

# Positronenlebensdauerspektroskopie an Al- Cu- Modell- Legierungen

von  
Christine Maria Negrini

Diplomarbeit in Physik  
angefertigt am  
Helmholtz- Institut für Strahlen- und Kernphysik

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

im Mai 2004

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

Referent: Prof. Dr. K. Maier  
Koreferent: Prof. Dr. P. Herzog

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>Fehlstellen im Festkörper</b>	<b>6</b>
2.1	Fehlstellen in Kristallen . . . . .	6
2.1.1	Punktdefekte . . . . .	6
2.1.2	Liniendefekte . . . . .	7
2.1.3	Flächendefekte . . . . .	9
2.1.4	Volumendefekte . . . . .	10
2.1.5	Ausscheidungen . . . . .	10
2.2	Mechanische Deformation . . . . .	12
2.3	Legierung und Ausscheidungshärtung . . . . .	14
2.4	Erstarrungsvorgänge . . . . .	14
<b>3</b>	<b>Positronen als Fehlstellensonden</b>	<b>16</b>
3.1	Positronenquellen . . . . .	16
3.2	Positronen im Festkörper . . . . .	17
3.2.1	Thermalisierung . . . . .	17
3.2.2	Eindringtiefe . . . . .	17
3.2.3	Diffusion . . . . .	18
3.2.4	Wechselwirkung mit Fehlstellen . . . . .	18
3.2.5	Wechselwirkung mit Ausscheidungen . . . . .	21
3.2.6	Positron- Elektron- Annihilation . . . . .	21
3.3	Positronenlebensdauermessung . . . . .	22
3.4	S-Parameter-Messung . . . . .	23
<b>4</b>	<b>Durchführung der Messungen</b>	<b>25</b>
4.1	Probenstandard . . . . .	25
4.2	Lebensdauermessungen . . . . .	27
4.2.1	Aufnahme der Positronenlebensdauermessungen . . . . .	27
4.2.2	Auswertung der Positronenlebensdauermessungen . . . . .	28
4.3	Dopplerverbreiterung . . . . .	29
4.3.1	Aufnahme der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks . . . . .	29
4.3.2	Auswertung der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks . . . . .	30
4.4	Zugversuche . . . . .	31
4.4.1	Aufnahme der Spannungs-Dehnungs-Kurven . . . . .	31
4.4.2	Auswertung der Spannungs-Dehnungs-Kurven . . . . .	32
4.5	Messung der Vickers-Härte . . . . .	33

4.5.1	Durchführung der Vickers-Härte-Messungen . . . . .	33
4.5.2	Auswertung der Vickers-Härte-Messungen . . . . .	33
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>34</b>
5.1	Ergebnisse der Zugversuche . . . . .	34
5.2	Ergebnisse der Positronenlebensdauer-messungen . . . . .	36
5.3	Ergebnisse der Messungen des dopplerverbreiterten Annihilationspeaks . . .	37
5.4	Ergebnisse der Vickers-Härte-Messungen . . . . .	39
5.5	Langzeitmessungen . . . . .	40
5.5.1	Langzeitmessung der Positronenlebensdauer . . . . .	40
5.5.2	Langzeitmessung des S-Parameters . . . . .	41
5.6	Darstellung der Probenoberflächen in Abhängigkeit der Dehnung . . . . .	42
<b>6</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>43</b>
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>47</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>49</b>
A.1	Spannungs-Dehnungs-Kurven . . . . .	49
A.2	Langzeitmessungen der mittleren Positronenlebensdauer . . . . .	51
A.3	Langzeitmessungen des S-Parameters . . . . .	51
A.4	Tabellen . . . . .	53
A.5	Darstellung der Probenoberflächen in Abhängigkeit der Dehnung . . . . .	55

# Abstract

Aluminium–Kupfer–Legierungen sind wichtige Leichtbaustoffe, z.B. im Flugzeugbau. Bei diesen Legierungen behindern kupferhaltige Ausscheidungen, sogenannte Guinier–Preston–Zonen (GP–Zonen), die Versetzungsbewegung. Die Defektverteilung in den GP–Zonen wird mit der Positronenannihilationsspektroskopie (PAS) untersucht. Über die Messung der mittleren Positronenlebensdauer und des S–Parameters kann man Aussagen über die Anzahl und Art der vorliegenden Defekte machen. Dabei wird ausgenutzt, dass sich an Versetzungen Leerstellen anlagern. In diesen Leerstellen werden Positronen lokalisiert und annihilieren mit einem Elektron. Die Positronen zerstrahlen in den Defekten mit einer spezifischen Lebensdauer, so dass über die gemessene Positronenlebensdauer auf die Art des Defekts zurückgeschlossen werden kann. Sowohl der S–Parameter, als auch die Positronenlebensdauer sind korreliert mit der Defektdichte, so dass über diese Messungen auf die Anzahl der Defekte in der Probe geschlossen werden kann.

Ein besonderes Interesse besteht in der Klärung der Frage, inwiefern die makroskopischen Eigenschaften der hergestellten Legierungen von der mikroskopischen Struktur, speziell von der Grösse und der Verteilung der Kupferausscheidungen bestimmt werden. Die Konzentration des Legierungselements Kupfer variierte in den hergestellten Proben von 0 bis 17 Atomprozent. Über verschiedene Deformationsgrade bis zum Bruch der Proben wurden im Zugversuch unterschiedliche Versetzungskonzentrationen erzeugt. Ergänzend zur Positronenlebensdauerspektroskopie wurden die Daten mit Messungen der Vickers–Härte korreliert.

Die Messung der mittleren Positronenlebensdauer zeigte einen Anstieg mit steigendem Kupfergehalt aufgrund der Anpassversetzungen an den Ausscheidungen. Die Messung des S–Parameters bestätigte, dass sich Leerstellen in kupferreicher Umgebung befinden. Bei steigendem Kupfergehalt wurde die Bruchdehnung der Legierungen geringer. Sowohl die Messung der Vickers–Härte, als auch der S–Parameter zeigten eine Erhöhung der Versetzungsdichte unter Dehnung. Über die Langzeitmessungen der Proben wurde ersichtlich, dass die Kupferatome durch die Aluminiummatrix diffundieren und die Defektdichte erhöhen. Die Kupferatome bilden Ausscheidungen, an denen Leerstellen gebunden sind. Dies wurde mittels der Messung der mittleren Positronenlebensdauer bestätigt. Jedoch war nach einer Woche Messdauer noch kein stabiler Zustand erreicht.

# Kapitel 1

## Einleitung

Viele Eigenschaften von Festkörpern werden durch Fehler im geordneten kristallinen Aufbau beeinflusst. So ist zum Beispiel, wie in dieser Diplomarbeit untersucht wurde, die mechanische Festigkeit von Aluminium–Kupfer–Legierungen durch Kristallbaufehler bestimmt. Solche Kristallbaufehler können neben Fehlern der perfekten periodischen Kristallstruktur durch Legierungatome auch Versetzungen oder Ausscheidungen sein. Durch Zugabe von Fremdatomen bei dem Legierungsvorgang treten Veränderungen in dem Kristallgitter auf, die eine Härtung des Materials zur Folge haben können. Dadurch kann eine Legierung höheren mechanischen Beanspruchungen standhalten.

Bei mechanischer Deformation werden weitere Defekte erzeugt. Dies sind typischerweise Versetzungen und Leerstellen. Die Versetzungen sind massgeblich für die mechanische Festigkeit. Zum Bruch kommt es dann durch aufbrechende Atombindungen.

Positronen als Fehlstellensonden besitzen eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Defekten. Mit den Positronen sind Leerstellenkonzentrationen von  $10^{-6}$ /Atom nachweisbar. Ein wesentlicher Vorteil der Untersuchung mit Positronen ist, dass die Messmethode zerstörungsfrei ist. Über Messungen der mittleren Positronenlebensdauer, der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks und der Messung der Vickers-Härte können Aussagen über Defektarten in den untersuchten Proben gemacht werden.

Im Flugzeugbau wird die Al–Cu–Mg–Legierung 2024 verwendet. Hierbei ist die Wechselwirkung zwischen den Legierungskomponenten Kupfer und Magnesium mit der Hauptkomponente Aluminium sehr komplex. Um ein fundiertes Wissen über den Einfluss der Legierungselemente zu erlangen, wurde als einfaches Modellsystem Al–Cu gewählt und untersucht. Man hat sich für dieses Modellsystem entschieden, da Kupfer Hauptlegierungselement in der Legierung 2024 ist. Der Vorteil eines einfachen Modellsystems ist, dass man unterscheiden kann, wie das Verhalten der Legierung bei mechanischer Deformation oder über die Auslagerungszeit vom Legierungsgehalt des Kupfers abhängt.

In der Vergangenheit ist die Al–Cu–Mg–Legierung 2024 bereits im Rahmen mehrerer Arbeiten (in Kooperation mit Airbus) mit denselben Messmethoden untersucht worden wie die hier untersuchten Al–Cu–Legierungen. In der Legierung 2024 sind der Aluminiummatrix 4,4 Gew.% Kupfer und 1,6 Gew.% Magnesium zulegiert. Indem man im Modellsystem nur Kupfer zulegiert und mit der Legierung 2024 vergleicht, können auch Rückschlüsse auf die Wirkung des Legierungselements Magnesium gezogen werden.

Das folgende Kapitel beschäftigt sich mit Fehlstellen im Festkörpern. Diese Fehlstellen sind u.a. Versetzungen, die im Rahmen dieser Arbeit über plastische Dehnung in die Proben eingebracht wurden. Kapitel 3 beschreibt Positronen in Festkörpern. Wie schon

anfangs erwähnt, dienen die Positronen als Fehlstellensonden der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung. In Kapitel 4 werden die experimentellen Aufbauten beschrieben, mit denen man die verschiedenen Parameter der Annihilationsstrahlung messen kann. Die Ergebnisse der Messungen sind in Kapitel 5 dargestellt und werden in Kapitel 6 diskutiert. Mit Kapitel 7 schliesst die Arbeit mit einer Zusammenfassung.

# Kapitel 2

## Fehlstellen im Festkörper

### 2.1 Fehlstellen in Kristallen

Als Fehlstellen in einem Kristall gelten alle Abweichungen von einer dreidimensionalen periodischen Struktur des Gitteraufbaus. Während ein idealer Kristall als fehlerfrei betrachtet werden kann, existieren in realen Kristallen immer Fehlstellen. Die mechanischen Eigenschaften von Festkörpern werden wesentlich durch Fehler in der Gitterstruktur beeinflusst.

#### 2.1.1 Punktdefekte

Zu den Punktdefekten in einer kristallinen Struktur zählen Fremdatome, Leerstellen und Zwischengitteratome. Leerstellen und Zwischengitteratome können auf verschiedene Arten in das Gitter eingebracht werden, z.B. durch Abschrecken von hohen Temperaturen auf Raumtemperatur oder durch Verformung.

Atome können ihren Gitterplatz verlassen, wenn die Aktivierungsenergie aufgebracht wird, und können an die Oberfläche des Kristalls diffundieren. Dabei hinterlassen die Atome im Kristall eine Leerstelle, einen so genannten Schottky-Defekt. In Festkörpern kann ein Nachbaratom relativ leicht seinen Platz mit einer Leerstelle tauschen. Dieser Vorgang ist hauptverantwortlich für Diffusionsprozesse in Metallen.

Bei hohen Temperaturen bilden sich thermisch aktiviert atomare Eigenfehlstellen in der Gitterstruktur. Diese Fehlstellen können bei ausreichender Temperatur über Platzwechselprozesse durch den Kristall diffundieren und mit Eigenfehlstellen annihilieren.

Für die Konzentration der Einfach Leerstellen in Abhängigkeit der Temperatur gilt

$$C_{1V}(T) = \exp\left(-\frac{G_{1V}^F}{k_B T}\right) \quad (2.1)$$

Hierbei ist die Gibbsche freie Energie  $G_{1V}^F = H_{1V}^F - S_{1V}^F \cdot T$ .

Der thermodynamische Grundzustand eines Festkörpers ist daher bei endlichen Temperaturen immer ein Kristall mit einer endlichen Fehlerzahl. Die Gibbsche freie Energie  $G$  für die Leerstellenbildung ist gegeben durch die Leerstellenbildungsenthalpie  $H$  und die Leerstellenbildungsentropie  $S$  [SCH81], [SCH87].

### 2.1.2 Liniendefekte

Versetzungen sind eindimensionale, linienförmig gestörte Gitterbereiche. Die Versetzungslinie wird durch den in Richtung der Linie liegenden Linienvektor  $\vec{v}$  charakterisiert. Eine Versetzung lässt sich folgendermaßen erzeugen: Ein Kristall wird entlang einer Fläche ein Stück weit eingeschnitten, beide Kristallteile werden gegeneinander um einen Vektor  $\vec{b}$  verschoben und wieder verbunden. Falls  $\vec{b}$  ein Translationsvektor des Gitters ist, so ist die ursprüngliche Gitterstruktur wiederhergestellt. Charakterisiert werden Versetzungen durch den Burgersvektor  $\vec{b}$  und die Richtung der Versetzungslinie  $\vec{v}$ . Es gibt zwei Grenzfälle von Versetzungen (s. Abb. 2.1).

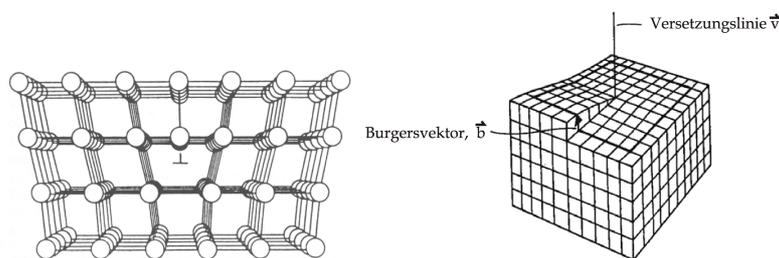


Abbildung 2.1: Links: Darstellung einer Stufenversetzung, bei der der Burgersvektor  $\vec{b}$  orthogonal zur Versetzungslinie  $\vec{v}$  ist. Diese steht senkrecht auf der Bildebene. Rechts ist eine Schraubenversetzung mit  $\vec{b} \parallel \vec{v}$  dargestellt.

Bei einer reinen Stufenversetzung steht der Burgersvektor orthogonal auf der Versetzungsrichtung  $\vec{v}$ . Stimmt die Richtung des Burgersvektors  $\vec{b}$  hingegen mit der Richtung der Versetzungslinie  $\vec{v}$  überein, so spricht man von einer Schraubenversetzung.

Meist ist eine Kombinationen aus beiden Grenzfällen zu finden, wobei der resultierende Burgersvektor eine Summe von Burgersvektoren aus Stufen- und Schraubenversetzungen ist (s. Abb. 2.2).

Stufenversetzungen lassen sich auch als eingeschobener oder fehlender Netzebenenanteil beschreiben (s. Abb. 2.1). Am Ende der eingeschobenen Ebene im Kristall befindet sich ein stark gestörter Gitterbereich, der Versetzungskern, der sich entlang einer Versetzungslinie  $\vec{v}$  erstreckt. Aus den dadurch entstandenen Verzerrungen im Gitter ergeben sich Spannungsfelder, die komplexe Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen verursachen. Diese Spannungsfelder fallen umgekehrt proportional zum Abstand zur Versetzung ab. Versetzungslinien können nicht im ungestörten Kristallinneren enden und bilden geschlossene Ringe, oder sie enden an Oberflächen bzw. Grenzflächen.

Bei Erstarrungsprozessen nach dem Legieren werden durch thermische Spannungen Versetzungen erzeugt, ebenso können Ausscheidungen Spannungen hervorrufen, wenn ihr Gitterparameter unterschiedlich zu dem des Kristalls ist. Versetzungen kompensieren dann diese Spannungen.

Die Versetzungsdichte ist ein Maß für die Länge der Versetzungen pro Volumen. Sie hat die Dimension einer reziproken Fläche und reicht bis zu  $\geq 10^{15} \text{ m}^{-2}$  in stark deformierten Metallen [KLE90].

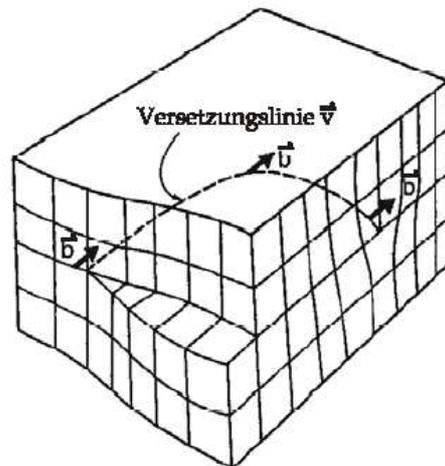


Abbildung 2.2: Überlagerung von Stufen- und Schraubenversetzung in einem realen Kristall. Beim Eintritt in den Kristall hat die Versetzung Schraubencharakter, beim Austritt rechts Stufencharakter.

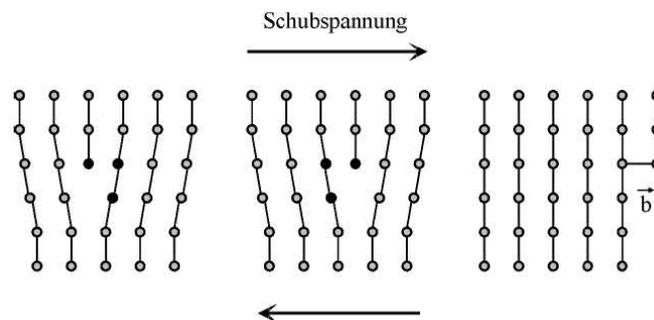


Abbildung 2.3: Indem eine Atombindung aufbricht und eine neue Atombindung mit der nächsten Netzebene entsteht, gleitet die Versetzung durch den Kristall. An der Oberfläche bleibt eine Stufe mit einer Höhe des Burgersvektors zurück.

Bei der Versetzungsbewegung durch den Kristall erfährt die Versetzung eine periodische Änderung ihrer potentiellen Energie. Das zugehörige Potential wird als Peierls-Potential bezeichnet. Die Gleichgewichtslagen der Versetzungslinie entlang der Gittergeraden bezeichnet man als Peierls-Täler [SCH92]. Unter Versetzungsgleiten versteht man die Bewegung der Versetzungen im Peierls-Potential. Zur Bewegung muss die Peierls-Spannung  $\tau_P$  überwunden werden. Diese ist laut Gleichung

$$\tau_P \sim G \exp\left(-\frac{d}{b}\right) \quad (2.2)$$

proportional zu dem Schubmodul  $G$  und exponentiell abhängig vom Gleitebenenabstand  $d$  und dem Betrag des Burgersvektors  $b$ . Aus diesem Grund findet das Versetzungsgleiten auf den dichtest gepackten kristallographischen Ebenen, den Gleitebenen, statt. In ku-

bisch flächenzentrierten Kristallen (fcc) sind die Gleitebenen die  $\{111\}$ -Ebenen. Bei einer Stufenversetzung wird die Gleitebene durch die Versetzungslinie  $\vec{v}$  und den Burgersvektor  $\vec{b}$  aufgespannt. Im Gegensatz dazu besitzen Schraubenversetzungen keine ausgezeichnete Gleitebene, da die Versetzungslinie  $\vec{v}$  und der Burgersvektor  $\vec{b}$  parallel verlaufen.

Versetzungen können sich jedoch auch zusätzlich quer zu den Gleitebenen bewegen, was dann als Klettern oder Quergleiten bezeichnet wird [KLE90]. Da hierbei die Versetzungen die Gleitebene wechseln, ist dieser Prozess nur durch Erzeugung und Vernichtung von Defekten (Leerstellen, Zwischengitteratome) an der Versetzungslinie möglich. Dabei kommt es zur Bildung von Sprüngen, so genannten Jogs (Sprünge, die nicht gleiten können und die nicht in der Gleitebene liegen). An den Jogs müssen Versetzungen die Gleitebene wechseln [BER89]. Weiterhin gibt es Kinken, welche in der Gleitebene liegende Sprünge sind, die wieder beseitigt werden können. Durch die Wechselwirkung von Versetzungen untereinander kann es auf diese Weise zu unbeweglichen Versetzungsanordnungen im Gitter kommen, die eine weitere Verformung des Kristalls verhindern und so eine Verfestigung hervorrufen [VOL89].

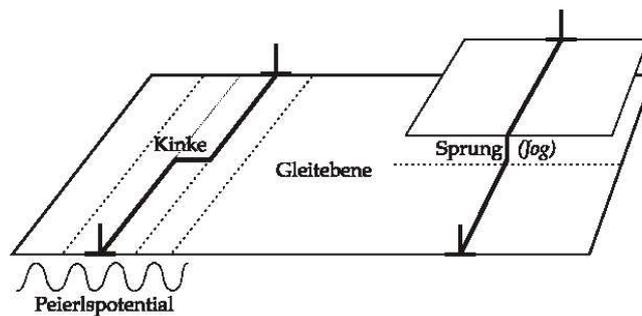


Abbildung 2.4: Darstellung der Versetzungsbewegung. Links: Quergleiten über eine Kinke (Knick in einer Versetzung), rechts Klettern mittels eines Jogs (Sprung).

