aus den gemessenen S-Parametern nach

$$P_{\text{back}} = \frac{S - S_b}{S_0 - S_b}$$

zu berechnen. Die Dopplerverbreiterung im Inneren der Proben S_b konnte durch die Messungen mit einer ^{22}Na -Quelle bestimmt werden. Der S-Parameter für die Zerstrahlung aus Oberflächenzuständen S_0 ist jedoch experimentell nicht zugänglich. Für Einschußenergien kleiner als 2 keV nimmt $S(E)$ ab, da ein Teil der Positronen bei Eindringtiefen von weniger als 50 nm an der Aluminiumoberfläche Positronium bildet [17] (Abb. 7.7). Die kinetische Energie des Positroniums kann dabei einige eV betragen (energiereiches Positronium), so daß es zu einer größeren Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie kommt als in den Oberflächenzuständen. Die Entstehung des Triplett-Positroniums konnte anhand der 3- γ -Zerstrahlung nachgewiesen werden (Abb. 7.8).

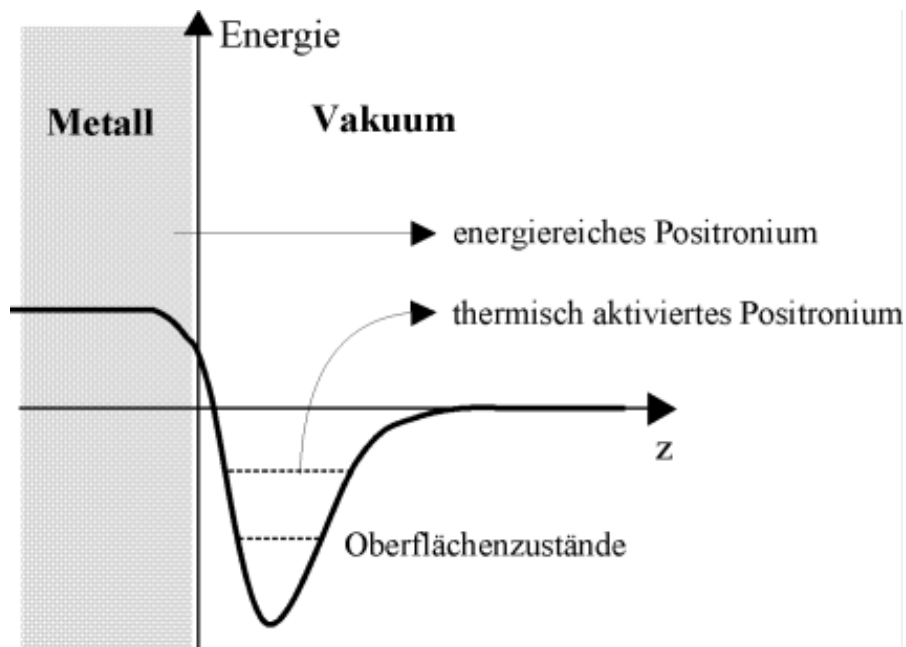


Abbildung 7.7: Die durchgezogene Linie stellt den Potentialverlauf an der Oberfläche dar, wo auch in Metallen Positronium entstehen kann. Die Bindung des Positrons an ein Elektron kann entweder thermisch aktiviert aus einem Oberflächenzustand erfolgen, oder durch ein nicht thermalisiertes Positron, das beim Verlassen des Metalls ein Elektron mitreißt [17].

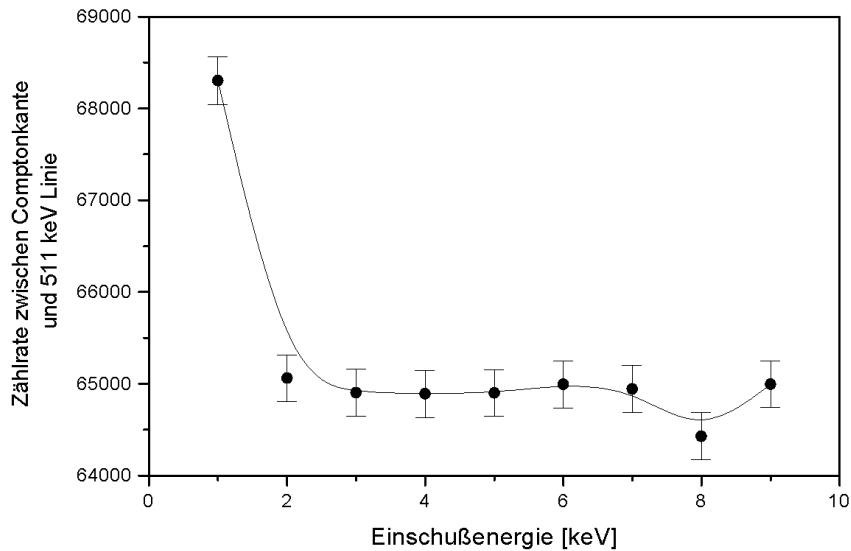


Abbildung 7.8: Die Anzahl der Ereignisse im Tal zwischen der Comptonkante und der Annihilationslinie steigt bei Einschußenergien von 1 keV deutlich an. Ursache ist die Positroniumbildung. Aufgrund des Dreiteilchenzerfalls des Triplett-Positroniums können die γ -Quanten auch kleinere Energien als 511 keV besitzen.

ii) Der Einfluß der Verformung

Die Verformung der Proben bis knapp oberhalb der Ansprechschwelle führt innerhalb des Materials zu einer Versetzungsdichte, die nach Gleichung 2.2 abgeschätzt werden kann. An der Oberfläche sind Aussagen über die vorliegenden Versetzungsdichten ρ allerdings schwierig, da die Oberfläche als Senke wirkt und somit ρ kleiner als im Inneren des Kristalls ist [68, 69].

Es verwundert zunächst, daß die Verformung des Aluminium(5N) bis $\tau = 5,2$ MPa zwar zu einem Anstieg von S_b führt, aber nur geringe Auswirkung auf die Rückdiffusion hat (Abb. 7.3). Der verstärkte Einfang in leerstellenartige Fehlstellen im Inneren sollte eigentlich, wie es im Aluminium(4N) beobachtet wurde, zu einer abnehmenden Beweglichkeit der Positronen in Richtung der Oberfläche führen (Abb. 7.5). Dieses drückt sich bei geringen Eindringtiefen in kleineren S-Parametern aus als in der unverformten Probe. Für große Eindringtiefen sollten die Kurvenverläufe gegen den jeweiligen S_b -Wert konvergieren und müßten sich daher schneiden. Mit den zur Verfügung stehenden Strahlenergien konnte das leider nicht dokumentiert werden.

