

Verformungsverhalten von technischen Aluminiumlegierungen

von

STEFAN SONNEBERGER

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Helmholtz - Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität

zu Bonn

im November 2002

Das Wunder ist nicht ein Widerspruch zu den Naturgesetzen,
sondern ein Widerspruch zu dem,
was wir von diesen Gesetzen wissen.

AURELIUS AUGUSTINUS

Die Entdeckung,
daß es so einfach nicht ist, wie man gedacht hat,
ist als Gewinn anzusehen.

CARL FRIEDRICH VON WEIZSÄCKER

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Theoretische Grundlagen	9
2.1	Fehlstellen	9
2.1.1	Nulldimensionale Fehlstellen	9
2.1.2	Versetzungen	9
2.1.3	Höherdimensionale Fehlstellen	10
2.2	Verformung	10
2.2.1	Spannungs-Dehnungs-Diagramm	10
2.2.2	Elastische Verformung	11
2.2.3	Anelastisches Verhalten	13
2.2.4	Plastische Verformung	13
2.3	Bruchmechanik	14
2.3.1	Brucharten	14
2.3.2	Ermüdungsriß	15
2.4	Wasserstoff in Metallen	17
2.5	Positronenspektroskopie	17
2.5.1	Allgemeines	17
2.5.2	Positronenquellen	17
2.5.3	Positronen im Festkörper	18
2.5.4	Messung der Dopplerverbreiterung	22
3	Experimentelle Grundlagen	25
3.1	Untersuchte Materialien	25
3.1.1	Legierungselemente	25
3.1.2	Aluminium Legierung AA2024	25
3.1.3	Aluminium Legierung AA6013	26
3.2	Wechselverformungsmaschine	26
3.2.1	Aufbau	26
3.2.2	Proben- und Versuchsparameter	27
3.2.3	Datenanalyse	28
3.2.4	Untersuchungen im korrosiven Medium	28

3.3	Zugprüfmaschine	29
3.3.1	Aufbau	29
3.3.2	Proben- und Versuchsparameter	29
3.3.3	Datenanalyse	31
3.4	„Positronen-Topf“	31
3.4.1	Aufbau	31
3.4.2	Datenanalyse	32
4	Zugversuche	37
4.1	Unverformte Materialien	37
4.2	Zugverformtes AA2024	39
4.3	Zugverformtes AA6013	43
4.4	Diskussion der Ergebnisse	46
5	Untersuchungen zum anelastischen Verhalten	51
5.1	Motivation	51
5.2	Rissbildung	52
5.3	Spannungsrelaxation	54
5.3.1	Untersuchung des Relaxationsverhalten	54
5.3.2	Untersuchung der Energie	55
5.3.3	Untersuchung der Federkonstante	58
5.4	Diskussion der Ergebnisse	60
6	Zusammenfassung	63
	Abbildungsverzeichnis	65
	Tabellenverzeichnis	67
	Literaturverzeichnis	69
	Danksagung	73

Kapitel 1

Einleitung

Eigenschaften von Werkstoffen können durch Zugabe von Legierungselementen stark beeinflusst werden. Zum Beispiel ist die mechanische Festigkeit in Legierungen gegenüber den Reinstmetallen in der Regel erhöht. Durch die Zugabe von Fremdelementen treten viele gewünschte Veränderungen im kristallinen Aufbau auf.

Die zulegierten Elemente verursachen Spannungen in der Kristallstruktur, die durch Leerstellen und Versetzungen abgebaut werden. Diese Fehlstellen können mit Hilfe von Positronen als Fehlstellensonde untersucht werden. Das Positron hat im Festkörper eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Defekten, wie z.B. Leerstellen, Versetzungen und Ausscheidungen. Die Positronenspektroskopie bietet zudem die Möglichkeit, die chemische Umgebung der Fehlstellen zu analysieren. Für die Experimente steht dabei mit dem Bonner „Positronen-Topf“ eine Apparatur zur Verfügung, mit der Proben variabler Geometrie zerstörungsfrei untersucht werden können.

In dieser Arbeit werden zwei technische Aluminiumlegierungen genauer untersucht. Im Flugzeugbau wird die Al-Cu-Mg-Legierung AA2024 seit ca. 40 Jahren im Rumpfbereich eingesetzt. Da diese Legierung nicht schweißbar ist, werden die Bauteile genietet und geklebt, wofür das Material überlappt werden muss. Dies führt zu höherem Gewicht.

Zur Rationalisierung wurde in den letzten Jahren das Laserschweißen von Aluminiumlegierungen für den Flugzeugbau entwickelt. Mit diesem Verfahren soll die Al-Mg-Si-Cu-Legierung AA6013 im Flugzeugbau eingesetzt werden. Diese Legierung besitzt ähnliche mechanische Eigenschaften wie AA2024 und eine um 3 % geringere Dichte. Aufgrund des neuen Verfahrens, besteht die Möglichkeit ca. 10 % Gewicht im Rumpfbereich von Flugzeugen einzusparen, was eine große Kostenreduzierung zur Folge hätte.

Airbus, das die Entwicklung des Laserschweißens mit der neuen Legierung AA6013 vorantreibt, möchte vor deren Einsatz ein genaueres Verständnis über die Materialermüdung erlangen. Für die Untersuchungen an Aluminiumlegierungen hat Airbus ein Standardprüfverfahren entwickelt, welches die Verformung unter korrosiven Bedingungen beinhaltet. In dieser Arbeit wird in Kooperation mit Airbus das Verhalten der beiden Aluminiumlegierungen unter den Bedingungen, die das Standardprüfverfahren vorsieht, untersucht.

Die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Rissen unter korrosivem Einfluss ist für die Ab-

schätzung der Restlebensdauer von großem Interesse. Besonderes Augenmerk soll auf den Einfluss des infolge der Korrosion entstehenden Wasserstoffs auf das Verhalten der Aluminiumlegierungen bei zyklischer Verformung gelegt werden.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Fehlstellen

2.1.1 Nulldimensionale Fehlstellen

Nulldimensionale Fehlstellen sind die einfachsten denkbaren in einer kristallinen Struktur. Dazu zählen atomare Leerstellen (Schottky-Defekt), Zwischengitteratome (Frenkel-Defekt) und Fremdatome [VOL89].

Die Anwesenheit von Leerstellen erklärt sich aus thermodynamischen Überlegungen. Oberhalb des absoluten Nullpunkts befindet sich der Idealkristall nicht im thermodynamisch günstigsten Zustand. Seine Entropie wird durch eine Unordnung in der Struktur erhöht. Daher bezeichnet man dies auch als thermische Fehlordnung [HAA84].

2.1.2 Versetzungen

Versetzungen sind eindimensionale Störungen in einem ansonsten homogenen Material. Es sind zwei Versetzungstypen bekannt, die Grenzfälle von allgemeinen Versetzungen darstellen. Die Stufenversetzung ist durch den Einschub einer zusätzlichen Gitterebene entlang der Versetzungslinie gekennzeichnet, während bei einer Schraubenversetzung die Gitterebene spiralförmig entlang der Versetzungslinie durch den Kristall ansteigt (Abb. 2.1).

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 Verschiebungen aller Atome angibt. Der Burgersvektor \vec{b} wird durch den Burgers-Umlauf um die Versetzungslinie beschrieben (siehe blaue Linie in Abb. 2.1). Bei diesem Umlauf werden n Gitterplätze in eine Richtung \vec{n} und m Gitterplätze in eine dazu senkrecht stehende Richtung \vec{m} überstrichen. Der Burgers-Umlauf wird vollendet durch n Schritte in Richtung $-\vec{n}$ und m Schritte in Richtung $-\vec{m}$. Der dabei entstehende Schließungsfehler definiert den Burgersvektor \vec{b} .

Bei einer Stufenversetzung entsteht durch die zusätzliche Gitterebene beim Umlauf um die Versetzung ein Burgersvektor \vec{b} , der orthogonal zur Versetzungslinie \vec{s} steht. Die Schraubenversetzung ist durch einen zur Versetzungslinie \vec{s} parallel liegenden Burgersvek-

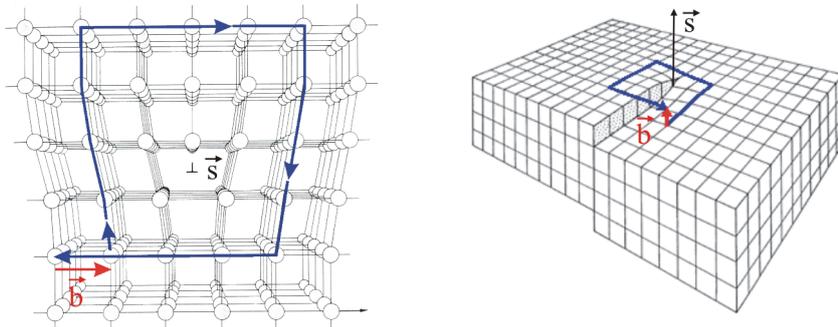


Abbildung 2.1: **Stufen- und Schraubenversetzung.** In der linken Abbildung ist eine Stufenversetzung zu sehen. Bei einem Burgers-Umlauf (blau) um eine Stufenversetzung entsteht ein Burgersvektor \vec{b} (rot) der senkrecht auf der Versetzungslinie \vec{s} steht. Der Vektor \vec{s} zeigt aus der Papierebene heraus. Im rechten Bild ist eine Schraubenversetzung dargestellt. Bei einem Burgers-Umlauf (blau) um eine Schraubenversetzung entsteht ein zu der Versetzungslinie \vec{s} parallel verlaufender Burgersvektor \vec{b} (rot) [WID99].

tor \vec{b} gekennzeichnet. In einem kristallinen Festkörper treten nur Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen bzw. Mischungen aus beiden Typen auf. Eine Versetzung kann nicht einfach im Gitter enden, sondern muss einen Ring bilden oder an Störstellen bzw. an der Oberfläche enden. Versetzungen können sich durch den Festkörper bewegen [VOL89].

2.1.3 Höherdimensionale Fehlstellen

Zu weiteren Fehlstellentypen zählen die zweidimensionalen inneren Grenzflächen (Korngrenzen, Phasengrenzflächen) und die Oberfläche des Festkörpers. Dreidimensionale Defekte sind Ausscheidungen und Hohlräume.

Ausscheidungen und Korngrenzen verursachen elastische Verzerrungen im Kristallgitter. Diese Verzerrungen haben eine potentielle Energie, wodurch sich der Kristall nicht im energetisch günstigsten Zustand befindet. Um einen energetisch günstigeren Zustand zu erlangen, bilden sich Versetzungen und Leerstellen im Umfeld von Ausscheidungen und Korngrenzen [VOL89].

Ausscheidungen sind Hindernisse für Versetzungen. Diese können nicht mehr durch das Material gleiten, wodurch es verfestigt. Dieser Effekt ist technisch von großer Bedeutung und wird als Ausscheidungshärtung bezeichnet. Er ist abhängig von der Ausscheidungsgröße und der Verteilung der Ausscheidungen in der Matrix [HAA84].

2.2 Verformung

2.2.1 Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Bei der Verformung von Materialien werden die physikalischen Größen Spannung σ und Dehnung ϵ betrachtet. Die auf ein Material wirkende Spannung σ wird durch die angelegte

Kraft F und den Probenquerschnitt A bestimmt. Die Dehnung ϵ bezeichnet die prozentuale Längenänderung einer Probe mit der Ausgangslänge l_0 und der Verlängerung Δl [BER92].

$$\sigma = \frac{F}{A} \qquad \epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \qquad (2.1)$$

Den typischen Verlauf einer Spannungs-Dehnungs-Kurve zeigt Abbildung 2.2. Bei kleinen Spannungen tritt ein elastisches Verhalten auf. Bei zunehmender Spannung knickt die Kurve ab, d.h. es tragen im verstärkten Maße plastische Beiträge zur Deformation bei. Der Beginn der plastischen Deformation ist als Elastizitätsgrenze definiert. Wenig oberhalb setzt eine stärkere plastische Deformation ein, wofür man die Bezeichnung Streckgrenze verwendet. Die maximale Spannung wird als Zugfestigkeit bezeichnet. Erhöht sich die Spannung weiter, dann wird die Spannungserhöhung nicht mehr durch eine Verfestigung ausgeglichen. Die Probe dehnt sich nicht mehr gleichmäßig, sondern schnürt an einer Stelle ein, bis es zum Bruch kommt [BER92].

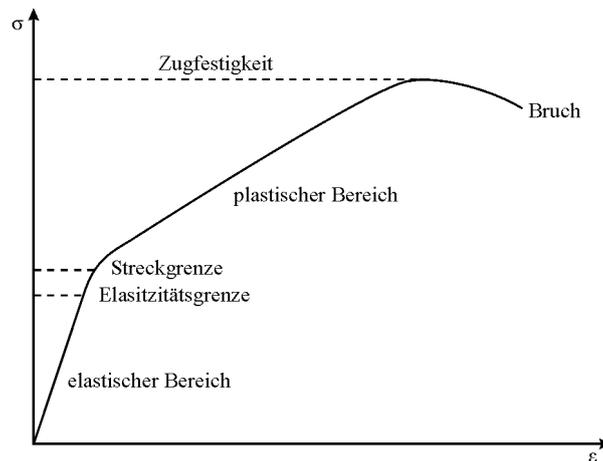


Abbildung 2.2: **Spannungs-Dehnungs-Diagramm.** Bis zur Elastizitätsgrenze verhält sich der Festkörper elastisch. Anschließend verformt sich der Festkörper plastisch bis es zum Bruch kommt.

Bei Wechselverformung wird der Festkörper mit einer bestimmten Dehnungsamplitude und einer gegebenen Frequenz verformt. Die sich dabei ergebende Spannungs-Dehnungs-Kurve zeigt Abbildung 2.3. Auch hier erfolgt eine Verfestigung, und die Spannung σ , die nötig ist, um die Dehnungsamplitude aufrecht zu erhalten, steigt mit der Zyklenzahl an. Dieser Vorgang wird als zyklische Verfestigung bezeichnet.

2.2.2 Elastische Verformung

Die elastische Verformung ist durch die Reversibilität der Dehnung charakterisiert. Das bedeutet, dass die Dehnung nach Wegnahme der Spannungsbelastung vollständig zurückgeht, wobei auch die geleistete Arbeit wieder vollständig abgegeben wird. Im Spannungs-

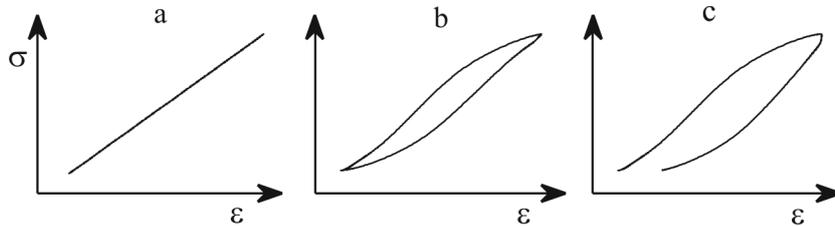


Abbildung 2.3: **Spannungs-Dehnungs-Kurven für (a) eine linear elastische Verformung, (b) eine nicht-lineare elastische Verformung und (c) eine plastische Verformung.** In (a) ist eine Linie zu sehen, die als Grenzfall einer Hysteresis auftritt, wenn keine Energie bei der Verformung verbraucht wird. (b) zeigt die bei der Anelastizität auftretende Hysteresis. In (c) ist die Kurve durch die bleibende plastische Verformung nicht mehr geschlossen.

Dehnungs-Diagramm zeigt sich das dadurch, dass für den gesamten Be- und Entlastungszyklus keine Hysteresis auftritt (Abb. 2.3a).

In Metallen liegt im Allgemeinen ein linear-elastisches Verhalten vor. Dieses zeichnet sich durch den linearen Zusammenhang zwischen Spannung σ und Dehnung ϵ aus, welcher durch das Hooksche Gesetz beschrieben wird:

$$\epsilon = \frac{1}{E}\sigma \quad (2.2)$$

wobei E den Elastizitätsmodul bezeichnet, welcher werkstoffabhängig ist [BER92].

Mikroskopisch betrachtet ergibt sich der lineare Zusammenhang aus dem, vom Abstand r abhängenden Potential $U(r)$ zwischen den Atomen (Abb. 2.4). Im ungedehnten Zustand befinden sich die Atome im Potentialminimum, d.h. beim Abstand r der Atome hat das Potential $U(r)$ ein Minimum.

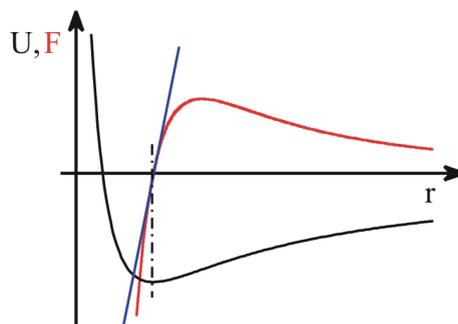


Abbildung 2.4: **Potential U und Kraft F zwischen zwei Atomen.** Die blaue Gerade verdeutlicht den linearen Anstieg der Kraft in der Nähe des Potentialminimums, den das Hooksche Gesetz beschreibt.

Das Potential $U(r)$ lässt sich durch eine Taylorentwicklung beschreiben. Als Näherung um das Potentialminimum ergibt sich eine quadratische Abhängigkeit. Da sich die Kraft

zwischen den Atomen durch die erste Ableitung von $U(r)$ nach dem Abstand r der Atome ergibt:

$$F = -\frac{dU}{dr}, \quad (2.3)$$

erhält man einen linearen Zusammenhang zwischen F und r . Diese Linearität wird durch das Hooksche Gesetz beschrieben [VOL89].

2.2.3 Anelastisches Verhalten

Sehr häufig wird eine Spannungs-Dehnungs-Hysterese beobachtet, obwohl der Festkörper vollständig in den Zustand vor der Dehnung zurückkehrt (Abb. 2.3b). Die aufgebrachte Dehnungsarbeit wird bei der Entlastung des Festkörpers demnach nicht wieder vollständig abgegeben. Dieses nichtlineare elastische Verhalten wird als anelastisches Verhalten bezeichnet.

Für die Anelastizität gibt es mehrere Gründe. Bei Stahl z.B. ist der Grund die Umordnung der auf den Zwischengitterplätzen befindlichen Kohlenstoffatome (Snoek-Effekt) [VOL89]. Beim Anlegen einer Spannung bewegen die Kohlenstoffatome sich in Bereiche, in denen durch die Dehnung der Abstand zwischen den Atomen vergrößert worden ist. Sie nehmen einen energetisch günstigeren Zustand ein. Bei der Umordnung handelt es sich um eine diffusive Bewegung, die Zeit benötigt und Energie verbraucht. Nach der Entlastung der Probe existiert der energetisch günstigere Zustand nicht mehr. Die Diffusion beginnt erneut und die Kohlenstoffatome befinden sich nach kurzer Zeit wieder homogen verteilt auf den Zwischengitterplätzen. Damit tritt keine makroskopisch bleibende Änderung im Material auf.

Wasserstoff, welcher sich im Metall auf Zwischengitterplätzen befindet, hat genau den gleichen Einfluss, es wird jedoch als Gorsky-Effekt bezeichnet [GOR35]. Die Wasserstoffatome werden aufgrund ihrer höheren Diffusionsgeschwindigkeit jedoch schneller als der Kohlenstoff umgeordnet.

Den zeitlichen Einfluss der Diffusion kann man bei der Spannungsrelaxation beobachten. Wird die Spannung während einer instantanen Dehnung des Materials aufgezeichnet, kann beobachtet werden, dass selbige von einem Maximum exponentiell abfällt (Abb. 2.5). Die Zeitkonstante dieser elastischen Nachwirkung ist von der Diffusionsgeschwindigkeit der auf den Zwischengitterplätzen befindlichen Atome abhängig.

Ein weiterer Grund für die Anelastizität besteht im Ausbauchen von Versetzungen zwischen Ankerpunkten. Diese Bewegung geschieht nicht instantan und verbraucht Energie [DOB80].

Weitere Effekte die zur Anelastizität von Materialien führen sind Korngrenzgleiten [KE47, ZEN41] und Ausbauchen von Subkorngrenzen [VOL89].

2.2.4 Plastische Verformung

Wird auf ein Material eine so große Spannungsbelastung ausgeübt, dass die Verformung nicht mehr rein elastisch ist, so kommt es zur plastischen Verformung (Abb. 2.3c). Man un-

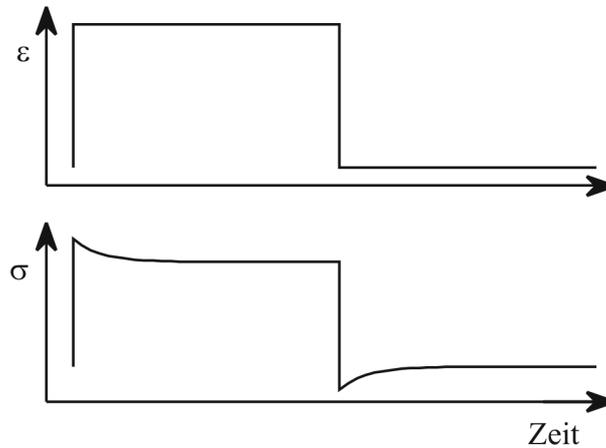


Abbildung 2.5: **Spannungsrelaxation.** Wird auf ein Material instantan eine Dehnung ϵ ausgeübt, kann beobachtet werden, wie die Spannung σ exponentiell relaxiert.

terscheidet zwischen spontanplastischer Verformung, die unmittelbar mit der Spannungsbelastung auftritt und viskoplastischer Verformung, die erst mit zeitlicher Verzögerung eintritt [LDP99].

Im Gegensatz zur linear elastischen Verformung besteht bei der plastischen Verformung weder ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung, noch ist die plastische Verformung reversibel.