Mit steigender plastischen Verformung steigt auch die Versetzungsdichte stark an. Zusätzlich zur Versetzungsbewegung kommt es zur Versetzungsmultiplikation. Ein Mechanismus dafür ist die Frank–Read–Quelle. Diese verursacht unter Einwirkung einer Schubspannung Versetzungsringe in der Gleitebene. Anfänglich sind die Enden einer Versetzung an Ausscheidungen gepinnt. Unter einer Schubspannung drückt sich die Versetzung zwischen den Ausscheidungen durch und löst sich unter anhaltender Spannung als Versetzungsring ab. Mit steigender Versetzungsdichte wird die kritische Schubspannung, oberhalb derer plastisches Fließen möglich ist, erhöht. Dies wird als Verfestigung bezeichnet.

Kommt es durch einen Sprung zur Behinderung des Versetzungsgleitens, so muss die Versetzung klettern. Notwendig dafür ist die Emission oder Absorption von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen. Die zur Erzeugung der Leerstellen notwendige Energie wird durch die bei der Verformung erbrachte mechanische Arbeit geliefert.

Es besteht durch ein mechanisches Spannungsfeld eine Wechselwirkung zwischen Leerstellen, die an die Versetzungslinie gebunden sind, und Versetzungen. Vorbeigleitende Versetzungen können Leerstellen einsammeln und dadurch atomare Sprünge entlang der Ver-

setzungslinie verursachen. Die Leerstellenkonzentration ist daher an Versetzungen erhöht [SCH92].

### 2.1.3 Flächendefekte

Zweidimensionale Defektstrukturen sind Korngrenzen, Phasengrenzen, Stapelfehler oder auch die Oberfläche des Kristalls.

Eine Korngrenze zeichnet sich dadurch aus, dass zwei Gebiete gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung aneinander grenzen.

Man unterscheidet zwischen Kleinwinkelkorngrenzen, Großwinkelkorngrenzen und Zwillingsgrenzen. Bei Kleinwinkelkorngrenzen ist der Orientierungsunterschied der Gitter gering und liegt im Bereich von bis zu  $4^\circ$  [KLE90]. Eine Anpassung der Subkörner findet über Stufenversetzungen, die im Gitter in Reihe übereinander angeordnet sind, statt.

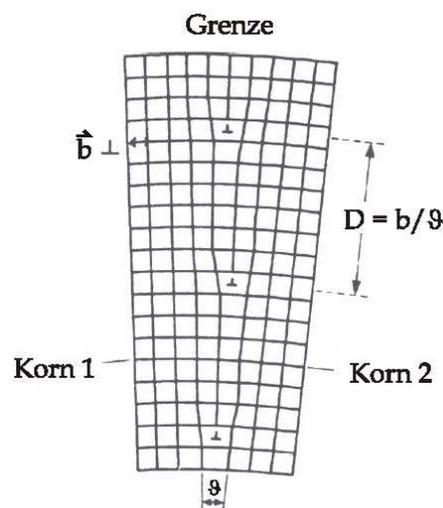


Abbildung 2.5: Darstellung einer symmetrischen Kleinwinkelkorngrenze in einem fcc Kristall mit Kippwinkel  $\nu$  [HAA74]. Zur Anpassung der Subkörner sind Stufenversetzungen im Gitter eingebaut.

Man spricht von einer Kippkorngrenze (tilt-Korngrenze), wenn die Drehachse, über welche die Gitter ineinander zu überführen sind, parallel zur Subkorngrenze liegt. Stehen die Achsen hingegen senkrecht auf der Subkorngrenze, bezeichnet man dies als Drehkorngrenze (twist-Korngrenze). Eine Drehkorngrenze besteht aus einem System von Schraubenversetzungen, die sich gegenseitig durchkreuzen. Im allgemeinen hat eine Kleinwinkelkorngrenze sowohl Kipp-, als auch Drehanteile. Der Verlauf der Korngrenze ist meist unregelmässig durch das Kristallvolumen.

Bei Grosswinkelkorngrenzen übersteigt der Orientierungsunterschied der Körner  $4^\circ$ .

Zwillingsgrenzen sind dadurch gekennzeichnet, dass die aneinandergrenzenden Körner eine genau festgelegte Orientierung zueinander haben.

Korngrenzen bilden für Versetzungen Hindernisse, bei denen es unter plastischer Deformation zum Versetzungsaufstau kommt.

Stapelfehler sind weitere flächenhafte Kristallbaufehler. Der Aufbau einer Kristallstruktur lässt sich als eine Aufeinanderstapelung von einzelnen Atomschichten in einer bestimmten Reihenfolge beschreiben. Wird diese Stapelordnung nicht eingehalten, entsteht ein flächenhaft ausgedehnter Defekt. Anders als bei Korn- und Zwillingsgrenzen weisen diese Kristallbereiche bei einem Stapelfehler keinen Unterschied in der Orientierung auf. Durch parallele Verschiebung um einen Translationsvektor, der auch hier Burgersvektor genannt wird, lassen sich beide Gitterbereiche wieder in Deckung miteinander bringen. Stapelfehler sind meist eben und haben eine atomar perfekte Struktur. Jedoch ist hier der Burgersvektor, anders als bei Versetzungen, kein Gittervektor. Durch die Existenz eines Stapelfehlers an einer Schraubenversetzung wird deren Gleitebene festgelegt und das Quergleiten in andere Gleitebenen erschwert. Endet ein Stapelfehler innerhalb des Gitters, so befindet sich an seinem Rand eine versetzungsähnliche Struktur, bei welcher der Burgersvektor kein ganzer Gittervektor ist. Dies wird als unvollständige oder Teilversetzung bezeichnet. Stapelfehler werden immer durch solche Teilversetzungen begrenzt.

Die Stapelfehlerenergie gibt den energetischen Unterschied zwischen den beiden Stapelordnungen pro  $m^2$  Stapelfehlerfläche an. Da z.B. Aluminium eine sehr grosse Stapelfehlerenergie von  $180 \frac{mJ}{m^2}$  [GOT98] aufweist, ist das Aufspalten von Versetzungen unwahrscheinlicher als bei Materialien mit geringerer Stapelfehlerenergie, wie z.B. bei Kupfer, in dem eine Versetzungsaufspaltung stattfindet [BER65].

#### 2.1.4 Volumendefekte

Zu den dreidimensionalen Defekten gehören Leerstellencluster, Mikroporen und Ausscheidungen.

Wenn Punktdefekte in höheren Konzentrationen vorliegen und beweglich sind, können sie sich zusammenlagern. Je nach vorliegender Konzentration der Punktdefekte kann die Größe der Zusammenlagerung zwischen wenigen Ångström und einigen Nanometern variieren. Leerstellenagglomerate von 5 bis 50 Atomen werden Leerstellencluster genannt. Besitzen diese Leerstellenagglomerate eine Größe von mindestens 1 nm, werden diese als Poren definiert. Die Leerstellenagglomerate sind ab dieser Grösse im TEM erkennbar. Fremdatomcluster können eine Größe von einigen Atomen bis zu 100 nm aufweisen. Dies kann die Ursache für ein Ansteigen der Härte und Sprödigkeit mancher Legierungen bei Temperaturbehandlung oder auch beim Altern sein [KLE90].

#### 2.1.5 Ausscheidungen

Die Diffusion der Atome im Festkörper ist der hauptsächliche Transportprozess bei der Ausscheidungsbildung in Legierungen. In Metallen wandern die Atome im Festkörper durch den Leerstellenmechanismus, d.h. die Atome diffundieren auf Zufallswegen durch den Festkörper, indem sie mit Leerstellen einen Platzwechsel durchführen.

Das erste Ficksche Gesetz beschreibt den Diffusionsvorgang für einen kubischen Kristall [MEH91]:

$$\vec{j} = -D \cdot \nabla c \quad (2.3)$$

Hierbei ist  $\vec{j}$  der Teilchenfluss einer Sorte,  $c$  die Konzentration dieser Teilchen und  $D$  der Diffusionskoeffizient.

Der Diffusionskoeffizient ist materialspezifisch und temperaturabhängig:

$$D = D_0 \exp(-Q/k_B T) \quad (2.4)$$

Hierbei ist  $D_0$  ein Vorfaktor,  $k_B$  die Boltzmann Konstante,  $T$  die Temperatur und  $Q$  die Aktivierungsenthalpie.

Tabelle 2.1: Aktivierungsenthalpien  $Q$  und Vorfaktoren  $D^0$  für die Selbstdiffusion und Diffusion von Kupfer in Aluminium und Diffusionskoeffizienten für  $20^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$  [NEU91]. Die Diffusionskoeffizienten der beiden angegebenen Temperaturen unterscheiden sich um 8 Größenordnungen.

Element	$D^0$ [ $10^{-4}m^2s^{-1}$ ]	$Q$ [eV]	D( $20^\circ\text{C}$ ) [ $10^{-26}m^2s^{-1}$ ]	D( $200^\circ\text{C}$ ) [ $10^{-18}m^2s^{-1}$ ]
Al	0,14	1,28	1,32	3,15
Cu	0,65	2,10	0,0536	0,782

Die maximale Löslichkeit von Kupfer in Aluminium beträgt bei  $548^\circ\text{C}$  5,65 Gew%, unterhalb von  $300^\circ\text{C}$  weniger als 1 Gew% [GOT98].

Bei der Ausscheidungsbildung finden Umwandlungen im festen Zustand statt. Es muss zwischen Keimbildung und spinodaler Entmischung unterschieden werden.

Bei der Keimbildung bildet sich ein Keim mit einer festen Zusammensetzung und wächst mit dieser Zusammensetzung durch Diffusionsprozesse, die Fremdatome im wachsenden Keim anreichern, weiter. Die Bildung der Keime beginnt an einzelnen Punkten des Gitters durch thermische Schwankungen oder Konzentrationsvariationen.

Bei der spinodalen Entmischung stellt sich die Gleichgewichtszusammensetzung erst im Laufe der Zeit ein. Der Prozess besteht aus dem Aufbau periodischer Konzentrationsvariationen. Diese Konzentrationsschwankungen vergrößern sich dann weiter durch Diffusion [HAA74].

Die Form der Ausscheidung ist bestimmt durch die Verzerrungsenergie, die an der Matrix aufgewendet werden muss, und von der Grenzflächenenergie.

Es lassen sich drei Typen von Ausscheidungen unterscheiden:

Kohärente Ausscheidungen sind dadurch charakterisiert, dass sich die Gitterebenen der Matrix stetig in der Ausscheidung fortsetzen. Dabei kann es zu leichten Verzerrungen kommen. Zu einer teilkohärenten Grenzfläche kommt es, wenn die Gitterparameter der Matrix und der Ausscheidung unterschiedlich sind. Dann werden Stufenversetzungen zur Kompensation der Verzerrungen eingebaut.

Bei einer unterschiedlichen Struktur von Ausscheidung und Matrix oder bei gleicher Struktur und unterschiedlicher Orientierung von Ausscheidung und Matrix erhält man eine inkohärente Grenzfläche. Durch die damit verbundene hohe Grenzflächenenergie, somit auch einer hohen Keimbildungsarbeit, wird die Keimbildung erschwert.

Entmischte kohärente Phasen in der Größenordnung von einer bis einigen Atomlagen werden in Aluminiumlegierungen Guinier–Preston–Zonen (GP–Zonen) genannt [GUI39], [PRE38]. Während des Lösungsglühens liegt ein homogener Mischkristall vor, nach Abschrecken auf Raumtemperatur ist dieser übersättigt. Die Ausscheidungssequenz in übersättigten Aluminium–Kupfer–Legierungen ist  $\text{GPI} \rightarrow \text{GPII} \rightarrow \Theta' \rightarrow \Theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).

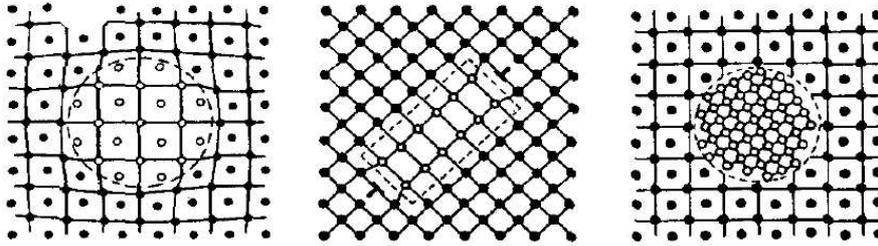


Abbildung 2.6: Darstellung von Phasengrenzen, hier für Al–Cu. Links: kohärente GPI- und GPII-Zonen (Cu–Schichten auf  $\{100\}$ -Ebenen der Aluminiummatrix); Mitte: teilkohärente  $\Theta'$  Phasen (metastabile Phasen); Rechts: inkohärente  $\Theta$  Phasen (Gleichgewichtsphase,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).

GPI-Zonen nennt man Gebiete, in denen sich eine monoatomare Schicht Kupfer auf der  $\{100\}$ -Ebene in der Aluminiummatrix befindet (s. Abb. 2.7). GPII-Zonen bestehen aus mehreren Cu-Schichten, jeweils getrennt durch drei Aluminiumschichten. Erst nach mehreren metastabilen Phasen  $\Theta'$  wird die Gleichgewichtsphase  $\Theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) erreicht [GLÄ91]. Die GP-Zonen behindern die Versetzungsbewegung und erhöhen dadurch die Härte der Legierung. Während der Al–Cu-Mischkristall eine kubisch flächenzentrierte Struktur besitzt, liegt  $\text{Al}_2\text{Cu}$  in tetragonaler Struktur vor.

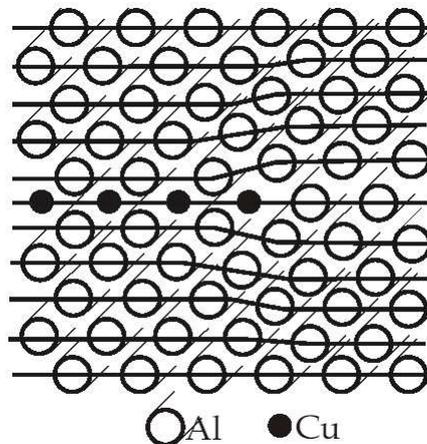


Abbildung 2.7: Schnitt durch eine GPI-Zone in Al–Cu [HAA74]. Diese Zone ist eine monoatomare Cu–Schicht auf der  $\{100\}$ -Ebene der Aluminiummatrix.

Das Festigkeitsmaximum ist erreicht, wenn die Ausscheidungen so gross sind, dass ein Umgehen dieser von den Versetzungen ebenso stark behindert wird wie ein Schneiden der Ausscheidungen durch Versetzungen.

Zu einer Überalterung des Materials kommt es, wenn die Auslagerungszeit bei hoher Temperatur dazu führt, dass die Abstände zwischen den Ausscheidungen so gross werden, dass Versetzungen die Ausscheidungen über den Orowan-Mechanismus (s. Abb. 2.9) umgehen

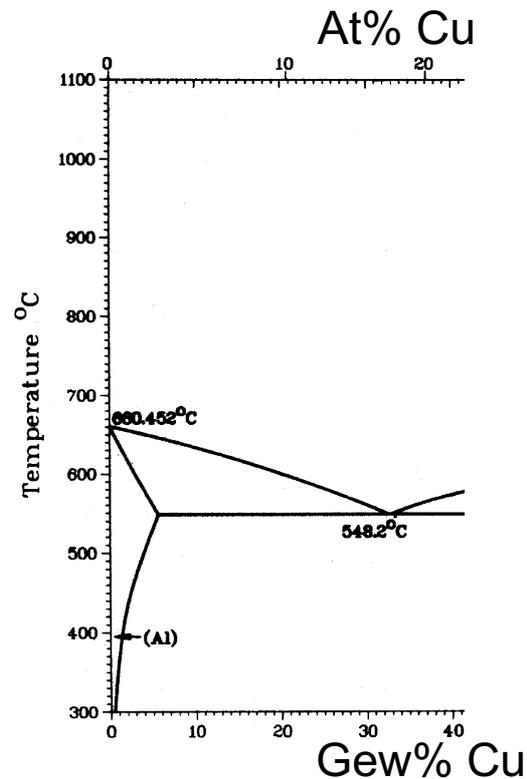


Abbildung 2.8: Ausschnitt aus dem Zustandsdiagramm Al–Cu. Auf der oberen Achse sind Atomprozent Cu, auf der unteren Achse Gewichtsprozent Cu aufgetragen [ASM97].

können. Dabei vergrößern sich die Ausscheidungen und die Festigkeit nimmt ab [GOT98].

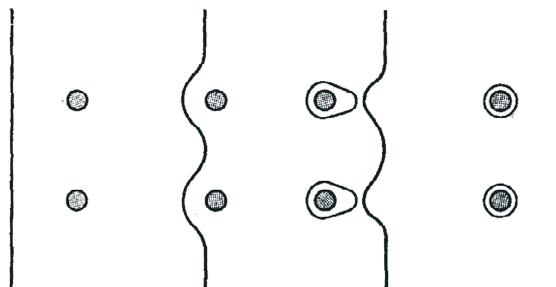


Abbildung 2.9: Orowan–Mechanismus: Eine Versetzung drückt sich unter einer Schubspannung durch zwei Ausscheidungen hindurch. Antiparallele Versetzungsteile berühren sich hinter den Ausscheidungen. Es resultieren eine freie Versetzung und Versetzungsringe um die Ausscheidungen [GOT98].

## 2.2 Mechanische Deformation

Um die mechanischen Eigenschaften zu bestimmen, gibt es verschiedene Prüfverfahren wie z.B. Zugversuche und Wechselverformung, ebenso wie die Härtemessung.

Da plastische Deformation die Bewegung von Versetzungen voraussetzt, hängt das Deformationsverhalten eines Materials stark von der Beweglichkeit der Versetzungen ab.

Die Verformung eines Materials besteht im allgemeinen aus einem reversiblen, elastischen Anteil und einem irreversiblen, plastischen Anteil, der eine bleibende makroskopische Veränderung des Materials verursacht.

Bei einem Zugversuch wird das zu untersuchende Material einer Zugspannung  $\sigma$  ausgesetzt. Dabei erfährt die Probe eine Längenänderung  $\Delta l$  ausgehend von der ursprünglichen Länge  $l_0$ . Wenn das Volumen der Probe als konstant angesehen wird, tritt unter der Zugbelastung eine Querschnittsverminderung ein, die gemessen werden kann. Indem man die zur Dehnung der Probe aufgewendete Kraft misst, kann man die Spannung  $\sigma$  errechnen. Hierbei muss zwischen technischer Spannung  $\sigma_t$  und wahrer Spannung  $\sigma_w$  unterschieden werden. Die technische Spannung ist definiert als

$$\sigma_t = F/A_0 \quad (2.5)$$

wobei  $F$  die aufgewendete Kraft ist und  $A_0$  die ursprüngliche Querschnittsfläche. Dagegen wird bei der wahren Spannung  $\sigma_w$  die Querschnittsverminderung berücksichtigt.

$$\sigma_w = F/A = \frac{F}{A_0} \cdot \frac{A_0}{A} \approx \sigma \cdot (1 + \epsilon) \quad (2.6)$$

Diese Gleichung gilt nur für kleine  $\epsilon$  ohne lokale Einschnürungen in der Probe. Die Dehnung  $\epsilon$  ist definiert als

$$\epsilon = \Delta l/l_0 \quad (2.7)$$

d.h. als Längenänderung bezogen auf die ursprüngliche Länge.

Ebenso wie bei der Spannung kann eine wahre Dehnung  $\epsilon_w$  definiert werden:

$$\epsilon_w = \ln(1 + \epsilon) \quad (2.8)$$

Den typischen Verlauf einer Spannungs–Dehnungskurve zeigt Abb. 2.10.

Im Hookschen Bereich ist ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung zu beobachten.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.9)$$

Die Proportionalitätskonstante ist der Elastizitätsmodul des untersuchten Materials und entspricht der Steigung der Geraden im Hookschen Bereich. Die Dehnung in diesem Bereich ist elastisch und reversibel, d.h. nach Wegnahme der Spannung geht die Dehnung vollständig zurück.