Man kann davon ausgehen, daß in beiden Materialien durch die Zugverformung im wesentlichen Leerstellen und Versetzungen erzeugt wurden. Die nach der Verformung vorliegende Konzentration der beiden Defekttypen scheint jedoch durch die

Reinheit des Materials bestimmt zu sein. Die verminderte Beweglichkeit der Positronen spricht dafür, daß im Aluminium(4N) bei einer vergleichbaren Schubspannung $\tau \approx 5$ MPa eine höhere Konzentration von leerstellenartigen Fehlstellen entlang der Versetzungslinien vorliegt als im Aluminium(5N).

iii) Kurzes Polieren - unvollständiger Abtrag der Oxidschicht

Die drastische Auswirkung des kurzen Polierens auf den Verlauf der $S(E)$ -Kurve im Aluminium(5N) ist nicht vollständig zu erklären (Abb. 7.4). Der Materialabtrag hat nur sehr kurz eingesetzt, so daß die Oxidschicht möglicherweise nicht vollständig entfernt wurde. Der unvollständige Abtrag und die anschließende Neubildung der Aluminiumoxidschicht kann zu einer rauen Oberfläche auf der Skala einiger 10 Nanometer führen. In den Dopplerspektren wurde jedoch kein Hinweis für die 3- γ -Zerstrahlung des Triplett-Positroniums gefunden. Die Entstehung des Singlett-Positroniums kann auf diese Art nicht nachgewiesen werden, da es vorzugsweise in zwei γ -Quanten zerstrahlt. Eine genaue Klärung der Energieabhängigkeit des S-Parameters nach kurzem Polieren bedarf offensichtlich weiterer Experimente.

iv) Langes Polieren - der Einfluß von Wasserstoff

Während des Polierens steht in der heißen Phosphorsäure eine hohe Konzentration von H_3O^+ -Ionen an der Aluminiumoberfläche zur Verfügung. Atomarer Wasserstoff kann daher in das Kristallgitter gelangen. Die Löslichkeit des Wasserstoffes in Aluminium ist bei Raumtemperatur gering (Abb. 7.9), so daß nach der Polierbehandlung nur eine verschwindende Wasserstoffkonzentration im Kristallgitter gelöst bleibt. Die Diffusionskonstante des Wasserstoffs in Aluminium $D_{\text{H}} \approx 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$ reicht aber bei der erhöhten Temperatur im Polierbad (ca. 100°C) aus, daß der Wasserstoff einige Mikrometer in die Probe eindringt. Aufgrund der attraktiven Wechselwirkung mit den Fehlstellen kann er in den verformten Proben in Leerstellen oder im Umfeld von Versetzungen gebunden werden [71].

Polieren für 30s erhöht im hochreinen Aluminium(5N) den S-Parameter bis zu einer Eindringtiefe von 300 nm (6 keV) über die in der unverformten Probe gemessenen Werte. Im Aluminium(4N) ist nach dem Polieren ebenfalls ein Anstieg der $S(E)$ -Kurve zu verzeichnen, der jedoch unterhalb der Werte in der unverformten Probe bleibt. Diese Beobachtung kann entweder auf einen größeren S-Parameter der Oberflächenzustände oder eine erhöhte Beweglichkeit der Positronen in Richtung der Oberfläche zurückgeführt werden, da S_{b} keine Veränderung zeigte. Eine Modifizierung der Oberfläche, die zu einem größeren S-Parameter führt, erscheint unwahrscheinlich, da alle Proben nach dem Glühen bereits für 30s poliert wurden. Die anschließend gemessene Abhängigkeit des S-Parameters von der Einschubenergie $S(E)$ war durchweg gut reproduzierbar.

Eine Erhöhung der Beweglichkeit der Positronen ist aber durch die Bindung des Wasserstoffs in Fehlstellen zu erwarten. Leerstellen, in denen bereits Wasserstoff

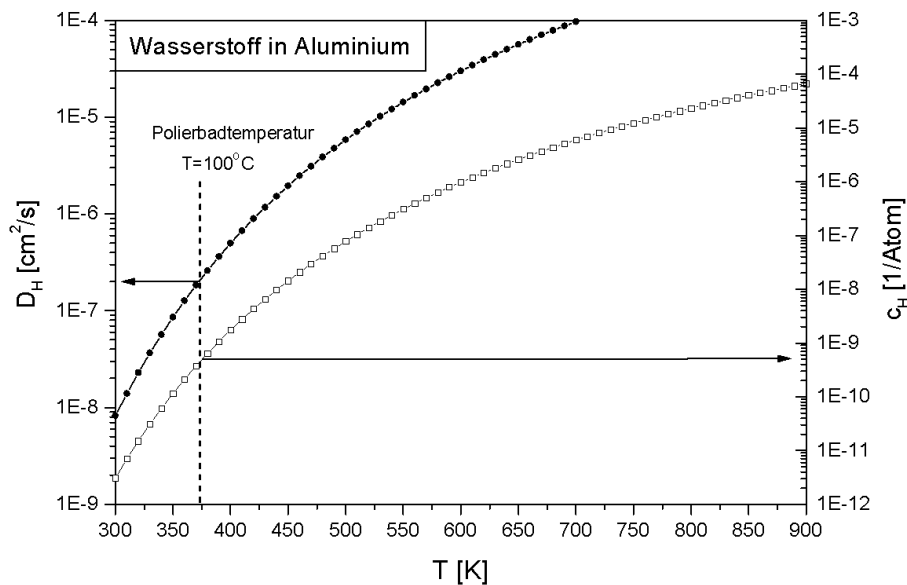


Abbildung 7.9: Bei einer Temperatur des Polierbades von ca. 100°C beträgt die Diffusionskonstante des Wasserstoffs in Aluminium $D_{\text{H}} \approx 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$ und die Gleichgewichtskonzentration $c_{\text{H}} \approx 10^{-9}/\text{Atom}$. Die Kurvenverläufe sind extrapoliert zu niedrigen Temperaturen aus Daten in [70].

gebunden ist, führen zu einem geringeren Positroneneinfang [72]. Die Beweglichkeit der Positronen nimmt deshalb zu. Allerdings ist allein durch den geringeren Positroneneinfang der Anstieg von $S(E)$ über den Kurvenverlauf in der unverformten Probe nicht zu verstehen.

Wenn man sich vorstellt, daß Positronen entlang von Versetzungslinien diffundieren können und die assoziierten tiefen Fehlstellen durch Wasserstoffatome besetzt sind, dann wäre eine weitere Erhöhung der Beweglichkeit aufgrund einer Kanalwirkung der Versetzungslinien möglich. In schwach verformten Aluminium, wo die Versetzungen noch lange gerade Segmente aufweisen, könnte deshalb die Rückdiffusion tatsächlich größer als im unverformten Material sein. Der experimentelle Befund im Aluminium(5N) ist dafür ein Anhaltspunkt. Allerdings reichen die bislang gewonnenen Daten nicht aus, um die Frage zu beantworten, ob Versetzungen schnelle Diffusionswege für Positronen sind. Weitere SLOWPOS-Experimente mit verformtem und Wasserstoff dotiertem Aluminium(5N) werden dazu notwendig sein.

Kapitel 8

Die Form der Annihilationslinie

Um die charakteristische Form der Annihilationslinie für die Zerstrahlung aus Einfachleerstellen zu ermitteln, wurden Hochtemperaturmessungen an Aluminium und Kupfer durchgeführt. Die fehlerstellenpezifische Information steckt in der Änderung der Linienform, die sich in Differenzspektren darstellen lässt (vgl. Kapitel 4.3). Als Referenz diente die Annihilationslinie in einer defektfreien Probe bei Raumtemperatur. Es ist jedoch eine Korrektur der Differenzspektren notwendig, da die thermische Ausdehnung der Proben ebenfalls zu einer Linienformänderung führt. Der Anteil der Positronen, die aus dem Gitter und nicht aus einer Leerstelle zerstrahlen, lässt sich nach

$$P_{\text{Gitter}}(T) = \frac{\lambda_b}{\lambda_b + \nu \cdot C_{1V}(T)} \quad (8.1)$$

abschätzen. Für die spezifische Einfangrate in eine Leerstelle wurde $\nu = 10^{15} \text{ s}^{-1}$ eingesetzt [18] und für die Zerstrahlungsrate λ_b aus dem Gitter die Werte aus Tabelle 6.3 verwandt. Die Temperaturabhängigkeit der Leerstellenkonzentration $C_{1V}(T)$ ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Aus Abbildung 8.1 lässt sich ablesen, welcher Anteil der Positronen in Aluminium und Kupfer bei einer gegebenen Temperatur aus dem Gitter zerstrahlt.