Auf atomarer Ebene tritt bei plastischer Verformung eine Verschiebung der Bausteine unter Aufbrechen und Neubildung von Bindungen ein. Bei dieser Bewegung sind speziell in kristallinen Stoffen die Versetzungen von Bedeutung. Im idealen Kristall müssten alle Atome einer Netzebene gleichzeitig verschoben werden. Dies ist unter Anlegung realistischer Schubspannungen nicht möglich. Bei einem realen Kristall führt das Anlegen einer äußeren Kraft zu einer Verformung, welche auf atomarer Ebene durch Wandern der Versetzungen erfolgt. Die Versetzungen bewegen sich durch Lösen und Knüpfen von Bindungen zwischen direkt benachbarten Atomen mit minimalen Energieverbrauch durch den Kristall (Abb. 2.6) [BER92].

Unter Belastung werden im Kristallinneren neue Versetzungen erzeugt. Diese können sich bei größeren Konzentrationen gegenseitig behindern und schneiden, womit die Bewegungsfreiheit der Versetzungen eingeschränkt wird. Dadurch tritt eine Verfestigung des Materials ein [HAA84].

2.3 Bruchmechanik

2.3.1 Brucharten

Wird ein Werkstoff über die Zugfestigkeit hinaus belastet, kommt es zum Bruch infolge des Aufbrechens atomarer Bindungen. Beim Sprödbbruch erfolgt die Trennung direkt nach dem

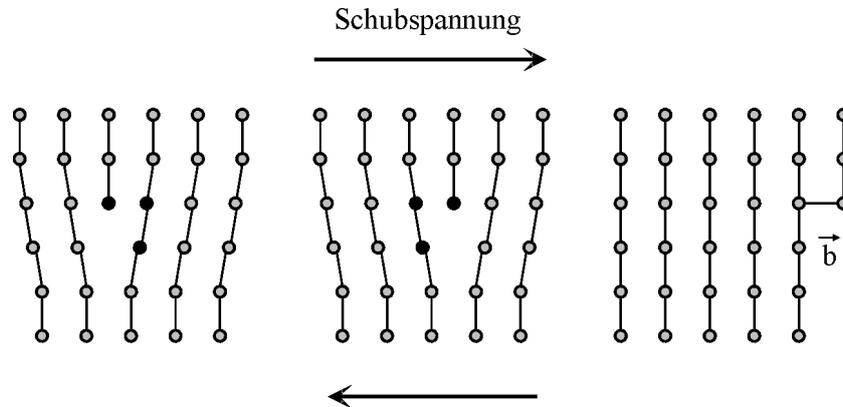


Abbildung 2.6: **Versetzungsgleiten.** Eine Stufenversetzung gleitet infolge der parallel zur Gleitebene wirkenden Schubspannung durch das Kristallgitter. Wenn sie die Oberfläche erreicht, bleibt eine Stufe von der Höhe eines Burgers-Vektor zurück.

linear elastischen Bereich. Es existiert kein plastischer Bereich. Beim duktilen Bruch erfolgt die Trennung im Einschnürbereich, der stark plastisch verformt ist. Bei Werkstoffbelastung unter erhöhter Temperatur kommt es zum Kriechbruch. Hierbei wächst die Dehnung unter konstanter Spannung immer weiter, ohne einen Endwert zu erreichen (Kriechen) [VOL89].

Ein Ermüdungsbruch entsteht bei Wechselbeanspruchung im linear elastischen Bereich nach einer bestimmten Anzahl von Lastwechseln. Der Bruch lässt sich oft auf Risse zurückführen, die im Laufe der mechanischen Deformation an der Oberfläche entstanden sind und bei weiterer Verformung ins Material eindringen [LDP99].

2.3.2 Ermüdungsrisse

Unter der Ermüdung eines Materials sind geringe plastische Verformungen bei wiederkehrenden Belastungen und kurzzeitigen Spannungsspitzen zu verstehen.

Ein Ermüdungsrisse entsteht durch die, bei der zyklischen Beanspruchung entstehenden, Ermüdungsgleitbänder. Diese führen zu einer unregelmäßigen Oberflächenstruktur, aus der durch Extrusion und Intrusion Keime für die Rissbildung entstehen (Abb. 2.7). Dies wird durch ein Modell von Wood beschrieben [WOO58]. Wird eine Metallprobe gedehnt, so bilden sich durch Abgleitungen an einer geeigneten Gleitebene Stufen an der Oberfläche. Ein Zurückgleiten auf dieser Ebene ist durch Oberflächenoxidation und oder Verfestigung behindert, so dass die Abgleitung bei Lastumkehr an einer parallelen Gleitebene stattfindet. Nach mehreren Verformungszyklen können so Extrusionen und Intrusionen auf der Metalloberfläche entstehen, die während nachfolgender Zyklen zu Rissen anwachsen.

Mikroskopisch gesehen kommt es zur Rissbildung, wenn die durch äußere Belastung im Material hervorgerufene Spannung die durch die Kohäsion zwischen den Atomen entstehende Kraft pro Fläche übersteigt. Obwohl das Material insgesamt unter der Bruchgrenze bleibt, kann an Fehlstellen in der Mikrostruktur wie Mikrorisse, Poren oder chemischen

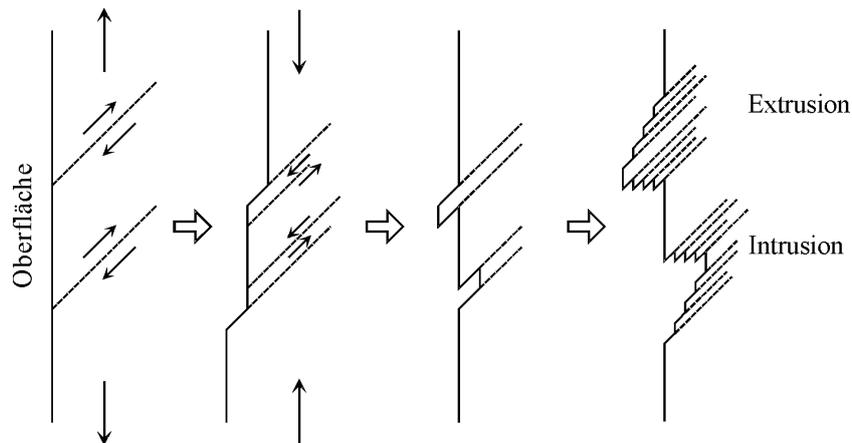


Abbildung 2.7: **Rissentstehung nach Wood [WOO58]**. Durch Abgleitung entstehende Stufen an der Oberfläche werden durch Oberflächenoxidation und Verfestigung am Zurückgleiten gehindert. Es entstehen Extrusionen und Intrusionen, die Keime für die Rissbildung darstellen.

Verunreinigungen sowie Ausscheidungen die kritische Bruchspannung leicht überschritten werden. Jede aufgebrachte Spannung konzentriert sich vornehmlich an diesen Fehlstellen. Bei einsinnigen Verformungen muss noch kein Riss auftreten, während häufige Lastwechsel letztendlich zu einem Ermüdungsbruch führen. Da sich die Spannung am Riss wiederum konzentriert kann er sich schnell fortpflanzen [VOL89].

Entscheidend bei der Rissausbreitung ist die Spannungskonzentration an der Rissspitze, durch die laufend Versetzungen neu erzeugt werden. Der durch die Versetzungen verfestigte Bereich vor der Rissspitze wird als plastische Zone bezeichnet, die den Rissfortschritt bestimmt (Abb. 2.8) [DUG60].

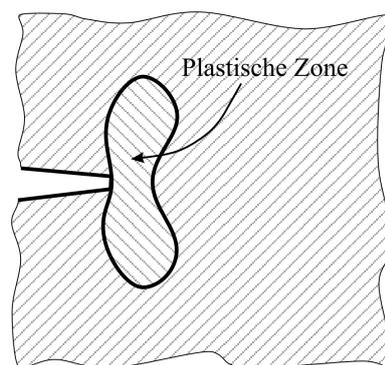


Abbildung 2.8: **Plastische Zone nach Dugdale**. Durch plastische Verformungen entstehen neue Versetzungen in dem noch nicht gerissenen Material, wodurch eine Verfestigung eintritt. Dieser verfestigte Bereich wird plastische Zone genannt und führt zu einem verringerten Rissfortschritt [DUG60].

Bei einem gut verformbaren Material hängt die Ausbreitung eines Risses mit der plastischen Verformung und Verfestigung angrenzender Gebiete zusammen. Bei einem spröden Material wird keine plastische Verformung in der Umgebung des sich ausbreitenden Risses beobachtet, was zu viel höheren Rissfortschrittsgeschwindigkeiten führt.

2.4 Wasserstoff in Metallen

Wasserstoff kann auf den Zwischengitterplätzen schnell durch den Festkörper diffundieren, setzt sich in die für ihn attraktiven Potentiale der Fehlstellen und fixiert diese. Die Plastizität des Materials nimmt ab, was als Wasserstoffversprödung bezeichnet wird [VOL89].

Durch die Fixierung der Fehlstellen wird auch das anelastische Verhalten des Materials verändert. Einen weiteren Einfluss auf das anelastische Verhalten hat der Wasserstoff auf den Zwischengitterplätzen, durch den schon erwähnten Gorsky-Effekt (siehe S. 13).

2.5 Positronenspektroskopie

2.5.1 Allgemeines

Positronen sind die Antiteilchen der Elektronen. Bis auf die entgegengesetzte Ladung sind sie identisch. Ihre Existenz wurde zunächst nur theoretisch vorhergesagt und erst später experimentell bestätigt [AND33, DIR30].

Im Vakuum ist ein Positron stabil ($\tau_{1/2} > 2 \cdot 10^{21}$ Jahre [SCU88]), im Festkörper hingegen zerstrahlt es innerhalb von 10^{-10} bis 10^{-9} s mit einem Elektron.

Bei der Positronenspektroskopie annihiliert ein in ein Metall eingebrachtes Positron mit einem Elektron zu γ -Quanten. Eine Analyse der Zerstrahlungsquanten ergibt Informationen über den Impuls des zerstrahlten Elektrons, der wiederum Rückschlüsse auf die Defekte im Material zulässt. Diese Messmethode besitzt eine hohe Empfindlichkeit von ca. 10^{-6} Fehlstellen/Atom und ist zerstörungsfrei [HAU79].

2.5.2 Positronenquellen

Positronen entstehen beim radioaktiven β^+ -Zerfall neutronenarmer Kerne $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$, beim Zerfall der Myonen $\mu^+ \rightarrow e^+ + \bar{\nu}_\mu + \nu_e$ und über die Paarbildung $\hbar\omega \rightarrow e^+ + e^-$. Für den Einsatz als Fehlstellensonden in der Materialforschung werden Positronen aus dem β^+ -Zerfall genutzt.

In dieser Arbeit wurde ^{68}Ge als Positronenquelle verwendet, dessen Halbwertszeit 271 Tage beträgt (Abb. 2.9). Da diese Quelle keine höherenergetischen γ -Quanten abgibt, fällt der Untergrund des γ -Spektrums geringer aus. Andere mögliche Quellen sind z.B. ^{22}Na , ^{64}Cu , ^{58}Co und ^{18}F .

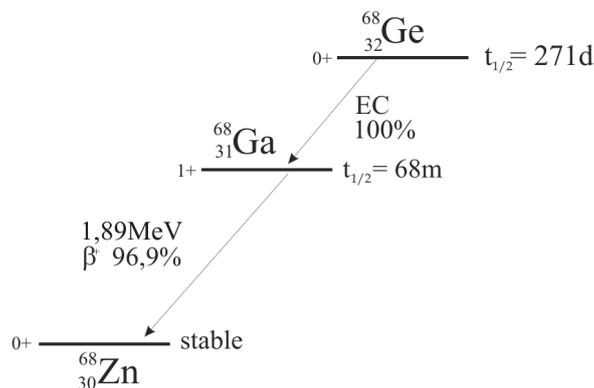


Abbildung 2.9: **Zerfall von ${}^{68}\text{Ge}$.** ${}^{68}\text{Ge}$ zerfällt durch Elektroneneinfang mit einer Halbwertszeit von 271 Tagen zu 100 % in ${}^{68}\text{Ga}$, welches nach 68 min zu 96,9 % durch einen β^+ -Zerfall in das stabile ${}^{68}\text{Zn}$ zerfällt. Dabei wird ein Positron mit einer maximalen Energie von 1,89 MeV frei.

2.5.3 Positronen im Festkörper

Thermalisierung

Positronen, die mit einer kinetischen Energie zwischen einigen keV und wenigen MeV in einen Festkörper eindringen, werden innerhalb weniger Pikosekunden (≈ 3 ps [WES73]) auf thermische Energien abgebremst.

Die Energieabgabe erfolgt im wesentlichen durch Ionisation, Anregung von Rumpf- und Valenzelektronen, Erzeugung von Exzitonen und schließlich, bei niedrigen Energien (< 10 eV) über Plasmonen- und Phononenanregung [PUS94, SCU88]. Die hiernach vorliegenden Positronen sind mit ihrer Umgebung im thermischen Gleichgewicht ($E_{\text{kin}} = 3/2 kT \approx 0,04$ eV bei Raumtemperatur).

Obwohl Positronen Fermionen sind, befinden sich alle Positronen im Grundzustand, da während ihrer Lebensdauer im Mittel immer nur ein Positron in der Probe ist. Dieses kann somit den energetisch niedrigsten Zustand einnehmen. Die Zerstrahlung aus nichtthermischen Zuständen ist bei Raumtemperatur vernachlässigbar.

Eindringtiefe

Die Positronenintensität $I(z)$ nimmt mit der Tiefe z ab, wobei die Eindringtiefe der Positronen von ihrer kinetischen Energie und der Massendichte ρ des Materials abhängt. Positronen aus einer ${}^{68}\text{Ge}$ -Quelle mit $E_{\text{max}} = 1,89$ MeV haben beispielsweise eine mittlere Eindringtiefe in Aluminium von $540 \mu\text{m}$ [ZAM02]. Da auch eine laterale Aufstreuung, d.h. die Aufstreuung senkrecht zur Einfallsrichtung besteht, erhält man bei Messungen mit einer Quelle einer bestimmten Größe immer eine integrale Information über ein größeres Volumen [VAL84].

Positronendiffusion

Als freies Teilchen kann das Positron im Gitter diffundieren. Der Positronendiffusionskoeffizient liegt für Aluminium bei $D \approx 1 \text{ cm}^2/\text{s}$ [LEO87], woraus sich mit einer effektiven Lebensdauer der Positronen von $\tau_{\text{eff}} \approx 160 \text{ ps}$ in defektfreiem Aluminium eine Diffusionslänge $L_+ = \sqrt{6 \cdot D \cdot \tau_{\text{eff}}}$ im Bereich von $0,2 - 0,4 \text{ }\mu\text{m}$ ergibt [SCU88].

Bei einer Energie $E_{\text{max}} = 1,89 \text{ MeV}$ der Positronen dringen diese so weit in die Probe ein, dass die Rückdiffusion an die Oberfläche vernachlässigt werden kann. Durch die Messung erhält man somit Informationen aus dem Probeninneren.

Trappingmodell

Im defektfreien Material hat das Positron wegen der Coulomb-Abstoßung durch die positiven Atomkerne eine maximale Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter (Abb. 2.10 links). Im nicht defektfreien Material befinden sich hingegen für das Positron attraktive

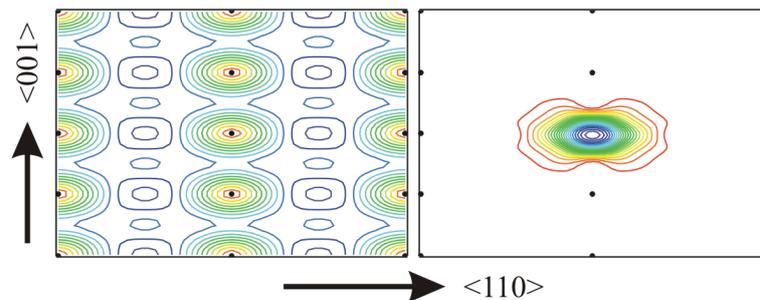


Abbildung 2.10: **Gerechnete Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Positronen im Aluminium.** In der linken Abbildung ist ein Schnitt durch eine fehlerfreie Aluminiummatrix dargestellt. Das Positron hat die höchste (blau) Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter. Im rechten Bild wurde das mittlere Aluminiumatom aus dem Gitter entfernt. Nun wird das Positron in der so erzeugten Leerstelle lokalisiert [RÖB02].

Potentiale, in denen es lokalisiert werden kann (Abb. 2.10 rechts, 2.11). Zum Beispiel ist in Metallen eine Einfachleerstelle aufgrund der fehlenden Kernladung ein Potentialminimum von ca. 1 eV Tiefe. Mit seiner geringen thermischen Energie von ungefähr $0,04 \text{ eV}$ kann das Positron diese Potentialmulde bei Raumtemperatur nicht mehr verlassen und zerstrahlt mit einem Elektron der Umgebung.

Entlang von Versetzungslinien erfährt das Positron eine Bindungsenergie von $E_B \leq 0,1 \text{ eV}$ [HÄK90, HAS93, HID92, PET96]. Versetzungen bilden für das Positron einen „Kanal“, entlang dessen es sich gerichtet bewegen kann, bis es ihn durch thermische Anregung verlässt oder in tieferen, an Versetzungen assoziierte Haftstellen eingefangen wird [HAS94, HID88, HID92]. Die Anwesenheit von Versetzungen erhöht demnach die Einfangrate in assoziierte Defekte.

In Legierungen können die Ausscheidungen Positronen zusätzlich aufgrund einer elektrochemischen Wechselwirkung (Positronen-Affinität A zu einer Atomsorte der Legierung)

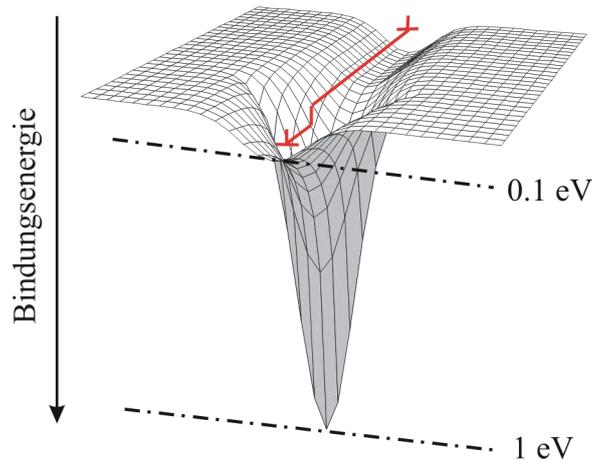


Abbildung 2.11: **Potentiale im Trappingmodell.** Entlang von Versetzungen existiert die Bindungsenergie $E_B \approx 0,1 \text{ eV}$. Positronen können entlang von Versetzungen diffundieren, bis sie in tieferen Potentialen, wie z.B. in Leerstellen mit $E_B \approx 1 \text{ eV}$ eingefangen werden. Aus diesen kann das thermische Positron ($E_{\text{kin}} = 0,04 \text{ eV}$) nicht mehr entweichen und zerstrahlt mit einem Elektron aus der Umgebung.

einfangen. Falls die Ausscheidungen an der Grenzfläche oder im Innern Fehlstellen (Leerstellen, Versetzungen) enthalten, wird das Positron zunächst durch das flache Potential der Ausscheidung und danach durch das tiefere Potential der Fehlstelle lokalisiert.

Das zeitliche Verhalten der Positronen im Festkörper wird phänomenologisch durch das Trappingmodell beschrieben, das der quantitativen Interpretation von Positronenannihilationsmessungen dient [BRA74, SEE74]. Bei dem konventionellen Trappingmodell werden folgende Annahmen gemacht:

- zum Zeitpunkt $t = 0$ nach der Thermalisation befinden sich alle Positronen im defektfreien Volumen, d.h. es gibt keinen Einfang in Defekte während der Thermalisation
- es findet keine Wechselwirkung der Positronen untereinander statt
- die Defekte sind homogen verteilt und die Einfangrate κ ist proportional zur Defektdichte C : $\kappa = \mu \cdot C$ mit der defektspezifischen Einfangrate μ

Positron-Elektron-Annihilation

Bei der Annihilation werden ein Positron und ein Elektron in elektromagnetische Strahlung umgewandelt. Dieser Prozess erfolgt meistens unter der Abgabe zweier γ -Quanten, die aufgrund der Impulserhaltung in entgegengesetzte Richtungen emittiert werden. Eine Zerstrahlung in drei γ -Quanten ist um einen Faktor von der Größe der Feinstrukturkonstante $\alpha = 1/137$ unterdrückt.

Bei der Emission von zwei γ -Quanten wird die Energie im Schwerpunktsystem von der Ruhemasse m_0 und der Bindungsenergie E_B von Positron und Elektron an den Festkörper

bestimmt:

$$E_{\text{total}} = 2m_0c^2 - E_B \quad (2.4)$$

Die Transformation ins Laborsystem erfolgt durch

$$E'_{\text{total}} = \frac{E_{\text{total}}}{\sqrt{1 - v^2/c^2}}, \quad (2.5)$$

wobei v die Geschwindigkeit des Schwerpunktes bezeichnet. Der Anteil dieser Geschwindigkeit in Emissionsrichtung wird als v_L bezeichnet und trägt auf Grund des Dopplereffektes zur Energie der γ -Quanten bei (Abb. 2.12):

$$E = \frac{1}{2} E'_{\text{total}} \left(1 \pm \frac{v_L}{2c} \right). \quad (2.6)$$

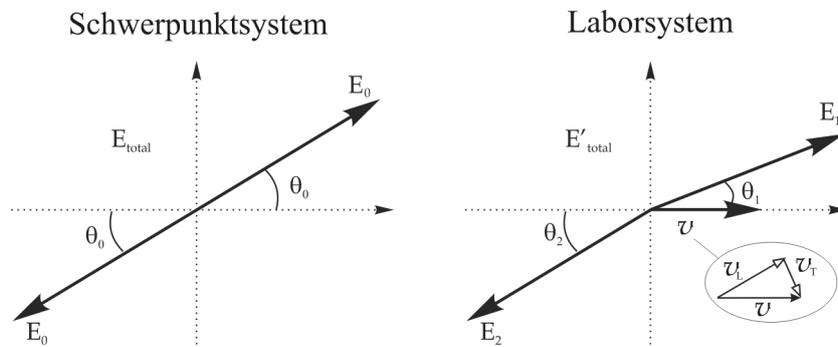


Abbildung 2.12: **Energie der γ -Quanten im Schwerpunkt- und Laborsystem.** Bei der Annihilation werden im Schwerpunktsystem (links) beide Photonen antiparallel emittiert. Im Laborsystem (rechts) dagegen kommt es aufgrund der Geschwindigkeit v des Elektron-Positron-Paares zu einer Abweichung von der Antiparallelität und einer Energieänderung der Annihilationsquanten (Dopplereffekt).