Bei höheren Spannungen beginnt der plastische Bereich, dessen Beginn definiert ist als die Elastizitätsgrenze  $\sigma_{0,2\%}$ . Dies ist die Spannung, bei der nach vollständiger Entlastung eine bleibende Deformation von 0,2% besteht. Die maximale Spannung der Kurve ist als Zugfestigkeit definiert. Erhöht man nach Erreichen der Zugfestigkeit die Spannung weiter, so wird diese Erhöhung nicht mehr durch Verfestigung des Materials ausgeglichen, sondern die Probe beginnt sich an einer Stelle einzuschnüren, bis es zum Bruch kommt. In diesem

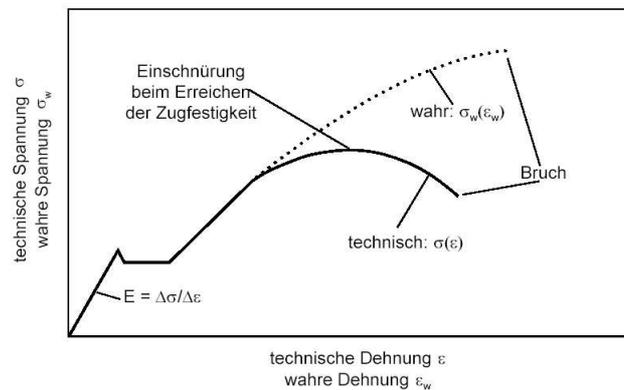


Abbildung 2.10: Typischer Verlauf eines Spannungs–Dehnungs–Diagramms [HAA03]. Im linearen Bereich ist die Verformung reversibel (Hookscher Bereich), anschliessend erfolgt die Verformung plastisch bis zum Bruch. Im Gegensatz zu der technischen Spannung wird bei der wahren Spannung die Einschnürung der Probe berücksichtigt.

Bereich steigt im Gegensatz zur technischen Spannung die wahre Spannung kontinuierlich bis zum Bruch an. Die plastische Verformung bei kristallinen Materialien erfolgt in Gleitebenen.

Bei einem polykristallinen Material würden sich die Körner ganz verschieden verformen, wenn sie nicht miteinander verbunden wären. Versetzungen in einem Korn werden an der Korngrenze aufgestaut, da sie im Allgemeinen keine zu ihrem Burgersvektor passende Gleitebene finden. Wird eine kritische Spannung überschritten, werden Versetzungsquellen im Nachbarkorn aktiviert. Man kann nicht davon ausgehen, dass die Spannungs–Dehnungskurve eines Vielkristalls eine über alle Orientierungen gemittelte Spannungs–Dehnungskurve eines Einkristalls ist.

Es muss ein Unterschied zwischen dynamischem und statischem Zugversuch gemacht werden. Während bei dem dynamischen Zugversuch die Dehnungsrate konstant gehalten wird, wird bei dem statischen Zugversuch die Spannung  $\sigma$  konstant gehalten.

Bei einer über die Zugfestigkeit hinausgehenden Belastung kommt es infolge des Aufbrechens atomarer Bindungen zum Bruch. Je nach Art der Belastung des Materials unterscheidet man zwischen Spröd–/Duktilbruch (kurzzeitige Belastung), Kriechbruch (langzeitige Belastung unter erhöhter Temperatur) und Dauer–/Ermüdungsbruch (Wechselverformung).

### 2.3 Legierung und Ausscheidungshärtung

Die Härte eines Werkstoffes ist eine wichtige Kenngröße. Es gibt verschiedene Methoden zur Härtebestimmung. In der Werkstoffprüfung sind dies im Wesentlichen Eindringkörper aus sehr harten Materialien. Je nach Form des Körpers nennt man die Härte Brinell–Härte (Kugel), Rockwell–Härte (Kegel) oder Vickers–Härte (Pyramide). Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde die Vickers–Härte der untersuchten Proben bestimmt.

Die Ausscheidungshärtung funktioniert über den Prozess des Versetzungspinnens durch

Fremdatomagglomerate, d.h. die Versetzungsbewegung im Festkörper wird stark behindert. Es gibt jedoch Mechanismen, bei denen die Versetzungen die Möglichkeit haben, sich trotz des Pinnens weiter durch den Festkörper zu bewegen. Bei dem Mott–Nabarro–Mechanismus schneiden die Versetzungen die Fremdatomagglomerate. Dies ist der bevorzugte Mechanismus bei kleinen kohärenten Agglomeraten. Bei dem Orowan–Mechanismus kann sich die Versetzung bis zu einem kritischen Radius durchbiegen. Dies ist der dominierende Mechanismus, wenn die Ausscheidungen weit voneinander entfernt liegen (s. Abb. 2.9).

## 2.4 Erstarrungsvorgänge

Kristalline Legierungen werden unter anderem durch Erstarrung aus der Schmelze gewonnen. Der Erstarrungsvorgang spielt sich hierbei nicht bei einer festen Temperatur ab, sondern in einem Temperaturbereich. Dadurch ändert sich die Zusammensetzung der festen Phase und der Schmelze ständig, im festen Zustand können inhomogene Verteilungen der Komponenten auftreten, selbst wenn die Schmelze homogen war. Da Diffusionsprozesse langsamer ablaufen als der Erstarrungsvorgang, kommt es nicht zum Konzentrationsausgleich und zur Bildung homogener Phasen.

Die Erstarrung einer Schmelze beginnt mit der Bildung fester Keime. Dieser Vorgang setzt eine Unterkühlung der Schmelze voraus, um die Energie zur Bildung einer Phasengrenzfläche aufzubringen. An den Tiegelwänden kann bereits bei wesentlich schwächerer Unterkühlung die Keimbildung beginnen [KOP02].

Für das weitere Kristallwachstum ist die Rauigkeit der Phasengrenzfläche massgebend. Atome lagern sich an Kanten an, bilden dichtest gepackte Kristallflächen, auf denen dann weitere Kanten gebildet werden. Senkrecht zu einer perfekten glatten Kristallfläche wächst der Kristall am langsamsten, da auf glatten Flächen erst eine neue Keimbildung stattfinden muss. Das Wachstum wird beschleunigt, wenn Schraubenversetzungen die Grenzfläche durchstossen, wobei sich Wachstumsspiralen ausbilden.

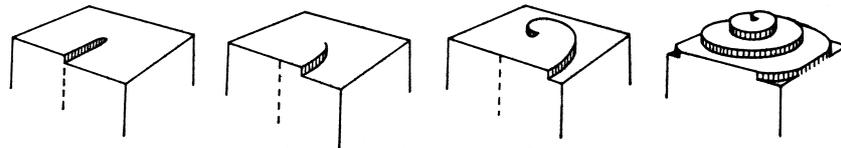


Abbildung 2.11: Entwicklung einer Wachstumsspirale auf einem Kristall, dessen Oberfläche eine Schraubenversetzung durchstößt [HAA74].

# Kapitel 3

## Positronen als Fehlstellensonden

Das Positron ist das Antiteilchen des Elektrons mit der gleichen Masse und entgegengesetzter Ladung. Es wurde theoretisch von Dirac vorhergesagt [DIR30] und experimentell von Anderson bei der Untersuchung der kosmischen Höhenstrahlung nachgewiesen [AND33].

### 3.1 Positronenquellen

Experimentell benutzt man radioaktive Quellen um Positronen zu gewinnen. Im Vakuum sind Positronen stabil. Im Festkörper zerstrahlen sie innerhalb von  $10^{-10}$  bis  $10^{-9}$  s mit einem Elektron zu zwei  $511 \text{ keV}$ - $\gamma$ -Quanten.

Bei einem  $\beta^+$ -Zerfall wandelt sich in einem neutronenarmen Kern ein Proton in ein Neutron um. Dabei werden ein Positron und ein Elektronneutrino emittiert.

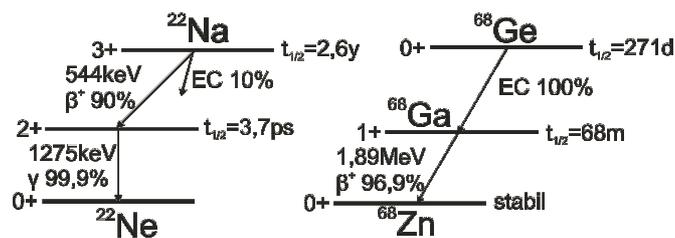


Abbildung 3.1: Zerfallsschemata von  $^{22}\text{Na}$  und  $^{68}\text{Ge}$ .

Aufgrund des 3-Teilchen-Prozesses haben die emittierten Teilchen ein kontinuierliches Energiespektrum mit einer maximalen kinetischen Energie.

Das Isotop  $^{22}\text{Na}$  ist aus mehreren Gründen gut geeignet für die Positronenlebensdauer-spektroskopie. Mit einer Halbwertszeit von  $\tau_{1/2} = 2,6 \text{ a}$  ist es lange nutzbar. Die mittlere Lebensdauer des angeregten  $^{22}\text{Ne}$ -Kerns ist mit  $3,7 \text{ ps}$  gering gegen die Lebensdauer der Positronen im Festkörper (100 bis 300 ps). Daher kann das  $1275 \text{ keV}$ -Quant als Startquant zur Ermittlung der Positronenlebensdauer genutzt werden und gegen die Lebensdauer des

angeregten  $^{22}\text{Ne}$ -Kerns vernachlässigt werden. Die emittierte  $\gamma$ -Strahlung (1275 keV) ist energetisch deutlich von der Annihilationsstrahlung (0,511 MeV) verschieden,  $^{22}\text{Na}$  ist leicht herzustellen und hat eine hohe Positronenausbeute (90%).

Eine weitere im Rahmen dieser Arbeit genutzte Positronenquelle ist  $^{68}\text{Ge}$ . Dieses Isotop hat eine Halbwertszeit von  $\tau_{1/2} = 271$  d und besitzt ebenfalls eine hohe Positronenausbeute (96,9%).

Im Gegensatz zu  $^{22}\text{Na}$  emittiert  $^{68}\text{Ge}$  kein promptes  $\gamma$ -Quant und die maximale kinetische Energie der Positronen ist 1,89 MeV.

Durch Analyse der Zerstrahlungsparameter können auf verschiedene Arten Informationen über das untersuchte Material gewonnen werden. Abb. 3.2 zeigt dies schematisch.

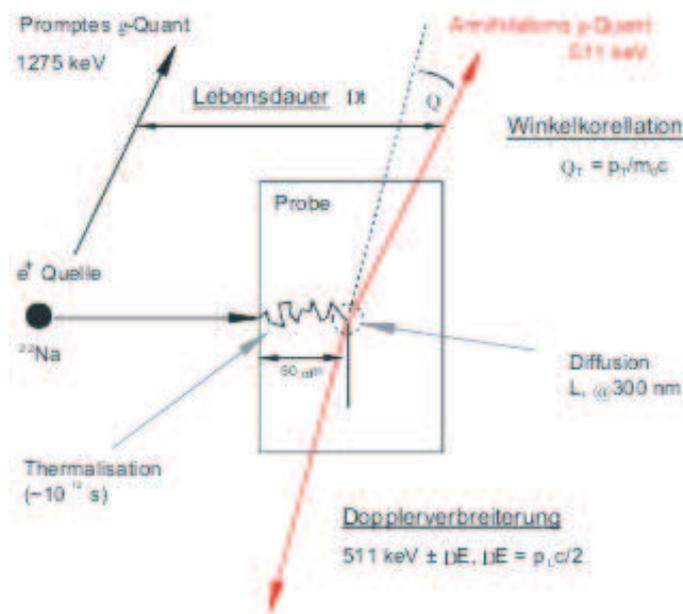


Abbildung 3.2: Darstellung der nutzbaren Parameter aus der Positronenannihilation [KRA99]. Bei der Lebensdauermessung wird das prompte 1275 keV-Quant als Startsignal verwendet und die Zeit  $\Delta t$  gemessen, bis ein Annihilationsquant mit einer Energie von 511 keV nachgewiesen wird. Dieses  $\Delta t$  entspricht der Positronenlebensdauer in der Probe. Bei der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks wird die Energieverbreiterung des 511 keV-Peaks durch den longitudinalen Elektronenimpuls gemessen. Hieraus wird der S-Parameter berechnet.

## 3.2 Positronen im Festkörper

### 3.2.1 Thermalisierung

Dringt das Positron in einen Festkörper ein, so verliert es innerhalb weniger Picosekunden seine kinetische Energie durch inelastische Stöße mit Elektronen, sowie durch Phononen- und Plasmonenanregung. Die thermische Energie beträgt somit  $E_{th} = \frac{3}{2}k_B T \approx \frac{1}{25} \text{ eV}$  bei Raumtemperatur.

In Metallen dauert die Thermalisation ca. 3 ps im Vergleich zur wesentlich längeren mittleren Lebensdauer von 100 bis 300 ps [WES73]. Daher kann die Zerstrahlung aus nicht-thermischen Zuständen bei Raumtemperatur vernachlässigt werden.

Es befinden sich im Mittel nie so viele Positronen gleichzeitig im Festkörper, so dass sie nach dem Pauliprinzip höhere Energiezustände einnehmen müssen. D. h. während ihrer Lebensdauer ist jeweils nur ein Positron im Festkörper. Dieses kann dann den energetisch geringsten Zustand einnehmen.

### 3.2.2 Eindringtiefe

Die mittlere Eindringtiefe  $z$  hängt von der kinetischen Energie der Positronen und der Dichte  $\rho$  des Materials ab. Für Positronen aus dem kontinuierlichen  $\beta$ -Spektrum wird von einem exponentiellen Zusammenhang der Positronenintensität in Abhängigkeit der Eindringtiefe ausgegangen:

$$I(z) = I_0 \cdot \exp(-\alpha_+ \cdot z) \quad (3.2)$$

Hierbei wurde empirisch der Ausdruck

$$\alpha_+ = \frac{1}{z} [cm^{-1}] = \frac{17\rho [g\ cm^{-3}]}{E_{max}^{1,43} [MeV]} \quad (3.3)$$

für die mittlere Eindringtiefe gefunden [PUS94].

Für Positronen aus einer  $^{22}\text{Na}$ -Quelle ist die maximale kinetische Energie 544 keV, bei einer  $^{68}\text{Ge}$ -Quelle ist  $E_{max} = 1,89\ \text{MeV}$ .

Tabelle 3.1: Dichte der verwendeten Legierungselemente und mittlere Eindringtiefen für  $^{68}\text{Ge}$  und  $^{22}\text{Na}$ .

Element	Dichte $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\frac{1}{\alpha_+} (^{68}\text{Ge})$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\frac{1}{\alpha_+} (^{22}\text{Na})$ [ $\mu\text{m}$ ]
Al	2,7	541	91
Cu	8,9	164	28

### 3.2.3 Diffusion

Bis zu seiner Zerstrahlung diffundiert das Positron durch den Festkörper. Die mittlere Diffusionslänge

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau_{eff}} \quad (3.4)$$

bis zur Annihilation wird durch den Diffusionskoeffizienten und die Lebensdauer bestimmt.  $D_+$  wird durch die mittlere thermische Energie des Positrons und der mittleren freien Weglänge zwischen den Streuereignissen bestimmt.

Der Diffusionskoeffizient liegt bei  $D_+ \approx 10^{-4}\ \text{m}^2/\text{s}$  in Metallen bei Raumtemperatur [LEO87]. Daraus ergibt sich für defektfreies Aluminium mit einer effektiven Lebensdauer von  $\tau_{eff} \approx 160\ \text{ps}$  eine Diffusionslänge von 0,2 bis 0,4  $\mu\text{m}$ . Diese grosse Beweglichkeit der

Positronen im thermalisierten Zustand erklärt ihre hohe Empfindlichkeit als Fehlstellen-sonden.

Es muss ausserdem beachtet werden, dass Positronen, die innerhalb ihrer Diffusionslänge  $L_+$  thermalisieren, zurück an die Oberfläche diffundieren können.

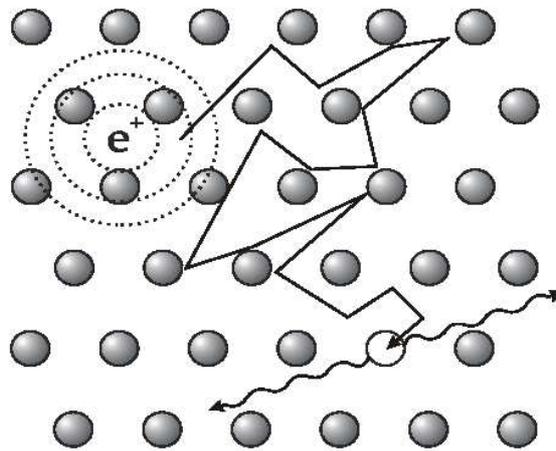


Abbildung 3.3: Das Positron dringt in den Festkörper ein, thermalisiert und diffundiert durch das Gitter. Passiert das Positron eine Leerstelle, so wird es in dieser lokalisiert und zerstrahlt dort mit einem Elektron.

### 3.2.4 Wechselwirkung mit Fehlstellen

Im defektfreien Material bewirkt die Coulombabstoßung der positiv geladenen Atomkerne, dass sich das Positron bevorzugt im Zwischengitterbereich befindet. In Defekten können Positronen dagegen aufgrund des fehlenden repulsiven Potentials des Atomkerns lokalisiert werden. Abb. 3.5 und Abb. 3.6 zeigen die gerechnete Aufenthaltswahrscheinlichkeit für Positronen in Aluminium. Gezeigt ist in Abb. 3.5 defektfreies Aluminium, während in Abb. 3.6 in der Mitte ein Atom entfernt wurde.

Das Potential einer Haftstelle wird näherungsweise durch einen dreidimensionalen Potentialtopf beschrieben.

Je nach Art der Fehlstelle und Temperatur der Probe bleibt das Positron lokalisiert oder es kann wieder entweichen. Um diese Vorgänge zu beschreiben bedient man sich des Trappingmodells.

Dieses Modell beschreibt phänomenologisch das zeitliche Verhalten beim Übergang zwischen verschiedenen Positronenzuständen. Es wird eine Aussage über die Übergangswahrscheinlichkeit getroffen. Es dient zur quantitativen Interpretation von Positronenannihilationsmessungen. Bei dem Standard Trappingmodell werden folgende Annahmen gemacht:

- a) Zur Zeit  $t = 0$  nach der Thermalisation befinden sich alle Positronen im defektfreien Volumen (es gibt keinen Einfang in Defekten während der Thermalisation).
- b) Es gibt keine Wechselwirkung der Positronen untereinander.
- c) Die Defekte sind homogen verteilt und die Einfangrate  $\kappa$  ist proportional zur Defektdich-

te:  $\kappa = \mu \cdot C$ . Hierbei ist  $C$  die Konzentration des Defektyps und  $\mu$  die defektspezifische Einfangrate.

Die Einfangrate für atomaren Leerstellen in Metallen liegt bei  $\mu = 10^{14} s^{-1}$  bis  $\mu = 10^{15} s^{-1}$ . Daraus ergibt sich eine Nachweisgrenze für Leerstellen von ca.  $10^{-6}/\text{Atom}$ .

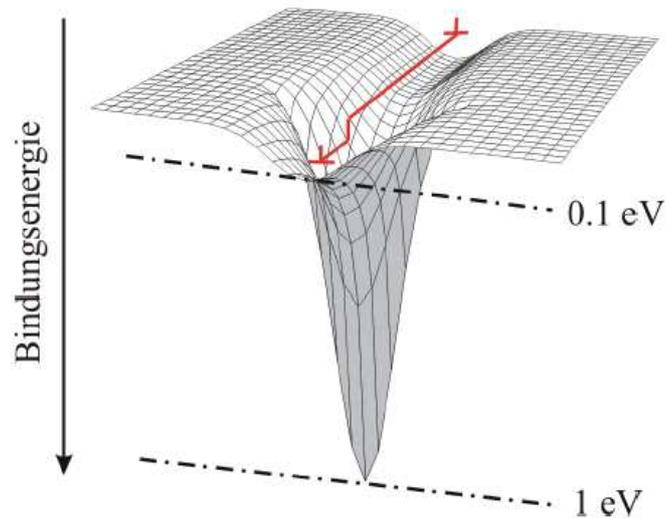


Abbildung 3.4: Darstellung des Potentials einer Haftstelle, hier eine Stufenversetzung mit Jog: Entlang von Versetzungen können Positronen diffundieren, bis sie in tiefen Haftstellen (z.B. Leerstelle mit einer Bindungsenergie von ca. 1 eV) lokalisiert werden. Aus tiefen Haftstellen können Positronen thermisch aktiviert nicht mehr entweichen und zerstrahlen dort [WID99].

Eine Einfachleerstelle hat eine Potentialtiefe von ca. 1 eV. Wegen seiner geringen thermischen Energie wird das Positron bei Raumtemperatur in der Potentialmulde gefangen und zerstrahlt mit einem Elektron aus seiner Umgebung. Können Positronen nicht mehr thermisch aktiviert aus der Haftstelle entweichen, nennt man diese Haftstelle tief. Aus einer flachen Haftstelle kann ein Positron hingegen thermisch aktiviert entweichen, z.B. bei einer Versetzungslinie als Haftstelle.

Je höher die Haftstellenkonzentration ist, desto mehr Positronen werden eingefangen.