Die Änderung der Linienform aufgrund der thermischen Ausdehnung wurde durch zwei Spektren $\Omega(T_0, E)$ und $\Omega(T_1, E)$ mit $T_0 < T_1$ gemessen¹, wobei der Positroneneinfang in Leerstellen bei T_1 noch vernachlässigbar war, d.h. $P_{\text{Gitter}}(T_1) \approx 1$. Der Anteil der Linienformänderung $\Delta\Omega(T_2)$, der auf die thermische Ausdehnung zurückgeht, wird durch

$$\Delta\Omega(T_2, E) = P_{\text{Gitter}}(T_2) \cdot \frac{T_2 - T_0}{T_1 - T_0} \cdot (\Omega(T_1, E) - \Omega(T_0, E))$$

linear approximiert.

¹Für eine feste Temperatur T bezeichnet $\Omega(T, E)$ hier die gesamte Form der Annihilationslinie als Funktion der Energie E der γ -Quanten.

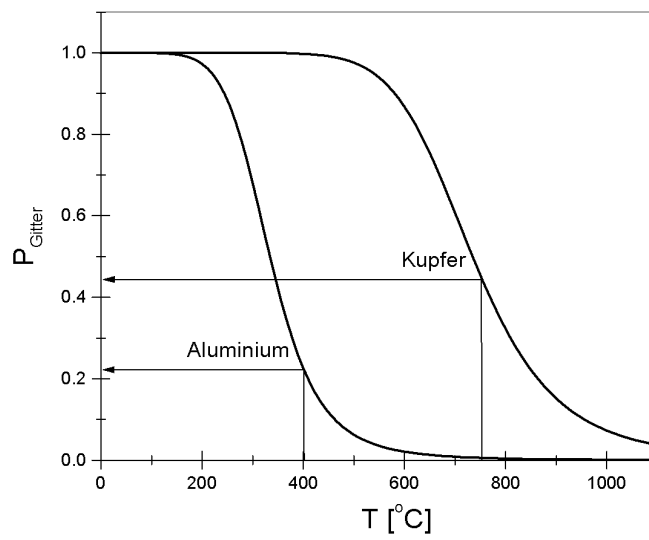


Abbildung 8.1: Die Wahrscheinlichkeit P_{Gitter} , daß ein Positron nicht aus einer Leerstelle zerstrahlt, läßt sich für defektarmes Aluminium und Kupfer nach Gleichung 8.1 abschätzen.

8.1 Thermische Leerstellen in Aluminium

Der in Abbildung 8.2 dargestellte typische S-förmige Kurvenverlauf des S-Parameters als Funktion der Proben­temperatur läßt sich mittels eines einfachen Trapping-Modells beschreiben, wie es etwa von SCHÄFFER et al. verwandt wurde, um die Leerstellen­bildungsenthalpie in vielen Metallen zu bestimmen [26]. Der merkliche Leerstelleneinfang der Positronen setzt in Aluminium bei $T = 200^\circ\text{C}$ ein und nimmt stetig zu, bis nahe dem Schmelzpunkt die Sättigung bei $T \approx 550^\circ\text{C}$ eintritt. Um einen Fingerabdruck der Positronenzerstrahlung in Einfach­leerstellen zu erhalten, wurden bei $T_0 = 20^\circ\text{C}$, $T_1 = 180^\circ\text{C}$ und $T_2 = 400^\circ\text{C}$ Dopplerspektren mit mindestens $1,5 \cdot 10^7$ Ereignissen in der Zerstrahlungslinie aufgezeichnet.

Die Linieformänderung aufgrund der thermischen Ausdehnung des Aluminiums zwischen 20°C und 180°C zeigt die Abbildung 8.3. Der Fingerabdruck der Positronenzerstrahlung aus Einfach­leerstellen ergibt sich aus der Differenz der normierten Spektren bei $T_2 = 400^\circ\text{C}$ und $T_0 = 20^\circ\text{C}$, wobei der Einfluß der thermischen Ausdehnung des Gitters $\Delta\Omega(T_2)$ subtrahiert wurde (Abb. 8.4).

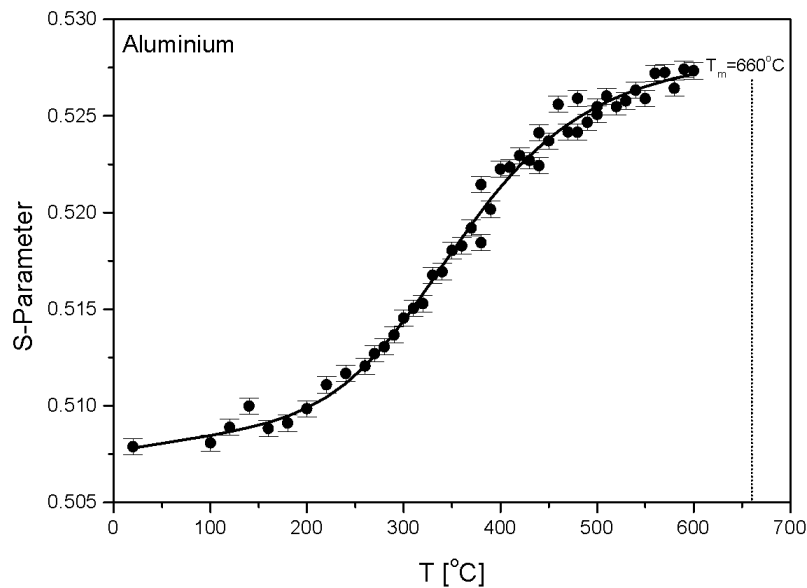


Abbildung 8.2: Der S-Parameter als Funktion der Proben­temperatur in Aluminium zeigt einen S-förmigen Verlauf und läßt sich durch ein einfaches Trapping-Modell beschreiben.

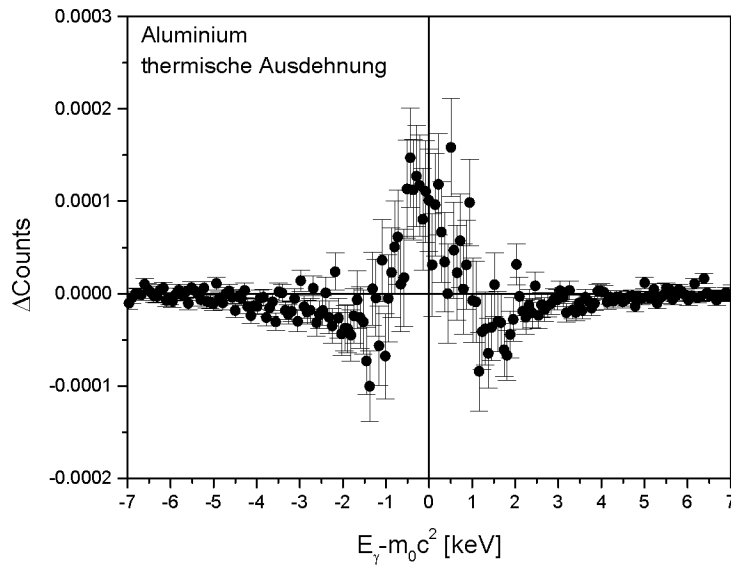


Abbildung 8.3: Das Differenzspektrum von Aluminium bei $T_1 = 180^\circ\text{C}$ zu $T_0 = 20^\circ\text{C}$ zeigt eine geringe Änderung der Linienform, die auf die thermische Ausdehnung zurückgeht.