Die Annihilationslinie wird durch die Bindungsenergie E_B verschoben und durch die Geschwindigkeit v_L des Elektron-Positron-Paares verbreitert. Werden beide Werte auf Null gesetzt, ergibt sich eine Energie von $E \approx 511$ keV für jedes der zwei γ -Quanten.

Aus der Geschwindigkeit und der Masse des Elektrons ergibt sich dessen Impuls: $p = m_0v$. Die Bewegung des Positrons wird vernachlässigt, da es aufgrund seiner geringen kinetischen Energie als ruhend gegenüber dem Elektron angesehen werden kann. Die γ -Quanten werden also in erster Linie durch den Impuls des Elektrons verschoben.

In einem Gitter kann man prinzipiell von zwei Geschwindigkeitsklassen von Elektronen ausgehen. Elektronen aus dem Leitungsband sind langsam während Elektronen, die sich in Rumpforbitalen befinden, schnell sind. Dabei nimmt die Geschwindigkeit mit der Nähe zum Atomkern zu.

Zerstrahlt ein Positron in einer Leerstelle, dann kommt das Elektron mit großer Wahrscheinlichkeit aus dem Leitungsband, da die Rumpforbitale der nächsten Nachbarn weiter

entfernt sind, als wenn sich das Positron wie im ungestörten Kristall im Zwischengitterbereich, und damit näher an den Ionen aufhält. Die Dopplerverbreiterung bei annihilation in Fehlstellen ist somit geringer als bei annihilation im Zwischengitter. Eine hohe Defektkonzentration führt daher zu einer geringeren Dopplerverbreiterung.

2.5.4 Messung der Dopplerverbreiterung

Die Analyse der Dopplerverbreiterung erfolgt durch die Bestimmung der Linienformparameter. Eine Fläche symmetrisch um den mittleren Bereich unter der 511 keV Linie wird als N_S (shape) definiert, während N_W (wing) eine Fläche symmetrisch an den Rändern (Flügel) unter der 511 keV Linie ist. Daraus ergeben sich folgende Parameter:

$$S = \frac{N_S}{N} \quad W = \frac{N_W}{N}, \quad (2.7)$$

wobei N die Fläche unter der gesamten 511 keV Linie ist.

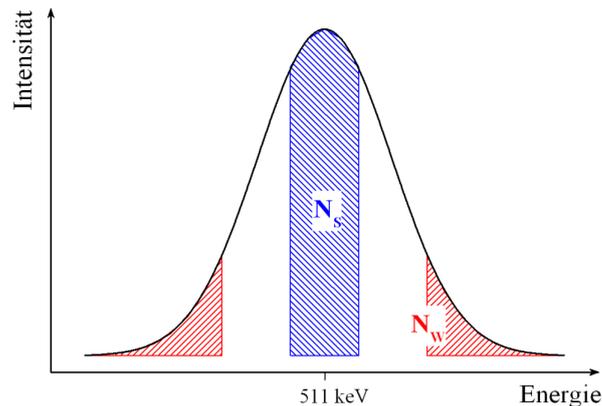


Abbildung 2.13: **Definition der Linienformparameter.** Mit Hilfe der Linienformparameter wird die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie analysiert.

Beide Parameter sind sowohl von der willkürlichen Wahl der Fenster als auch von der apparativen Auflösung stark abhängig. Die Fenster werden in der Regel so gewählt, dass der S-Parameter für ein ungestörtes Material etwa 0,5 beträgt.

Der S-Parameter ist sensitiv auf die Anzahl der Fehlstellen im Material. Nimmt die Fehlstellendichte zu, steigt die Annihilation mit Elektronen aus dem Leitungsband an. Dies führt zu einer geringeren Dopplerverbreiterung der 511 keV Linie, und somit zum Anstieg des S-Parameters.

Der W-Parameter ist dagegen stärker auf die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes sensitiv. Eine große Dopplerverschiebung der γ -Quanten wird durch die Annihilation mit Rumpfelektronen verursacht. Der Impuls der Elektronen ist dabei von der Elektronenstruktur der Elemente abhängig.

Um Messungen an verschiedenen Apparaturen besser miteinander vergleichen zu können, ist es nötig die Messergebnisse zu normieren. Normiert werden kann auf das ungestörte Material desselben Werkstoffes oder auch auf eine andere Referenz.

Anstelle dieser integralen Parameter ist auch eine spektrale Auswertung der Dopplerverbreiterung möglich. Dazu wird die Zählrate $I(E)$ eines Kanals mit der Zählrate im gleichen Kanal der Referenzlinie $I_{\text{norm}}(E)$ verglichen:

$$I_{\text{rel}} = \frac{I(E)}{I_{\text{norm}}(E)}. \quad (2.8)$$

Es ergibt sich eine zur Referenzmessung relative Impulsverteilung. Hier muss die Fläche unter dem Peak auf eins normiert werden, um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu erreichen.

Kapitel 3

Experimentelle Grundlagen

3.1 Untersuchte Materialien

3.1.1 Legierungselemente

Da die Positronenspektroskopie, insbesondere die Dopplerverbreiterung, nicht nur empfindlich auf Gitterfehlstellen reagiert, sondern auch eine elementspezifische Messmethode ist, wurden die Bestandteile (Aluminium, Kupfer, Magnesium, Silizium) der untersuchten Legierungen AA2024 und AA6013 im reinen und unverformten Zustand untersucht. Während Magnesium, Aluminium und Silizium benachbarte Hauptgruppenelemente der 3. Periode sind, ist Kupfer ein Nebengruppenelement der 4. Periode. Im Grundzustand hat Kupfer ein vollständig gefülltes 3d Orbital und ein Elektron im 4s Orbital [RIE94].

Bei Silizium muss beachtet werden, dass es im Siliziumkristall (Diamantstruktur) eine kovalente Bindung eingeht. Silizium als Legierungsbestandteil hat hingegen eine metallische Bindung.

3.1.2 Aluminium Legierung AA2024

Die Legierung AA2024 (aluminium alloy) wird im Flugzeug- und Fahrzeugbau für Bauteile eingesetzt, bei denen die Ermüdungsbeanspruchung im Zugbereich dominiert. Die AA2024-Außenhautbleche für den Flugzeugrumpf werden mit Reinaluminium walzplattiert, da die Korrosionsbeständigkeit der Legierung für diese Anwendung nicht ausreicht [ZAM02].

Bei der Legierung AA2024 sind der Aluminiummatrix 4,4 Gew. % (1,99 At. %) Kupfer sowie 1,6 Gew. % (1,8 At. %) Magnesium zulegiert [TEM01].

Das hier verwendete Probenmaterial wurde im Fertigungszustand T351 untersucht. Dieser Zustand lässt sich bei dieser Legierung durch Lösungsglühen bei 490 °C, bis ein homogener Mischkristall vorliegt, und anschließendem Abschrecken auf Raumtemperatur erreichen. Nach dem Abschrecken liegt ein übersättigter Mischkristall vor, wodurch sich die Legierung in einem metastabilen Zustand befindet. Schon bei Raumtemperatur setzt eine Entmischung ein, die zur Bildung von Ausscheidungen führt. Nach vier Tagen Auslagern bei Raumtemperatur lässt sich keine weitere Härtesteigerung feststellen und der Zustand

T3 ist erreicht. Weitere Eigenschaften von AA2024 in diesem Auslagerungszustand sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

Tabelle 3.1: **Eigenschaften der Legierungen.** Die Eigenschaften sind eng mit dem Auslagerungszustand der Legierung verknüpft. Bei der minimalen Streckgrenze und minimalen Zugfestigkeit sind Werte quer (längs) zur Walzrichtung angegeben [TEM01, ASM91].

	AA2024 T351	AA6013 T6
min. Streckgrenze [MPa]	300 (315)	340 (360)
min. Zugfestigkeit [MPa]	420 (430)	395 (400)
max. Dehnung [%]	17-19	11-13
Größe der Ausscheidung [nm]	2-3	20-30

3.1.3 Aluminium Legierung AA6013

Der Werkstoff AA6013 wurde ursprünglich in den 80er Jahren für den Automobil- und Motorradbau entwickelt. Diese Al-Mg-Si-Cu-Legierung lässt sich schweißen und besitzt zudem günstige Strangpress-Eigenschaften. Des Weiteren weist dieser Werkstoff eine im Vergleich zu AA2024 um 3% geringere Dichte auf. Aus diesen Gründen eignet er sich für moderne kostensparende Fertigungsprozesse im Flugzeugbau [ZAM02].

Bei der Legierung AA6013 wurde dem Aluminium 1 Gew. % (1,11 At. %) Magnesium, 0,8 Gew. % (0,77 At. %) Silizium und 0,9 Gew. % (0,38 At. %) Kupfer zulegiert.

AA6013 liegt im Zustand maximaler Festigkeit T6 vor, der durch Lösungsglühen bei 560 °C, Abschrecken und anschließender Warmauslagerung (4 h bei 190 °C) eingestellt wird [TEM01]. Im Vergleich zu AA2024 (Kaltauslagerung) entstehen aufgrund des Warmauslagerns grössere Ausscheidungen. Die weiteren Eigenschaften können der Tabelle 3.1 entnommen werden.

3.2 Wechselverformungsmaschine

3.2.1 Aufbau

Die Wechselverformungsmaschine ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Das obere Joch ist während der Verformung unbeweglich. Die untere Plattform wird von einem Piezostell-element nach oben gedrückt, wobei Edelstahlfedern die rückstellende Kraft erzeugen. Der Piezo hat einen maximalen Stellweg von 200 μm . Für die Experimente unter korrosiven Bedingungen wurde eine „Wanne“ konstruiert, die die untere Spannbacke umschließt, und damit der Bewegung folgt. Eine permanente Benetzung der Risspitze mit einer Lösung ist während der Ermüdung somit gewährleistet. Die Messung der Kraft erfolgt durch eine Kraftmessdose und die Auslenkung wird durch einen kapazitiven Sensor bestimmt. Sowohl die Ansteuerung des Piezos wie auch das Auslesen der Messelektronik wird durch

ein Programm realisiert. Der Aufbau ist in Arbeiten von T. Wider ausführlich beschrieben [WID96, WID99].

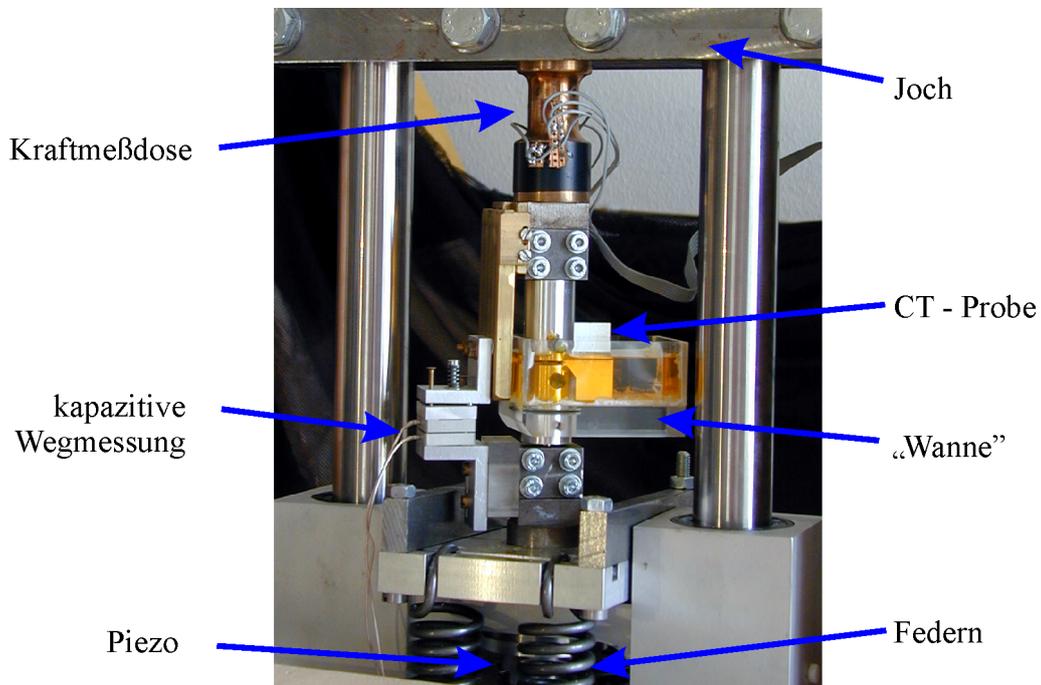


Abbildung 3.1: **Wechselverformungsmaschine.** Zu erkennen ist eine Probe, die unter korrosiven Bedingungen ermüdet wird. Der Behälter mit 3,5 %-iger NaCl-Lösung umschließt die untere Spannbacke und folgt somit der Bewegung. Dadurch ist eine permanente Benetzung der Risspitze während der Ermüdung gewährleistet.

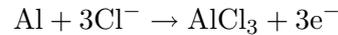
3.2.2 Proben- und Versuchsparameter

Für die Ermüdungsversuche wurde die CT-Geometrie gewählt, da so die Spannungskonzentration in der Probe berechnet werden kann. Es treten Spannungskonzentrationen an der Risspitze auf. Ein Maß für die Belastung an der Risspitze bei einer Wechselverformung ist der Wechselspannungsintensitätsfaktor ΔK [HAH76]. Unter einer Last von 500 N und bei einer Risslänge von $a = 10,5$ mm ist $\Delta K = 15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ berechnet worden [TEM01].

Die Ermüdungsriss wurden mittels eines Zug-Schwell-Versuches mit einer Oberlast von 500 N und einer Unterlast von 50 N bei einer Frequenz von einem Hertz erzeugt. Bei einer Risslänge von $a = 10,5$ mm wurde die Risserzeugung beendet.

Anschließend wurden Spannungsrelaxationsmessungen mit einer Oberlast von 200 N und einer Unterlast von 5 N vorgenommen. Der Stellweg des Piezos wurde dabei mittels einer Rechteckfunktion geregelt. Für die Haltezeit sind dabei Werte von 5 s, 0,2 s und 0,1 s gewählt worden. Die Anzahl der Zyklen während der Spannungsrelaxation betrug in der Regel 10.000.

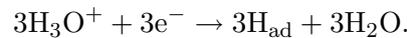
Bei der Korrosion entsteht Wasserstoff durch eine Abfolge chemischer Reaktionen. In chloridhaltigen Medien ist eine Auflösung des Aluminiums nach



möglich. Das Reaktionsprodukt AlCl_3 wird aufgrund seiner großen Löslichkeit zu $\text{Al}(\text{OH})_3$ umgesetzt:



Die entstehenden Hydroniumionen stehen in direktem Kontakt mit dem Metall und erhalten von ihm die Elektronen für die Bildung von atomarem Wasserstoff:



Der an der Oberfläche entstandene atomare Wasserstoff kann in das Material eindringen, und gibt dort sein Elektron ab [HAA01].

3.3 Zugprüfmaschine

3.3.1 Aufbau

Während dieser Diplomarbeit wurde eine Zugprüfmaschine aufgebaut, mit der verschiedenste Materialien mit nahezu beliebigen Probenquerschnitten einer Zugbelastung ausgesetzt werden können (Abb. 3.3). Der Rahmen wurde aus 42CrMo4 Stahl hergestellt und ist für eine maximale Belastbarkeit von 20 kN ausgelegt, die auch für die verwendete Kraftmessdose gilt. Der Rahmen kann durch den Einsatz von Zwischenstücken verlängert werden, wodurch der Einsatz längerer Proben ermöglicht wird.

Die Längenänderung wird mit Hilfe eines Dehnungsaufnehmers gemessen, bei dem der Abstand der Messaufnehmer sich durch Zwischenstücke variieren lässt. In der vorliegenden Arbeit betrug der Abstand in der Ruhelage 22,5 mm, mit einer maximalen Auslenkung von $\pm 2,5$ mm.

Um eine zeitlich möglichst gleichmäßige Dehnung zu erreichen wurde ein Schneckengetriebe mit einer Untersetzung von 100 : 1 konstruiert. Der Antrieb kann durch eine Bohrmaschine geschehen oder, wie im Bild zu sehen, per Hand mit Hilfe eines Ringschlüssels. Eine Umdrehung des Schneckenrades führt zu einem Hub von einem Millimeter.

3.3.2 Proben- und Versuchsparameter

Für die Zugversuche wurden Proben aus den 1,6 mm dicken Werksblechen¹ von AA2024 T351 und AA6013 T6 angefertigt. Die Probengeometrie kann der Abbildung 3.4 entnommen werden.

Während eines Zugversuches wurde die Probe um ca. 2 % gedehnt und wieder entlastet, um die Fehlstellendichte im „Positronen-Topf“ zu bestimmen. Dieser Ablauf wurde bis zum Bruch der Probe wiederholt.

¹Hersteller der Werksbleche sind Pechiney (AA2024 T351) und ALCOA (AA6013 T6)

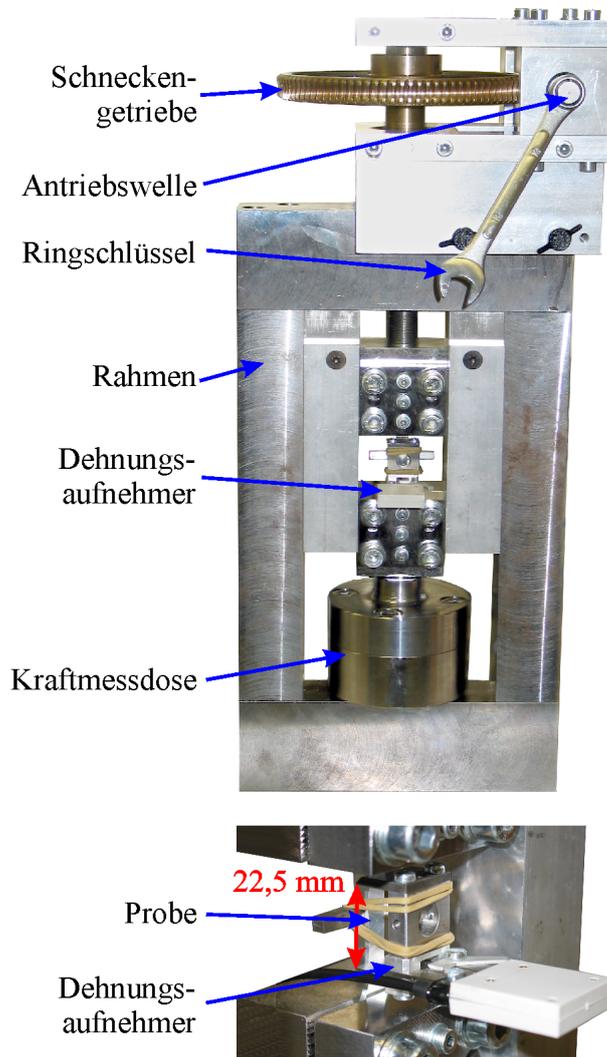


Abbildung 3.3: **Aufbau der Zugprüfmaschine.** Im oberen Bild ist die komplette Zugprüfmaschine zu sehen. Die Messwerte werden durch eine Kraftmessdose (max. 20 kN) und einen Wegaufnehmer aufgenommen. Die Dehnung der Probe erfolgt mit Hilfe eines Schneckengetriebes.

Im unteren Bild ist eine Vergrößerung des Dehnungsaufnehmers zu sehen, der direkt auf der Probe befestigt ist. Der Abstand zwischen den Messfingern des Dehnungsaufnehmers beträgt 22,5 mm, die maximale Auslenkung $\pm 2,5$ mm.

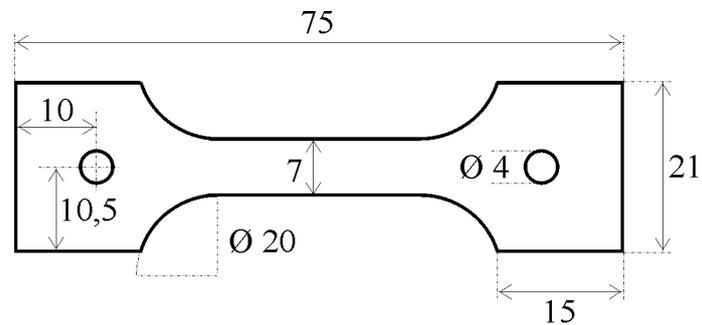


Abbildung 3.4: **Geometrie der Zugprobe.** Alle Angaben in der Zeichnung sind in Millimeter. Die Dicke der Probe beträgt 1,6 mm. Die Bohrungen dienen zum justieren der Probe in den Spannbacken. Der Dehnungsaufnehmer wird in dem 7 mm breiten Bereich angebracht.

3.3.3 Datenanalyse

Bei der Auswertung wurden die einzelnen Messabschnitte der Spannungs-Dehnungs-Kurven wieder zusammengesetzt. Dabei musste beachtet werden, dass der Dehnungsaufnehmer immer wieder auf eine Länge von 22,5 mm aufgesetzt wurde. Die tatsächliche Dehnung wurde durch

$$\epsilon = (1 + \epsilon_b) \cdot \epsilon_{\text{mess}} + \epsilon_b \quad (3.1)$$

berechnet, wobei ϵ_b die gesamte Dehnung ist, die bis zum Ende der letzten Messung erreicht wurde, und ϵ_{mess} die bei der aktuellen Messung ermittelte Dehnung ist.