Versetzungen haben aufgrund der Gitteraufweitung für Positronen eine Bindungsenergie von weniger als 100 meV [PET96], [HID92]. Die Lebensdauer ist jedoch nur geringfügig kürzer als die Lebensdauer bei Einfachleerstellen [DOY79]. Dies führt zu der Annahme, dass sich die Positronen in Versetzungen nur vorübergehend aufhalten, bevor sie in Defekten mit grösseren Bindungsenergien lokalisiert werden (assoziierte Defekte). Dies sind z.B. Leerstellen oder Jogs, die durch das Spannungsfeld um die Versetzungslinie an diese gebunden sind [HAS94], [HID92].

Da in Haftstellen die Elektronendichte verringert ist, ist die Annihilationsrate der Positronen dort geringer und somit die Lebensdauer erhöht.

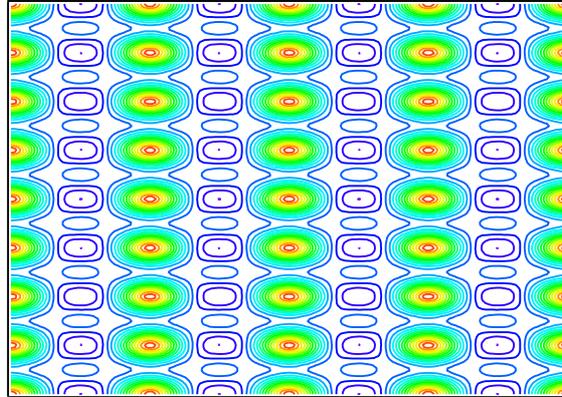


Abbildung 3.5: Schnitt durch die gerechnete Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Positronen in fehlerfreiem Aluminium mit periodischen Randbedingungen. Die blauen Linien zeigen die maximale Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter. Nach rechts ist die  $\{110\}$ -Richtung ( $22,91 \text{ \AA}$ ) gezeigt, nach oben die  $\{001\}$ -Richtung ( $21,28 \text{ \AA}$ ) [RÖB02].

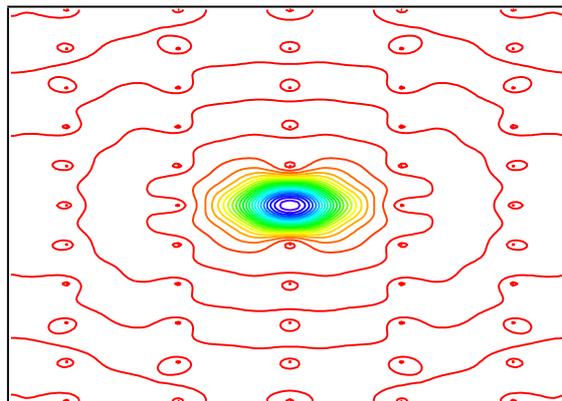


Abbildung 3.6: Wie oben, jedoch wurde ein Atom in der Mitte entfernt. Dort ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit maximal [RÖB02].

### 3.2.5 Wechselwirkung mit Ausscheidungen

In Legierungen können neben den bereits erwähnten Defekten noch weitere Strukturdefekte vorkommen. Dies sind z.B. Fremdatomagglomerate, Leerstellenagglomerate, Mikroporen und Mikroblasen. Durch Positronen nachweisbar sind auch Korngrenzen, Grenzflächen und innere Oberflächen bis in den Nanometerbereich [STA99]. Ist die Korngrösse grösser als die mittlere Diffusionslänge der Positronen, erreicht nur ein Teil der Positronen die Korngrenze.

Weitere Haftstellen für Positronen können Ausscheidungen sein, die man in vier Arten unterscheiden kann. Dies sind kohärente GP-Zonen ohne oder mit enthaltener Leerstelle, semikohärente und inkohärente Ausscheidungen (s. Abb. 3.7). Sind in diesen Zonen auch Leerstellen enthalten, wird das Positron zunächst vom flachen Potential der Haftstelle, anschliessend vom tiefen Potential der Leerstelle lokalisiert.

Die inkohärente Ausscheidung  $\text{Al}_2\text{Cu}$  kann über Messungen mit Positronen nachgewiesen werden. Die semikohärenten und inkohärenten Ausscheidungen bilden ein Hindernis für die Versetzungsbewegung. Werden Al-Cu-Legierungen deformiert, so kommt es an diesen Ausscheidungen zum Versetzungstau. Die Haftstellen, die an die Versetzungen gebunden sind, werden mittels der Positronenannihilationspektroskopie detektiert.

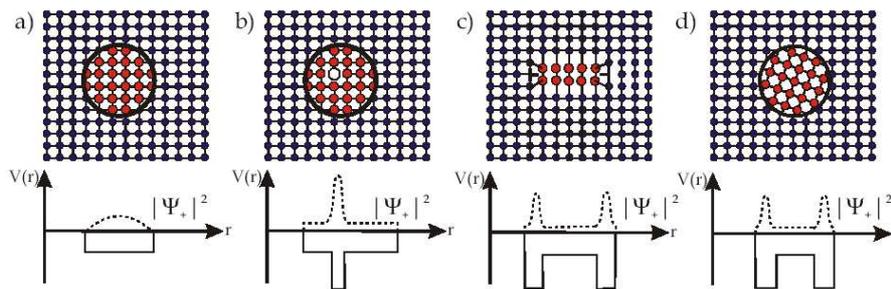


Abbildung 3.7: Positronenhaftstellen in entmischten Legierungen. Dargestellt sind a) kohärente GP-Zone ohne Leerstelle, b) kohärente GP-Zone mit enthaltener Leerstelle, c) semikohärente Ausscheidung und d) inkohärente Ausscheidung. Darunter wird der Verlauf des für Positronen attraktiven Potentials  $V(r)$  zusammen mit der Positronenaufenthaltswahrscheinlichkeit  $|\Psi_+|^2$  gezeigt [DLU86].

### 3.2.6 Positron- Elektron- Annihilation

Wenn Positron und Elektron zerstrahlen, wandelt sich ihre Masse in elektromagnetische Strahlung um.

Die Annihilationswahrscheinlichkeit (Zwei- $\gamma$ -Zerfall) kann man schreiben als [DLU86]

$$\lambda(n_e) = \pi \cdot r_0^2 \cdot c \cdot n_e. \quad (3.5)$$

Hierbei ist  $r_0$  der klassische Elektronenradius,  $n_e$  die Elektronendichte und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit.

Der Ein- $\gamma$ -Zerfall ist um den Faktor  $\alpha = 1/137$  unterdrückt, der Drei- $\gamma$ -Zerfall um den

Faktor  $\alpha^3$ .

Die Annihilation erfolgt im Schwerpunktsystem in zwei 511 keV- Quanten unter  $180^\circ$ . Die mittlere Lebensdauer der Positronen nach der Thermalisation ist abhängig von der Elektronendichte am Ort der Positronen und beträgt in Aluminium ca. 160 ps. Der Zusammenhang zwischen Annihilationsrate und Positronenlebensdauer ist

$$\lambda = \frac{1}{\tau_{e^+}} \quad (3.6)$$

Da in „offenen Volumen“ (z.B. Leerstellen) die Elektronendichte verringert ist, ist die Lebensdauer der Positronen, die in diesem Volumen lokalisiert sind, grösser. Die geringere Elektronendichte in Leerstellen resultiert aus den sich in dieses Volumen ausdehnenden Valenzelektronen der umgebenden Atome. Diese verringerte Elektronendichte ist defektspezifisch, daher kann man über die gemessene Lebensdauer der Positronen auf den Defekt zurückschliessen [KRA99]. Zu jedem Defektyp  $i$  existiert dann eine Annihilationswahrscheinlichkeit  $\lambda_i$  und die Positronenlebensdauer  $\tau_i = \lambda_i^{-1}$  im Defekt  $i$ . Die effektive Lebensdauer ist dann

$$\tau_{eff}^{-1} = \lambda_{eff} = \lambda_b + \kappa \quad (3.7)$$

Hierbei ist  $\lambda_b$  die Annihilationsrate im ungestörten Material und  $\kappa$  die Einfangrate in Defekten [SME83].

Ab einer gewissen Defektdichte mit homogen verteilten Defekten lassen sich keine im ungestörten Volumen annihilierenden Positronen mehr nachweisen. Dennoch kann man eine Untergrenze für die Defektkonzentration angeben, wenn die Volumenlebensdauer  $\tau_b$ , bzw. die Annihilationsrate  $\lambda_b$  bekannt ist. Dazu nimmt man eine Mindest-Gesamteinfangrate  $\kappa_\Sigma$  an mit

$$\kappa_\Sigma \leq \kappa_1 + \kappa_2 \quad (3.8)$$

Der Einfang im defektfreien Material ist hier nicht mehr berücksichtigt, da angenommen wird, dass alle Positronen in Defekten zerstrahlen.

Bei räumlich größeren Defekten (Ausscheidungen, Mikroporen) begrenzt nur die Diffusion zum Defekt den Einfang. Ist  $D_+$  die Diffusionskonstante der Positronen und  $r$  der Radius des Defekts, so gilt:

$$\kappa = 4 \cdot \pi \cdot D_+ \cdot r \cdot c_D \quad (3.9)$$

Hierbei ist  $c_D$  die Dichte der Defekte.

### 3.3 Positronenlebensdauerermessung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden eine Fast-Slow-Koinzidenz aufgebaut (s. Abb. 3.9). Die Proben und die Quelle befanden sich bei den Lebensdauerermessungen in der sogenannten Sandwich-Geometrie (s. Abb. 3.8). Dies bedeutet, dass man zwei identische Proben benutzt, zwischen denen sich die Quelle befindet. Als Start-Quant wird das 1275 keV-Quant genutzt, als Stop-Quant dient ein Annihilationsquant mit einer Energie von 511 keV. Das 1275 keV-Quant wird 3,7 ps nach dem Positron emittiert. Verglichen mit der Lebensdauer des Positrons, z.B. in Al mit  $\tau = 160$  ps, ist die Zeitspanne von 3,7 ps gering und kann vernachlässigt werden.

Die Quelle besteht aus  $^{22}\text{Na}$ , welche von einer 5  $\mu\text{m}$  dicken Aluminiumfolie umschlossen

ist. Die Aktivität befindet sich bei der verwendeten Quelle auf einer ungefähr Stecknadelkopf grossen Fläche, die Maße der Aluminiumfolie sind ca.  $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ . Um sicher zu gehen, dass keine Aktivität austreten kann, wurde der Rand der Folie wenige Millimeter gefalzt und mit Sekundenkleber fixiert.

Das Prinzip der Messung ist die Fast–Slow–Koinzidenz, bei der innerhalb eines bestimmten Zeitfensters jeweils ein Start– und ein Stop–Quant der passenden Energie detektiert werden muss.

Das aus der  $^{22}\text{Na}$ –Quelle emittierte Positron dringt in eine der Proben aus der Sandwich–Geometrie ein, thermalisiert in und diffundiert durch die Probe bis zu seiner Annihilation. Das Start–Quant wird im Start–Detektor nachgewiesen, das Stop–Quant im Stop–Detektor. Die Detektoren unterscheiden sich in der Grösse des Szintillators. Da im Start–Detektor das energiereichere Quant nachgewiesen werden muss, ist der Szintillator des Start–Detektors grösser als der des Stop–Detektors.

Die Zeit zwischen Detektion des Start- und Stopquants entspricht der Positronenlebensdauer. Die zugehörige Elektronik wird im Kapitel 4.2. beschrieben.

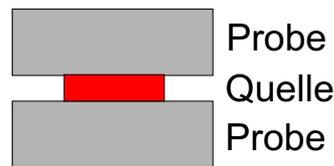


Abbildung 3.8: Darstellung der Sandwich–Geometrie. Die Quelle ist hierbei von zwei identischen Proben umschlossen.

### 3.4 S–Parameter–Messung

Zur Messung des S–Parameters nutzt man den Doppler–Effekt (s. Abb. 3.10).

Im Schwerpunktsystem werden die beiden Annihilationsquanten antiparallel jeweils mit der halben Gesamtenergie emittiert. Hierbei ist die Gesamtenergie gegeben durch

$$E_{Total} = 2m_0c^2 + E_B. \quad (3.10)$$

$E_B$  ist die Bindungsenergie von Positron und Elektron. Im Laborsystem führt der longitudinale Elektronenimpuls  $p_L$  aufgrund des Doppler–Effekts zu einer Verbreiterung der Annihilationslinie. Die Energie der beiden Photonen ist

$$E_i = \frac{1}{2}E'_{Total} \left(1 \pm \frac{p_L}{2m_0c}\right). \quad i = 1, 2 \quad (3.11)$$

Hier ist  $E'_{Total}$  die Gesamtenergie im Laborsystem mit

$$E'_{Total} = E_{Total} / \sqrt{1 - v^2/c^2} \quad (3.12)$$

wobei  $v$  die Geschwindigkeit des Schwerpunkts ist. Zum Doppler–Effekt trägt nur der longitudinale Anteil bei. Da das Positron thermalisiert ist, kann es gegenüber dem Elektron als ruhend angesehen werden. Die Verschiebung der Annihilationslinie wird also

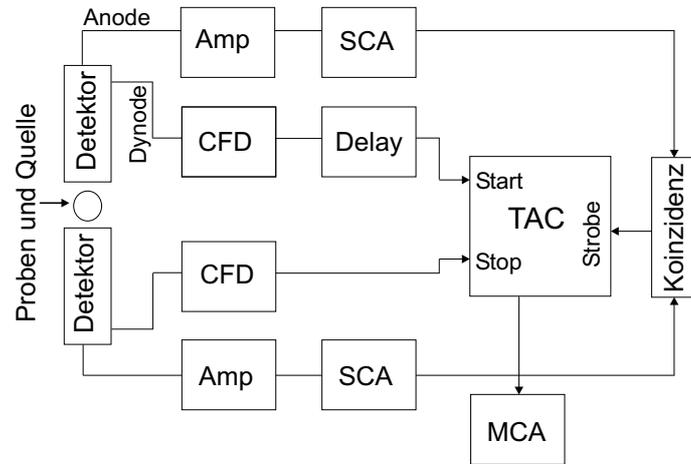


Abbildung 3.9: Schaltskizze der Lebensdauerapparatur. Der Fast-Kreis besteht aus den Constant-Fraction-Diskriminatoren (CFD) und einem Delay. Der Slow-Kreis zur Energieselektion besteht aus Verstärkern (Amp), Single-Channel-Analysen (SCA) und einer Koinzidenzeinheit, deren Ausgangssignal am Strobe-Eingang des Time-Amplitude-Converters (TAC) anliegt. Sind Strobe, sowie Start- und Stop-Signal des Fast-Kreises koinzident, geht ein Ausgangssignal an den Multi-Channel-Analysen (MCA), der die Zählergebnisse in entsprechende Kanäle einordnet und speichert.

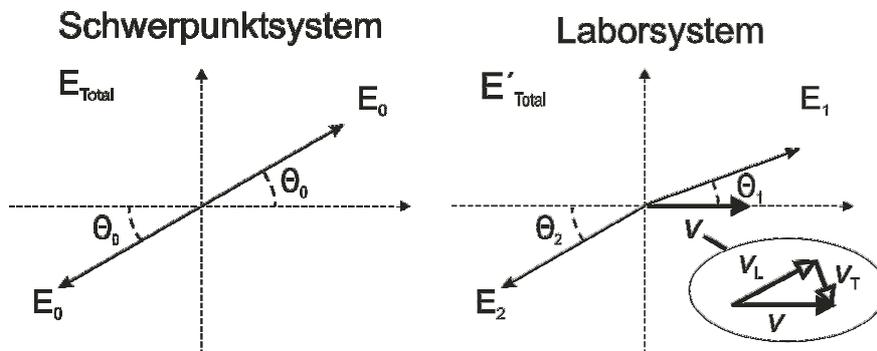


Abbildung 3.10: Energie der  $\gamma$ -Quanten im Schwerpunkt- und Laborsystem. Im Laborsystem kommt es aufgrund der Geschwindigkeit des Elektron-Positron-Paares zu Abweichungen der Antiparallelität und einer Energieänderung der Annihilationsquanten (Dopplereffekt).

massgeblich vom Elektronenimpuls beeinflusst.

Bei hoher Defektkonzentration ist es wahrscheinlicher, dass die Positronen in Defekten lokalisiert werden und dort annihilieren. Zerstrahlt ein Positron in einer Leerstelle, so ist die Wahrscheinlichkeit grösser, dass das zugehörige Elektron aus dem Leitungsband kommt. Im lokalisierten Zustand sind die Leitungselektronen im Mittel näher an den Positronen als die Rumpfelektronen der nächsten Nachbarn. Daher ist bei hoher Defektkonzentration

die Dopplerverbreiterung geringer als bei Zerstrahlung im Zwischengitter, da der Impuls der Leitungselektronen geringer ist als der Impuls der Rumpfelektronen.

Die Form des Annihilationspeaks ist gegeben durch die Zerstrahlung im ungestörten Gitter und der Zerstrahlung in Defekten. Da die Halbwertsbreite unsensitiv auf diese Veränderungen ist, werden der so genannte S-Parameter und W-Parameter definiert (s. Kap. 4.3).

# Kapitel 4

## Durchführung der Messungen

Wie schon in Abb. 3.2 schematisch dargestellt, kann man verschiedene Parameter der Positronenannihilation nutzen, um Informationen über das untersuchte Material zu erhalten. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden die Methoden der Lebensdauermessung (Kap. 4.2) zusammen mit der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks (Kap. 4.3) genutzt. Dazu wurde erst ein Probenstandard hergestellt, um einen definierten Anfangszustand zu erhalten. Dann wurde nach der Lebensdauermessung die Dopplerverbreiterung gemessen, anschliessend die Vickers-Härte bestimmt und nach Dehnung der Proben in der Zugmaschine ein erneuter Messzyklus begonnen.

Die Dehnung der Proben dient hierbei dazu, um gezielt Versetzungen in das Material einzubringen. Die Messungen der gedehnten Proben sollen eine Korrelation zwischen Defektkonzentration und gemessener Positronenlebensdauer sowie dem S-Parameter aufzeigen.

### 4.1 Probenstandard

Die Proben wurden aus Metallen der Reinheit 5N (99,999%) hergestellt. Untersucht wurden insgesamt fünf Proben: Reinstaluminium (5N Al) und Legierungen mit 1 Atomprozent, 3 Atomprozent, 8 Atomprozent Kupfer, sowie der eutektischen Zusammensetzung mit 17 Atomprozent Kupfer.

Die Reinstmaterialien wurden auf 0,1 mg genau abgewogen. Da sich auf dem Aluminium innerhalb kürzester Zeit eine Oxidschicht bildet, wurde die Oberfläche der Aluminiumstücke abgefeilt und die Stücke wurden im Ultraschallbad für 10 Minuten in Aceton von den Restpartikeln des Feilvorgangs befreit.

Zum Schmelzen wurde ein Graphittiegel verwendet, der nach dem Herstellen auf der Fräsmaschine ebenfalls im Ultraschallbad gereinigt wurde. Die Innenmaße des Tiegels betragen 70 mm × 15 mm × 15mm. Vor dem Herstellen der eigentlichen Probenzusammensetzung wurde der Tiegel einmal für eine Stunde ohne Inhalt im Ofen auf 800°C erhitzt, um einen Bruch während dem Schmelzen zu vermeiden. Danach wurde zweimal jeweils Reinstaluminium im Tiegel mit 800°C geschmolzen. Dieses Aluminium konnte nicht zur Probenherstellung verwendet werden, da an der Oberfläche des Aluminiums erkennbar war, dass Graphitverunreinigungen enthalten waren.

Die Reinstkomponenten wurden im Graphittiegel geschichtet und der Tiegel horizontal im Ofen platziert. Das Ofenrohr wurde bis auf  $10^{-6}$  mbar evakuiert, danach wurde der Ofen

auf 800°C geheizt und für eine Stunde auf dieser Temperatur gehalten.

Am Tiegel war ein Draht befestigt. Dieser diente dazu, den Tiegel mit der Schmelze aus dem Ofen herauszuziehen, ohne das Ofenrohr belüften zu müssen. Dieser Vorgang sollte vermeiden, dass sich thermisch aktiviert Kupferansammlungen bilden. Da das Ofenrohr länger als die Ausmasse des Ofens sind, wurde der Tiegel aus dem Heizbereich des Ofens gezogen und im evakuierten Ofenrohr bis zur kompletten Erstarrung der Legierungen belassen.