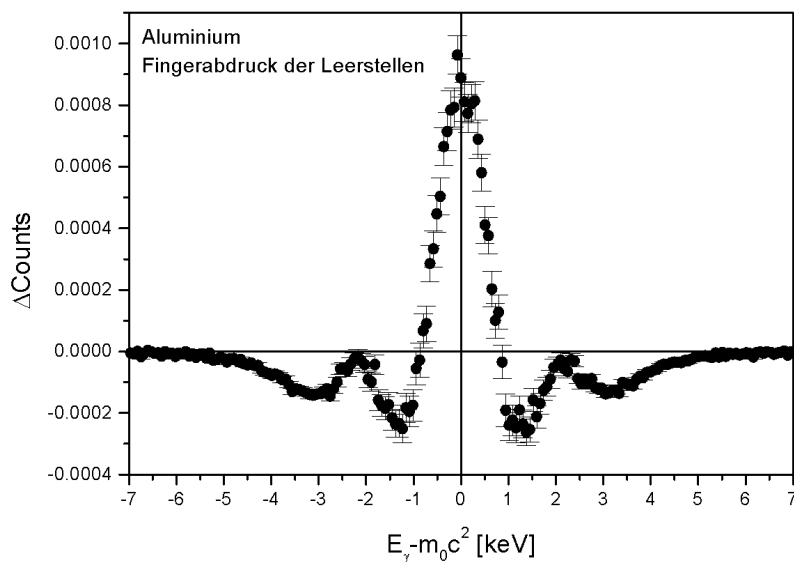


Abbildung 8.4: Der Fingerabdruck der Positronenzerstrahlung aus Einfach-leerstellen in Aluminium ergibt sich als Differenz der Spektren bei $T_2 = 400^\circ\text{C}$ und $T_0 = 20^\circ\text{C}$ sowie der Korrektur $\Delta\Omega(T_2)$. Er bildet die Veränderung der elektronischen Struktur in der Umgebung einer Leerstelle zu der im perfekten Gitter ab.

8.2 Thermische Leerstellen in Kupfer

Analog zu den Messungen in Aluminium wurde auch in Kupfer zunächst der S-Parameter als Funktion der Temperatur aufgezeichnet (Abb. 8.5). Die thermische Ausdehnung des Kupfers führt zu einem deutlich stärker ausgeprägten Anstieg des S-Parameters als in Aluminium, bevor für $T \geq 500^\circ\text{C}$ der Einfang in thermische Leerstellen den S-Parameter noch steiler ansteigen läßt. Die Differenzkurve zwischen $T_1 = 350^\circ\text{C}$ und $T_0 = 20^\circ\text{C}$ in Abbildung 8.6 stellt die Veränderung der Form der Annihilationslinie dar, die auf die thermische Ausdehnung zurückgeht und damit den Anstieg des S-Parameters verursacht.

Die Linienformänderung für die Positronenzerstrahlung aus Einfachleerstellen in Kupfer ergibt sich aus der Differenz der Annihilationslinien bei $T_2 = 750^\circ\text{C}$ und $T_0 = 20^\circ\text{C}$ (Abb. 8.7), die wiederum um die linear extrapolierte Formänderung infolge der thermischen Ausdehnung $\Delta\Omega(T_2)$ korrigiert werden mußte.

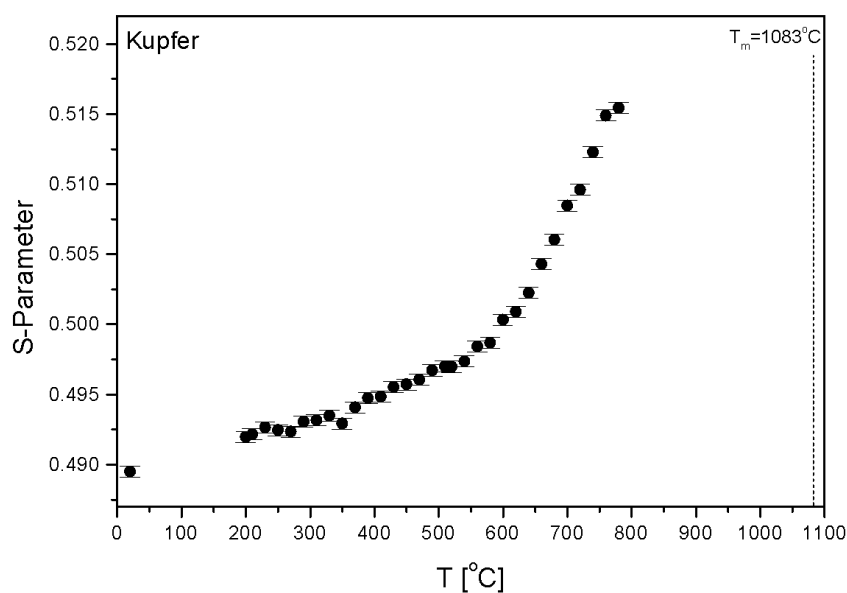


Abbildung 8.5: Der S-Parameter als Funktion der Temperatur in Kupfer zeigt bis $T = 800^\circ\text{C}$ den Anfang des bekannten S-förmigen Kurvenverlaufes. Die Sättigung tritt wie in Abbildung 8.1 zu erkennen ist erst für $T \geq 1000^\circ\text{C}$ ein.

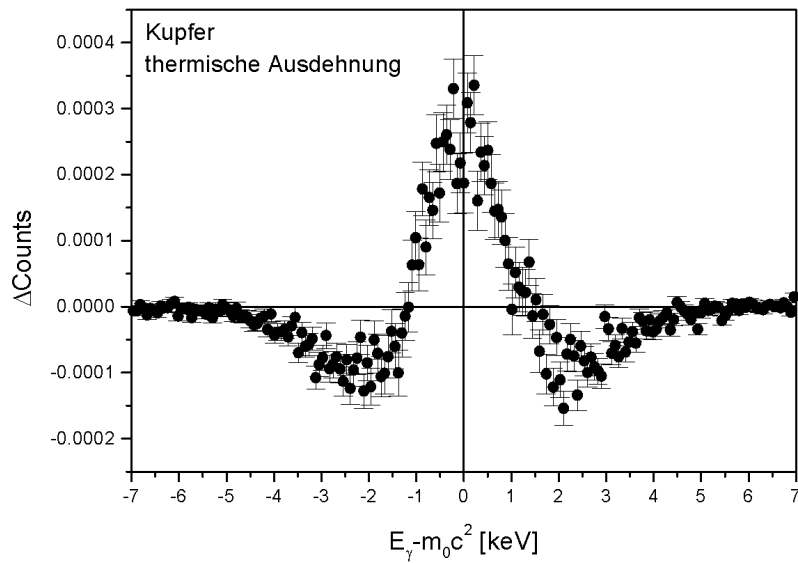


Abbildung 8.6: Die thermische Ausdehnung führt in Kupfer von $T = 20^\circ\text{C}$ zu $T = 350^\circ\text{C}$ zu einer deutlichen Änderung der Linienform.

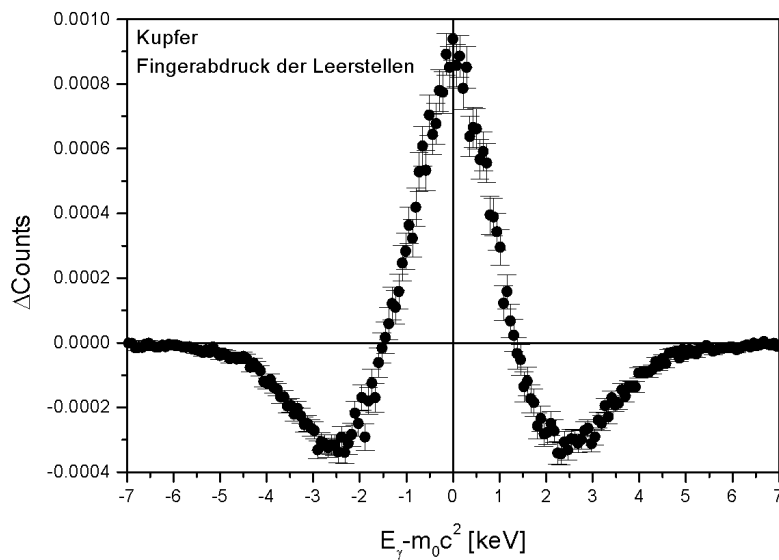


Abbildung 8.7: Der Fingerabdruck der Positronenzerstrahlung aus Einfach-leerstellen in Kupfer wurde aus der Differenz der Spektren bei $T_2 = 750^\circ\text{C}$ und $T_0 = 20^\circ\text{C}$ bestimmt und um $\Delta\Omega(T_2)$ korrigiert.