Um die Spannung zu ermitteln, wurde nach jeder Messung der Querschnitt der Probe an einem fest vorgegebenen Punkt bestimmt. Die ungleichmäßige Änderung des Probenquerschnitts wurde vernachlässigt.

3.4 „Positronen-Topf“

3.4.1 Aufbau

Die Messungen der Dopplerverbreiterung wurde im „Positronen-Topf“ durchgeführt, bei dem es sich um einen Vakuumrezipienten mit einem Durchmesser von 40 cm und einer Höhe von 25 cm handelt (Abb. 3.5). In dem Topf werden die Proben in der Mitte des Bodens platziert. Die Positronenquelle kann direkt auf die Probe gelegt werden.

Die in den unteren Halbraum emittierten Positronen gelangen vollständig in die Probe. Die Zerstrahlungsquanten werden mit einem Germaniumdetektor registriert, der fast die Hälfte des Raumwinkels erfasst. Die in den oberen Halbraum emittierten Positronen zerstrahlen in der Wand oder im Deckel des Topfes. Der Raumwinkelanteil des Detektors liegt für die hier entstehenden γ -Quanten unter 2 %. Der dadurch entstehende Fehler kann vernachlässigt werden [ZAM02].

Der Vorteil dieses Aufbaus liegt darin, dass die Quelle einfach auf eine Probe gelegt werden kann und die Probengeometrie damit beliebig ist. Es erübrigt sich, die Quelle zwischen zwei identischen Proben zu positionieren (Sandwich-Geometrie).

Die Signale des Germaniumdetektors werden verstärkt und von einem ADC² digitalisiert. Mit einer MCA³-Karte liest ein Computer die Werte ein und speichert diese zur späteren Auswertung ab.

Um Schwankungen der Elektronik auszugleichen, wird während der Messung immer eine ⁷Be Monitorlinie bei 478 keV mit detektiert. Ein Stabilisator analysiert die vom ADC digitalisierten Werte, bestimmt die Abweichung der Monitorlinie von einem Sollwert und gleicht diese gegebenenfalls aus. Die ⁷Be-Quelle ist direkt am Detektor angebracht.

Details zum Aufbau des „Positronen-Topfes“ sind in [BOM00] beschrieben.

²Analog-Digital-Converter

³Multi-Channel-Analyser



Abbildung 3.5: „**Positronen-Topf**“. Im oberen Bild ist der „Positronen-Topf“ von außen zu sehen. Er hat eine Höhe von 25 cm und einen Durchmesser von 40 cm. Die Detektion der γ -Quanten erfolgt mit Hilfe eines Germaniumdetektors.

Im unteren Bild ist der „Positronen-Topf“ von Innen zu sehen. Die Probe wird in die Mitte des Bodens, direkt über den Germaniumdetektor gelegt. Die Positronenquelle (grün) wird direkt auf der Probe platziert.

3.4.2 Datenanalyse

Relative Effizienz

Zur Vorbereitung der Auswertung wurde die relative Effizienz, d.h. die energieabhängige Effizienz des Germaniumdetektors bestimmt. Dies erfolgte mit einer ^{152}Eu -Quelle. In Tabelle 3.2 sind die ermittelten Werte zusammengefasst. Die relative Effizienz ergibt sich aus dem Quotienten der gemessenen I_{Mes} und der in der Literatur angegebenen relativen Intensitäten I_{Lit} der Peaks der ^{152}Eu -Quelle. An die Werte wurde ein exponentieller Abfall gefittet (Abb. 3.6). Damit lässt sich die relative Effizienz durch folgende analytische Funktion ausdrücken:

$$\text{rel. Eff.} = (0,90 \pm 0,02) + (5,67 \pm 0,09) \cdot \exp^{-E/(374 \pm 8)\text{keV}}. \quad (3.2)$$

Auf Grund der relativen Effizienz des Germaniumdetektors ist eine Korrektur der γ -Spektren nötig, welche im weiteren Verlauf dieser Arbeit durch den hier ermittelten Zusammenhang vorgenommen wurde.

Berechnung des S-Parameter

Bei der Bestimmung der S-Parameter wurden die Auswertefenster so gewählt, dass man im unverformten Reinstaluminium (Al5N) einen Wert von ca. 0,5 erhält (vgl. S. 22). Die

Tabelle 3.2: **Messwerte zur relativen Effizienz.** Die relativen Intensitäten I_{Lit} und I_{Mes} wurde auf den Wert 1000 bei der Energie 1407,54 keV normiert.

E [keV]	Channel	I_{Lit}	I_{Mes}
121,78	$558,42 \pm 0,02$	1360	6778 ± 100
244,93	$1127,70 \pm 0,02$	359	1460 ± 18
344,47	$1588,91 \pm 0,02$	1280	3961 ± 47
444,08	$2050,68 \pm 0,02$	148	373 ± 4
778,87	$3602,18 \pm 0,02$	622	988 ± 11
867,83	$4012,01 \pm 0,02$	199	293 ± 3
963,93	$4459,95 \pm 0,02$	693	944 ± 10
1085,60	$5024,29 \pm 0,02$	475	598 ± 7
1111,85	$5145,83 \pm 0,03$	649	777 ± 9
1407,54	$6517,14 \pm 0,02$	1000	1000 ± 11

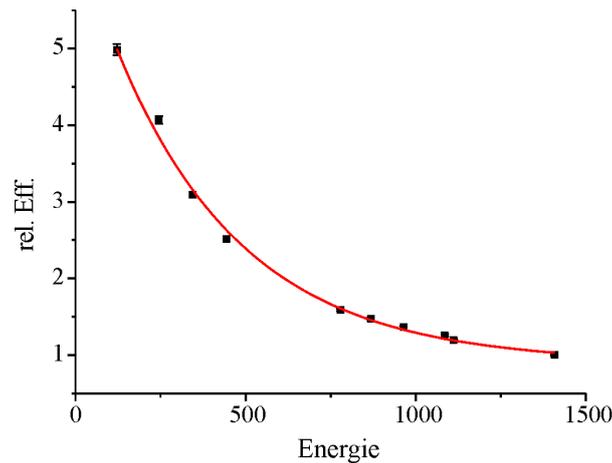


Abbildung 3.6: **relative Effizienz.** Der Graph zeigt die von der Energie abhängige Effizienz des Germaniumdetektors.

511 keV Linie wurde über einen Bereich von 220 Kanälen ausgewertet, welcher einer Energie von 14,5 keV entspricht. Die Fensterbreite für den S-Parameter betrug 26 Kanäle ($\cong 1,7$ keV). Beim ${}^7\text{Be}$ -Peak wurde eine Linienbreite von 90 Kanälen ($\cong 5,9$ keV) und eine Fensterbreite für den S-Parameter von 10 Kanälen ($\cong 0,7$ keV) verwendet.

Um die Detektorauflösung bei der Auswertung zu berücksichtigen, wurden die S-Parameter für die 511 keV Linie und für die ${}^7\text{Be}$ -Linie bestimmt. Da die ${}^7\text{Be}$ -Linie aus einem γ -Zerfall stammt, sollten keine Veränderungen im S-Parameter auftreten. Treten dennoch Schwankungen auf, können diese auf eine geänderte Detektorauflösung zurückgeführt werden.

Um eine Korrelation zwischen den Schwankungen im S-Parameter der ${}^7\text{Be}$ -Linie und

dem der 511 keV Linie aufzustellen, wurde eine Messreihe bei verschiedenen Auflösung der Apparatur durchgeführt (Abb. 3.7). Die Detektorauflösung wurde über die Totzeit durch unterschiedlich starke Quellen beeinflusst. Unter der Annahme, dass eine lineare Abhängigkeit vorliegt, kann eine Korrektur für den S-Parameter der 511 keV Linie vorgenommen werden:

$$\text{S-Parameter}_{511, \text{korr}} = \text{S-Parameter}_{511} + a \cdot (b - \text{S-Parameter}_{7\text{Be}}) \quad (3.3)$$

Der Parameter a ist die Steigung der Gerade, die sich aus der Annahme der Linearität ergibt, während b ist der Mittelwert des S-Parameters der ${}^7\text{Be}$ -Linie ist.

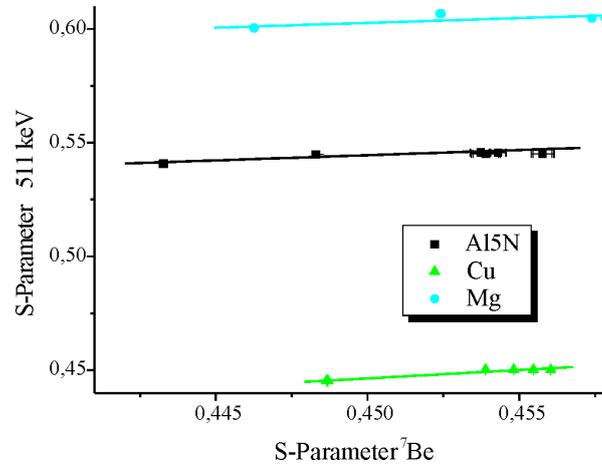


Abbildung 3.7: **Abhängigkeit des S-Parameters von der Geräteauflösung.** Drei verschiedene Materialien wurden bei verschiedenen Geräteauflösungen gemessen. Die Proportionalitätskonstante a (Steigung) ist nahezu gleich.

Um die Messwerte vergleichen zu können wird der korrigierte S-Parameter normiert. In der vorliegenden Arbeit wurde dafür weichgeglühtes Reinstaluminium (Al5N) verwendet.

Relative Impulsverteilung

Mehr Informationen als durch die integralen S- und W-Parameter erhält man, durch die Analyse der Form der Annihilationslinie im zugänglichen Impulsbereich. Dafür wird die Fläche unter dem 511 keV Peak auf eins normiert, um anschließend die Zählraten im gleichen Kanal zweier γ -Spektren zu vergleichen. Um den Vergleich durchführen zu können, ist es nötig, den Untergrund der γ -Spektren sehr genau zu ermitteln.

Durch Comptonstreuung der γ -Quanten außerhalb des Ge-Detektors geben diese einen Teil ihrer Energie ab. Dies führt zur Detektion eines γ -Quants geringerer Energie. Bei einem scharfen δ -Peak kann dieser Effekt durch eine Stufenfunktion im Untergrund ausgedrückt werden, da durch die Comptonstreuung eine kontinuierliche Energieabgabe erfolgt. Im Fall eines Peaks mit einer bestimmten Halbwertsbreite muss die Stufe zusätzlich mit diesem Peak gefaltet werden (Abb. 3.8) [PHI76]. Der so ermittelte Untergrund wird von den Messwerten abgezogen.

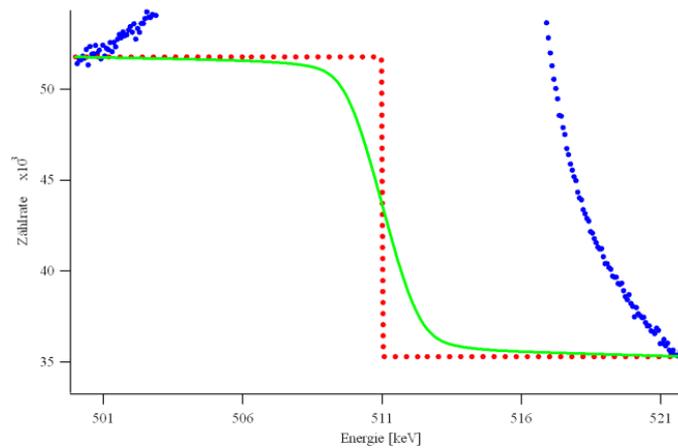


Abbildung 3.8: **Stufenfunktion im Untergrund eines γ -Spektrums.** Aufgrund einer kontinuierlichen Energieabgabe der γ -Quanten durch Comptonstreuung außerhalb des Detektors wird eine Stufenfunktion (rot) im Untergrund erzeugt. Im vorliegenden Fall wurde die Stufenfunktion mit dem über ihr liegenden Peak (blau) gefaltet (grün).

Da durch kleine Schwankungen in der Verstärkung das Verhältnis Energie pro Kanal variiert, ist es nötig, den Messwerten Energien mit einem festen Abstand zuzuordnen. Gleichzeitig wurde das Maximum des Peaks auf einen festen Kanal verschoben. Die Anzahl der Counts bei diesen Energien wurde dabei mittels einer Gerade durch die nächstgelegenen Kanäle bestimmt.

Zur Vergleichbarkeit wird die Fläche unter dem Peak auf eins normiert. Die so korrigierten und normierten Linien können nun miteinander verglichen werden. Die Referenzlinie wird nach der Art des zu untersuchenden Effektes ausgewählt. In der vorliegenden Arbeit wurde zur Untersuchung von verschiedenen Materialien Al₅N als Referenzlinie gewählt. Bei der Untersuchung der Defekte, die bei der plastischen Verformung entstehen, wurde auf das unverformte, chemisch identische Material normiert.

Kapitel 4

Zugversuche

4.1 Unverformte Materialien

Die Annihilationsspektren für die Positronenspektroskopie wurden im „Positronen-Topf“ mit Positronen einer ^{68}Ge -Quelle ($E_{\text{max}} = 1,89 \text{ MeV}$) aufgenommen. Jedes Spektrum hat im 511 keV-Peak ca. 60 Millionen Ereignisse. Das entspricht im Mittel bei 511 keV ca. 1,5 Millionen und bei 516 keV ca. 5.000 Ereignissen.

Zur qualitativen Bewertung der ermittelten Daten aus der Positronenspektroskopie wurden zuerst die undeformierten Legierungen AA2024 und AA6013 sowie deren Legierungsbestandteile Aluminium, Kupfer, Magnesium und Silizium untersucht. Bei der Auswertung der Daten wurden der relative S-Parameter und die relative Impulsverteilung der Legierungen bestimmt. Normiert wurde jeweils auf unverformtes, weichgeglühtes Reinstaluminium (Al5N). Die Ergebnisse für den relativen S-Parameter sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Die relative Impulsverteilung für AA2024 zeigt Abbildung 4.1 und für AA6013 Abbildung 4.2. In den Abbildungen sind zusätzlich die Impulsverteilungen für die jeweiligen Legierungsbestandteile mit dargestellt. Die Skalierung für Kupfer erfolgt auf der rechten Achse.

Für Al5N ist aufgrund der Normierung der relative S-Parameter und die relative Impuls-

Tabelle 4.1: **S-Parameter der unverformten Materialien.** Alle S-Parameter sind auf Al5N normiert, und deren Fehler beträgt 0,001. Zusätzlich sind die Atomanteile der Elemente an den Legierungen angegeben.

Material	Al5N	Cu	Mg	Si	
AA2024	96,21 At.%	1,99 At.%	1,80 At.%	—	1,004
AA6013	97,74 At.%	0,38 At.%	1,11 At.%	0,77 At.%	1,030
	1,000	0,821	1,111	1,006	S/S _{Al5N}

verteilung über den gesamten Energiebereich eins. Kupfer hat relativen S-Parameter kleiner eins, und bei der relativen Impulsverteilung tritt ein ausgeprägtes Maximum bei einer Energie von 514,5 keV auf. Beide Phänomene sind auf die 3d - Elektronen zurückzuführen, die

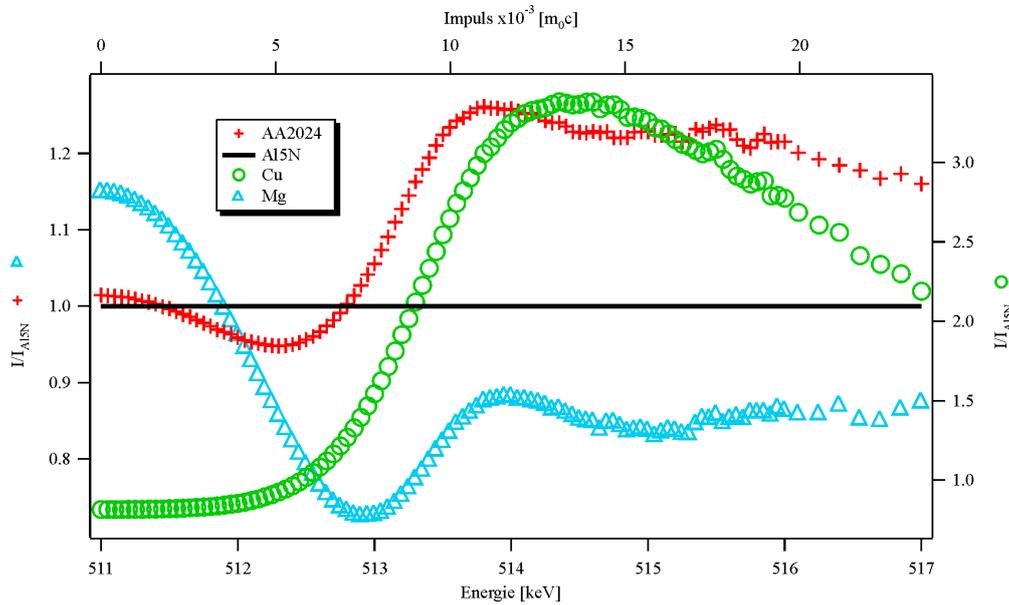


Abbildung 4.1: **Relative Impulsverteilung von AA2024 und den Legierungselementen.** Normiert ist auf Al5N. Kupfer ist auf der rechten Achse skaliert. Der Linienverlauf von Kupfer ist auf die bei Aluminium nicht vorhandenen d-Elektronen zurückzuführen. Es ist zu erkennen, wie sich die Linienstrukturen von Kupfer und Magnesium in der relativen Impulsverteilung der Legierung AA2024 überlagern.

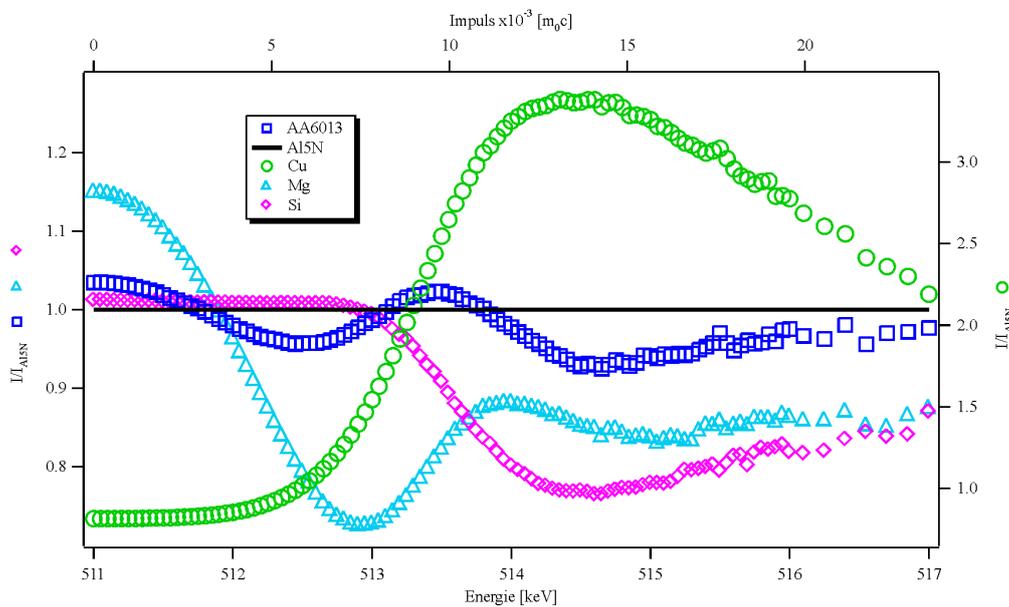


Abbildung 4.2: **Relative Impulsverteilung von AA6013 und den Legierungselementen.** Normiert ist auf Al5N. Kupfer ist auf der rechten Achse skaliert. Auch hier überlagern sich die Linienstrukturen von Kupfer und Magnesium in der relativen Impulsverteilung der Legierung AA6013. Ein signifikanter Einfluss von Silizium ist nicht zu erkennen.

bei keinem der anderen untersuchten Elemente vorhanden sind.

In den undeformierten Legierungen werden im jeweiligen Auslagerungszustand alle Positronen in und an den Ausscheidungen eingefangen [DLU79, DLU81]. Daher sind der relative S-Parameter und die relative Impulsverteilung durch die Gitterfehler in und an Ausscheidungen sowie durch die Fremdatome in der Nähe des Annihilationsortes bestimmt. Durch die abweichende chemische Zusammensetzung ergeben sich für die untersuchten Legierungen unterschiedliche relative S-Parameter und relative Impulsverteilungen. Bei AA6013 z.B. liegt der S-Parameter gegenüber AA2024 um 2,6 % höher.

In beiden Legierungen ist das Aluminiumgitter an den teilkohärenten Ausscheidungen gestört, und der S-Parameter sollte aufgrund dessen größer eins sein. Der nur leicht über eins liegende S-Parameter von AA2024 wird stark durch Kupfer beeinflusst, welches einen S-Parameter viel kleiner eins hat. In AA6013 ist der prozentuale Anteil von Kupfer geringer, was den gegenüber AA2024 höheren S-Parameter verursacht. Inwieweit die unterschiedlichen Ausscheidungsgrößen und der abweichende Gesamtanteil der zulegierten Elemente einen Einfluss haben, kann aus diesen Messungen nicht ermittelt werden.

Bei der relativen Impulsverteilung von AA2024 sieht man den Einfluss des Kupfers darin, dass I/I_{Al5N} bei höheren Energien größer eins ist (Abb. 4.1). Das Minimum von I/I_{Al5N} für AA2024 bei 512,3 keV und das Maximum bei 513,8 keV spiegeln den Einfluss des Magnesium (512,9 keV und 514 keV) wieder. Die Verschiebung des Minimums zu niedrigeren Energien kann durch den starken Anstieg der relativen Impulsverteilung von Kupfer bedingt sein. Das Maximum sollte dann zu höheren Energien verschoben sein, was aber nicht der Fall ist.