Zur Herstellung der Probenformen wurde das erstarrte Legierungsstück einmal durchgesägt, da man für die Sandwichanordnung zur Lebensdauerermessung zwei identische Proben benötigt. Es wurden Platten mit einer Dicke von ca. 3 mm hergestellt, danach in die endgültige Messgeometrie gebracht (s. Abb. 4.1). Abschliessend wurden die Probenoberflächen geschliffen, um die Rauigkeit durch den Fräsvorgang zu beseitigen und zu verhindern, dass Positronen an Kanten in der Oberfläche reflektiert werden. Die Aluminiumproben und die 1 At% Cu-Legierung wurden dazu mit 800er, 1200er, 2400er und 4000er Schleifpapier geschliffen, danach mit 15  $\mu\text{m}$  Diamanten und 6  $\mu\text{m}$  Diamanten poliert. Die restlichen Proben wurden nur bis zum 4000er Schleifpapier geschliffen und nicht mehr mit Diamanten poliert, da sich kein Unterschied zwischen geschliffenen und polierten Oberflächen in Testmessungen zeigte.

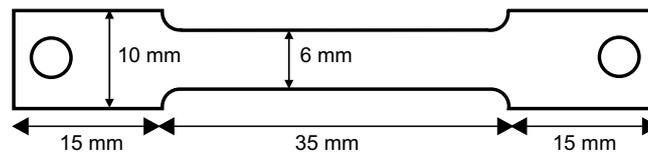


Abbildung 4.1: Darstellung der verwendeten Probengeometrie.

Vor den Messungen wurden die Proben unter Schutzgasatmosphäre (2% H<sub>2</sub>, 98%Ar] eine Stunde bei 520°C lösungsgeglüht und danach in einem Glaszylinder mit destilliertem Wasser (Fallstrecke im Wasser ca. 30 cm) auf Raumtemperatur abgeschreckt. Dazu wurde der Ofen senkrecht montiert, die Proben an einem Draht in das Ofenrohr gehängt und mit einem Magneten befestigt.

Die Auslagerungszeit während der Lebensdauerermessung betrug ca. 14 Stunden. Wenn die Proben nicht für eine Messung verwendet wurden, lagerten sie in flüssigem Stickstoff, um eine thermische Kupferclusterbildung bei Raumtemperatur zu verhindern. Die anschließende Messung im Positronen-Topf dauerte ca. 7 Stunden. Direkt danach wurde 5 mal die Vickers-Härte bestimmt und der Mittelwert daraus berechnet.

Für die durchgeführten Langzeitmessungen der mittleren Lebensdauer und des S-Parameters wurden die Proben jeweils unter den oben genannten Bedingungen vor den Messungen erneut lösungsgeglüht.

Es zeigte sich, dass die Legierungen Hohlräume enthielten und es war nicht zu vermeiden, dass diese Blasen auch in den Proben enthalten waren. Dies wurde erst während der Probenformherstellung an den Oberflächen der Proben ersichtlich und es liess sich nicht sagen, wieviele Hohlräume im Probeninneren enthalten waren. Auffällig war, dass sich die Blasen eher mittig in den Proben konzentrierten, also an der Stelle, an der im Graphittiegel das Reinstkupfer plaziert war. Ebenso war ersichtlich, dass die Konzentration der Blasen mit

dem Kupfergehalt der Legierung stieg. Ohne genaue Kenntnis der Hohlraumkonzentration und Lage der Blasen ist der Querschnitt der Probe nicht bekannt. Dies führt zu Problemen während der Dehnungen im Zugversuch, da der Querschnitt der Probe unter Umständen massiv verringert sein könnte (vgl. Kap. 6). Dieser Effekt wurde bei der Auswertung der Spannungs–Dehnungs–Diagramme vernachlässigt. Aus diesem Grund wurde auch bei der 8 At% Cu–Legierung ein kleinerer Wegaufnehmer gewählt, da der mittlere Bereich eine grosse Hohlraumkonzentration aufwies (s. Kapitel 4.4). Ebenso bilden die Grenzflächen zwischen Hohlraum und Legierung ein anderes Potential für Positronen. Dies wurde umgangen, indem die Quellen an Stellen plaziert wurden, die an der Oberfläche keine oder nur wenige Blasen aufwiesen.

## 4.2 Lebensdauermessungen

### 4.2.1 Aufnahme der Positronenlebensdauermessungen

Mit der in Kap. 3.3 vorgestellten Apparatur wurden die Lebensdauermessungen durchgeführt. Das Schaltbild der verwendeten Fast–Slow–Koinzidenz zeigt Abb. 3.9.

Die Annihilationsquanten aus der Elektron–Positron–Vernichtung erzeugen im BaF<sub>2</sub> Szintillator Lichtblitze, die im Photomultiplier (PM) elektrische Impulse (proportional zur Energie des Quants) erzeugen. Um im Fast–Kreis eine gute Zeitauflösung zu erreichen, werden die Signale an einer Dynode ausgekoppelt. Damit erreicht man eine steile Anstiegsflanke der Spannungspulse ( $\leq 1$  ns). Im Constant–Fraction–Diskriminator (CFD) lösen die Pulse einen Rechteckpuls aus. Nach einem Startsignal lädt sich im TAC ein Kondensator auf. Wird nach einem festgelegten Zeitraum ein Stoppsignal registriert, wird die Aufladung unterbrochen und ein Ausgangssignal proportional zur vergangenen Zeit geht zum MCA. Dort wird das Ereignis im entsprechenden Kanal gezählt. Im Slow–Kreis wird eine Energieselektion der Quanten durchgeführt. Nach Verstärkung der Signale im Amplifier gehen diese in den Single–Channel–Analyser (SCA). Die SCAs sind auf die Energien der Start–/Stop–Quanten abgestimmt, d.h. es wird eine untere Energieschwelle eingestellt und eine Fensterbreite angegeben. Liegt die Amplitude des Eingangssignals in diesem Fenster, so gibt der SCA ein Ausgangssignal. Da die Messungen mit einer <sup>22</sup>Na–Quelle durchgeführt wurden, muss bei dem Start–SCA die Amplitude bei 1275 keV liegen, um ein Ausgangssignal des SCAs zu erhalten, bei dem Stop–SCA muss die Amplitude des Annihilationssignals bei 511 keV liegen. Die SCA–Signale gehen auf eine Koinzidenzeinheit. Sind die Signale koinzident innerhalb des gewählten Fensters (im Versuch ca. 2  $\mu$ s), so geht ein Ausgangssignal auf den Strobe–Eingang des TAC. Hierbei ist die Zeitauflösung des Spektrometers abhängig von der gewählten Fensterbreite. Diese Fensterbreite stellt somit einen Kompromiss zwischen Auflösung und Zählrate dar. Der TAC gibt ein Spannungssignal entsprechend dem gemessenen  $\Delta t$  an den MCA, wenn die Zeitsignale aus dem Fast–Kreis und das Energiesignal aus dem Slow–Kreis koinzident sind. Der MCA registriert die Häufigkeitsverteilung in 8192 Kanälen und speichert die Daten. Die elektronischen Bauteile stehen dabei in einem klimatisierten Labor (Raumtemperatur ca. 19°C), um den Einfluss der Umgebungstemperatur gering zu halten. Besonders temperaturanfällig sind im Versuchsaufbau die Photomultiplier (Vergleiche der Zählrate in Abhängigkeit der Tageszeit und somit der Temperatur lassen darauf schliessen). Jedoch war nur die Zählrate von der Temperatur abhängig, die optimierte Halbwertsbreite und

der  $t_0$ -Kanal (Schwerpunkt des Lebensdauerpeaks) zeigten keine Schwankungen. Einen detaillierten Überblick über die Verwendung der Elektronik findet man in [SME83]. Um im Versuch einen Kompromiss zwischen ausreichender Statistik im Lebensdauerspektrum und Stabilitätskontrolle der Elektronik zu machen, wurden die einzelnen Spektren jeweils 30 min. aufgenommen und dann abgespeichert. Zur Auswertung wurden die Einzelspektren addiert, bis ca. 12 Mio. Zählereignisse im Spektrum enthalten waren. Die Koinzidenzrate betrug ca. 300 Zählereignisse pro Sekunde.

#### 4.2.2 Auswertung der Positronenlebensdauermessungen

Die gemessenen Spektren bestehen aus einer oder mehreren Funktionen der Form

$$f_i(t) = A_i e^{-\lambda_i t} \quad (4.1)$$

die mit der Auflösungsfunktion des Spektrometers gefaltet sind. Eine der Exponentialfunktionen beruht auf Zerstrahlung im Zwischengitterbereich, die anderen auf Zerstrahlung in bestimmten Defekttypen und der Quellkomponenten. Die Auflösungsfunktion wird im Auswerteprogramm als Gausskurve angenommen. Das Gesamtspektrum muss numerisch entfaltet werden. Dafür wurde ein Auswerteprogramm genutzt (LIFESPECFIT) [PUS78]. In einem Parameterfile macht man die Angabe der Quellkomponenten, wieviele Lebensdauerkomponenten im Spektrum enthalten sind, die Kanalbreite (Zeit pro Kanal) und die Halbwertsbreite der Auflösungsfunktion. Die angegebenen Startwerte im Parameterfile ergeben ein Lebensdauerspektrum mit einer Summe der Exponentialfunktionen, die mit der Auflösungsfunktion gefaltet sind. Das Ergebnis wird mit den experimentellen Daten verglichen und die Startwerte werden so lange iteriert, bis sich eine zufriedenstellende Übereinstimmung mit dem experimentellen Spektrum ergibt.

Die Binbreite der Kanäle wurde über eine Delaykurve ermittelt. Dazu verwendete man unterschiedlich lange Kabel zwischen dem Startsignal und dem TAC, so dass der Peak im Spektrum verschoben wird. Der Schwerpunkt der Kurve wurde gegen die Signallaufzeit des Kabels aufgetragen und über die Steigung der linearen Regression erhält man die Binbreite der verwendeten Apparatur.

Die Halbwertsbreite der Auflösungsfunktion ergibt sich, indem das Spektrum einer Probe bekannter Positronenlebensdauer aufgenommen wird. Die Probe war in diesem Fall Kupfer der Reinheit 5N8 (99,9998%). Diese Probe war undeformiert und lösungsgeglüht. Somit war nur die bekannte Volumenlebensdauer von  $\tau=110$  ps [GLÄ91] im Spektrum enthalten und das Auswerteprogramm gibt die optimierte Halbwertsbreite an. Zur Kontrolle der Stabilität der Messapparatur wurden alle 48 Stunden Spektren der Kupferprobe aufgenommen. Es wurde überprüft, ob die Halbwertsbreite sich stabil verhielt. Ausgeheiltes Kupfer als Referenzprobe hat den Vorteil, dass das Spektrum nur eine Lebensdauerkomponente enthält und somit der Fehler in der Anpassung gering gehalten werden kann. Während der gesamten Nutzung der Apparatur lag die optimierte Halbwertsbreite bei ca. 275 ps mit einer maximalen Abweichung von 5 ps.

Zusätzlich muss eine Quellkorrektur durchgeführt werden, um einen verfälschenden Einfluss der Quellkomponenten zu vermeiden [STA96]. Dies wurde wieder mit Proben bekannter

Positronenlebensdauer durchgeführt. Als Proben wurden Kupfer, Silizium und Galliumarsenid verwendet. Die Quelle ( $^{22}\text{Na}$ ) liefert verschiedene Komponenten, die sich mit den

Lebensdauerkomponenten des zu untersuchenden Materials überlagern. Die Quelle besteht aus NaCl-Salz, das in Wasser gelöst wurde, und einer 5  $\mu\text{m}$  dicken Aluminiumfolie, welche die Aktivität umschließt. Ebenso wurde eine Positroniumkomponente berücksichtigt. Für jeden dieser Effekte wurden die zugehörige Lebensdauer und Intensität angepasst. Die Komponenten mit angepasster Lebensdauer und Intensität sind in Tabelle 4.1 aufgelistet. Ebenso wurde der Untergrund berücksichtigt. Das Auswerteprogramm liest insgesamt 400 Kanäle ein. In den letzten 50 Kanälen wurde der Untergrund vom Auswerteprogramm berechnet und vom Gesamtspektrum abgezogen. Da das Spektrum nicht symmetrisch um den  $t_0$ -Kanal ist, wurden auch die ersten 33 Kanäle nicht berücksichtigt, sondern statt dessen der  $t_0$ -Kanal verwendet. Der  $t_0$ -Kanal gibt den Schwerpunkt des Lebensdauerpeaks an.

Die Spektren wurden alle 30 Minuten abgespeichert und zur Auswertung jeweils aufaddiert, bis ca. 12 Mio. Zählereignisse im Peak waren. Bei der Addition wurde eine eventuelle Verschiebung des  $t_0$ -Kanals berücksichtigt und korrigiert. Eine Kontrolle, ob alle Lebensdauerkomponenten in einem Spektrum angepasst wurden hat man mittels der Varianz. Idealerweise liegt die Varianz bei 1, jedoch ist sie von der Statistik im Peak abhängig. Bei einer Statistik von ca. 12 Mio. wurde eine Varianz von 3 bis 4 akzeptiert. Sollte eine Lebensdauerkomponente zuviel oder zuwenig angepasst worden sein, so lag die Varianz bei 70 oder höher.

Tabelle 4.1: Angaben zur Quellkorrektur. Diese wurde an Proben bekannter Positronenlebensdauer durchgeführt (Ni, Cu, Si, GaAs). Aufgelistet sind die optimierten Lebensdauern und Intensitäten der Quellkomponenten.

Komponente	Lebensdauer	Intensität
Al-Folie	163 ps	12,02 %
Salz	325 ps	7,46 %
Positronium	1200 ps	0,06 %

Nachteilig bei der Lebensdauermessungen ist, dass die Auflösungsfunktion des Spektrometers nicht genügend genau bekannt ist und erst bei der numerischen Analyse bestimmt wird. Ebenso verlangt eine genaue Analyse eine hohe Statistik im gemessenen Spektrum. Dies setzt eine lange Messdauer und somit eine gute Langzeitstabilität des Spektrometers voraus.

Die Bestimmung der mittleren Lebensdauer  $\bar{\tau}$  hat den wesentlichen Vorteil, dass die Auflösungsfunktion des Spektrometers nur als additive Konstante eingeht und deshalb bei Messungen der Haftstellenkonzentration im thermischen Gleichgewicht die Auflösungsfunktion keine wesentliche Rolle spielt.

## 4.3 Dopplerverbreiterung

### 4.3.1 Aufnahme der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks

Die Messungen der Dopplerverbreiterung wurden im „Positronen–Topf“ durchgeführt. Dies ist ein Vakuumrezipient mit einem Durchmesser von ca. 40 cm und einer Höhe von ca. 25 cm. Die Probe wird in der Topfmitte platziert und direkt auf der Probe eine  $^{68}\text{Ge}$ –Quelle. Das Vakuum im Positronen–Topf während der Messungen ist  $\leq 20$  mbar. Alle in den unteren Halbraum emittierten Positronen gelangen in die Probe und zerstrahlen dort. Die Annihilationsquanten werden von dem Germanium–Detektor registriert. Die in den oberen Halbraum emittierten Positronen zerstrahlen in der Wand oder im Deckel des Positronen–Topfes. Der durch diese Quanten verursachte Untergrund liegt unter 2% und kann vernachlässigt werden [ZAM02]. Damit die Dopplerverbreiterung mit genügender Genauigkeit detektiert werden kann, muss der Germanium–Detektor eine hohe Energieauflösung aufweisen. Die Energieauflösung des verwendeten Detektors ist 1,18 - 1,25 keV bei einer Energie von 478 keV.

Die Signale des Germanium–Detektors werden verstärkt und von einem Analog–Digital–Converter (ADC) digitalisiert. Über einen Multi–Channel–Analyser (MCA) werden die Zählereignisse registriert und abgespeichert.

Die Zählrate betrug ca. 1000 Zählereignisse pro Sekunde.

Zur Stabilitätskontrolle wird neben den Signalen der Annihilation auch die 478 keV–Linie von  $^7\text{Be}$  mitregistriert. Die  $^7\text{Be}$ –Quelle ist direkt am Detektor angebracht und dient zur Kontrolle und Stabilisierung der Elektronik. Eine genauere Beschreibung findet sich in [BOM00].

Der Vorteil dieses Versuchsaufbaus ist, dass im Gegensatz zur Lebensdauermessung nur eine Probe benötigt wird. Da die Probe direkt auf den Topfboden gelegt wird, können nahezu alle Probengeometrien untersucht werden. Durch die fehlende Koinzidenzbedingung sind die Zählraten höher als bei der Lebensdauermessung, was bei gleicher Statistik eine wesentlich geringere Messdauer verlangt. Ebenso konnte bei der Auswertung die Rückdiffusion der Positronen vernachlässigt werden, da unmoderierte Positronen aus einer  $^{68}\text{Ge}$ –Quelle verwendet wurden.

### 4.3.2 Auswertung der Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks

Über die Form des dopplerverbreiterten Annihilationspeaks wird der S–Parameter festgelegt. Der S–Parameter ist definiert als Quotient einer Fläche  $A_S$ , die symmetrisch um den 511 keV–Bereich liegt, dividiert durch die Gesamtfläche des Peaks  $A$ . Um die Messungen vergleichen zu können, wird der relative S–Parameter genutzt, d.h. eine Referenzmessung dient als Normierung. Bei diesem Referenzwert wird die Fläche des mittleren Bereichs so gewählt, dass der S–Parameter der Referenzprobe (undeformiertes Aluminium der Reinheit 5N) ungefähr 0,5 beträgt.

$$S = \frac{A_S}{A} \quad W = \frac{A_W}{A} \quad (4.2)$$

Analog wird der W–Parameter der Seitenflächen definiert: Hier wird die rechte Seitenfläche dividiert durch die Gesamtfläche.

Eine Doppler–Verbreiterung des Annihilationspeaks wird somit durch eine Änderung des

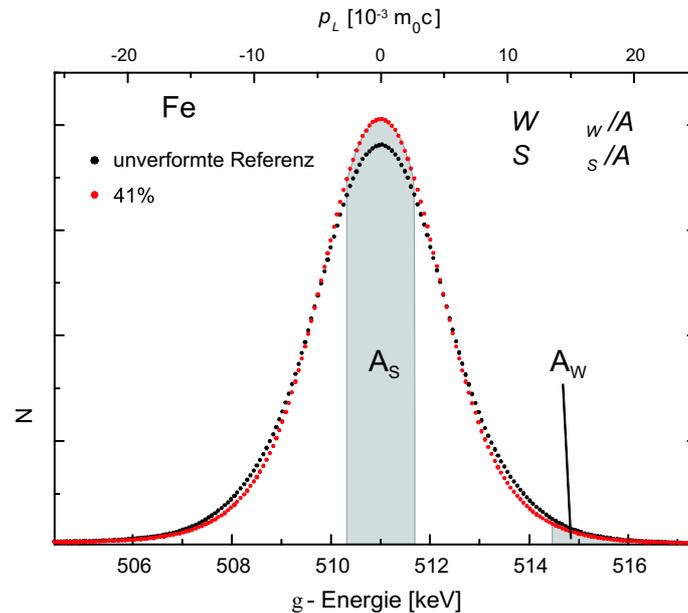


Abbildung 4.2: Zur Festlegung des S-Parameters genutzte Größen. Gezeigt ist undeformiertes und um 41% deformiertes Eisen [HAA03]. Das undeformierte Eisen dient als Referenz. Zur Bestimmung des S-Parameters werden die Grenzen symmetrisch um 511 keV festgelegt, so dass  $A_S/A \approx 0,5$ . Der relative S-Parameter der deformierten Probe ergibt sich aus der Fläche  $A_S$  mit den festgelegten Grenzen, dividiert durch den S-Parameter der Referenzmessung. Mit der Defektdichte steigt der S-Parameter an.

S-Parameters nachgewiesen. Steigt die Defektdichte an, so nimmt auch die Annihilation der Positronen mit Leitungselektronen zu. Dadurch wird die Verbreiterung des Annihilationspeaks geringer und der S-Parameter steigt.

Zur Kontrolle der Detektorstabilität wird die 478 keV-Linie von  ${}^7\text{Be}$  mitdetektiert. Diese Quelle ist direkt am Detektor angebracht. Der S-Parameter der  ${}^7\text{Be}$ -Linie wird ebenfalls ausgewertet, da diese Linie aus einem  $\gamma$ -Zerfall stammt, sollten keine Änderungen des S-Parameters auftreten. Ist dies doch der Fall, könnten die Schwankungen auf eine geänderte Detektorauflösung hinweisen. Ursachen hierfür können z.B. eine Erwärmung der Elektronik sein. Dies führt zu einer Verschiebung der Linien im Spektrum und somit bei der Addition von Einzelmessungen über einen längeren Zeitraum zu Verfälschungen. Um diesen Effekt zu korrigieren, wird von der Auswertesoftware M\_SPEC die Lage der Peaks in einem Referenzspektrum bestimmt und die aufgenommenen Messspektren um den Offset zu diesem Referenzspektrum korrigiert. Eine detaillierte Beschreibung hierzu findet sich in [HAA03].