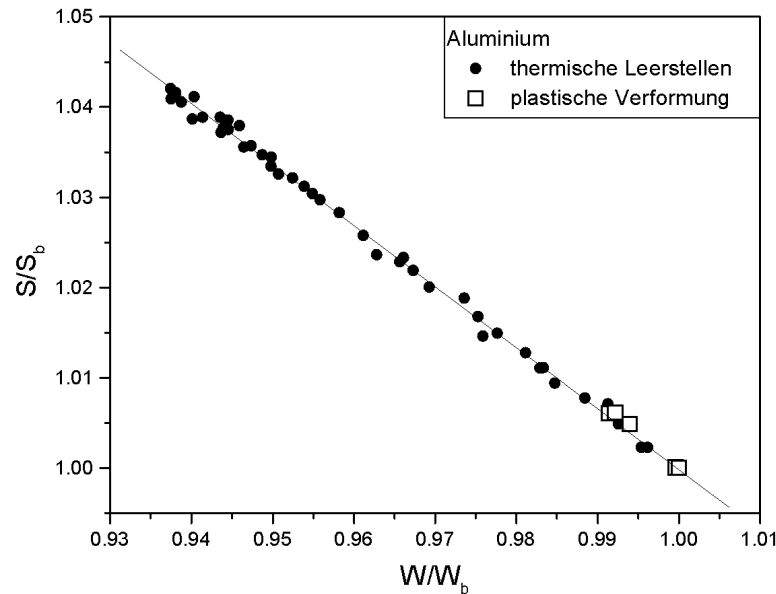


Abbildung 8.8: Der S-Parameter als Funktion des W-Parameters in Aluminium zeigt keinen Unterschied zwischen thermischen Leerstellen und zugverformten Proben. S_b und W_b sind die Parameter der unverformten Probe bei Raumtemperatur.

8.3 Differenzierung von Fehlstellentypen anhand der Linienformänderung

Eine Möglichkeit, mit Dopplerspektren Fehlstellentypen zu unterscheiden, stellt der S-W-Plot dar, in dem die Steigung des Kurvenverlaufes der defektypensensitive R-Parameter ist (vgl. Kapitel 4.3). Abbildung 8.8 zeigt jedoch, daß damit keine Differenzierung zwischen Aluminiumproben möglich ist, die plastisch verformt wurden bzw. die thermische Leerstellen enthalten.

In den Abbildungen 8.9 und 8.10 ist der Vergleich der Profile für die Positronenzerstrahlung in Leerstellen mit den Messungen an plastisch verformten Proben zu sehen. Die Aluminiumprobe wurde bis $\tau = 7,2$ MPa und die Kupferprobe bis $\tau = 20$ MPa zugverformt. Das Kupfer wurde anschließend bei 550 K für eine Stunde angelassen, um Einfachleerstellen auszuheilen. Die Dopplerspektren der unverformten Referenzprobe und der verformten Probe enthalten je $1,5 \cdot 10^7$ Ereignisse in der Annihilationslinie. Die Stabilität der Elektronik wurde neben der ${}^7\text{Be}$ -Linie mit einer weiteren Monitorlinie bei 661,7 keV kontrolliert², um den Einfluß elektronischer Drift auszuschließen.

Der Fingerabdruck der Zerstrahlung in Leerstellen wurde im Zentralbereich bei

² γ -Linie des Isotops ${}^{137}\text{Cs}$

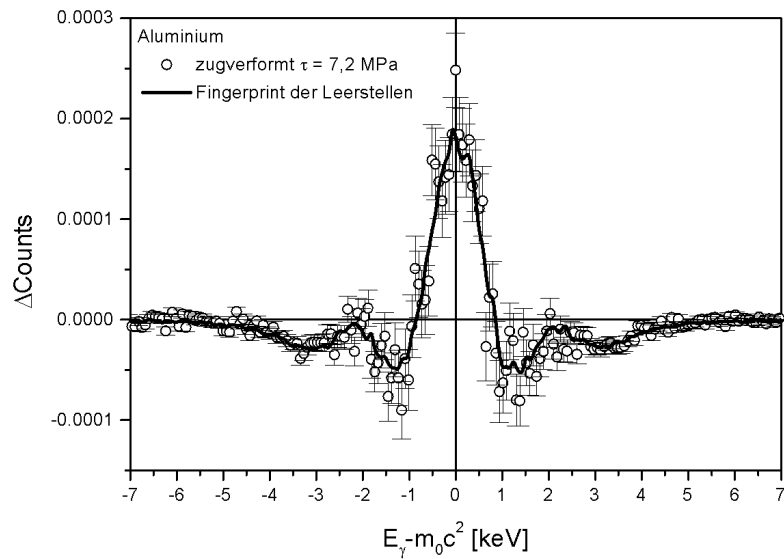


Abbildung 8.9: Die Annihilation in zugverformtem Aluminium verursacht eine Linienformänderung, die dem Leerstellenfingerabdruck sehr ähnlich ist.

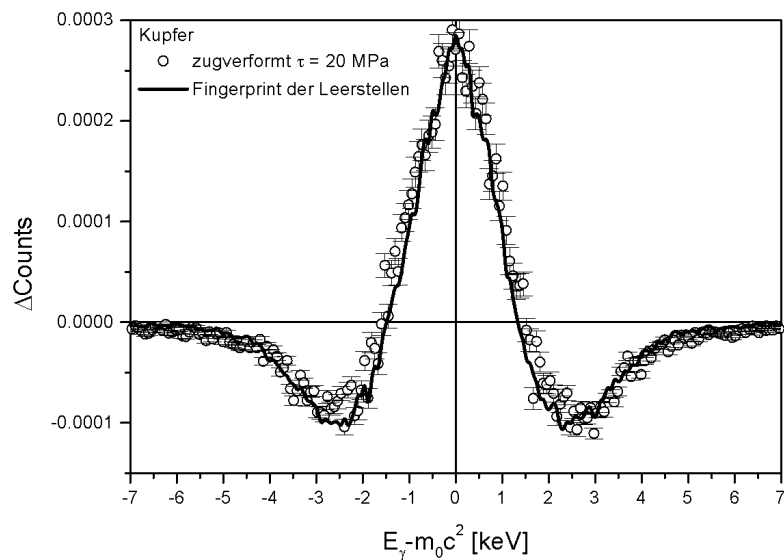


Abbildung 8.10: Die Linienformänderung in zugverformtem Kupfer, das bei 550 K für eine Stunde angelassen wurde, und Kupfer mit Leerstellen unterscheiden sich leicht in der Breite bei geringen Dopplerverbreiterungen.

geringen Dopplerverbreiterungen ($\Delta E \leq 1 \text{ keV}$) mittels eines Faktors so skaliert, daß sich eine gute Überlappung mit der Linienformänderung infolge plastischer Verformung ergab. Der so gewonnene Kurvenverlauf beschreibt in Aluminium die Linienformänderung in der plastisch verformten Probe sehr gut über den gesamten Bereich, d.h. auch bei großen Dopplerverbreiterungen. Für Kupfer ergibt sich eine geringe aber systematische Abweichung bei geringen Dopplerverbreiterungen ($\Delta E \leq 2,5 \text{ keV}$). Die Linienformänderung nach plastischer Verformung ist in diesem Bereich breiter als der Fingerabdruck der Leerstellenzerstrahlung.