In AA6013 ist weniger Kupfer zulegiert, wodurch der Anstieg der relativen Impulsverteilung bei hohen Energien geringer ausfällt (Abb. 4.2). Der Einfluss des Magnesiums ist wiederum in den Extrema zu sehen. Das Minimum von I/I_{Al5N} für AA6013 liegt bei 512,5 keV. Die im Vergleich zu AA2024 geringere Verschiebung zu kleineren Energien kann an dem geringeren Einfluss des Kupfers liegen. Das Maximum liegt bei 513,5 keV. Hier ist die Verschiebung zu kleineren Energien größer. Dies fällt mit dem Abfall der relativen Impulsverteilung des Siliziums zusammen. Eine Verknüpfung dieser Beobachtungen ist jedoch nicht möglich, da Silizium im reinen Zustand kovalente, und in der Legierung metallische Bindungsverhältnisse eingeht.

4.2 Zugverformtes AA2024

Nach den Betrachtungen an den undeformierten Materialien sollen nun die zugverformten Legierung untersucht werden. Eine kontrollierte Dehnung der Proben erfolgte mit Hilfe der Zugprüfmaschine. Für die Positronenspektroskopie wurde bei Dehnungen in Abständen von ca. 2 % ein γ -Spektrum aufgenommen. Um Aussagen über den Einfluss der Aluminiummatrix auf die Deformation machen zu können wurde zusätzlich gewalztes Aluminium (50 % Dickenreduktion) untersucht.

Durch die Versuche zur Zugverformung konnten sowohl die mechanischen Materialeigenschaften, wie auch die Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters und der relativen

Impulsverteilung bestimmt werden. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist in Abbildung 4.3 (oben) dargestellt, indem auch der Zusammenhang zwischen dem relativen S-Parameter und der Dehnung verdeutlicht wird. Der Zusammenhang zwischen relativen S-Parameter und Spannung ist in der Abbildung 4.3 (unten) dargestellt. Abbildung 4.4 zeigt die relative Impulsverteilung von undeformierten und verformten AA2024 und Al5N. Die Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA2024 zeigt Abbildung 4.5. In dieser Abbildung wird auf undeformiertes AA2024 normiert.

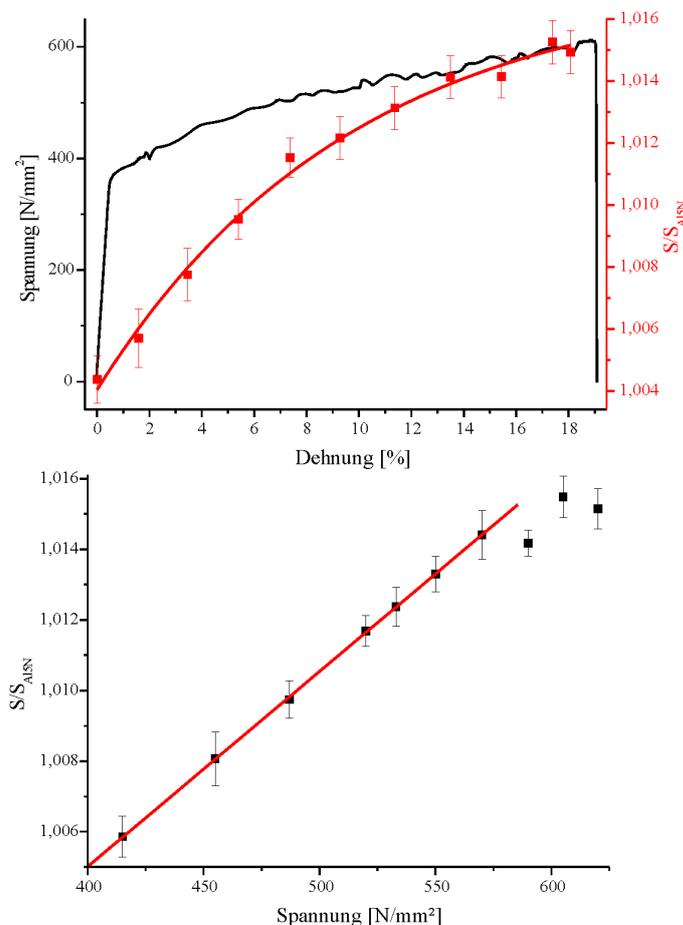


Abbildung 4.3: **Spannungs-Dehnungs-Diagramm für AA2024 korreliert mit dem S-Parameter.** Die obere Abbildung zeigt sowohl die Spannung als auch den S-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung. Der S-Parameter steigt an und scheint bis zum Bruch keinen Sättigungswert zu erreichen.

In der unteren Abbildung ist der S-Parameter in Abhängigkeit von der Spannung aufgetragen. Es zeigt sich ein linearer Zusammenhang bis zu einer Spannung von 570 N/mm².

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm von AA2024 zeigt einen typischen Verlauf (Abb. 4.3 oben). Bei Dehnungen kleiner 0,5 % tritt eine elastische Verformung auf, die durch einen linearen Zusammenhang gekennzeichnet ist. Bei größeren Dehnungen tritt eine plastische Verformung ein. Die Spannung steigt infolge der Verfestigung weiter an. Die sich aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm ergebenden Materialeigenschaften sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Der durch die Positronenspektroskopie ermittelte relative S-Parameter steigt mit zunehmender Dehnung an, und erreicht keinen erkennbaren Sättigungswert (Abb. 4.3 oben). Wird der S-Parameter gegen die Spannung aufgetragen, ist ein Abknicken bei Spannungen

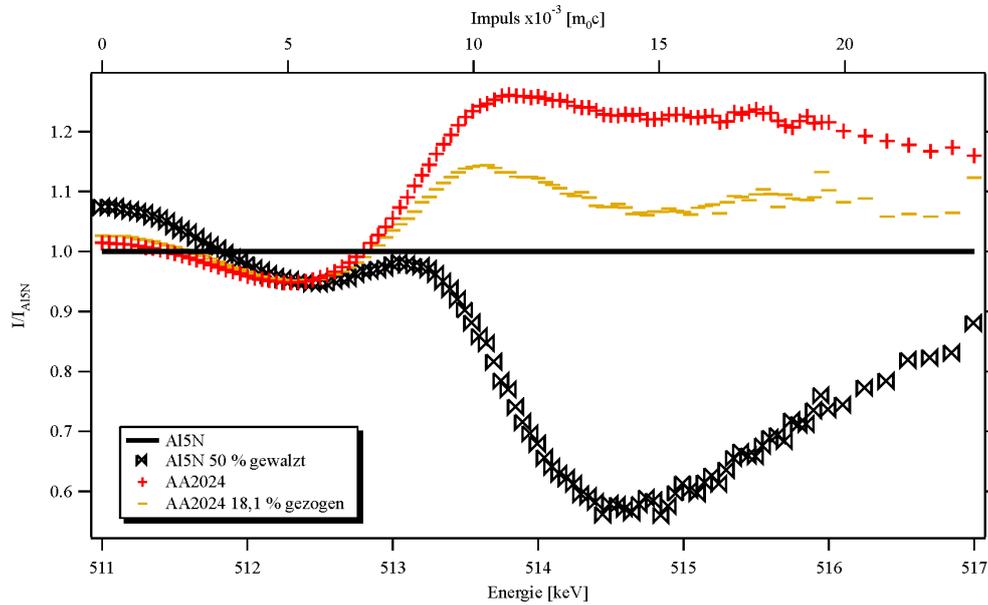


Abbildung 4.4: **Relative Impulsverteilung von unverformtem und verformtem AA2024 und Al5N.** Normiert ist auf unverformtes Al5N. Die relativen Impulsverteilungen von verformtem AA2024 und Al5N steigen bei kleinen Impulsen leicht an, während sie bei hohen Impulsen signifikant abfallen.

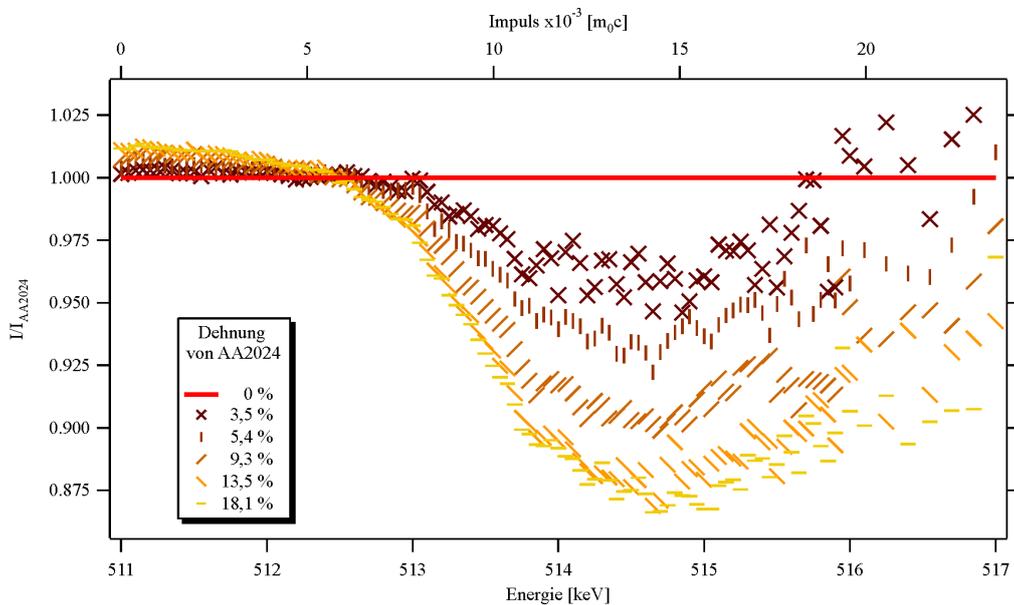


Abbildung 4.5: **Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA2024.** Normiert ist auf unverformtes AA2024. Alle Kurven schneiden sich bei 512,5 keV. Das Minimum bei 514,7 keV wird mit steigender Dehnung ausgeprägter. Bei 13,5 % setzt offensichtlich eine Sättigung ein.

Tabelle 4.2: **Materialeigenschaften von AA2024.** Es werden die gemessenen Werte den Literaturwerten gegenübergestellt. Die Literaturwerte für die Streckgrenze und die Zugfestigkeit sind minimale Werte, wodurch sich die starken Abweichungen erklären [TEM01].

		Messwert	Literaturwert
Elastizitätsmodul	[MPa]	$72,3 \pm 0,1$	72,4
Streckgrenze	[MPa]	350 ± 10	315
Zugfestigkeit	[MPa]	610 ± 10	430
Bruchdehnung	[%]	$19,1 \pm 0,1$	18 - 20

größer 570 N/mm^2 zu erkennen (Abb. 4.3 unten).

Die relativen Impulsverteilungen von deformiertem AA2024 und Al5N steigen bei kleinen Impulsen leicht an, während sie bei großen Impulsen signifikant abfallen (Abb. 4.4). Die Kurve von deformiertem AA2024 verläuft immer zwischen dem undeformierten AA2024 und dem deformierten Al5N.

Bei der dehnungsabhängigen Darstellung der relativen Impulsverteilung befindet sich ein Minimum bei einer Energie von $514,7 \text{ keV}$ ($\hat{=} 14,5 \cdot 10^{-3} m_0c$) (Abb. 4.5). Dieses wird mit zunehmender Dehnung immer ausgeprägter, bis bei einer Dehnung von ca. 13,5 % eine Sättigung eintritt. Der Schnittpunkt aller Kurven liegt bei $512,5 \text{ keV}$ ($\hat{=} 5,5 \cdot 10^{-3} m_0c$).

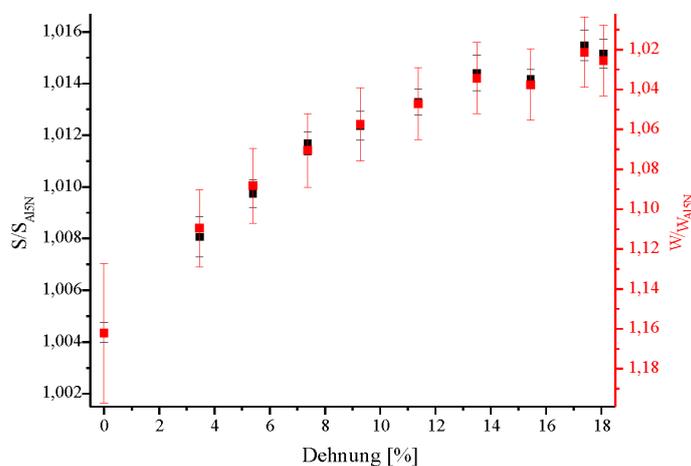


Abbildung 4.6: **S- und W-Parameter von AA2024 in Abhängigkeit von der Dehnung.** Der W-Parameters ist invers skaliert. Es lässt sich ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter schlussfolgern.

Zur genaueren Untersuchung des dehnungsabhängigen Verlaufs der Minima im Bereich von $514,5$ bis $515,1 \text{ keV}$ wurde der W-Parameter für dieses Energiefenster bestimmt (Abb. 4.5). Die Abhängigkeit von S- und W-Parameter von der Dehnung ist in Abbildung 4.6

dargestellt, in der der W-Parameter invers aufgetragen ist. Aus dem gleichen Verlauf der Kurven geht ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter hervor.

4.3 Zugverformtes AA6013

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm für AA6013 ist in Abbildung 4.7 dargestellt. Zusätzlich zeigt es den Zusammenhang zwischen dem relativen S-Parameter und der Dehnung. Die relative Impulsverteilung von unverformtem und verformtem AA6013 und Al5N ist in Abbildung 4.8 dargestellt. Abbildung 4.9 zeigt die Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA6013. Dafür wurde auf undeformiertes AA6013 normiert.

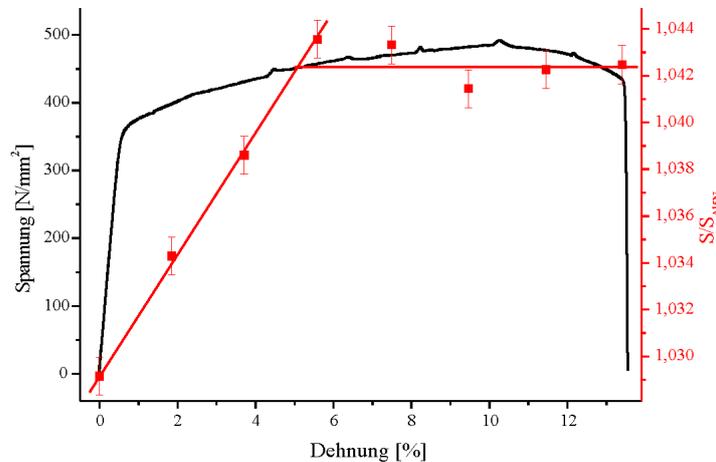


Abbildung 4.7: **Spannungs-Dehnungs-Diagramm für AA6013 korreliert mit dem S-Parameter.** Der S-Parameter steigt linear bis zu einer Dehnung von 5,6 %. Bei weiterer Dehnung tritt keine messbare Veränderung mehr auf.

Bei AA6013 liegt eine elastische Verformung bis zu einer Dehnung von 0,6 % vor (Abb. 4.7). Bei größeren Dehnungen wird die Probe plastisch verformt, wobei die Spannung infolge der Verfestigung weiter ansteigt. Ab ca. 10 % fällt die Spannung wieder ab, bis es bei 13,5 % zum Bruch kommt. Die gemessenen Materialeigenschaften sind in Tabelle 4.3 zusammenstellt.

Der Anstieg des S-Parameters gegen die Dehnung erfolgt erst linear, und erreicht bei einer Dehnung von ca. 5 % die Sättigung (Abb. 4.7). Bei grösseren Dehnungen ist keine messbare Veränderung der S-Parameter mehr zu beobachten.

Die relativen Impulsverteilungen von deformiertem AA6013 und Al5N steigen bei kleinen Impulsen leicht an, und fallen bei großen Impulsen stark ab (Abb. 4.8). Bemerkenswert ist, dass die Kurve von deformiertem AA6013 bei Energien von 512,3 bis 513,3 keV nicht zwischen den Kurven von undeformiertem AA6013 und deformiertem Al5N verläuft.

Die dehnungsabhängigen relativen Impulsverteilungen haben ein Minimum bei einer Energie von 515 keV ($\hat{=} 15,5 \cdot 10^{-3} m_0c$) (Abb. 4.9). Dieses wird mit zunehmender Dehnung

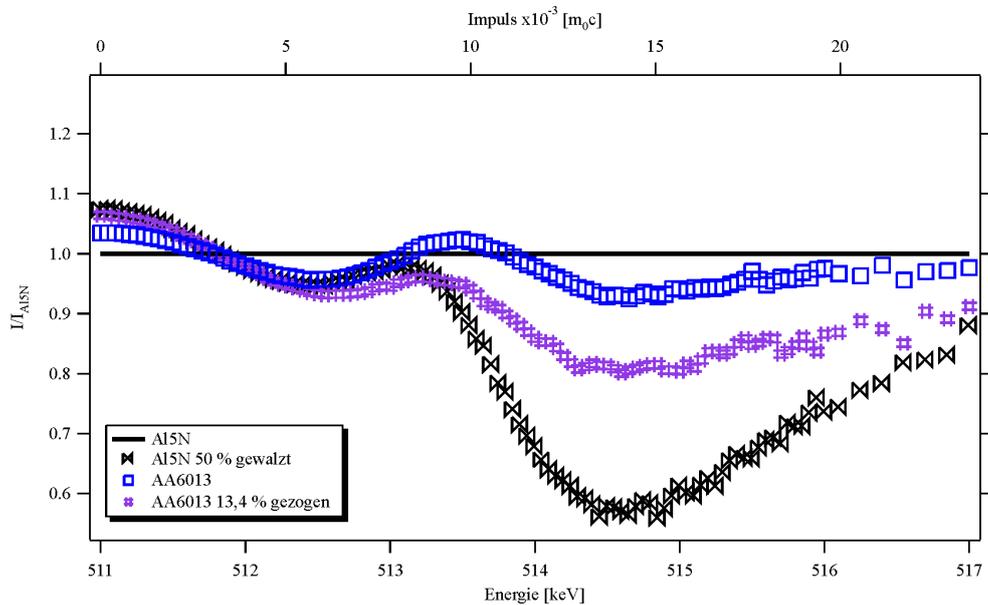


Abbildung 4.8: **Relative Impulsverteilung von unverformtem und verformtem AA6013 und AL5N.** Normiert ist auf undeformiertes AL5N. Die relativen Impulsverteilungen von deformiertem AA6013 und AL5N steigen bei kleinen Impulsen leicht an, und nehmen bei großen Impulsen signifikant ab.

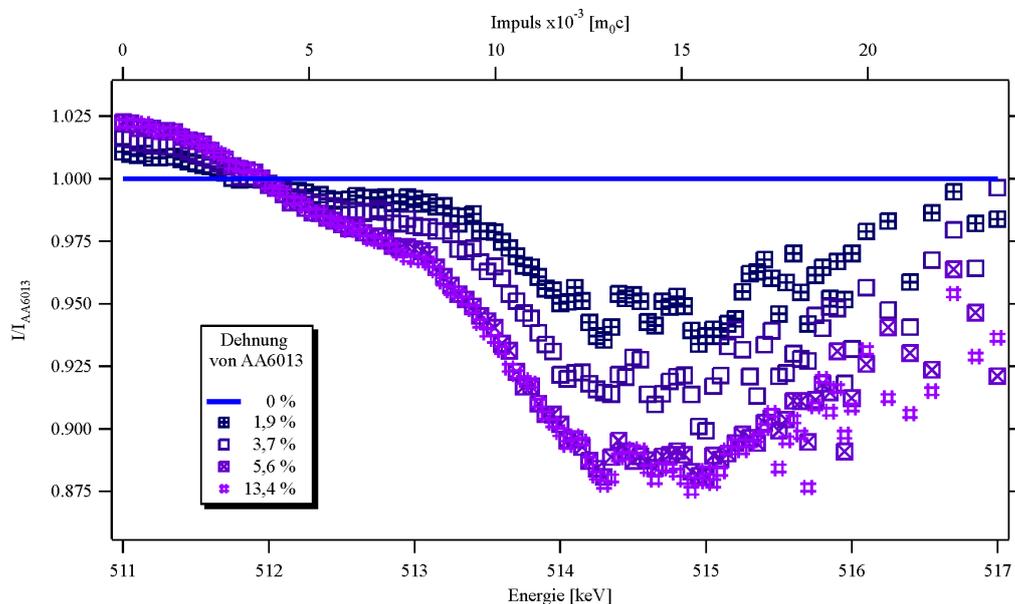


Abbildung 4.9: **Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA6013.** Normiert ist auf unverformtes AA6013. Alle Kurven schneiden sich bei 512 keV. Das Minimum bei 515 keV wird mit der Dehnung ausgeprägter, wobei bei 5,6 % eine Sättigung einsetzt. Bei kleinen Dehnungen tritt eine Schulter bei 513 keV auf, die zu größeren hin abflacht.

Tabelle 4.3: **Materialeigenschaften von AA6013.** Es werden die gemessenen Werte den Literaturwerten gegenübergestellt. Die Literaturwerte für die Streckgrenze und die Zugfestigkeit sind minimale Werte, wodurch sich die starken Abweichungen erklären [TEM01].

		Messwert	Literaturwert
Elastizitätsmodul	[MPa]	$66,3 \pm 0,1$	—
Streckgrenze	[MPa]	350 ± 10	360
Zugfestigkeit	[MPa]	485 ± 10	400
Bruchdehnung	[%]	$13,5 \pm 0,1$	11 - 13

immer ausgeprägter, bis bei einer Dehnung von etwa 5,6 % eine Sättigung eintritt. Der Schnittpunkt aller Kurven ist bei 512 keV ($\cong 3,9 \cdot 10^{-3} \text{ m}_0\text{c}$). Bei kleiner Dehnung lässt sich eine Schulter bei einer Energie von 512,5 keV ($\cong 6,0 \cdot 10^{-3} \text{ m}_0\text{c}$) erkennen, die zu größeren Dehnungen hin immer mehr abflacht.