Messungen des S-Parameters sind sehr sensitiv auf Defektkonzentrationen und ein wesentlicher Vorteil dieser Messung ist, dass eine hohe Zählrate erreicht wird. Dies ist möglich, da keine Koinzidenzen gemessen werden.

## 4.4 Zugversuche

### 4.4.1 Aufnahme der Spannungs–Dehnungs–Kurven

In den durchgeführten Zugversuchen wird ein Zusammenhang zwischen Defektdichte und mittlerer Positronenlebensdauer, bzw. dem S–Parameter hergestellt. Dazu wurden in mehreren Schritten die Proben auf vorher festgelegte Deformationsgrade  $\epsilon$  gedehnt und nach Entlastung in der Lebensdauerapparatur und im Positrontopf untersucht. Dieser Vorgang wurde bis zum Bruch wiederholt.

Frühere Messungen zeigten, dass es kein Einfluss auf den S–Parameter hat, ob die Proben im entlasteten Zustand oder unter Zugspannung untersucht werden [WID99].

Die Quellen wurden bei den Messungen in dem gedehnten Bereich platziert, der vom Wegaufnehmer während der Dehnung gemessen wurde. Zeigte sich eine Einschnürung, so wurden die Quellen auf dieser platziert. Erst bei einem sichtbarem Riss in der Probe wurde direkt neben diesem Bereich gemessen.

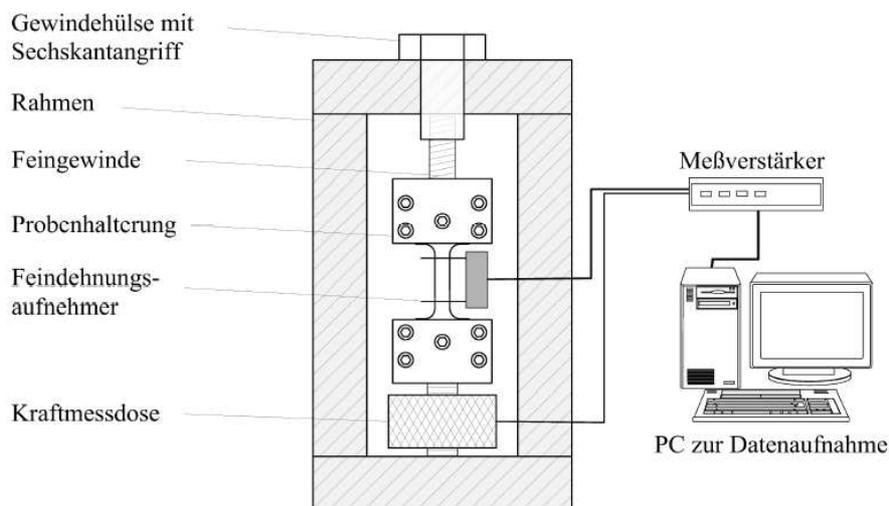


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau der Zugprüfmaschine. Durch Drehen der Gewindehülse (oben am Rahmen) wird eine Zugkraft auf die eingespannte Probe ausgeübt. Die Messwerte des Feindehnungsaufnehmers und der Kraftmessdose werden über den Messverstärker an den PC weitergeleitet und dort gespeichert [BEN02].

Den schematischen Aufbau der Zugprüfmaschine zeigt Abb. 4.3. Durch Drehen eines Zahnrad mit Schneckentrieb am oberen Rahmen (das Zahnrad ist nicht mit skizziert) wird eine Zugkraft auf die eingespannte Probe ausgeübt. Um eine zeitlich möglichst konstante Dehnung erreichen zu können ist die Übersetzung Gewindehülse zu Feingewinde 100:1. Der auf der Probe mit zwei Haushaltsgummis fixierte Wegaufnehmer ermittelt die Dehnung der Probe. Die Kraftmessdose misst die auf die Probe wirkende Zugkraft. Der Messverstärker übermittelt die Daten an den PC. Die Kraftmessdose ist für eine maximale Last von 20 kN ausgelegt. Über den mit einer Schieblehre gemessenen Anfangs– und Endquerschnitt

kann die wirkende Zugspannung nach jeder Dehnung berechnet werden. Die ungleichmässige Änderung des Probenquerschnitts wurde vernachlässigt. Nach der ersten Dehnung der Probe und anschliessender Messung wurde im zweiten Dehnschritt der Wegaufnehmer wieder mit seiner Anfangsmesslänge auf der Probe fixiert. Dies bedeutet, dass die gemessene Dehnung nicht der technischen Dehnung  $\epsilon_t = \frac{\Delta l}{l_0}$  entspricht, da die ursprüngliche Probenlänge  $l_0$  nur für die erste Dehnung gilt. In jedem weiteren Dehnschritt entspricht die Probenlänge der ungedehnten Probenlänge  $l_0$  und der Verlängerung  $\Delta l$  der plastischen Dehnung aus vorherigen Dehnungen. Die wahre Dehnung entspricht einem Aufsummieren aller Einzeldehnungen und kann über

$$\epsilon_w = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1 + \epsilon) \quad (4.3)$$

definiert werden [GOT98].

Für die Messungen wurden zwei unterschiedlich grosse Wegaufnehmer benutzt: Der grössere Wegaufnehmer hat eine Anfangsmesslänge  $l_0 = 22,5$  mm mit einer maximalen Messlänge von  $\pm 2,5$  mm. Dieser Wegaufnehmer wurde bei allen Proben bis auf der 8 At% Cu-Legierung benutzt. Bei dieser Legierung wurde ein Wegaufnehmer mit einer Anfangsmesslänge  $l_0 = 5,2$  mm mit einer maximalen Messlänge von  $\pm 0,5$  mm benutzt. Der Grund für die Verwendung eines kürzeren Wegaufnehmers bei der 8 At% Cu-Legierung bestand darin, dass nach der Herstellung der Probenform ersichtlich war, dass der mittlere Bereich der Probe einige auf der Oberfläche erkennbare Poren enthielt. Diese waren vor der Probenpräparation nicht erkennbar. Weiterhin konnte man nicht sagen, wie der Querschnitt der Probe im Inneren von diesen Poren abhing. Da die äusseren Bereiche der Probe keine Poren aufwiesen, wurde dieser Bereich gedehnt, indem der die Löcher enthaltene Bereich in die Spannbacken der Zugprüfmaschine eingespannt wurde und somit nicht weiter berücksichtigt wurde. Da nun der grössere Wegaufnehmer nicht mehr auf der Probe zu fixieren war, da er nicht mehr zwischen die Spannbacken passte, wurde das Verlängerungsstück im Wegaufnehmer entfernt und die Anfangsmesslänge  $l_0$  verringerte sich auf 5,2 mm.

#### 4.4.2 Auswertung der Spannungs–Dehnungs–Kurven

Sowohl die Kraftmessdose, als auch der Wegaufnehmer übermittelten über ein Auslese- und Darstellungsprogramm (CATMAN) permanent die aufgenommenen Daten an einen PC, die dann abgespeichert wurden. Zur Auswertung wurden die verschiedenen Abschnitte der Spannungs–Dehnungs–Kurven zusammengesetzt.

Bei den Dehnschritten wurde der Wegaufnehmer jeweils wieder mit seiner Ausgangslänge  $l_0$  auf der Probe aufgesetzt. Dies bedeutet jedoch, dass nur die Dehnung, die bei der letzten Messung erreicht wurde, in dem vom Wegaufnehmer bedeckten Probenteilstück bekannt ist. Da die gesamte Probe aber gedehnt wurde und diese Länge nicht vom Wegaufnehmer umschlossen ist, muss die gesamte Dehnung der Probe berechnet werden. Dies geschieht über

$$\epsilon_w = (1 + \epsilon_p) \cdot \epsilon_{Mess} + \epsilon_p \quad (4.4)$$

Hierbei ist  $\epsilon_w$  die tatsächlich erreichte Gesamtdehnung,  $\epsilon_p$  die im vorherigen Dehnschritt erreichte plastische Dehnung der Probe und  $\epsilon_{Mess}$  die aktuelle gemessene Dehnung [SONN02]. Zur Berechnung der Spannung wurde zwischen den Dehnschritten jeweils der Querschnitt

der Probe mit einer Schieblehre gemessen. Um die Änderung des Querschnitts während der Dehnung zu berücksichtigen, wurde eine lineare Abnahme des Querschnitts mit der aufgewendeten Zugkraft angenommen. Dazu wurde eine lineare Regression zwischen Kraft und Querschnitt im plastischen Bereich durchgeführt, der den Querschnitt der Probe zwischen Beginn des plastischen Bereichs und Zugfestigkeit angibt. Die jeweils gemessene Zugkraft wurde dann durch den berechneten Querschnitt dividiert und somit die Querschnittsabnahme berücksichtigt.

## 4.5 Messung der Vickers–Härte

### 4.5.1 Durchführung der Vickers–Härte–Messungen

Die Vickers–Härte ist ein Mass für die Härte eines Materials. Dazu wird eine normierte Diamantpyramide in die Probe eingedrückt und die Länge der Diagonalen des Eindrucks ausgemessen. Je härter ein Material ist, desto kürzer ist die Diagonale. Für die hier durchgeführte Härtemessung wurde das Gewicht auf 100 Gramm und die Eindrückzeit auf 10 Sekunden gewählt. Es wurden jeweils 5 Messungen durchgeführt, wobei die Eindrücke der Pyramide im Mikroskop klar zu erkennen sein mussten. Insbesondere musste darauf geachtet werden, dass weder eine Messung in Umgebung eines Hohlraums noch in Nähe des Probenrandes in die Auswertung eingingen. Der minimale Abstand zu Hohlraum oder Probenrand wurde auf das Doppelte der Diagonalen festgelegt, um einen störenden Einfluss zu vermeiden.

In einer der Messapparatur (Firma Shimazu, Modell HMV-M3) beigelegten Referenzliste kann nachgeschlagen werden, welche Diagonale welcher Vickers–Härte entspricht.

### 4.5.2 Auswertung der Vickers–Härte–Messungen

Über den Eindruck einer Diamantpyramide wurde die Länge der beiden Diagonalen jeweils 5 mal ermittelt. Über die so erhaltenen Werte wurde gemittelt und in einer Referenzliste die Vickers–Härte abgelesen. Der Fehler wurde über die mittlere Abweichung der gemessenen Diagonalen abgeschätzt. Es war gut erkennbar, dass die Streuung der Diagonallängen mit steigender Deformation der Proben stark zunahm. Dies liegt an dem Bereich auf der Probe, in dem der Eindruck gemessen wurde. In Bereichen grosser Versetzungsdichte war eine Verfestigung bemerkbar, da die Diagonallängen kürzer waren als in Bereichen, in denen die Oberfläche kaum „wellig“ war.

# Kapitel 5

## Ergebnisse

### 5.1 Ergebnisse der Zugversuche

Im Zugversuch wurden die Proben schrittweise gedehnt und danach die Positronenlebensdauer, der S-Parameter und die Vickers-Härte gemessen. Um die gesamte Spannungs-Dehnungs-Kurve zu erhalten, wurden die einzelnen aufgenommenen Messdaten ausgewertet und zusammengesetzt. Die zu erkennende Tendenz zeigt, dass die Proben mit steigendem Kupfergehalt bei geringeren Dehnungen gerissen sind und die Zugfestigkeit mit dem Kupfergehalt steigt.

Neben den hergestellten Legierungen wurde als Vergleich eine Aluminiumprobe (5N Al) untersucht. Während alle Proben mit Kupfergehalt schon bei geringer Dehnung brachen, konnte man die Aluminiumproben bis zum Bruch um etwa 20% dehnen. Da man für die Lebensdauerermessung die Sandwich-Geometrie nutzt, also zwei identische Proben benötigt, existieren zu jeder Messung zwei Messparameter (Probe A und Probe B).

Exemplarisch werden an dieser Stelle die Spannungs-Dehnungskurven von Reinstaluminium und den Legierungen mit 1 At% Cu und 17 At% Cu (s. Abb. 5.1 - 5.3) gezeigt. Alle weiteren Diagramme finden sich im Anhang.

Für beide Proben der 8 At% Cu-Legierung konnten keine Spannungs-Dehnungs-Kurven aufgenommen werden. Beide Proben liessen sich nicht dehnen und brachen bei 0% Dehnung, ohne eine elastische oder plastische Verformung aufzuweisen.

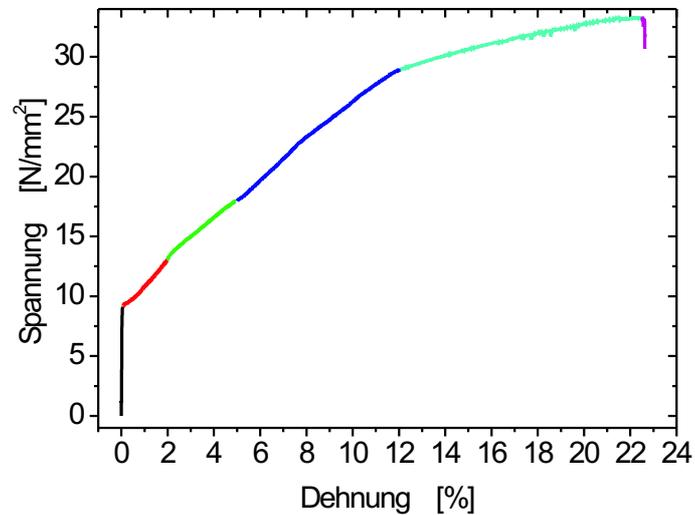


Abbildung 5.1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von 5N Al Probe B. Die Zugfestigkeit wurde bei  $33,2 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch trat bei einer Dehnung von  $22,5\%$  auf. Die farbigen Bereiche zeigen die unterschiedlichen Dehnschritte.

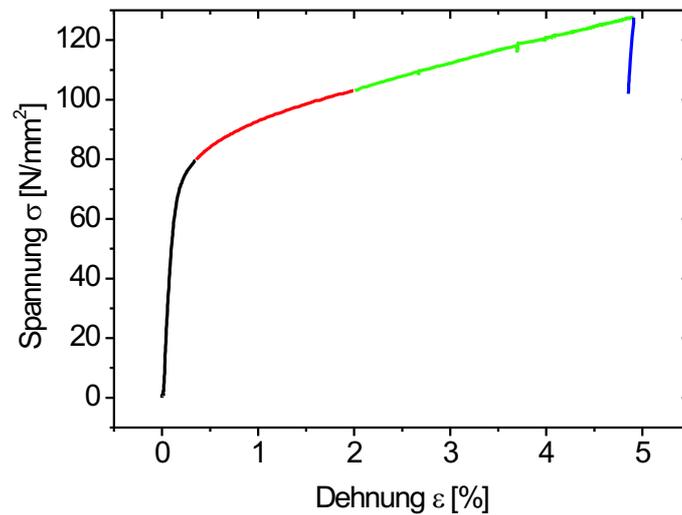


Abbildung 5.2: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 1 At% Cu-Legierung Probe B. Die Zugfestigkeit wurde bei  $127,6 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch trat bei einer Dehnung von  $4,9\%$  auf. Die farbigen Bereiche zeigen die unterschiedlichen Dehnschritte.

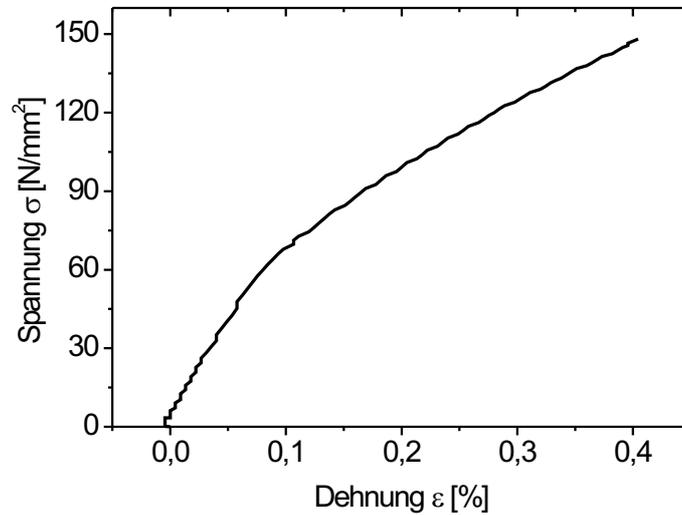


Abbildung 5.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 17 At% Cu-Legierung Probe A. Die Zugfestigkeit wurde bei  $148,1 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch trat bei einer Dehnung von 0,4% auf.

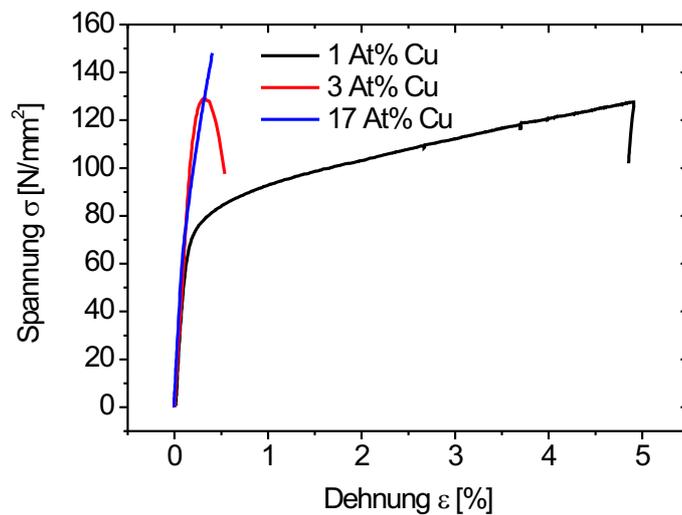


Abbildung 5.4: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierungen.

## 5.2 Ergebnisse der Positronenlebensdauermessungen

Alle Proben wurden sowohl im ungedehnten Zustand als auch deformiert gemessen. Die Messdauer betrug etwa 14 Stunden. Die Messung der mittleren Positronenlebensdauer in Abhängigkeit des Kupfergehalts stieg an bei grösseren Kupferkonzentrationen. Unter Deformation stieg die Lebensdauer in den kupferhaltigen Legierungen im Vergleich zu Aluminium wesentlich stärker an. Jedoch zeigte sich bei den Legierungen mit 8 At% Cu und 17 At% Cu, dass die Lebensdauer bei den gedehnten Proben im Vergleich zu den undeformierten Proben sank.

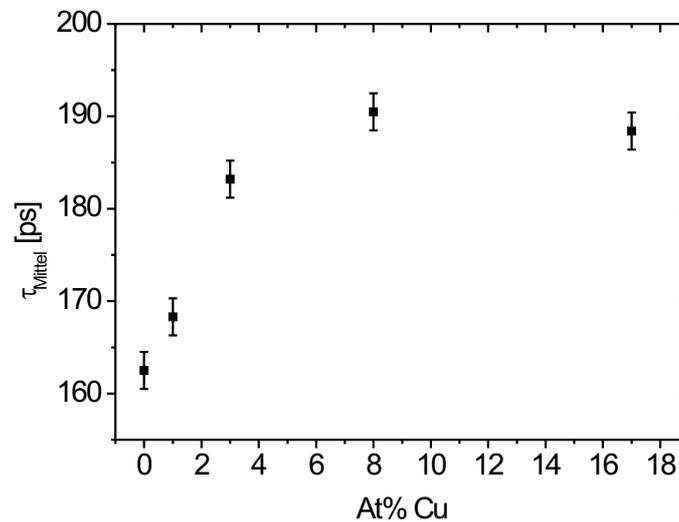


Abbildung 5.5: Messung der mittleren Lebensdauer der ungedehnten Proben in Abhängigkeit des Kupfergehalts. Man erkennt einen Anstieg der mittleren Lebensdauer bis 8 At% Cu, danach einen leichten Abfall. Jede Messung dauerte ca. 14 Stunden, die Proben waren lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt.

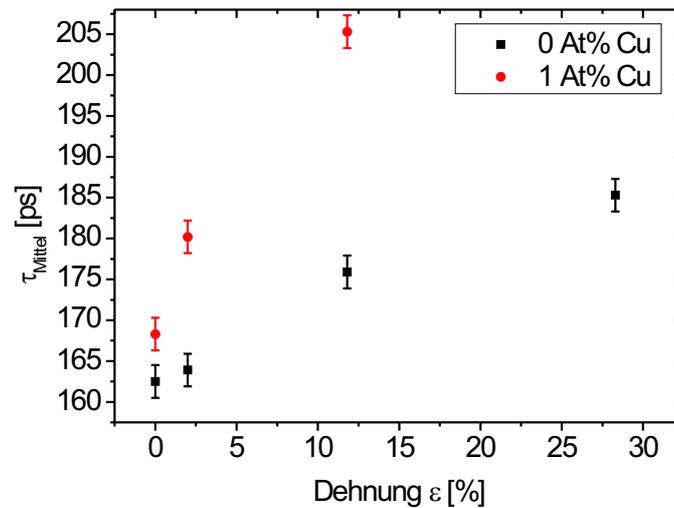


Abbildung 5.6: Mittlere Lebensdauer für 5N Al (schwarz) und die 1 At% Cu–Legierung (rot) aufgetragen gegen die Dehnung. Deutlich zu erkennen ist der stärkere Anstieg der mittleren Lebensdauer für die 1 At% Cu–Legierung. Die Proben wurden vor der ersten Messung lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt. Jede Messung dauerte ca. 14 Stunden, anschliessend wurden die Proben jeweils für ca. 7 Stunden im Positronen–Topf ausgelagert.