8.4 Diskussion der Ergebnisse

Die Hypothese, daß sich die Zerstrahlungscharakteristik der Positronen in den leerstellenartigen Defekten durch die Anwesenheit der Versetzungen signifikant verändert, hat sich im Rahmen der Meßgenauigkeit in Aluminium nicht bestätigt. In Kupfer wurde dagegen eine geringe Veränderung festgestellt. Die erwarteten Unterschiede begründen sich aus der atomaren Struktur einzelner Leerstellen im Kristallgitter und im Spannungsfeld einer Versetzungslinie sowie der entsprechenden Positronenwellenfunktionen. Für die fehlstellenspezifischen Positronenlebensdauern wurden Abweichungen von der Zerstrahlung aus Einfachleerstellen von etwa 10% berechnet [27, 73]. Die Lebensdauer der Positronen in Sprüngen auf der Versetzungslinie oder Leerstellen in ihrem Umfeld sollte kleiner als in einer Einfachleerstelle sein. Für die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie bedeutet dies eine breitere Linienformänderung im Vergleich zu thermischen Leerstellen.

Eine breitere Linienformänderung, die auf die Zerstrahlung aus leerstellenartigen Fehlstellen entlang der Versetzungen zurückgehen könnte, wurde tatsächlich in zugverformten Kupfer festgestellt (Abb. 8.10). Es läßt sich allerdings nicht ausschließen, daß die schmalere Zerstrahlungslinie der Positronen in thermischen Leerstellen auf die große Temperaturdifferenz von $\Delta T = 730 \text{ K}$ zwischen dem Fingerabdruck der Leerstellenzerstrahlung und der plastisch verformten Probe zurückgeht. Die Veränderung der Leerstellen selbst kann infolge der hohen Temperaturen ebenfalls zu einer schmaleren Zerstrahlungslinie führen. Dieser Effekt ist in der Regel jedoch klein [74] und kann im Aluminium vernachlässigt werden. Prinzipiell konnte jedoch gezeigt werden, daß die Methode der Differenzspektren geeignet ist, auch aus Messungen der Dopplerverbreiterung fehlstellenspezifische Informationen zu erhalten.

Die in Abbildung 8.11 gezeigte asymmetrische Linienformänderung in zugverformtem Aluminium gab zunächst Anlaß für die Vermutung, einen tatsächlichen Effekt zu messen. Einer kritischen Überprüfung mit zwei Monitorlinien (478 keV und 661,7 keV) hielt dieses Ergebnis jedoch nicht stand. Die elektronische Drift verursachte die beobachtete Verschiebung der Annihilationslinien gegeneinander. Eine

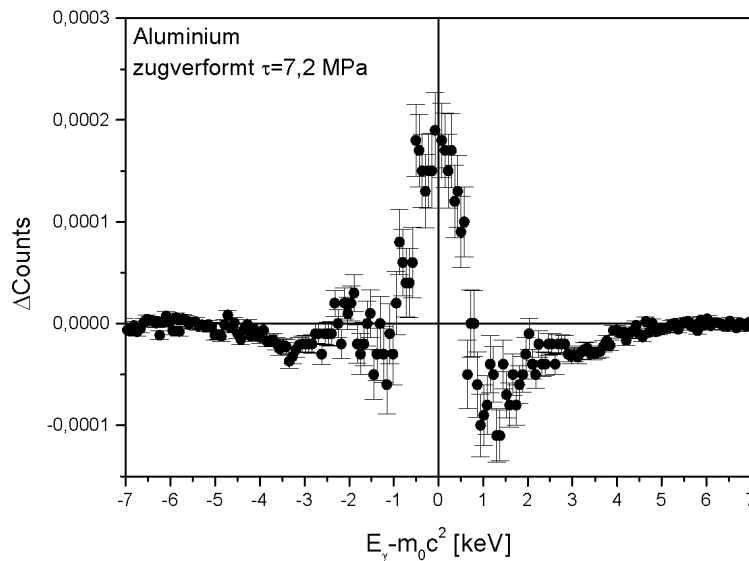


Abbildung 8.11: Die Asymmetrie in der Linienformänderung beruht auf einer geringen Verschiebung von $\Delta E = -2,2$ eV der normierten Annihilationslinien gegeneinander.

derartige Verschiebung aufgrund einer veränderten Zerstrahlungscharakteristik ist aber aber durchaus denkbar. Die Energie der Annihilationsquanten (vgl. Kapitel 3.3)

$$E_{1,2} = \frac{1}{2} E'_{\text{total}} \left(1 \pm \frac{p_L}{2m_0c} \right) \quad (8.2)$$

ist durch die Dopplerverbreiterung symmetrisch zu E'_{total} verteilt. Eine ausreichend große Veränderung der Gesamtenergie E'_{total} muß in den Differenzspektren zu einer Asymmetrie führen. Neben der Ruhemasse $2m_0c^2$ trägt auch die Bindungsenergie des Positrons und des Elektrons an den Festkörper zu E'_{total} bei [15, 75, 76]. Wenn durch den Einfang eines Positrons in eine Leerstelle die Gesamtenergie des zerstrahlenden Elektron-Positron-Paares erniedrigt wird, sollte sich der Schwerpunkt der Annihilationslinie etwas zu niedrigeren Energien verschieben. Inwieweit derartige Effekte beobachtbar sind, ist unsicher. Eine Verschiebung der Annihilationslinie aufgrund der Bindungsenergie der Elektronen konnte in Experimenten mit zwei Germaniumdetektoren in 180° -Koinzidenz nachgewiesen werden [75]. Mit einem derartigen Aufbau kann die Gesamtenergie der beiden Annihilationsquanten $E'_{\text{total}} = E_1 + E_2$ als Funktion der Dopplerverbreiterung $\Delta E = E_1 - E_2$ gemessen werden. Betrachtet man die Verteilung der Gesamtenergien E'_{total} für eine feste Dopplerverbreiterung ΔE , so wandert deren Schwerpunkt mit zunehmendem ΔE zu kleineren Energien. Verantwortlich dafür ist die größere Bindungsenergie der kernnäheren und damit impulsreicheren Elektronen.

Kapitel 9

Ausblick

Mit der Positronenannihilation steht bereits heute ein Verfahren für die zerstörungsfreie Werkstoffprüfung zur Verfügung, daß mit vielen etablierten Methoden konkurrieren kann. Das große Potential der Positronen, die fehlstellenspezifische Analyse, kann jedoch nur dann voll genutzt werden, wenn die Wechselwirkung der Sondenteilchen mit unterschiedlichen Fehlstellentypen gut verstanden wird.

In der Literatur gibt es bislang kaum Messungen mit einem langsamen Positronenstrahl an plastisch verformten Proben, bei denen die Rückdiffusion zur Charakterisierung von Fehlstellen genutzt wurde. Aber gerade diese Methode bietet einen direkten Zugang für die Untersuchung des Positroneneinfanges an Versetzungen und sollte in Zukunft daher verstärkt angewandt werden. In weiterführenden Experimenten bietet es sich an, besonders in Aluminium die Rolle der Versetzungen aufzuklären. Die bisher in diesem Material gemessenen Bindungsenergien des Positrons an die Versetzungslinie erscheinen im Vergleich zum Kupfer und zu theoretischen Ergebnissen zu klein. Temperaturabhängige Messungen als Funktion der Positroneneindringtiefe mit einem langsamen Positronenstrahl können hier neue Ergebnisse liefern. Wenn die Diffusion des Positrons entlang der Versetzungslinie durch weitere Untersuchungen bestätigt werden kann, so ist dies ebenfalls ein wichtiger Beitrag zum Verständnis der Positron-Versetzungs-Wechselwirkung.