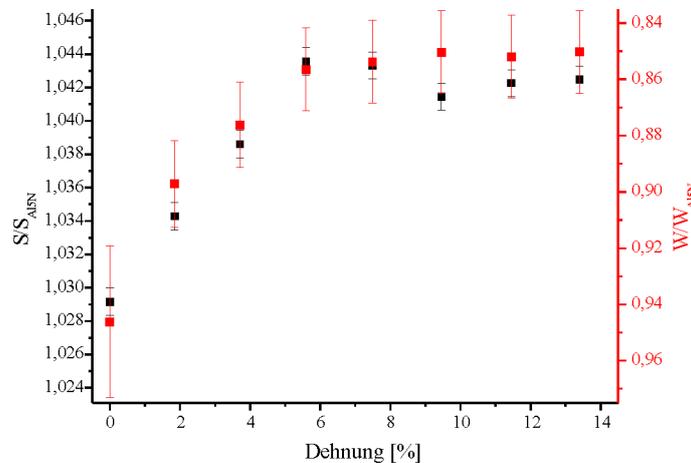


Abbildung 4.10: **S- und W-Parameter von AA6013 in Abhängigkeit von der Dehnung.** Der W-Parameter ist invers skaliert. Ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter lässt sich schlussfolgern.

Zur genaueren Untersuchung des Verlaufs der Minima im Energiebereich von 514,5 bis 515,1 keV wurde für dieses Energiefenster der W-Parameter bestimmt (Abb. 4.9). Abbildung 4.10 zeigt den S- und W-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung, wobei der W-Parameter invers aufgetragen ist. Es lässt sich ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter erkennen.

4.4 Diskussion der Ergebnisse

Der Einfluss der Legierungselemente auf die relativen S-Parameter und die relativen Impulsverteilungen der undeformierten Legierungen ist in Tabelle 4.1 und den Abbildungen 4.1 und 4.2 zu erkennen. Die unterschiedliche Stärke des Einflusses ist auf die ungleichen prozentualen Atomanteile der Legierungselemente und die unterschiedlichen Positronenaffinitäten zurückzuführen.

Bei den relativen Impulsverteilungen der undeformierten Legierungen war der Einfluss des Magnesiums durch die Maxima bei Energien von 512,9 keV (AA2024: 512,3 keV; AA6013: 512,5 keV) und 514 keV (AA2024: 513,8 keV; AA6013: 513,5 keV) zu erkennen (Abb. 4.1, 4.2). Da das Minimum in den relativen Impulsverteilungen der Legierungen bei niedrigeren Energien lag, wurde durch den Einfluss des Kupfers begründet.

Im Zusammenhang mit der relativen Impulsverteilung von deformiertem Reinstaluminium (Al5N), welche im Energiebereich von 513,6 keV bis 514,2 keV stark abfällt, kann nun die Verschiebung der Maxima, zu niedrigeren Energien, erklärt werden (Abb. 4.4, 4.8). Ein Einfluss von deformiertem Aluminium ergibt sich durch die Fehlstellen, die in den undeformierten Legierungen um die Ausscheidungen herum, in der Aluminiummatrix existieren.

Bei der Deformation der Legierungen wurde ein Anstieg des relativen S-Parameters von AA2024 und AA6013 in Abhängigkeit der Dehnung beobachtet, welcher auf die Erhöhung der Fehlstellendichte infolge der plastischen Verformung zurückgeführt werden kann (Abb. 4.3, 4.7). Das unterschiedliche Sättigungsverhalten lässt sich durch die zwischen den Legierungen abweichende Ausscheidungsverteilung erklären.

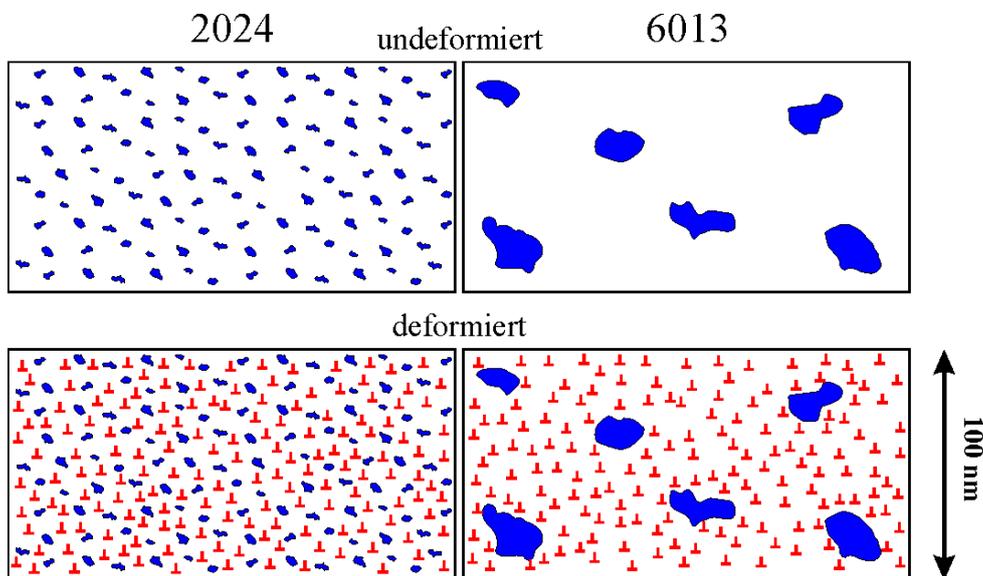


Abbildung 4.11: **Schematischer Schnitt durch die Legierungen.** Die Ausscheidungen sind blau dargestellt. Infolge der unterschiedlichen Größe der Ausscheidungen, aufgrund verschiedener Temperaturbehandlung, und dem ungleichen Anteil an zulegierten Elementen ergibt sich die abweichende Ausscheidungsverteilung.

Abbildung 4.11 stellt einen schematischen Schnitt durch die Legierungsmatrix dar. Bei AA2024 sind die Ausscheidungen viel kleiner als bei AA6013 und der Anteil der zulegierten Elemente ist größer. Daraus ergibt sich eine unterschiedliche Verteilung der Ausscheidungen in der Matrix. Während die Ausscheidungen unverändert bleiben, werden durch die Verformung Versetzungen in die Aluminiummatrix eingebracht.

Dringt ein Positron in die Matrix ein, befindet es sich nach dem Trapping-Modell zunächst im fehlerfreien Material (Bulkzustand). Durch die diffusive Bewegung der Positronen und des attraktiven Potentials der Ausscheidungen entvölkert sich der Bulkzustand und alle Positronen werden im undefor mierten Material, wegen des kleinen Abstandes der Ausscheidungen in diesen lokalisiert. Die Entvölkerung findet aufgrund der feineren Verteilung der Ausscheidungen in AA2024 schneller statt. Jedoch werden auch in AA6013 alle Positronen an und in den Ausscheidungen eingefangen.

Infolge der Verformung entsteht ein Konkurrenzefang von Positronen in den Versetzungen. Die Bevölk erung dieses Zustandes ist bei gleicher Versetzungsdichte in AA2024 geringer als in AA6013, da die Entvölkerung des Bulkzustands in die Ausscheidungen bei AA2024 schneller stattfindet (Abb. 4.11).

Die Annihilation der Positronen in Versetzungen führt zur Erhöhung des S-Parameters, der bei vollständigem Einfang durch die Versetzungen einen Sättigungswert erreicht. Durch die unterschiedliche relative Einfangrate zwischen den Versetzungen und Ausscheidungen ergibt sich das ungleiche Sättigungsverhalten des S-Parameters von AA2024 und AA6013.

Einen weiteren Hinweis auf den größeren Einfluss der deformierten Aluminiummatrix bei der Annihilation in AA6013 ergeben die dehnungsabhängigen relativen Impulsverteilungen (Abb. 4.5, 4.9). Beim Vergleich fällt auf, dass der Schnittpunkt der Kurven bei AA6013 zu niedrigeren Energien hin verschoben ist. Die Verschiebung des Schnittpunkts kann durch den Abfall in den relativen Impulsverteilungen des deformierten Aluminium und des unverformten Magnesiums erklärt werden (Abb. 4.12). Die bei geringen Dehnungen von AA6013

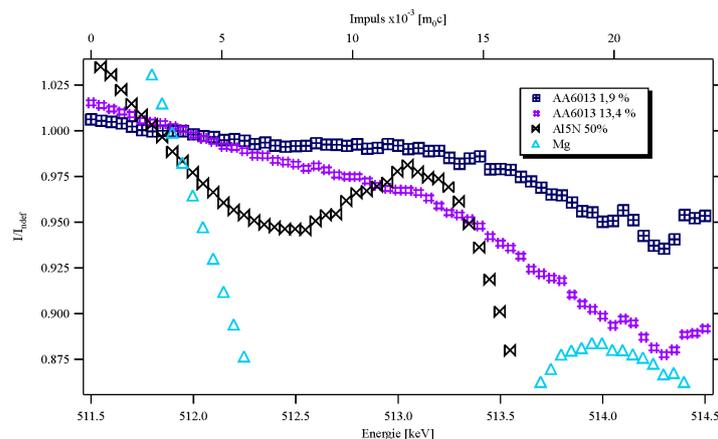


Abbildung 4.12: **Einfluss der deformierten Aluminiummatrix im zugverformten AA6013.** Die Kurven vom deformiertem AA6013 sind auf undefor miertes AA6013 normiert. Die Kurven von Magnesium und deformiertem Al5N sind auf undefor miertes Al5N normiert.

in der relativen Impulsverteilung auftretende Schulter bei einer Energie von 513 keV fällt mit dem Maximum von I/I_{Al5N} des deformierten Al5N zusammen.

Der Einfluss des Magnesiums zeigt sich auch in Abbildung 4.9. Im Energiebereich von 512,3 bis 513,3 keV liegt die Kurve von zugverformtem AA6013 nicht zwischen den Kurven von unverformtem AA6013 und deformiertem Al5N. Dies bedeutet, dass die Annihilation in der deformierten Aluminiummatrix die beobachteten Änderungen in der relativen Impulsverteilung von zugverformtem AA6013 nicht alleine verursachen kann. Die relative Impulsverteilung von Magnesium hat in diesem Energiebereich ein Minimum und scheint für die Änderung verantwortlich zu sein. Durch die Verformung werden Leerstellen erzeugt, welche eine große Affinität zu Magnesium besitzen [SOM99]. Es bilden sich möglicherweise Leerstellen-Magnesium-Paare, die bei Raumtemperatur als stabil angenommen werden können [DUP98]. Der Einfluss vom Magnesium ist auch in AA2024 zu erwarten, wird jedoch wahrscheinlich vom Einfluss des Kupfers überlagert.

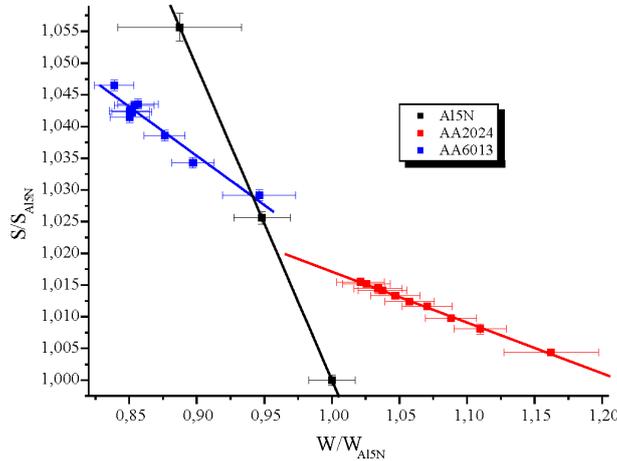


Abbildung 4.13: **Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter.** Es wurde auf undeformiertes Al5N normiert.

Abschließend soll der Zusammenhang von S- und W-Parameter genauer untersucht werden (Abb. 4.6, 4.10). Dafür wird ein S-W-Plot betrachtet, wie ihn Krause-Rehberg beschrieben hat [KRA99] (Abb. 4.13). Zum ersten mal wurden solche Plots von Liszkay et al. zur Defektidentifikation benutzt [LIS94]. Die Steigung in der S-W-Ebene mit dem Bulkzustand ($S=1$, $W=1$) als Ausgangspunkt sollte charakteristisch für eine Defektart sein. Schon früher wurde diese Steigung zur Defektanalyse über die Beziehung

$$R = \frac{S - S_b}{W - W_b} \quad (4.1)$$

genutzt, und als sogenannter R-Parameter bezeichnet [MAN78]. Liegen experimentelle Daten in der S-W-Ebene auf einer geraden Linie, die charakteristische Werte von S- bzw. W-Parametern für zwei Positronenzustände im Festkörper verbindet (z.B. Bulk und Einfachleerstellen), so ist dies ein Indiz dafür, dass sich zwar die Dichte der Defekte ändert, nicht

aber die Art der Haftstellen. Eine signifikante Abweichung von solch einer Verbindungslinie zwischen zwei Defektypen wäre dann ein deutliches Signal für simultanen Positroneneinfang in zwei oder mehrere unterschiedliche Haftstellen [CLE96].

Der lineare Zusammenhang zwischen dem S- und dem W-Parameter ist somit ein Indiz dafür, dass mit zunehmender Dehnung die gleichen Fehlstellentypen erzeugt werden, deren relatives Konzentrationsverhältnis zueinander jedoch über die Dehnung konstant bleibt. In den hier untersuchten Aluminiumlegierungen sind die entstehenden Fehlstellentypen überwiegend Versetzungen und wahrscheinlich auch Magnesium-Leerstellen-Paare.

Kapitel 5

Untersuchungen zum anelastischen Verhalten

5.1 Motivation

Durch das korrosive Medium, in dem als Teil des Standardprüfverfahrens von Airbus Wechselverformungsversuche durchgeführt werden, entsteht Wasserstoff, der in die Proben eindringen kann. Mit Hilfe der Experimente zum anelastischen Verhalten soll der Einfluss des Wasserstoffs untersucht werden.

Elastisches Verhalten ist dadurch gekennzeichnet, dass die für die Dehnung aufgewandte Energie bei Entlastung wieder vollständig abgegeben wird. Häufig wird beobachtet, dass ein Teil der Energie nicht wieder abgegeben wird, obwohl die Spannung im Hookschen Bereich blieb. Diese Beobachtung wird als anelastisches Verhalten bezeichnet, und hat eine Hysterese im Spannungs-Dehnungs-Diagramm zur Folge (Abb. 5.1) (siehe S. 13).

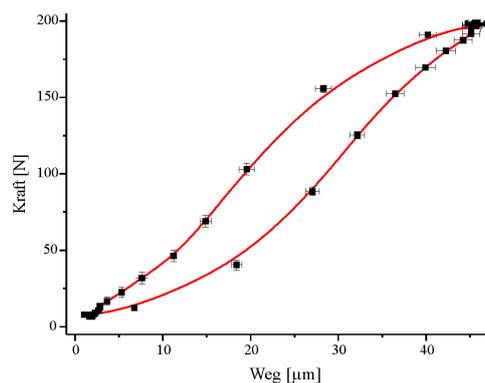


Abbildung 5.1: **Kraft-Weg-Hysterese für einen Verformungszyklus.** Die Spannung an der Rissspitze kann während der Messung als konstant angenommen werden. Damit gleicht diese Darstellung einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Die Fläche der Hysterese entspricht der Energie, die während eines Zykluses durch die Anelastizität verbraucht wurde. Die mittlere Steigung stellt die Federkonstante der Legierung während des Zykluses dar.

Die Fläche der Hysterese entspricht der Energie, die während eines Zykluses für die Anelastizität verbraucht wurde. Aus der mittleren Steigung erhält man die Federkonstante des Materials während des Zykluses.

Die Versuche wurden mit einer Piezogesteuerten Wechselverformungsmaschine durchgeführt, wobei die Kraft und der Stellweg gemessen wurden (siehe S. 26).

Anelastisches Verhalten lässt sich mit Hilfe der Spannungsrelaxation untersuchen. Dabei wird eine instantane, konstante Dehnung für eine Haltezeit t_{Halt} an die Probe angelegt, und anschließend für die gleiche Zeit entlastet (Rechteckfunktion). Dieser Zyklus ist etwa 10.000 mal wiederholt worden. Es kann beobachtet werden, dass die Kraft nach der instantanen Dehnung von einem maximalen Wert F_{max} abfällt, was als Relaxation bezeichnet wird.

Die Versuche wurden bei einer Oberlast von 200 N und einer Unterlast von 5 N durchgeführt. Bei dieser Kraft trat kein messbarer Rissfortschritt während der gesamten Messung auf. Damit ist die Spannung an der Rissspitze während der gesamten Messung konstant, Spannung und Kraft unterscheiden sich nur durch einen Proportionalitätsfaktor.

Die Relaxationsmessungen wurden bei 5 s, 0,2 s und 0,1 s Haltezeiten durchgeführt, wobei die Untersuchungen mit 0,2 s und 0,1 s an einer Probe gemacht worden sind. Zwischen den Messungen mit unterschiedlicher Haltezeit wurde der Riss um einen Millimeter weiter ins Material getrieben.

5.2 Rissbildung

Zur Vorbereitung für die Messungen zur Spannungsrelaxation musste ein Riss in den Proben erzeugt werden. Dies erfolgte bei einer Frequenz von einem Hertz mit einer Unterlast von 50 N und einer Oberlast von 500 N.

Der zeitliche Verlauf der Federkonstante (mittlere Steigung der Weg-Kraft Hysterese) vor und zu Beginn der Bildung eines Risses ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Die Graphen zeigen jeweils den Bereich der Federkonstante, in dem sie um 10 % vom Maximalwert abgefallen ist, und jeweils die Zyklenbereiche, in denen die Rissbildung einsetzte sind schraffiert. Die Anzahl der Zyklen bis zur Entstehung eines Risses und der absolute Wert der Federkonstante ist stark von der Einkerbung der CT-Probe abhängig (Abb. 3.2). Da hier eine kleiner skalierte CT-Probe verwendet wurde, war eine genaue Anfertigung der Einkerbung nicht mit Hilfe von Maschinen möglich, und sie musste stattdessen von Hand mit einer Feile erzeugt werden.

Beide Legierungen zeigen in beiden Medien einen Anstieg der Federkonstante vor der Rissbildung. Dies bedeutet, dass die Legierungen infolge der Verformung verfestigt. Während die Verfestigung bei AA2024 an Luft nur sehr gering ist, findet man in NaCl einen ausgeprägteren Anstieg. Bei AA6013 dagegen ändert sich im korrosiven Medium die prozentuale Zunahme der Federkonstante kaum.

Während des Risswachstums wurden die Rissfortschrittsgeschwindigkeiten der Legierungen an Luft und in NaCl ermittelt (Abb. 5.3). Durch eine lineare Regression der gemessenen Werte erhält man die mittlere Rissfortschrittsgeschwindigkeit (Tab. 5.1).

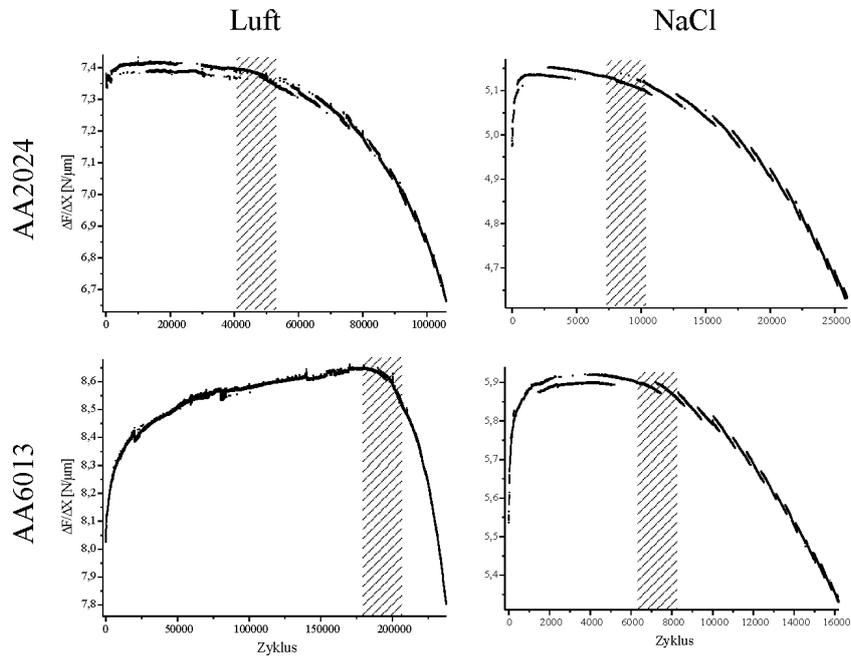


Abbildung 5.2: Verlauf der Federkonstante der Legierungen vor und bei Beginn der Rissbildung. Die Verfestigung des Materials ist durch einen Anstieg der Federkonstante zu erkennen. Der Bereich, in dem der Riss entstand, wurde hervorgehoben. Infolge des Risswachstums wird die Federkonstante kleiner.

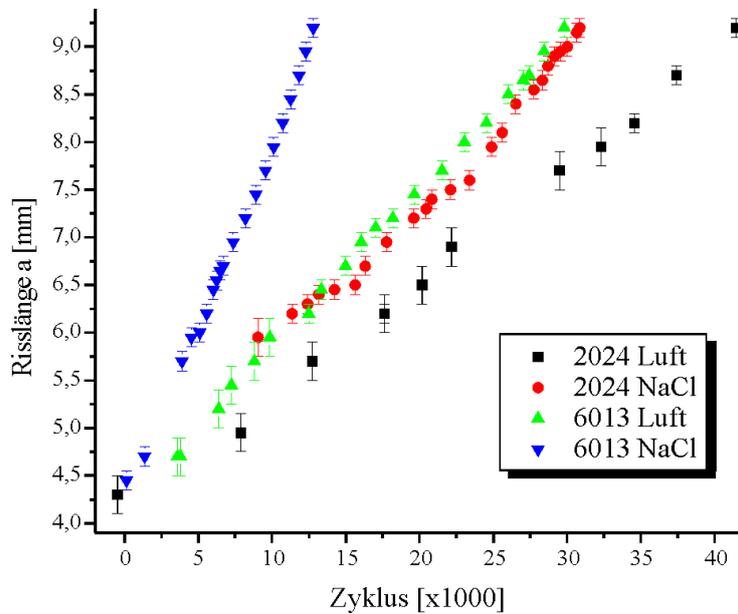


Abbildung 5.3: Rissfortschrittsgeschwindigkeiten von AA2024 und AA6013 an Luft und in NaCl. Die numerischen Werte sind in der Tabelle 5.1 zusammengefasst.