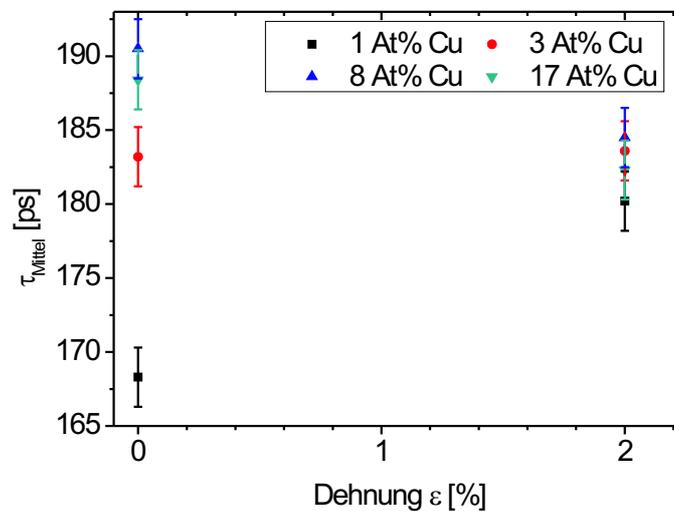


Abbildung 5.7: Mittlere Positronenlebensdauer der untersuchten Legierungen in Abhängigkeit der Dehnung. Während bei 1 At% Cu und 3 At% Cu die mittlere Lebensdauer mit der Dehnung steigt, sinkt sie bei den Legierungen mit 8 At% Cu und 17 At% Cu. Die Proben wurden vor der ersten Messung lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt. Jede Messung dauerte ca. 14 Stunden, nach jeder Lebensdauerermessung wurden die Proben für ca. 7 Stunden im Positronen–Topf ausgelagert.

### 5.3 Ergebnisse der Messungen des dopplerverbreiterten Annihilationspeaks

Die Messung der Dopplerverbreiterung und des Annihilationspeaks erfolgte bei jeder Probe direkt nach der Messung in dem Lebensdauerspektrometer. Da im Positronen-Topf nur jeweils eine Probe gemessen werden kann, lagerte die zweite Probe währenddessen in flüssigem Stickstoff. Dies sollte eine Clusterbildung des Kupfers in der Aluminiummatrix verhindern.

Die Messung im Positronen-Topf dauerte ca. 7 Stunden. Im Spektrum waren ca. 25 Mio. Zählereignisse enthalten. Verwendet wurde eine  $^{68}\text{Ge}$ -Quelle, die einen Durchmesser von 2 mm und eine Dicke von 0,35 mm hat.

Es zeigte sich, dass in der  $^7\text{Be}$ -Monitorlinie keine gravierenden Schwankungen zu erkennen waren.

Als Referenzprobe diente 5N Aluminium, welches nach Polieren der Oberfläche eine Stunde unter einem Vakuum  $\leq 10^{-6}$  mbar bei  $620^\circ\text{C}$  ausgeheizt wurde. Der an dieser Probe ermittelte S-Parameter diente als Referenz für die relativen S-Parameter.

Tabelle 3 (s. Anhang) gibt den relativen S-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung an.

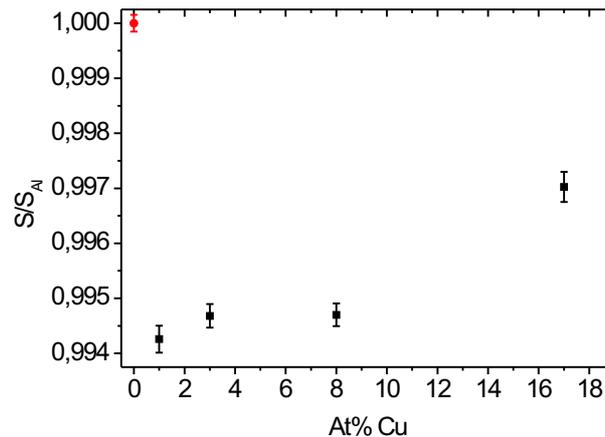


Abbildung 5.8: Relativer S-Parameter in Abhängigkeit des Kupfergehalts. Rot: Referenzpunkt der 5N Al-Probe. Kupfer hat aufgrund der 3d-Elektronen eine grössere Positronenaffinität als Aluminium, welches diese Elektronenschalen nicht besetzt hat. Deshalb ist der relative S-Parameter kleiner als 1. Der relative S-Parameter steigt mit steigendem Kupfergehalt. Die Proben waren lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt.

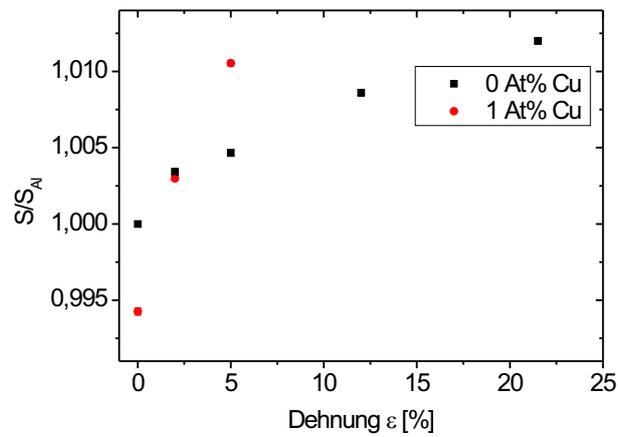


Abbildung 5.9: Relativer S-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung für die 5N Al-Probe und die 1 At% Cu-Legierung. Der relative S-Parameter zeigt in der kupferhaltigen Probe einen deutlich stärkeren Anstieg. Die Proben wurden vor der ersten Messung des S-Parameters ca. 14 Stunden in der Lebensdauerapparatur ausgelagert.

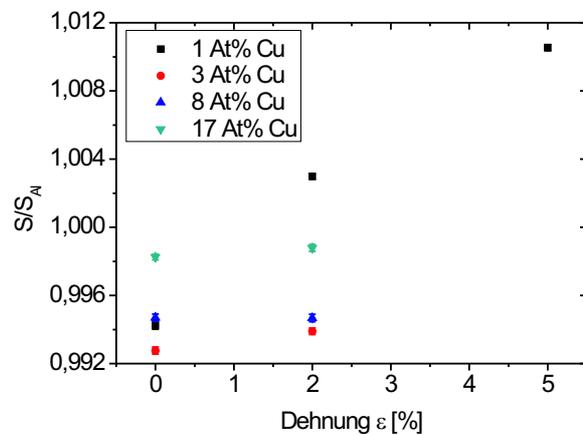


Abbildung 5.10: Relativer S-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung. Während der relative S-Parameter stark bei der 1 At% Cu-Legierung steigt, ist der Anstieg bei höherem Kupfergehalt gering.

## 5.4 Ergebnisse der Vickers-Härte-Messungen

Die Vickers-Härte liegt bei 5N Al bei einem Wert von ca. 17, was polykristallinem Aluminium entspricht. Schon bei Zulegieren von einem Atomprozent Kupfer steigt der Wert auf ca. 60 an. Die Vickers-Härte steigt weiter mit dem Kupfergehalt an. Dies liegt an den Anpassversetzungen an den Grenzflächen der Ausscheidungen. Ebenso steigt der Wert bei Deformation der Proben an. Durch die Deformation werden Versetzungen in die Proben eingebracht, was zu einer Verfestigung führt.

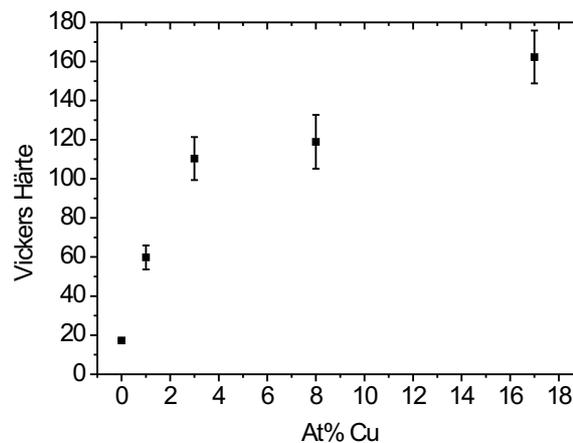


Abbildung 5.11: Darstellung der Vickers-Härte in Abhängigkeit des Kupfergehalts. Die Härte der Legierungen steigt mit dem enthaltenen Kupfer. Die Proben waren nach dem Lösungsglühen ca. 21 Stunden ausgelagert, bevor die Vickers-Härte gemessen wurde.

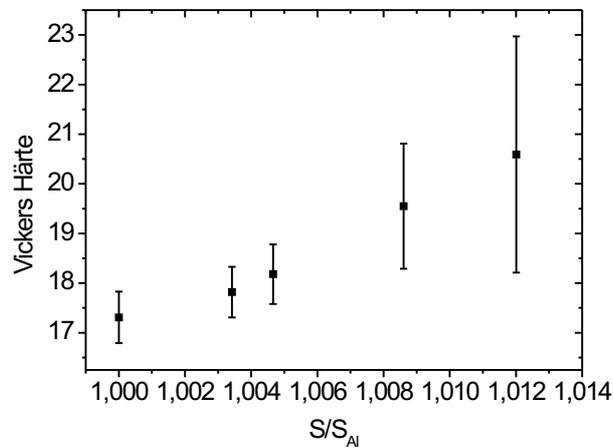


Abbildung 5.12: Korrelation zwischen Vickers-Härte und relativem S-Parameter für 5N Al. Ersichtlich ist, dass mit steigendem S-Parameter auch die Vickers-Härte steigt. Der steigende S-Parameter resultiert aus den Deformationen der Proben. Dadurch steigt die Versetzungsdichte und es kommt zu einer Verfestigung des Materials.

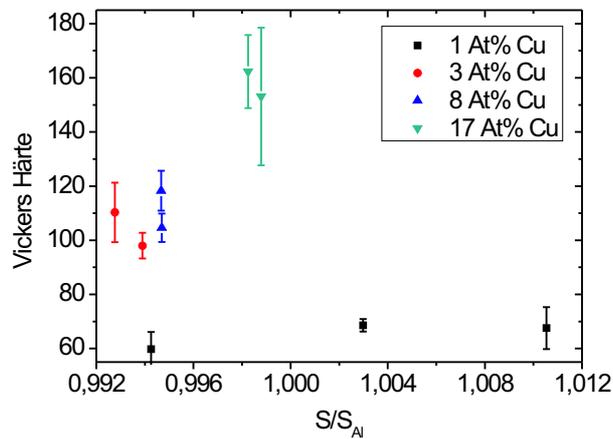


Abbildung 5.13: Relativer S-Parameter in Abhängigkeit der Dehnung für die Al-Cu-Legierungen. Bei den Legierungen mit 3 At% Cu, 8 At% Cu und 17 At% Cu sinkt die Vickers-Härte mit steigendem relativem S-Parameter. Der steigende S-Parameter resultiert aus der Deformation der Proben, d.h. es werden Versetzungen eingebracht. Die sinkende Vickers-Härte könnte an der Vergrößerung der Ausscheidungen liegen.

## 5.5 Langzeitmessungen

Sowohl die mittlere Lebensdauer, als auch die Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks wurde über einen Zeitraum von einer Woche gemessen. Erwartet wurde in beiden Messungen eine Änderung der Messparameter aufgrund einer Clusterbildung von Kupfer. Die Kupferatome sind bei Raumtemperatur beweglich und bilden Ausscheidungen in dem Aluminiumgitter. Durch die Diffusion der Kupferatome durch die Aluminiummatrix steigt die Versetzungsdichte an.

Vor den Messungen wurden die Proben eine Stunde bei 520°C lösungsgelüht und in destilliertem Wasser auf Raumtemperatur abgeschreckt. Die Messungen, sowohl im Lebensdauerspektrometer, als auch im Positronen-Topf, fanden bei Raumtemperatur statt.

### 5.5.1 Langzeitmessung der Positronenlebensdauer

Wie schon bei der Messung der Positronenlebensdauer in Abhängigkeit der Dehnung wurden die Proben mit der Sandwich-Geometrie in der aufgebauten Lebensdauerapparatur platziert. Direkt nach dem Lösungsglühen wurde die Messung mit einer  $^{22}\text{Na}$ -Quelle begonnen und unter gleichen Bedingungen wie zuvor durchgeführt. Die genutzten Proben waren die gleichen, die zuvor für die dehnungsabhängigen Messungen verwendet wurden. Durch das Lösungsglühen wurde jedoch wieder ein definierter Anfangszustand hergestellt, so dass die Messungen jederzeit wiederholbar und somit auch vergleichbar sind.

Bei allen Legierungen wurden die Spektren jeweils nach 30 Minuten abgespeichert. Zur Auswertung wurden immer vier Spektren aufaddiert und mit dem Programm LIFESPEC-FIT ausgewertet. Die Abspeicherung der Spektren nach jeweils 30 Minuten diente auch hier zur Kontrolle, ob das Lebensdauerspektrometer über die Gesamtmessdauer Stabilität aufweist. Es zeigten sich keine Schwankungen, welche die Auswertung beeinflussten. Die Halbwertsbreite der Auflösungsfunktion wurde zu Beginn und nach Beendigung der Messung über ein Kupfer-Referenzspektrum angepasst und zeigte ebenfalls keine Schwankungen (ca.  $275 \pm 5$  ps).

Abb. 5.14 zeigt exemplarisch die mittlere Lebensdauer der 3 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Alle Legierungen zeigen einen starken Abfall der mittleren Lebensdauer innerhalb der ersten zwei Stunden, lediglich bei der 8 At% Cu-Legierung bleibt dieser starke Abfall in den ersten vier Stunden erkennbar. Die zu Beginn der Messung bestimmte mittlere Lebensdauer liegt im Bereich von ca. 190 ps, bei 3 At% Cu ergab die erste mittlere Lebensdauer ca. 200 ps. Im weiteren Verlauf zeigte sich ein nahezu monotoner Abfall, der auch nach einer Woche Auslagerungszeit keinen Sättigungswert erreichte. Ausser bei der 1 At% Cu-Legierung, bei der die mittlere Lebensdauer am Ende der Messung ca. bei 173 ps lag, zeigten alle weiteren untersuchten Legierungen nach einer Woche eine mittlere Lebensdauer von ca. 183 ps.

Als Beispiel ist hier nur die Messkurve für die 3 At% Cu-Legierung gezeigt, alle weiteren Diagramme finden sich im Anhang. Der Fehler der mittleren Lebensdauer wurde hier 1 ps abgeschätzt.

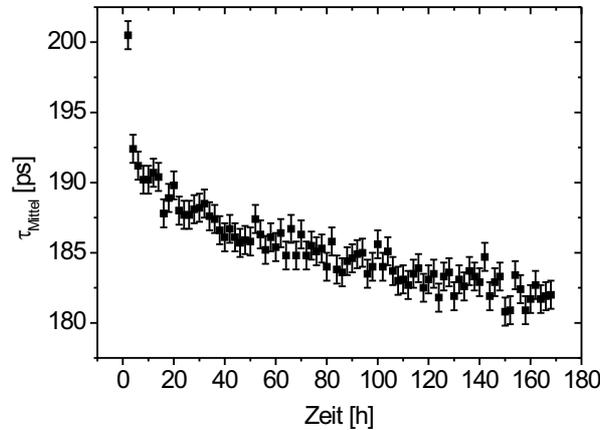


Abbildung 5.14: Mittlere Lebensdauer der 3 At% Cu–Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Der stärkste Abfall der Lebensdauer zeigt sich innerhalb der ersten 2 Stunden.

### 5.5.2 Langzeitmessung des S–Parameters

Ebenso wie bei den Langzeitmessungen der mittleren Lebensdauer wurden bei den Messungen des S–Parameters die Proben vor der Messung bei 520°C eine Stunde lösungsgeglüht und in destilliertem Wasser auf Raumtemperatur abgeschreckt. Die Messung der Proben lief über einen Zeitraum von einer Woche. Analog zu den Messungen in Abhängigkeit der Dehnung wurde die Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks im Positronen–Topf gemessen und der S–Parameter über das Auswerteprogramm M\_SPEC ermittelt. Dazu wurde alle 12 Minuten ein Spektrum gespeichert und zur Auswertung 50 Spektren addiert.

Über die mitgemessene  $^7\text{Be}$ –Monitorlinie war ersichtlich, dass die Elektronik und die Detektoraufösung während der Messung stabil blieben.

Exemplarisch ist hier nur der S–Parameter der 8 At% Cu–Legierung gezeigt, die weiteren Diagramme finden sich im Anhang.

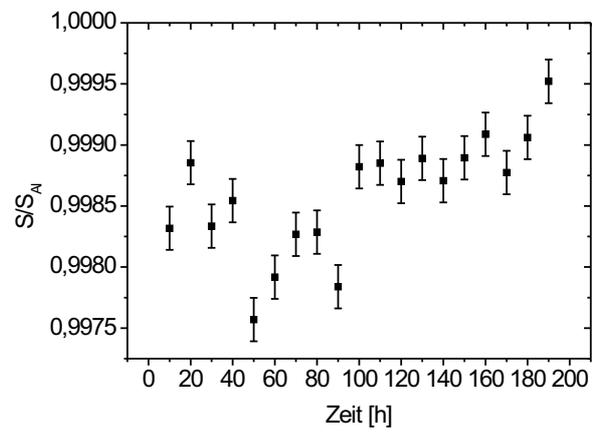


Abbildung 5.15: Relativer S-Parameter der 8 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Der Anstieg des S-Parameters ist unterbrochen zwischen einer Auslagerungszeit von 50 bis 90 Stunden.

## 5.6 Darstellung der Probenoberflächen in Abhängigkeit der Dehnung

Die Probenoberflächen wurde im undeforinierten Zustand und nach jeder Dehnung unter dem Lichtmikroskop untersucht und mit Fotos dokumentiert. Da eine plastische Dehnung Versetzungen in die Proben einbringt, wurde erwartet, dass man Gleitlinien auf der Oberfläche sieht. Die Unterschiede in Abhängigkeit des Kupfergehalts und der Dehnung sollten untersucht werden.

Dass man durch mechanische Behandlung der Proben, z.B. durch Sägen, Schleifen oder Polieren, weitere Defekte in das Material einbringt, wurde bereits am Beispiel des spanabhebenden Verfahrens gezeigt [HAA03]. Auf den aufgenommenen Fotos (s. Anhang) ist deutlich der Unterschied zwischen undeforinierten und deformierten Proben zu sehen. Es bildete sich auf der Oberfläche der plastisch deformierten Proben eine Textur aus.

Ebenso konnten Kupferansammlungen an der Oberfläche beobachtet werden. Diese waren nach einigen Tagen nicht mehr zu beobachten. Dies lässt den Schluss zu, dass die Kupferatome in das Probeninnere diffundiert sind.

An den Bruchkanten wurde beobachtet, dass der Riss meist entlang von Korngrenzen verlief.

Unter dem Mikroskop waren auch deutlich die entstandenen Hohlräume zu beobachten, die während des Erstarrens der Schmelze noch in der Legierung enthalten waren. Es konnte nicht gezeigt werden, dass sich an den Wänden dieser Hohlräume Kupfer anlagerte. Jedoch wurde ersichtlich, dass diese Blasen mit der Kupferkonzentration stiegen (s. Kap. 6).

## Kapitel 6

# Diskussion der Ergebnisse

Wie schon in der Einleitung erwähnt, wurde in früheren Arbeiten [ZAM02], [SON02] die Al-Cu-Mg-Legierung 2024 näher betrachtet. Um sich auf den Einfluss des Hauptlegierungselementes zu konzentrieren, wurde die Modelllegierung Al-Cu im Rahmen dieser Arbeit untersucht. Dabei wurden die mittlere Positronenlebensdauer, der S-Parameter und die Vickers-Härte in Abhängigkeit des Kupfergehalts und der Dehnung gemessen. Die Proben wurden gedehnt, um gezielt Versetzungen in das Material einzubringen, die wesentlich die mechanischen Eigenschaften eines Materials beeinflussen.

Die Proben wurden aus 5N Aluminium hergestellt. Zulegiert wurde jeweils 1 At% Cu, 3 At% Cu, 8 At% Cu und 17 At% Cu der Reinheit 5N.