Vom Wasserstoff ist bekannt, daß er in Metallen ebenfalls eine attraktive Wechselwirkung mit Versetzungen aufweist [71]. Man geht davon aus, daß sich in einem mit Wasserstoff übersättigten Kristallgitter eine Atmosphäre erhöhter Wasserstoffkonzentration entlang der Versetzungslinien einstellt, die schließlich zur bekannten Wasserstoffversprödung führt. Die Anwesenheit des Wasserstoffs an der Versetzungslinie läßt einen veränderten Positroneneinfang an der Versetzungslinie erwarten. Aus derartigen Experimenten können daher sowohl neue Erkenntnisse über den Wasserstoff in Metallen als auch über Positronen an Versetzungen gewonnen werden.

Die Entwicklung eines fein fokussierten Positronenstrahles mit einem Strahldurchmessers von wenigen Mikrometern ermöglicht heute schon die Untersuchung der Positronenzerstrahlung an einzelnen Korngrenzen. In Zukunft scheinen damit auch Experimente an einzelnen Versetzungen möglich zu sein.

Literaturverzeichnis

- [1] E. Orowan, Zeitschrift für Physik **89** (1934) 634
- [2] M. Polanyi, Zeitschrift für Physik **89** (1934) 660
- [3] G.I. Taylor, Proc. Roy. Soc. London A **145** (1934) 362
- [4] Eine umfangreiche Zusammenfassung der Grundlagen und experimentellen Techniken zur Beobachtung von Versetzungen findet man in: *Dislocations in Solids* Hrsg. F.R.N. Nabarro, North Holland, Amsterdam (1983)
- [5] U. Eßmann, Phys. Stat. Sol. **12**, 707 und 723 (1965)
- [6] Z.S. Basinski und S.J. Basinski, Progress in Material Science **4**, 89-148 (1992)
- [7] H. Mughrabi, Phil. Mag. **23**, No. 183, (1971) 869-895, 897-929, 931-946
- [8] J.F. Humphreys, in: *Materials Science and Technology* **15**; Hrsg. R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, (VCH, Weinheim 1991) 371
- [9] G. Dobman, N. Meyendorf und E. Schneider, Nuclear Engineering and Design, **171**, 95 (1997)
- [10] S. Hansen, U. Holzwarth, M. Tongbhoyai, T. Wider und K. Maier, Appl. Phys. A **64**, 47 (1997)
- [11] J.G. Byrne, in: *Dislocations in Solids*, Vol. 6, Hrsg. F.R.N. Nabarro (North Holland Publishing Company, Amsterdam, 1983) 263
- [12] T. Wider, S.Hansen, U. Holzwarth und K. Maier, Phys. Rev. B, **57**, 5126 (1998)
- [13] I.Yu. Dekhtyar, D.A. Levina, V.S. Mikhalenkow, Sov. Phys. Dokl. **9**, 492 (1964)
- [14] S. Berko und J.C. Erskine, Phys. Rev. Lett., **19**, 307 (1967)
- [15] R.N. West, Advances in Physics **XXII**, 263 (1973)
- [16] R.M. Nieminen und M.J. Manninen, in: *Positrons in Solids*, Springer series *Topics in Current Physics*; Hrsg. P. Hautojärvi (Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg - New York, 1979), pp. 143
- [17] P.J. Schulz und K.G. Lynn, Reviews of Modern Physics **60**, 701 (1988)

-
- [18] M.J. Puska und R.M. Nieminen, *Reviews of Modern Physics* **66**, 841 (1994)
- [19] G. Saada, *Acta Metall.* **9**, 166 und 965 (1961)
- [20] A. Seeger, *Phil. Mag.* **46**, 1194 (1955)
- [21] P.B. Hirsch und D.H. Warrington, *Philos. Mag.* **6**, 735 (1961)
- [22] J.W. Steeds, *Proc. Roy. Soc. A* **292**, 343 (1966)
- [23] S.J. Basinski und Z.S. Basinski, in: *Dislocations in Solids Vol. 4*, Hrsg. F.R.N. Nabarro (North Holland Publishing Company, Amsterdam, 1979) pp. 261
- [24] R.O. Simmons und R.W. Balluffi, *Phys. Rev.* **117** 62 (1960)
- [25] R.O. Simmons und R.W. Balluffi, *Phys. Rev.* **129** 1533 (1963)
- [26] H.E. Schäfer, *Habilitationsschrift*, Stuttgart (1981)
- [27] H. Häkkinen, S. Mäkinen, und M. Manninen, *Phys. Rev. B* **41**, 12441 (1990)
- [28] G.E.R. Schulze, in: *Metallphysik* (Akademie-Verlag, Berlin 1967) 222
- [29] P. Coulomb, *Scripta Metall.* **15**, 769 (1981)
- [30] D.J. Bacon, in: *Materials Science and Technology 1*, Hrsg. R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer (VCH Weinheim, New York, Basel, Cambridge, 1993) 411
- [31] H. Mughrabi, in: *Materials Science and Technology 6*; Hrsg. H. Mughrabi, (VCH, Weinheim 1993) 7
- [32] A. Seeger, in: *Kristallphysik 2, Kristallplastizität*, Handbuch d. Physik Band VII, Hrsg. S. Flügge (Springer, Berlin 1958) 1-210
- [33] E. Kröner, *Acta. Met.* **9**, 155 (1961)
- [34] F.C. Frank und W.T. Read, *Phys. Rev.* **79** (1950) 722
- [35] J.G. Sevillano, in: *Materials Science and Technology Vol. 6*; Volume editor H. Mughrabi, eds.: R.W. Cahn, P. Haasen und E.J. Kramer (VCH, Weinheim - New York - Basel - Cambridge, 1993), pp. 19
- [36] H. Kronmüller, in: *Moderne Probleme der Metallphysik 1*, Hrsg. A. Seeger (Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1965) 126
- [37] W. Schilling, in: *Bergmann und Schäfer: Lehrbuch der Experimentalphysik-Festkörper*, Band 6 (Walter de Gruyter, Berlin, New York 1992) S. 297

- [38] U. Männig, Diplomarbeit, Universität Bonn (1996)
- [39] C. Hidalgo, G. González-Doncel, S. Linderoth, J. San Juan, Phys. Rev. B **45**, 7017 (1992)
- [40] E. Hashimoto, J. Phys. Soc. Japan **62**, 552 (1993)
- [41] K. Petersen, I.A. Repin und G. Trumpy, J. Phys.: Condens. Matter **8**, 2815 (1996)
- [42] B.T.A. McKee, S. Saimoto, A.T. Stewart und M.J. Stott, Can. J. Phys. **52**, 759 (1974)
- [43] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet und D. Seegers, Appl. Phys. **5**, 117 (1974)
- [44] M. Doyama und R.M. Cotterill, in: *Proceedings of the 5th International Conference on Positron Annihilation*, ed. by R.R. Hasiguti und F. Fujiwara (1979), pp. 89
- [45] C. Hidalgo und S. Linderoth, J. Phys.: Metal Phys. **18**, L263 (1988)
- [46] E. Hashimoto, M. Iwami und Y. Ueda, J. Phys.: Condens. Matter **6**, 1611 (1994)
- [47] S. Dannefaer, D.P. Kerr, S. Kupca, B.G. Hogg, J.U. Madsen und R.M. Cotterill, Can. J. Phys. **58**, 270 (1980)
- [48] M.L. Johnson, S.F. Saterlie und J.G. Byrne, Metall. Trans. A **9**, 841 (1978)
- [49] B. Bergersen und T. McMullen, Solid St. Commun. **24**, 421 (1977)
- [50] L.C. Smedskjaer, M. Manninen und M.J. Fluss, J. Phys. F: Metal Phys. **10**, 2237 (1980)
- [51] P. Hautojärvi, J. Heiniö und M. Manninen, Phil. Mag. **35** (4), 973 (1977)
- [52] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, J. Bühr, B. Huber, Appl. Phys. Lett. **71**, 2115 (1997)
- [53] B. Pagh, H.E. Hansen, B. Nielsen, G. Trumpy und K. Petersen, Appl. Phys. A **33**, 255 (1984)
- [54] J.W. Martin und R. Paetsch, J. Phys. F **2**, 997 (1972)
- [55] C.H. Hodges, J. Phys. F: Metal Phys. **4**, L230 (1974)
- [56] B.T.A. McKee, H.C. Jamieson und A.T. Stewart, Phys. Rev. Lett. **31**, 634 (1973)