Tabelle 5.1: **Rissfortschrittsgeschwindigkeiten von AA2024 und AA6013 an Luft und in NaCl.** Die durch lineare Regression ermittelten Werte sind in $1 \cdot 10^{-7}$ [m/Zyklus] angegeben (Abb. 5.3).

Medium	AA2024	AA6013
Luft	$1,18 \pm 0,03$	$1,66 \pm 0,04$
NaCl	$1,57 \pm 0,03$	$3,76 \pm 0,07$

Die Geschwindigkeit des Risswachstums ist in AA2024 geringer als in AA6013. Der Riss wächst im korrosiven Medium bei AA2024 um 33 % schneller an und bei AA6013 um 127 %. Die Tendenz dieser Werte stimmt mit Untersuchungen anderer Arbeitsgruppen, unter anderem Airbus überein [TEM01].

5.3 Spannungsrelaxation

5.3.1 Untersuchung des Relaxationsverhalten

Direkt nach der Rissbildung wurde das Relaxationsverhalten der Legierungen untersucht, ohne das umgebende Medium zu ändern.

Für die Auswertung wurden alle Zyklen addiert und ein mittlerer Zyklus berechnet. Abbildung 5.4 zeigt bei einer Haltezeit von fünf Sekunden exemplarisch das Verhalten der Kraft bei konstanter Dehnung dieses gemittelten Zykluses.

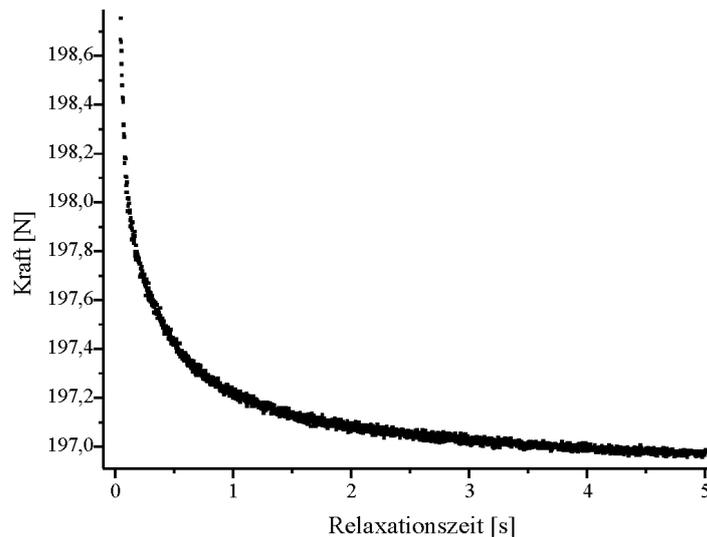


Abbildung 5.4: **Spannungsrelaxation.** Mit instantaner Dehnung steigt auch die Spannung (Kraft) in der Probe instantan an. Wird die Dehnung konstant gehalten, kann eine Relaxation der Spannung beobachtet werden.

Die Kraft erreicht nach der Dehnung einen maximalen Wert F_{\max} und fällt anschließend um ΔF auf F_{\min} ab. Der Kurvenverlauf konnte durch die Summe zweier Exponentialfunktionen beschrieben werden:

$$F(t) = F_{\min} + A_1 \cdot \exp^{t/t_1} + A_2 \cdot \exp^{t/t_2} \quad F(0) = F_{\max}. \quad (5.1)$$

Die Zeitkonstante t_1 beschreibt den starken exponentiellen Abfall zu Beginn der Relaxation, während t_2 den flacheren charakterisiert (Tab. 5.2).

Infolge kürzerer Haltezeit kann die Kraft weniger relaxieren. Bei AA2024 nimmt die Relaxation im korrosiven Medium bei gleicher Haltezeit ab, während bei AA6013 kaum eine Änderung auftritt. Bei beiden Legierungen wird die Zeitkonstante t_2 im korrosiven Medium größer.

Die Zeitkonstante t_1 zeigt keine signifikante Abhängigkeit von der Legierung und dem Medium. Sie ist bei den kurzen Haltezeiten von 0,1 s und 0,2 s bei allen Proben- und Versuchsbedingungen nahezu gleich. Diese Haltezeiten sind bedeutend kürzer als die Zeitkonstante t_2 bei $t_{\text{Halt}} = 5$ s, weshalb nur mit $A_2 = 0$ gefittet werden konnte (Glg. 5.1).

Um die Änderung des Relaxationsverhalten über die Zyklen zu untersuchen, wurde eine über 500 Zyklen gemittelte Hysterese berechnet. Der prozentuale Abfall der Kraft ΔF bei einer Haltezeit von fünf Sekunden ist in Abbildung 5.5 für beiden Legierungen in den unterschiedlichen Medien dargestellt.

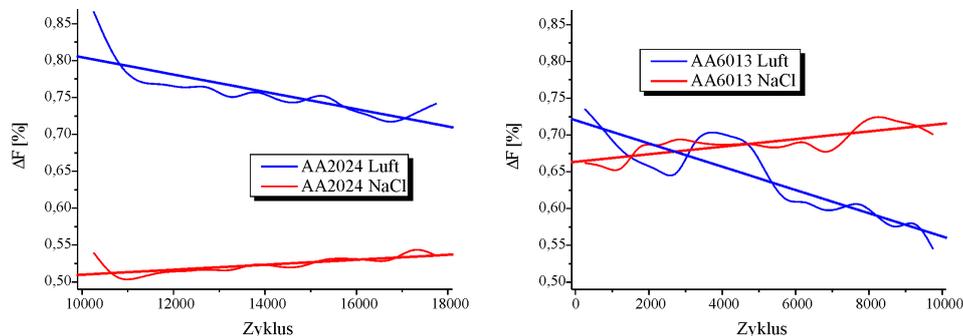


Abbildung 5.5: **Änderung des Relaxationsverhalten über die Zyklen.** Die linke Abbildung zeigt AA2024 und die rechte AA6013. An Luft nimmt die Relaxation mit den Zyklen ab, während im korrosiven Medium eher eine leichte Zunahme zu erkennen ist.

Es zeigt sich wiederum, dass die Relaxation von AA2024 an Luft stärker ist als in NaCl, während bei AA6013 kaum eine Änderung auftritt. Bei beiden Legierungen nimmt die Relaxation bei Messungen an Luft über die Zyklen signifikant ab. In NaCl hingegen ist ein leichter Anstieg der Relaxation zu erkennen.

5.3.2 Untersuchung der Energie

Das zeitliche Verhalten der Energie während den Relaxationsmessungen bei verschiedenen Haltezeiten und in verschiedenen Medien ist für AA2024 in Abbildung 5.6 und für AA6013

Tabelle 5.2: **Messwerte zur Spannungsrelaxation.** Die Legierungen AA2024 und AA6013 wurden sowohl an Luft als auch in NaCl bei verschiedenen Haltezeiten t_{Halt} untersucht. Die Kraft relaxiert von einem maximalen Wert F_{max} auf einen, über die letzten zehn Messwerte gemittelten, minimalen Wert F_{min} . ΔF gibt den prozentualen Abfall der Kraft infolge der Relaxation an. Die beiden Zeitkonstanten t_1 und t_2 wurden durch einen Fit zweier Exponentialfunktionen an die gemessene Kurve ermittelt (Glg. 5.1). t_2 konnte für die Haltezeiten von 0,1 s und 0,2 s nicht bestimmt werden, da es bedeutend größer als die Haltezeit ist.

Material	Medium	t_{Halt} [s]	F_{max} [N]	F_{min} [N]	ΔF [%]	t_1 [s]	t_2 [s]
AA2024	Luft	5,0	198,76	196,99 ± 0,01	0,89 ± 0,01	0,084 ± 0,001	0,902 ± 0,008
		0,2	199,15	198,30 ± 0,02	0,43 ± 0,01	0,048 ± 0,004	—
		0,1	199,38	198,73 ± 0,04	0,33 ± 0,02	0,040 ± 0,009	—
	NaCl	5,0	199,08	197,88 ± 0,01	0,60 ± 0,01	0,074 ± 0,001	1,026 ± 0,012
		0,2	199,42	198,80 ± 0,03	0,31 ± 0,02	0,040 ± 0,004	—
		0,1	199,11	198,59 ± 0,02	0,26 ± 0,01	0,033 ± 0,009	—
AA6013	Luft	5,0	199,02	197,74 ± 0,01	0,64 ± 0,01	0,073 ± 0,002	0,779 ± 0,009
		0,2	199,27	198,50 ± 0,02	0,39 ± 0,01	0,055 ± 0,005	—
		0,1	199,31	198,81 ± 0,02	0,25 ± 0,01	0,042 ± 0,010	—
	NaCl	5,0	198,40	197,09 ± 0,01	0,66 ± 0,01	0,087 ± 0,001	1,116 ± 0,012
		0,2	199,32	198,67 ± 0,05	0,33 ± 0,03	0,046 ± 0,012	—
		0,1	199,20	198,78 ± 0,04	0,21 ± 0,02	0,050 ± 0,030	—

in Abbildung 5.7 dargestellt. Die roten Linien sollen nur die Tendenzen der stark streuenden Messwerte verdeutlichen. Damit sich die Größe des dargestellten Bereichs der Energie leichter abschätzen lässt, beträgt in den Graphen der Abstand zwischen den Beschriftungen immer $50 \text{ N}\mu\text{m}$. Die mittleren Werte für die Energien während der gesamten Messung sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst.

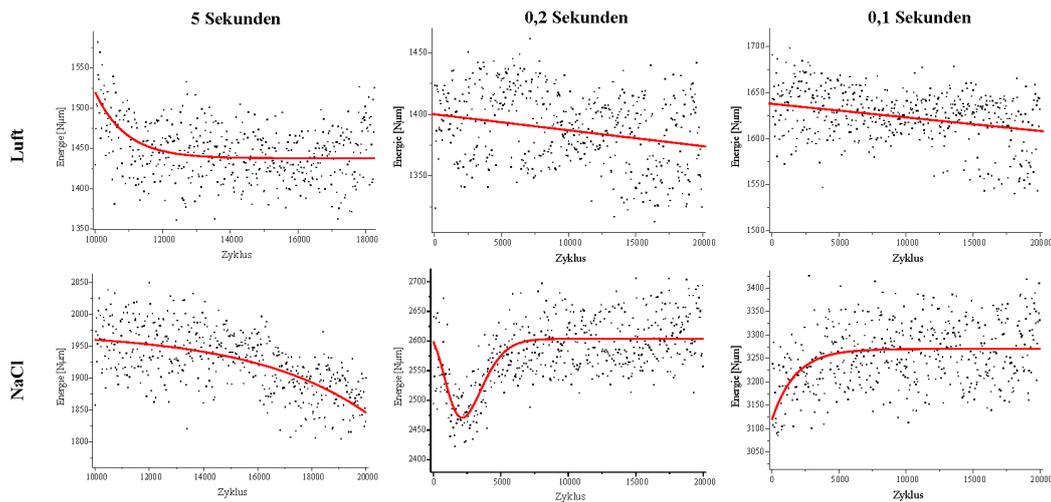


Abbildung 5.6: Änderung der Energie über die Zyklen bei AA2024. Die Energie ergibt sich aus der Fläche der Hysterese. Die roten Linien zeigen die Tendenzen.

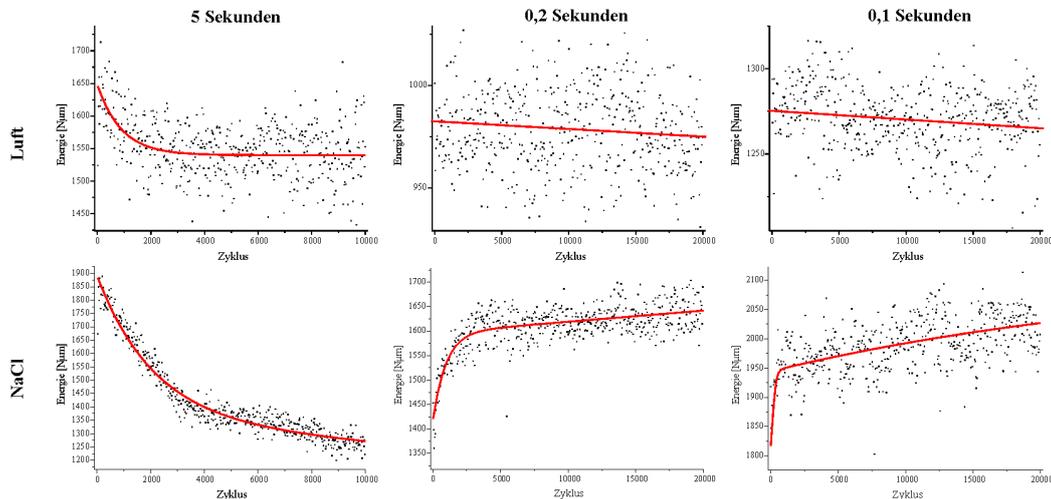


Abbildung 5.7: Änderung der Energie über die Zyklen bei AA6013. Die Energie ergibt sich aus der Fläche der Hysterese. Die roten Linien zeigen die Tendenzen.

Aus der graphischen Darstellung kann entnommen werden, dass bei den Versuchen an Luft bei beiden Legierungen die Energie über die Zyklen abnimmt. Bei den Versuchen in

Tabelle 5.3: **Mittlere Energien während der Messungen zur Spannungsrelaxation.** Angegeben ist der statistische Fehler.

Material	Medium	E_{\emptyset} [N μ m]		
		$t_{\text{Halt}} = 5$ s	$t_{\text{Halt}} = 0,2$ s	$t_{\text{Halt}} = 0,1$ s
AA2024	Luft	1447 \pm 42	1387 \pm 30	1623 \pm 30
	NaCl	1923 \pm 60	2582 \pm 60	3257 \pm 77
AA6013	Luft	1549 \pm 44	979 \pm 19	1270 \pm 22
	NaCl	1421 \pm 160	1611 \pm 46	1989 \pm 50

NaCl ist keine einheitliche Tendenz vorhanden. Während bei langer Haltezeit die Energie über die Zyklen abnimmt, zeigt sich bei kurzen Haltezeiten eine Tendenz zum Anstieg.

Bei den mittleren Energien über alle Zyklen ist zu erkennen, dass die Energie bei den Versuchen in NaCl größer ist (Tab. 5.3). Die einzige Ausnahme tritt bei AA6013 mit einer Haltezeit von fünf Sekunden auf. Betrachtet man nur die Energie bei den kurzen Haltezeiten, zeigt sich ein Anstieg der Energie zur Haltezeit 0,1 s hin.

5.3.3 Untersuchung der Federkonstante

Die Änderung der Federkonstante über die Zyklen bei verschiedenen Haltezeiten und in den verschiedenen Medien ist für AA2024 in Abbildung 5.8 und für AA6013 in Abbildung 5.9 dargestellt. Die roten Linien sollen wiederum nur die Tendenzen der stark streuenden Messwerte verdeutlichen. Auch hier wurde zwischen den Beschriftungen immer ein Abstand von 0,05 N/ μ m gewählt. Die mittleren Werte für die Federkonstanten über die gesamte Messzeit sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst.

Tabelle 5.4: **Mittlere Federkonstante während den Messungen zur Spannungsrelaxation.** Angegeben ist der statistische Fehler.

Material	Medium	$(\Delta F/\Delta X)_{\emptyset}$ [N/ μ m]		
		$t_{\text{Halt}} = 5$ s	$t_{\text{Halt}} = 0,2$ s	$t_{\text{Halt}} = 0,1$ s
AA2024	Luft	4,345 \pm 0,042	4,423 \pm 0,026	4,122 \pm 0,031
	NaCl	3,745 \pm 0,037	2,967 \pm 0,009	2,655 \pm 0,007
AA6013	Luft	3,882 \pm 0,045	5,429 \pm 0,024	4,740 \pm 0,021
	NaCl	3,844 \pm 0,209	3,510 \pm 0,013	3,222 \pm 0,013

Bei Versuchsdurchführung an Luft zeigt die Federkonstante unabhängig von der Legierung eine steigende Tendenz (Abb. 5.8, 5.9). Im korrosiven Medium ist keine einheitliche Tendenz zu beobachten. Bei einer Haltezeit von fünf Sekunden steigt auch hier die Federkonstante über die Zyklen an, während bei den kürzeren Haltezeiten sich eher eine Abnahme zeigt. Nach dem signifikanten Anstieg der Federkonstante von AA2024 mit 0,2 s Haltezeit,

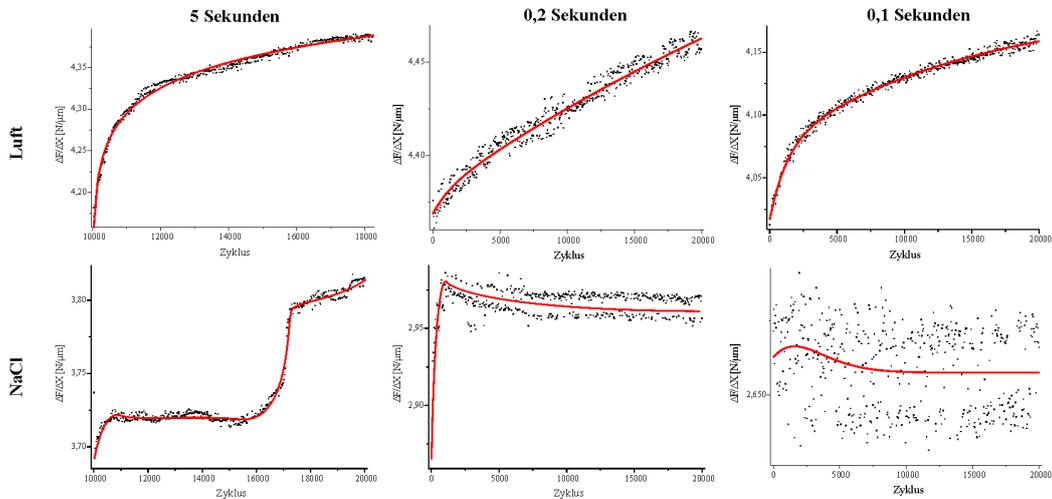


Abbildung 5.8: **Änderung der Federkonstante über die Zyklen bei AA2024.** Die Federkonstante ergibt sich aus der mittleren Steigung der Hysteresese. Die roten Linien zeigen die Tendenzen. Bei 0,1 s Haltezeit in NaCl ist ein bedeutend kleiner Ausschnitt als bei den anderen Graphen dargestellt. Daher erscheint die Streuung viel größer.

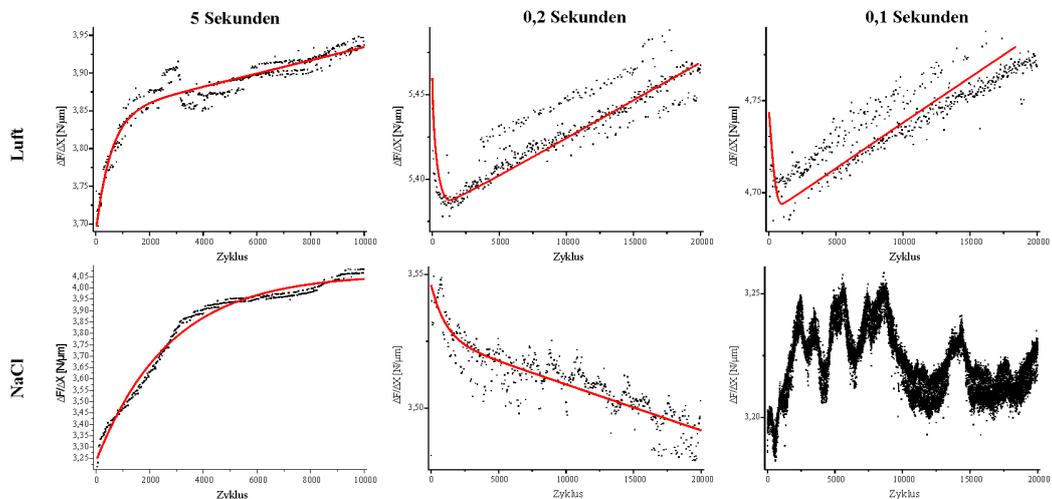


Abbildung 5.9: **Änderung der Federkonstante über die Zyklen bei AA6013.** Die Federkonstante ergibt sich aus der mittleren Steigung der Hysteresese. Die roten Linien zeigen die Tendenzen. Bei 0,1 s Haltezeit in NaCl ist keine Tendenz zu erkennen.

nimmt auch diese über die Zyklen ab. Bei AA6013 mit 0,1 s ist gar keine Tendenz zu erkennen.

Bei den mittleren Federkonstanten ist zu erkennen, dass sie im korrosiven Medium bei gleicher Haltezeit kleiner sind (Tab. 5.4). Die Federkonstante bei den kurzen Haltezeiten wird zu $t_{\text{Halt}} = 0,1$ s kleiner.

5.4 Diskussion der Ergebnisse

Der Einfluss des korrosiven Mediums auf die Messwerte konnte an vielen Ergebnissen gesehen werden. In Tabelle 5.5 ist die prozentuale Änderung der Messwerte bei Versuchsdurchführung in NaCl gegenüber Luft, bei sonst gleichen Bedingungen zusammengefasst.

Tabelle 5.5: **Prozentuale Änderungen bei Versuchsdurchführung im korrosiven Medium.** Angegeben sind die Werte für die Energie E , die Federkonstante D , die Stärke der Relaxation ΔF , die aus dem exponentiellen Fit ermittelte Zeitkonstante t_2 und die Rissfortschrittsgeschwindigkeit v . Der Vergleich bezieht sich immer auf die Werte zwischen Luft und NaCl, der gleichen Legierung und bei gleicher Haltezeit t_{Halt} . Die Rissbildung fand bei einer Frequenz von einem Hertz statt und ist daher unabhängig von der Haltezeit.

Material	t_{Halt}	ΔE [%]	ΔD [%]	$\Delta(\Delta F)$ [%]	Δt_2 [%]	Δv [%]
2024	0,1	+100,7	-35,6	-19,9	—	+33
	0,2	+86,2	-32,9	-27,2	—	
	5,0	—	—	-32,3	+13,7	
6013	0,1	+56,6	-32,0	-16,0	—	+127
	0,2	+64,6	-35,3	-15,6	—	
	5,0	—	—	+2,7	+43,3	

Im korrosivem Medium geht der Anstieg der Energie E mit einer Verringerung der Federkonstante D einher, was bedeutet, dass die Legierungen unter diesen Bedingungen bei Verformung duktiler ist. Die Zunahme bei der Zeitkonstante t_2 führt dazu, dass sich die Spannung erst nach längerer Zeit dem relaxierten Wert nähert. Das vergrößerte Risswachstum ist auf die bekannte Spannungsrisskorrosion zurückzuführen.

Unabhängig von der Haltezeit verfestigen beide Legierungen an Luft über die Zyklen, wodurch die Energie E geringer wird, und die Duktilität abnimmt (Abb. 5.6, 5.7, 5.8, 5.9). In NaCl hingegen nimmt die Duktilität bei kurzen Haltezeiten (0,1 und 0,2 s) über die Zyklen zu, d.h. das Material wird weicher.

Aus Tabelle 5.5 geht außerdem hervor, dass mit steigender Duktilität die Relaxation ΔF abnimmt. Hingegen zeigt sich bei Versuchen an Luft, dass die Relaxation ΔF und die Duktilität über die Zyklen abfallen (Abb. 5.5, 5.6, 5.7, 5.8, 5.9). Somit lässt sich kein Zusammenhang zwischen der Relaxation ΔF und der Duktilität erkennen.

Zu berücksichtigen ist bei Energie E und Federkonstante D eine zusätzliche Abhängigkeit von der Risslänge. Zwischen den Messungen mit den Haltezeiten von 0,2 s und 0,1 s wurde der Riss um einen Millimeter verlängert. Tabelle 5.6 vergleicht die Energie E , die Federkonstante D und die Relaxation ΔF zwischen diesen Haltezeiten, bei gleicher Probe und gleichem Medium.

Die Abnahme von ΔF ist auf die kürzere Haltezeit zurückzuführen, da die Legierungen auf Grund der kürzeren Zeit weniger relaxieren können

Tabelle 5.6: **Prozentuale Änderung bei kürzeren Haltezeiten (zwischen 0,2 s und 0,1 s) und längeren Rissen.** Es werden die Änderungen der Werte, zwischen 0,2 s und 0,1 s Haltezeit, für die Energie E , die Federkonstante D und die Relaxation ΔF angegeben.

Material	Medium	ΔE [%]	ΔD [%]	$\Delta(\Delta F)$ [%]
2024	Luft	+17,0	-6,8	-23,6
	NaCl	+26,1	-10,5	-16,0
6013	Luft	+29,7	-12,7	-35,1
	NaCl	+23,5	-8,2	-35,3

Die Energie E steigt bei Verlängerung des Risses an, da die Auslenkung des Piezostell-elementes vergrößert werden muss, um auf die Probe die gleiche Kraft ausüben zu können. Dadurch wird die Fläche der Hysterese größer und ihr mittlerer Anstieg kleiner, was wiederum die abnehmende Federkonstante mit steigender Risslänge erklärt. Dies konnte auch schon in den Abbildung 5.2 beobachtet werden.

Nun lässt sich auch erklären, warum bei den Relaxationsversuchen mit einer Haltezeit von fünf Sekunden die Messwerte für die Energie und die Federkonstante von den Beobachtungen bei kürzeren Haltezeiten abweichen (Tab. 5.3, 5.4). Diese Versuche wurden in einem sehr frühen Stadium dieser Arbeit gemacht, in der viele Erfahrungen gesammelt wurden und auf deren Basis dann der experimentelle Aufbau und die Durchführung verbessert werden konnten. Die Messung der Risslänge war zu diesem Zeitpunkt noch nicht so exakt möglich. Aus der Energie und der Federkonstante bei Messungen mit Haltezeiten von 5 s und 0,2 s lässt sich eine Tendenz für die Risslänge, mit der die Relaxation bei fünf Sekunden Haltezeit gemessen wurde, abschätzen (Tab 5.7).

Tabelle 5.7: **Änderung der Energie und der Federkonstante aufgrund unterschiedlicher Risslänge.** Es werden die Energien E und die Federkonstanten D aus den Versuchen mit 0,2 s und 5 s Haltezeit verglichen, wodurch eine Abschätzung der Risslänge a_5 , bei der die Versuche mit 5 s Haltezeit durchgeführt worden sind, gegenüber der Risslänge $a_{0,2}$, bei der die Messungen mit 0,2 s Haltezeit erfolgten, ermöglicht wird.

Material	Medium	ΔE [%]	ΔD [%]	Risslänge a_5
AA2024	Luft	+4	-2	= $a_{0,2}$
	NaCl	-26	+26	$\ll a_{0,2}$
AA6013	Luft	+58	-29	$\gg a_{0,2}$
	NaCl	-12	+10	< $a_{0,2}$

Die unterschiedliche Risslänge bei den Versuchen im korrosiven Medium mit fünf Sekunden Haltezeit, erklärt jedoch nicht, dass im Vergleich zu den Versuchen bei 0,1 s und 0,2 s Haltezeit gegensätzliche Verhalten von der Energie und der Federkonstante über die Zyklen (Abb. 5.6, 5.7, 5.8, 5.9).

Als Ursache liegt nahe, dass eindiffundierender Wasserstoff über die Wechselwirkung mit Fehlstellen die mechanischen Eigenschaften der beiden Legierungen in der beobachteten Art verändert. Einen direkten Nachweis von Wasserstoff in den unterschiedlichen Messproben gibt es zur Zeit noch nicht. Thermische Desorption und ERDA-Experimente an den Rissproben erreichen nicht die nötige Empfindlichkeit und Ortsauflösung [HAA01]. Indirekt zeigt aber der Einfang der Positronen große Haftstellenbereiche vor der sichtbaren Risspitze, was für eine Stabilisierung von Leerstellen durch Wasserstoffefang spricht [ZAM02]. [MAI02]

Kapitel 6

Zusammenfassung

In dieser Arbeit sind die technischen Aluminiumlegierungen AA2024 und AA6013 im undeformierten und zugverformten Zustand mit Hilfe der Positronenspektroskopie untersucht worden. Als Hilfsmittel stand dabei der Bonner „Positronen-Topf“ zur Verfügung, in dem Proben mit variabler Geometrie untersucht werden können. Ausgewertet wurde die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie mit Hilfe des S-Parameters und der relativen Impulsverteilung. Die Deformation erfolgte durch eine kontrollierte Zugverformung der Legierungen mit einer eigens dafür aufgebauten Zugprüfmaschine.

Im undeformierten Zustand zeigte sich, dass der S-Parameter und die Impulsverteilung der Legierungen durch die zulegierten Elemente stark beeinflusst werden.

Mit Hilfe der kontrollierten Zugverformung der Legierungen konnte ein Zusammenhang zwischen der Dehnung und der Dopplerverbreiterung gezeigt werden. Infolge der Zugverformung wurden Defekte in die Aluminiummatrix eingebracht, wodurch ein Konkurrenzefang der Positronen zwischen Ausscheidungen und Fehlstellen in der Aluminiummatrix entstand. Es wurde gezeigt, dass das der Sättigungseinfang der Positronen in die Versetzungen von der Größe und der Verteilung der Ausscheidungen in der Matrix abhängt. Bei AA6013 wurden außerdem Hinweise für die Bildung von Leerstellen-Magnesium-Paaren infolge der Deformation beobachtet.

Diese Ergebnisse sind eine gute Grundlage, um die Wechselwirkung von Positronen mit den Defekten und den zulegierten Elementen in diesen Legierungen zu erklären. Sie tragen zum Verständnis von weiteren Messungen mit Hilfe der Positronenspektroskopie bei.

Ein weiterer Schwerpunkt lag in der Untersuchung des Verhaltens der beiden Legierungen bei zyklischer Verformung. Mit der Wechselverformungsmaschine stand eine Apparatur zur Verfügung, mit deren Hilfe sehr kleine Verformungen sehr genau durchgeführt werden konnten. Mit den gemessenen Größen Kraft und Dehnung konnte die Spannungsrelaxation infolge anelastischen Verhaltens untersucht werden. Diese Experimente wurden an Luft und in NaCl durchgeführt, um den Einfluss des Wasserstoffs auf die Legierungen zu untersuchen.

Es wurde festgestellt, dass bei diesen Legierungen die Rissbildung im korrosiven Medium gegenüber Luft beschleunigt ist, und die Duktilität der Legierungen infolge der Wechselver-

formung im korrosivem Medium größer wird. Außerdem wurden Änderungen im Relaxationsverhalten unter korrosiven Bedingungen beobachtet, jedoch konnte hier nicht gezeigt werden, dass dafür der Wasserstoff verantwortlich ist.

Bei weiteren Untersuchungen wäre es sinnvoll, die Methode der Positronenspektroskopie an Proben, die infolge von Wechselverformung ermüdet worden sind, zu nutzen, wie es z.B. in der Arbeit von Dr. Christane Zamponi erfolgte [ZAM02]. Dafür sollte aber auch der Einfluss des Wasserstoffs auf die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie genauer bekannt sein, und daher wäre eine theoretische Vorarbeit, die den Einfluss des Wasserstoffs simuliert, sehr hilfreich. Hierzu sind Ansätze in der Arbeit von Michael Röbel zu finden, wo untersucht wurde, wie sich Wasserstoff auf das für Positronen attraktive Potential einer Haftstelle auswirkt [RÖB02].

Auch wäre eine Untersuchung der Konzentrationserhöhung des Wasserstoffs in den Legierungen infolge der Verformung im korrosiven Medium interessant. Ansätze für eine ortsaufgelöste Konzentrationsbestimmung bestehen bereits [MAI02].

Abbildungsverzeichnis

2.1	Stufen- und Schraubenversetzung	10
2.2	Spannungs-Dehnungs-Diagramm	11
2.3	Spannungs-Dehnungs-Kurven	12
2.4	Potential U und Kraft F zwischen zwei Atomen	12
2.5	Spannungsrelaxation	14
2.6	Versetzungsgleiten	15
2.7	Rissentstehung nach Wood	16
2.8	Plastische Zone nach Dugdale	16
2.9	Zerfall von ^{68}Ge	18
2.10	Gerechnete Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Positronen im Aluminium	19
2.11	Potentiale im Trappingmodell	20
2.12	Energie der γ -Quanten im Schwerpunkt- und Laborsystem	21
2.13	Definition der Linienformparameter	22
3.1	Wechselverformungsmaschine	27
3.2	CT-Geometrie	28
3.3	Zugprüfmaschine	30
3.4	Geometrie der Zugprobe	30
3.5	„Positronen-Topf“	32
3.6	relative Effizienz	33
3.7	Abhängigkeit des S-Parameters von der Geräteauflösung	34
3.8	Stufenfunktion im Untergrund eines γ -Spektrums	35
4.1	Relative Impulsverteilung von AA2024 und den Legierungselementen	38
4.2	Relative Impulsverteilung von AA6013 und den Legierungselementen.	38
4.3	Spannungs-Dehnungs-Diagramm für AA2024 korreliert mit dem S-Parameter	40
4.4	Relative Impulsverteilung von unverformtem und verformtem AA2024 und A15N	41
4.5	Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA2024	41
4.6	S- und W-Parameter von AA2024 in Abhängigkeit von der Dehnung	42
4.7	Spannungs-Dehnungs-Diagramm für AA6013 korreliert mit dem S-Parameter	43

4.8	Relative Impulsverteilung von unverformtem und verformtem AA6013 und Al5N.	44
4.9	Dehnungsabhängigkeit der relativen Impulsverteilung von AA6013	44
4.10	S- und W-Parameter von AA6013 in Abhängigkeit von der Dehnung	45
4.11	Schematischer Schnitt durch die Legierungen.	46
4.12	Einfluss der deformierten Aluminiummatrix im zugverformten AA6013	47
4.13	Zusammenhang zwischen S- und W- Parameter	48
5.1	Kraft-Weg-Hysterese für einen Verformungszyklus	51
5.2	Verlauf der Federkonstante der Legierungen vor und bei Beginn der Rissbildung	53
5.3	Rissfortschrittsgeschwindigkeiten von AA2024 und AA6013 an Luft und in NaCl	53
5.4	Spannungsrelaxation	54
5.5	Änderung des Relaxationsverhalten über die Zyklen	55
5.6	Änderung der Energie über die Zyklen bei AA2024	57
5.7	Änderung der Energie über die Zyklen bei AA6013	57
5.8	Änderung der Federkonstante über die Zyklen bei AA2024	59
5.9	Änderung der Federkonstante über die Zyklen bei AA6013	59

Tabellenverzeichnis

3.1	Eigenschaften der Legierungen	26
3.2	Messwerte zur relativen Effizienz	33
4.1	S-Parameter der unverformten Materialien	37
4.2	Materialeigenschaften von AA2024	42
4.3	Materialeigenschaften von AA6013	45
5.1	Rissfortschrittsgeschwindigkeiten von AA2024 und AA6013 an Luft und in NaCl	54
5.2	Messwerte zur Spannungsrelaxation	56
5.3	Mittlere Energien während der Messungen zur Spannungsrelaxation	58
5.4	Mittlere Federkonstante während den Messungen zur Spannungsrelaxation	58
5.5	Prozentuale Änderungen bei Versuchsdurchführung im korrosiven Medium	60
5.6	Prozentuale Änderung bei kürzeren Haltezeiten (zwischen 0,2 s und 0,1 s) und längeren Rissen	61
5.7	Änderung der Energie und der Federkonstante aufgrund unterschiedlicher Risslänge	61

Literaturverzeichnis

- [AND33] Anderson, C.D.: Phys. Rev. 43 (1933), S. 491
- [ASM91] ASM Handbook Volume 02: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials (1991)
- [BIA01] Biasini, M.; Ferro, G.; Folegati, P.; Riontino, G.: Phys. Rev. B 63 (2001)
- [BOM00] Bommas, C.: Oberflächennahe Fehlstellen infolge plastischer Verformung, Diplomarbeit Uni Bonn (2000)
- [BER92] Bergmann, L.; Schaefer, C.: Lehrbuch der Experimentalphysik, Bd. 6, Festkörper (1991)
- [BRA74] Brandt, W.: Appl. Phys. 5 (1974), S. 1
- [BRA77] Brandt, W.; Paulin, R: Phys. Rev. B 15 (1977), S. 2511
- [CLE96] Clement, M.; de Nijs, J.M.M.; Balk, P.; Schut, H.; van Veen, A.: J. Appl. Phys. Vol. 79 12 (1996) S. 9029-9036
- [DIR30] Dirac, P.A.M.: Proc. Roy. Soc. A 126 (1930), S. 360
- [DLU79] Dlubek, G.; Kabisch, O.; Brümmer, O.; Löffler, H.: Phys. Status Solidi a 55 (1979), S. 509
- [DLU81] Dlubek, G.; Brümmer, O.; Yli-Kauppila, J.; Hautojärvi, P.: J. Phys. F: Metal Phys. 11 (1981), S. 2525
- [DOB80] Dobes, F.: Scripta met. 14 (1980), S. 215
- [DUG60] Dugdale, D.S.: J. Mech. Soc. 8 (1960), S. 100
- [DUP98] Dupasquier, A.; Folegati, P.; de Diego, N.; Somoza, A.: J. Phys.: Condens. Matter 10 (1998) S. 10409–10422
- [GOR35] Gorsky, W.S.: Phys. Z. Sowjetunion 8 (1935), S. 457
- [HAA84] Haasen, P.: Physikalische Metallkunde (1984)

- [HAA01] Haase, I.; Nocke, K.; Worch, H.; Zouhar, G.; Tempus, G.: *Prakt. Metallogr.* 38 (2001), S. 3, 119
- [HAH76] Hahn, H.G.: *Bruchmechanik: Einführung in die theoretischen Grundlagen* (1976)
- [HÄK90] Häkkinen, H.; Mäkinen, S.; Manninen, M.: *Phys. Rev. B* 41 (1990), S. 12441
- [HAN84] Hansen, H.E.; Nieminen, R.M.; Puska, M.J.: *J. Phys. F: Met. Phys.* 14 (1984), S. 1299
- [HAS93] Hashimoto, E.: *J. Phys. Soc. Japan* 62 (1993), S. 552
- [HAS94] Hashimoto, E.; Iwami, M.; Ueda, Y.: *J. Phys.: Condens. Matter* 6 (1994), S. 1611
- [HAU79] Hautojärvi, P.; Vehanen, A.: *Topics in Current Physics, Band 12* (1979)
- [HID88] Hidalgo, C.; Linderoth, S.: *J. Phys.: Metal Phys.* 18 (1988), L263
- [HID92] Hidalgo, C.; González-Doncel, G.; Linderoth, S.; San Juan, J.: *Phys. Rev. B* 45 (1992), S. 7017
- [KE47] Kê, T.: *Phys. Rev.* 71 (1947), S. 533
- [KRA99] Krause-Rehberg, R.; Leipner, H.S.: *Positron Annihilation in Semiconductors* (1999)
- [LEO87] Leo, W.R.: *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments* (1987)
- [LIS94] Liskay, L.; Corbel, C.; Baroux, L.; Hautojärvi, P.; Declémy, A.; Bayhan, M.; Brinkmann, A.W.; Tatarenko, S.: *Appl. Phys. Lett. Vol. 64* 11 (1994) S. 1380-1382
- [LDP99] *Lexikon der Physik* (1999)
- [MAI02] Maier, K.: persönliche Mitteilung
- [MAN78] Mantl, S.; Triftshäuser, W.: *Phys. Rev. B* 17 (1978) S. 1645-1652
- [PET96] Petersen, K.; Repin, I.A.; Trummy, G.: *J. Phys.: Condens. Matter* 8 (1996), S. 2815
- [PHI76] Phillips, G.W.; Marlow, K.W.: *Automatic analysis of Gamma-Ray Spectra from Germanium Detectors, Nuc. Inst. Meth.* 137 (1976), S. 525
- [PUS94] Puska, M.J.; Lanki, P.; Nieminen, R.M.: *J. Phys.: Condens. Matter* 1 (1989) S. 6081
- [RIE94] Riedel, Erwin.: *Allgemeine und Anorganische Chemie* (1994)
- [RÖB02] Röbel, M.: *Berechnen von Positronenannihilationsparametern mit Hilfe von PC-Clustern, Diplomarbeit Uni Bonn* (2002)

- [SCU88] Schultz, P.J.; Lynn, K.G.: Rev. Mod. Phys. 60 (3) (1988), S. 701
- [SCL92] Schlapbach, L.: Hydrogen in Intermetallic Compounds II. (1992)
- [SEE74] Seeger, A.: Appl. Phys. 4 (1974), S. 183
- [SOM99] Somoza, A.; Dupasquier, A.; Polmear, I.J.; Folegati, P.; Ferragut, P.: Phys. Rev. B 61 (21) (1999), S. 14 454
- [TEM01] Tempus, G.: persönliche Mitteilung
- [VAL84] Valkealahti, S.; Nieminen, R.M.: Appl. Phys. A 35 (1984), S. 51
- [VOL89] Vollertsen, F.; Vogler, S.: Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur (1989)
- [WES73] West, R.N.: Adv. Phys. 22 (1973), S. 263
- [WID96] Wider, T.: In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer, Diplomarbeit Universität Bonn (1997)
- [WID99] Wider, T.; Maier, K.; Holzwarth, U.: Phys. Rev. B. 60 (1999), S. 179
- [WOO58] Wood, W.A.: Recent Observations on Fatigue Fracture in Metals, ASTM STP 237 (1958), S. 110-121
- [ZAM02] Zamponi, C.: Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern, Doktorarbeit Uni Bonn (2002)
- [ZEN41] Zener, C.: Phys. Rev. 60 (1941), S. 906

Danksagung

Ich danke allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Helmholtz - Instituts für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn für die vielfältige Unterstützung.

Mein ganz besonderer Dank gilt Herrn Prof. Karl Maier für seine engagierte und sehr persönliche Betreuung sowie für die Ermöglichung dieser sehr interessanten Arbeit.

Herrn Prof. Herzog möchte ich für die Übernahme des Korreferates danken.

Dank gilt auch der gesamten „Maierbande“, angefangen bei (nun) Dr. Christiane Zamponi, für die große Geduld die sie immer wieder mit mir hatte, (noch nicht Dr.) Matz Haaks, für die vielen lehrreichen Hinweise, Ingo Müller, für die Beratung zu den montaglichen Nachtschichten, Torsten Staab für so manches klärende Streitgespräch, sowie Karsten Bennowitz, Moritz Beckmann, Lucian Isfan, Michael Röbel und Christoph Bommas für die vielen interessanten Stunden des letzten Jahres.

Für das leckere Essen und die Gastfreundschaft möchte ich mich ganz besonders bei Frau Maier, der „Chefin“ bedanken, die es immer wieder geschafft hat, die ganze „Maierbande“ satt zubekommen.

Bei meinem, immer mal wieder auf Weltreise befindlichem Studienbegleiter Jakob Graichen und seiner Freundin Marianna Diaz bedanke ich mich für die Aufrechterhaltung meiner Nahrungsversorgung in den letzten Wochen.

Herzlicher Dank gilt meinen Eltern, die mich während der gesamten letzten Jahre in jeder Hinsicht unterstützt und gefördert haben, und die mir alle Freiheiten bei der Gestaltung meines Studiums ermöglichten.

Und dank gilt Gudrun und Rainer Graichen, die mir während der Jahre in Bonn wie zu einer zweiten Familie geworden sind.