-
- [57] W. Schilling, in: *Vacancies and Interstitials in Metals*, edited by A. Seeger, D. Schumacher, W. Schilling, und J. Diehl (North-Holland, Amsterdam 1970), pp. 326
- [58] C. Hübner, T. Staab, R. Krause-Rehberg, *Appl. Phys. A* **61**, 203 (1995)
- [59] S. Hansen, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [60] T. Wider, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [61] C.F. Coleman, *Appl. Phys.* **19**, 87 (1979)
- [62] S. Mantl und W. Triftshäuser, *Phys. Rev. B* **17**, 1645 (1978)
- [63] B.T.A. McKee und T. McMullen, *J. Phys. F: Metal Phys.*, Vol. 8, No.6, (1978) 1175
- [64] B.T.A. McKee, W. Triftshäuser, und A.T. Stewart, *Phys. Rev. Lett.* **28**, 358 (1972)
- [65] L. Smedskajaer, M.J. Fluss, R.W. Siegel, M.K. Chason, und D.G. Legini, *J. Phys. F: Metal Phys.* **10**, 559 (1980)
- [66] M. Iwami, E. Hashimoto, Y. Ueda, *J. Phys.: Condens. Matter* **7**, 9935 (1995)
- [67] C. Deckers, Dissertation, Universität Bonn (1997)
- [68] J.T. Fourie, *Phil. Mag.* **17** 735-756 (1968)
- [69] H. Mughrabi, in: *Proc. of the 4th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys*, **3**, 1404-1408 (Nancy 1976)
- [70] E. Fromm, E. Gebhardt in: *Gase und Kohlenstoff in Metallen* (Springer, Berlin, Heidelberg, New York 1976)
- [71] C.A. Wert, in: *Hydrogen in Metals*, Topics in Applied Physics **29**, Hrsg. Alefeld und Völkl (Springer, Berlin 1978)
- [72] B. Lengeler, S. Mantl und W. Triftshäuser, *J. Phys. F: Metal Phys.* **8** 1691 (1978)
- [73] H. Häkkinen, S. Mäkinen, und M. Manninen, *Europhys. Lett.* **9** (8), 809 (1989)
- [74] W. Schilling, in: *Bergmann und Schäfer: Lehrbuch der Experimentalphysik-Festkörper*, Band 6 (Walter de Gruyter, Berlin, New York 1992) S. 309
- [75] J.R. MacDonald, K.G. Lynn, R.A. Boie und M.F. Robbins, *Nuc. Instr. Meth.* **153**, 189 (1978)
- [76] P. Asoka-Kumar, M. Alatalo, V.J. Gosh, A.C. Kruseman, B. Nielsen und K.G. Lynn, *Phys. Rev. Lett.* **77**, Nr. 10, 2097 (1996)

- [77] E. Soininen, H. Huomo, P.A. Huttunen, J. Mäkinen, A. Vehanen und P. Hautojärvi, Phys. Rev. B. **41**, 6227 (1991)
- [78] A.I.P. Handbook, 2nd edition, McGraw Hill (1963)

Danksagung

Meinem Doktorvater Karl Maier danke ich für die Freiheit, die er mir in der Planung und Ausführung der Experimente überließ, und seinen Rat und seine Hilfe, die immer da waren, wenn es mal hakte. Für die Möglichkeit die Arbeit zu unterbrechen, um Erfahrungen außerhalb der Universität zu sammeln, danke ich dem „Chef“ besonders. Frau Gerlinde Maier möchte ich ein herzliches Dankeschön für ihre persönliche Anteilnahme und ihre Gastlichkeit aussprechen.

Für die Übernahme des Korreferates und viele interessante Diskussionen auch über nicht physikalische Themen bedanke ich mich bei Prof. Dr. Peter Herzog.

Zu Beginn meiner Dissertation verschwandt er über die Alpen und doch hat er sehr viel dazu beigetragen, daß sie nun fertig ist. Dr. Uwe Holzwarth gilt mein besonderer Dank für die viele Mühe, die er sich für meine Fragen und unsere gemeinsame Veröffentlichung gemacht hat.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die finanzielle Förderung dieses Projektes.

Allen „Maiers“, die während meiner Zeit ein Teil der Arbeitsgruppe sind oder waren,

| | | |
|------------------------|--------------------|-------------------|
| Thomas Albrecht | Moritz Beckmann | Christoph Bommas |
| Karsten Bennewitz | Carsten Bühner | Christoph Deckers |
| Holger Greif | Ulrich Grünwald | Matz Haaks |
| Sabine Hansen | Hella Heußner | Uwe Holzwarth |
| Christoph Hugenschmidt | Ulrike Männig | Martin Medebach |
| Dieter Platzek | Joachim Reske | Stephan Roth |
| Petra Schaaff | Joachim Schüth | Markus Stumm |
| Martin Tongbhoyai | Christiane Zamponi | |

danke ich für die gute, kooperative Arbeitsatmosphäre. Ich hoffe, daß dieses auch in Zukunft so bleiben wird.

Den Mitarbeitern der feinmechanischen Werkstatt, der Elektronikwerkstatt und des Zyklotrons danke ich für die unkomplizierte Ausführung zahlreicher Aufträge, durch die sie zum Gelingen der Experimente beigetragen haben.

Meinen Eltern, Großeltern und Freunden gilt mein besonderer Dank für die Anteilnahme, die Ratschläge und die gesamte Unterstützung, die sie mir auf meinem bisherigen Weg gegeben haben.

Ohne meine liebe Johanna wäre alles nur halb so gut geworden.

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Tobias Wider
Anschrift: Hausdorffstraße 1, 53129 Bonn
Geburtsdatum: 25. Oktober 1970
Geburtsort: Grevesmühlen
Familienstand: verheiratet

Schulbildung

09/77 - 08/81 Grundsule Grevesmühlen,
Grundsule Heiligenkirchen
09/81 - 06/90 Gymnasium Leopoldinum, Detmold
06/90 Abitur

Wehrdienst

7/90 - 6/91 Grundwehrdienst

Hochschulausbildung

10/91 - 1/94 Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn
Studium der Physik, Vordiplom
2/94 - 2/95 University of New South Wales, Sydney, Australien
integriertes Auslandsstudium
3/95 - 2/97 Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn
Abschluß des Hauptstudiums der Physik, Diplom
2/96 - 2/97 Diplomarbeit in Physik
unter Leitung von Prof. Dr. Karl Maier
am Institut für Strahlen- und Kernphysik
der Universität Bonn
seit 3/97 Beginn der Dissertation
unter Leitung von Prof. Dr. Karl Maier
am Institut für Strahlen- und Kernphysik
der Universität Bonn