Die früheren Messungen der 2024-Legierung fanden wie in dieser Arbeit im Positronen-Topf statt. In [SON02] finden sich dehnungsabhängige Messungen der Legierung 2024.

Bei der Herstellung der Legierungen entstanden Blasen in der Schmelze, die beim Erstarren im Material eingeschlossen blieben. Dies ist bei der Herstellung der Probenformen durch Abfräsen und Schleifen erst ersichtlich geworden. Grund für die Blasenbildung in den Legierungen ist mit grosser Wahrscheinlichkeit das Kupfer, da in der Reinstaluminiumprobe keine Blasen enthalten waren und die Grösse und Anzahl der sichtbaren Blasen an den Probenoberflächen mit dem Kupfergehalt stiegen. Ebenso zeigte sich, dass sich die Blasen an den Stellen in der Legierung befanden, an denen vor dem Schmelzen das Kupfer im Graphittiegel geschichtet war. Kupfer bindet Sauerstoffatome, d.h. bei der Wärmebehandlung im Ofen (Schmelzen der Legierungen bei 800°C) bildeten sich Sauerstoffgasblasen. Enthielt das Restgas im Ofenrohr (Vakuum  $\leq 10^{-5}$  mbar) jedoch noch Wasserstoff, so bildete sich oberhalb von 400°C Wasserdampf im Kupfer. Dies ist als Wasserstoffkrankheit bekannt [HEN04]. Durch gelösten Wasserstoff oder Sauerstoff im Kupfer wird die Entstehung von Poren bei hohen Temperaturen durch Leerstellenagglomeration gefördert [FRO76].

Die entstandenen Blasen verringerten natürlich den Querschnitt der Proben. Da jedoch nicht geschätzt werden konnte, wie gross der Effekt der Querschnittsverringering war, wurden die Legierungen mit hoher Blasenkonzentration erneut hergestellt.

Eine weitere Möglichkeit der Blasenbildung besteht darin, dass sich dreidimensionale Leerstellenagglomerate in der Aluminiummatrix bildeten. Diese Leerstellenagglomerate bilden sich an Versetzungen. Die Temperatur, bei der Leerstellen in Aluminium beweglich sind, liegt bei  $\approx 230$  K [HID92]. Dies ist jedoch eher unwahrscheinlich.

In den Zugversuchen war klar erkennbar, dass die Zugfestigkeit bereits bei geringem Kup-

fergehalt massiv stieg. Die geringste Zugfestigkeit lag bei  $33,2 \text{ N/mm}^2$  für die 5N Al Probe B, die grösste Zugfestigkeit lag bei  $148,1 \text{ N/mm}^2$  für die 17 At% Cu Probe A. Ebenso zeigt sich anhand der Spannungs–Dehnungs–Kurven, dass mit steigendem Kupfergehalt der Bruch einer Probe bei kleineren Dehnungen eintrat. Während sich die 5N Al Probe B bis auf 22,5% dehnen liess (Probe A auf 18,9%), rissen die 3 At% Cu und die 17 At% Cu Proben etwa bei einer Dehnung von 0,4%. Dazwischen liegt die Bruchdehnung von der 1 At% Cu Probe bei 2% (Probe A) und 4,9% (Probe B).

Nicht berücksichtigt werden können beide 8 At% Cu Proben. Diese zeigten weder einen elastischen noch einen plastischen Anteil bei den Zugversuchen und brachen, ohne gedehnt werden zu können. Die Vermutung liegt nahe, dass sich eine hohe Porenkonzentration im gedehnten Bereich befand. Dies sollte durch Verkleinerung des Bereichs vermieden werden. Warum diese hohe Blasenkonzentration bei der 8 At% Cu–Legierung auftrat und nicht auch bei der 17 At% Cu–Legierung ist nicht gänzlich geklärt. Ein Grund konnte die Schichtung der Reinstkomponenten vor dem Einschmelzen sein. Es wurde zwar darauf geachtet, dass Kupfer– und Aluminiumstücke abwechselnd im Graphittiegel gestapelt wurden, jedoch war die Geometrie der Reinstmetallstücke sehr unterschiedlich und es musste ein Kompromiss zwischen Schichtfolge und ausgefülltem Volumen im Tiegel gemacht werden. Dies war nötig, da das Tiegelvolumen nur unwesentlich grösser war als die Probenvolumina, die aus der Legierung hergestellt wurden. Um eine gleiche Kupferkonzentration zu gewährleisten und die Dauer des Schmelzens gering zu halten, wurde die Geometrie des Tiegels so gewählt, dass zwei Proben aus dem Tiegelvolumen hergestellt werden konnten. Ein Zurückbleiben der Blasen in der erstarrten Schmelze hätte durch permanentes Rühren während des Schmelzvorgangs vermieden werden können, alternativ durch vorheriges Ausheizen des Kupfers auf Temperaturen grösser  $1100^\circ\text{C}$  [HEN04]. Da die Ausstattung dazu fehlte, wurde darauf verzichtet.

Die Messung der mittleren Positronenlebensdauer in Reinstaluminium ergibt  $162,5 \text{ ps}$ . Der Fehler aller mittleren Positronenlebensdauern wird auf  $\pm 1 \text{ ps}$  abgeschätzt. Die Übereinstimmung mit dem Literaturwert für Aluminium ist zufriedenstellend ( $\tau = 165 \text{ ps}$  [GLÄ91]). Die mittlere Lebensdauer der undeformierten Proben in Abhängigkeit des Kupfergehalts zeigt einen Anstieg von  $168,3 \text{ ps}$  (1 At% Cu–Legierung) bis auf  $190,5 \text{ ps}$  (8 At% Cu–Legierung), bei der 17 At% Cu–Legierung einen leichten Abfall auf  $188,4 \text{ ps}$ .

Die gemessenen mittleren Lebensdauern liegen weit über den Lebensdauern, die in reinem Aluminium und Kupfer (Kupfer:  $\tau = 110 \text{ ps}$  [GLÄ91]) gemessen wurden. Der Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer kann damit erklärt werden, dass sich in den Legierungen Ausscheidungen bilden. Da Kupfer einen abweichenden Gitterabstand von Aluminium hat, können an den Grenzflächen der Ausscheidungen Anpassversetzungen zur Kompensation der Gitterspannungen eingebaut werden. Die Kalkulation von Superzellen ergibt, dass die erste Al–Schicht um eine  $\{100\}$ Cu–Schicht sich um 16,4% in Richtung der Cu–Schicht hinbewegt, wohingegen die zweite Al–Schicht sich um 7,5% wegbewegt [WOL99]. Wie in anderen Arbeiten gefunden wurde, sind Leerstellen mit mehrschichtigen GPI–Zonen assoziiert, d.h. eine grosse Anzahl der nächsten Nachbarn einer Leerstelle sind Cu–Atome [GLÄ91]. Eine grobe Abschätzungsformel, wieviele Kupferatome nächste Nachbarn einer Leerstelle (in Abhängigkeit der Annihilationsparameter) in Frage kommen, wird in [DLU86] angegeben. Hier wurde gefunden, dass die Anzahl der Leerstellen um einen Faktor 4 bis 5 geringer ist als die Anzahl der GP–Zonen. Dies bedeutet, dass nicht jede GP–Zone für Positronen eine Haftstelle darstellt.

Werden die Proben gedehnt, so zeigt sich, dass die mittlere Lebensdauer der 1 At% Cu-Legierung wesentlich stärker steigt als bei der 5N Al Probe. Bei der 3 At% Cu-Legierung bleibt die mittlere Lebensdauer unter einer Dehnung von 0% auf 2% annähernd konstant. Im Gegensatz dazu sinkt die mittlere Lebensdauer bei grösserem Kupfergehalt von 190,5 ps bei der ungedehnten 8 At% Cu Probe auf 184,5 ps bei 2% Dehnung (von 188,4 ps auf 182,3 ps bei 17 At% Cu). Durch das Dehnen der Proben werden Versetzungen eingebracht. An diesen Versetzungen lagern sich Leerstellen an, die durch Positronen nachgewiesen werden können. Dabei sind typische Lebensdauern für Einzelleerstellen in Al  $\tau = 250$  ps und für Cu  $\tau = 180$  ps, gemessen in Al-2At%Cu [MEL01].

Hier ist allerdings zu berücksichtigen, dass die Messungen durchgeführt worden sind, ohne die Proben ein weiteres Mal lösungszuglügen. Damit besteht die Möglichkeit, dass die Kupferatome während der Messungen in der Aluminiummatrix wandern und sich Ausscheidungen bilden. Einzelleerstellen in der Aluminiummatrix sind bei Raumtemperatur nicht stabil, d.h. die durch die Messungen nachgewiesenen Leerstellen müssen an Kupferatome gebunden sein, um bei Raumtemperatur stabil zu sein [MEL01].

Ebenso wie die mittlere Positronenlebensdauer zeigt der relative S-Parameter der ungedehnten Legierungen einen Anstieg mit dem Kupfergehalt. Der relative S-Parameter der Aluminiumprobe liegt aufgrund der Normierung bei 1, sinkt jedoch bei der 1 At% Cu-Probe auf einen Wert kleiner 1. Der Grund dafür liegt in der höheren Positronenaffinität von Kupfer aufgrund der in Kupfer vorhandenen 3d-Elektronen [PUS89], [DLU86]. Zwar ist die Aluminiummatrix durch Ausscheidungen gestört, doch durch das zulegierte Kupfer liegt der S-Parameter unter 1. Zu grösseren Kupferkonzentrationen hin zeigt der relative S-Parameter eine steigende Tendenz. Auch anhand dieser Messung kann gezeigt werden, dass die Defektdichte aufgrund von eingebauten Anpassversetzungen mit dem Kupfergehalt steigt. Die Defektdichte steigt, da die Anzahl der Ausscheidungen (somit auch die Anzahl der Anpassversetzungen) und auch die Anzahl der Leerstellen in der Ausscheidung steigt.

Ebenso steigt der relative S-Parameter der 1 At% Cu-Legierungen unter Dehnung viel stärker als bei der Aluminiumprobe. Dies liegt daran, dass die Kupferatome die Versetzungsbewegung behindern. Um diese Behinderung zu kompensieren, werden weitere Versetzungen unter der Zugspannung erzeugt und die Defektkonzentration, also auch der S-Parameter, steigt. Bei den Proben mit höherer Kupferkonzentration zeigt der relative S-Parameter jedoch nur einen sehr geringen Anstieg mit der Dehnung. Dies bedeutet, dass die Versetzungsdichte schon im ungedehnten Zustand aufgrund der Anpassversetzungen sehr hoch ist. Bei Dehnung der Proben tritt keine weitere Verfestigung ein, sondern die Proben reissen. Ein Indiz dafür ist die geringe Bruchdehnung der 1 At% Cu-Legierung. Bei der Legierung 2024 steigt der relative S-Parameter bis zu einer Dehnung von 15% von ca. 1,000 auf 1,013 und bleibt bis zur Bruchdehnung von ca. 30% annähernd konstant [ZAM02]. Im Vergleich dazu steigt der relative S-Parameter der im Rahmen dieser Diplomarbeit genutzten Proben auch mit der Dehnung, jedoch liess sich nur die 1 At% Cu Proben auf 5% dehnen, die anderen Legierungen nur auf maximal 2%.

Die Vickers-Härte liegt bei 5N Al bei einem Wert von ca. 17, was dem Literaturwert für polykristallinem Aluminium entspricht. Schon bei Zulegieren von einem Atomprozent Kupfer steigt der Wert auf ca. 60 an. Die Vickers-Härte steigt weiter mit dem Kupfergehalt an und erreicht bei 17 At% Cu Probe B ein Maximum von 181,1. Bei Deformation der

Proben sinkt die Vickers-Härte der 1 At% Cu-Legierung bei der Dehnung von 2% (HV 72,71) auf 5% (HV 68,06) bei Probe A (ähnlich bei Probe B). Analog fällt die Vickers-Härte bei den 3 At% Cu und 17 At% Cu Proben (s. Tab. A.4).

Ein anderes Verhalten zeigten die 8 At% Cu Proben. Obwohl diese sich nicht dehnen liessen und ohne erkennbare Deformation rissen, stieg der Wert der Vickers-Härte im Bruchbereich von 104 auf 118 (Probe B: 119 auf 134) an. Dies deutet an, dass die Messung der Vickers-Härte empfindlich von dem Bereich abhängt, in dem die Diamantpyramide eingedrückt wird.

Die Legierung 2024 zeigt im ungedehnten Zustand und im Rissbereich eine Vickers-Härte von etwa 145, gemessen an Luft [ZAM02].

Bei der Langzeitmessung der mittleren Lebensdauer bei Raumtemperatur zeigte sich bei allen Proben der stärkste Abfall innerhalb der ersten zwei Stunden, bei der 8 At% Cu-Legierung innerhalb der ersten vier Stunden. Die Auslagerung der Proben zeigte, dass auch nach einer Woche Messzeit noch ein abfallender Trend in der mittleren Lebensdauer zu erkennen ist. Dies lässt darauf schliessen, dass kein stabiler Zustand erreicht wurde und die Kupferatome weiter durch die Aluminiummatrix diffundieren. Einzig die 17 At% Cu-Legierung zeigt einen leichten Anstieg der mittleren Lebensdauer nach einer Auslagerungszeit von ca. 160 Stunden, gefolgt von einer Verminderung der Lebensdauer. Der erste starke Abfall der mittleren Positronenlebensdauer kann mit der Bildung von Kupferausscheidungen in der Aluminiummatrix erklärt werden. Kupferatome diffundieren durch das Gitter und lagern sich an Kupferagglomeraten an. Dadurch werden die Bereiche, in denen sich kein Kupfer mehr befindet, immer grösser, so dass in dem stabilen Zustand einige grosse Ausscheidungen zu finden sind, während das restliche Aluminiumgitter nahezu ohne Kupfer ist.

Auch der S-Parameter zeigt, dass die Kupferatome durch die Aluminiummatrix diffundieren und somit die Defektdichte erhöhen. Bei allen Legierungen zeigt sich langfristig eine Erhöhung des relativen S-Parameters.

Die Legierung 2024 zeigt ein ähnliches Verhalten während der Auslagerung. Der relative S-Parameter steigt bis ca. 20 Stunden Auslagerungszeit an und fällt danach leicht wieder ab [ZAM02].

# Kapitel 7

## Zusammenfassung

Die mechanischen Eigenschaften von Legierungen werden von Art und Konzentration der Legierungskomponenten bestimmt. Auf diese Weise können Legierungen je nach Verwendungszweck ausgewählt werden. Diese Arbeit befasst sich mit Aluminiumlegierungen, da diese wichtige Leichtbauwerkstoffe sind.

Mittels einer Fast-Slow-Koinzidenz und des  $\gamma$ -Energie-Spektrometers sind Aluminium-Kupfer-Legierungen mit unterschiedlicher Kupferkonzentration untersucht worden. Die erhaltenen Messwerte sind die mittlere Positronenlebensdauer und, über die Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks, der relative S-Parameter. Diese Messungen wurden korreliert mit der Bestimmung der Vickers-Härte. Mittels dieser Parameter können Aussagen über die Art und die Konzentration der Defekte in Abhängigkeit der Kupferkonzentration getroffen werden.

Ein weiterer Versuchsparameter ist die Dehnung. Dazu wurden die Proben in einer Zugmaschine mit verschiedenen Dehnraten deformiert. Unter Zugdehnung wurde auf diese Weise die Defektkonzentration in den Legierungen bis zum Bruch der Proben erhöht. Sämtliche Proben wurden ungedehnt und im deformierten Zustand gemessen und die Messwerte abhängig von der Kupferkonzentration und Dehnung ausgewertet.

Weiterhin wurde die Auslagerung der Legierungen durch Langzeitmessungen der mittleren Positronenlebensdauer und des relativen S-Parameters untersucht.

Die Zugversuche zeigten, dass die Zugfestigkeit bereits bei geringem Kupfergehalt stark ansteigt, der Bruch jedoch mit steigendem Kupfergehalt bei geringeren Dehnungen eintritt. Ebenso steigt die Vickers-Härte stark mit dem Kupfergehalt. Hier jedoch ist keine Erhöhung der Vickers-Härte unter plastischer Dehnung zu beobachten.

Die Messung der mittleren Positronenlebensdauer in Abhängigkeit des Kupfergehalts zeigt im undeformierten Zustand der Proben einen Anstieg. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Anpassversetzungen in die Aluminiummatrix eingebaut werden, die die Spannungen um die Guinier-Preston-Zonen kompensieren. Schon bei geringen Dehnungen steigt in der 1 At% Cu-Legierung die mittlere Lebensdauer stark an, was mit einer Verfestigung des Materials durch Versetzungen erklärt werden kann. Bei höherem Kupfergehalt in den Legierungen sinkt die mittlere Lebensdauer unter plastischer Dehnung. Dies lässt darauf schliessen, dass die Kupferatome diffundieren und die Ausscheidungen grösser werden. In Kupfer ist die Positronenlebensdauer geringer als in Aluminium, die Positronen annihilieren in den Leerstellen, die an Kupferausscheidungen gebunden sind.

Die Messungen des S-Parameters zeigen, dass sich Kupferatome in Umgebung der Leer-

stellen befinden. Dies führt zu einem relativen S-Parameter kleiner 1. In Abhängigkeit des Kupfergehalts steigt der relative S-Parameter aufgrund der schon erwähnten Anpassversetzungen. Bei der 1 At% Cu-Legierung steigt der relative S-Parameter mit der Dehnung. Bei den anderen Legierungen ändert sich der relative S-Parameter kaum. Dies zeigt, dass unter Dehnung der Proben keine weitere Erhöhung der Versetzungsdichte eintritt. Vielmehr weisen diese Proben eine sehr geringe Bruchdehnung auf.

Während die mittlere Lebensdauer in der Langzeitmessung mit der Auslagerungszeit sinkt, steigt der relative S-Parameter. Die stärksten Schwankungen sind innerhalb der ersten Stunden der Auslagerungszeit zu beobachten. Kupferatome diffundieren durch das Gitter, wodurch die Bereiche, in denen sich kein Kupfer mehr befindet, immer grösser werden. Durch diese Diffusion steigt die Defektdichte an (steigender S-Parameter), während die Positronen in Leerstellen in Bereichen der Ausscheidungen annihilieren (sinkende mittlere Lebensdauer).

Für weitere Untersuchungen wäre es sinnvoll, insbesondere für die Zugversuche, Proben herzustellen, die keine Blasen enthalten. Durch eventuell enthaltene Blasen wird der Querschnitt der Proben verringert. Ausserdem wird die Risskeimbildung durch kleine Radien und Oberflächenkorrosion in den Blasen gefördert. Es lässt sich ohne genaue Kenntnis der Blasenkonzentration im Dehnungsbereich schwer abschätzen, wie sich dies auf die mechanische Belastbarkeit der Legierung ohne solche Blasen auswirkt. Die Blasen weisen mit der Legierung Grenzflächen auf, an denen die Positronen annihilieren können. Dies führt unter Umständen zu einer Verfälschung der mittleren Positronenlebensdauer und des S-Parameters. Ebenso ist die Messung der Vickers-Härte beeinflusst, da der Pyramideneindruck in Umgebung einer Blase nicht unbeeinflusst von dem Hohlraum sein kann. Bei den bereits aufgenommenen Datensätzen könnte der Hochimpulsanteil der dopplerverbreiterten Spektren genutzt werden, um die chemische Umgebung des Annihilationsortes zu bestimmen. Die Form der relativen Impulsverteilungskurve liefert dabei Informationen über Legierungskomponenten.

# Anhang A

## Anhang

### A.1 Spannungs–Dehnungs–Kurven

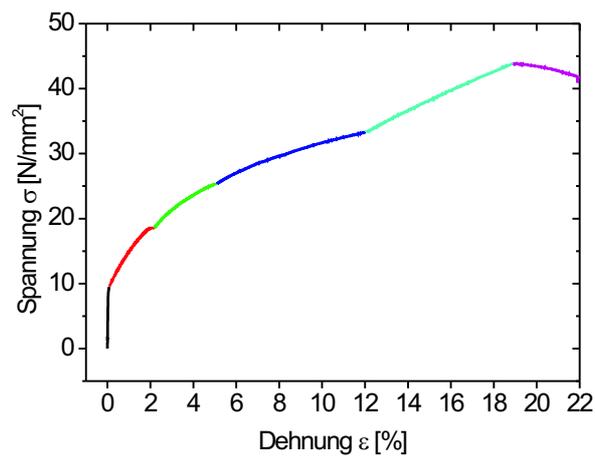


Abbildung A.1: Spannungs–Dehnungs–Diagramm von 5N Al Probe A. Die Zugfestigkeit wurde bei 43,9 N/mm<sup>2</sup> erreicht. Der Bruch setzte bei einer Dehnung von 18,9% ein. Zwischen den farbigen Bereichen wurde die Probe schrittweise gedehnt.

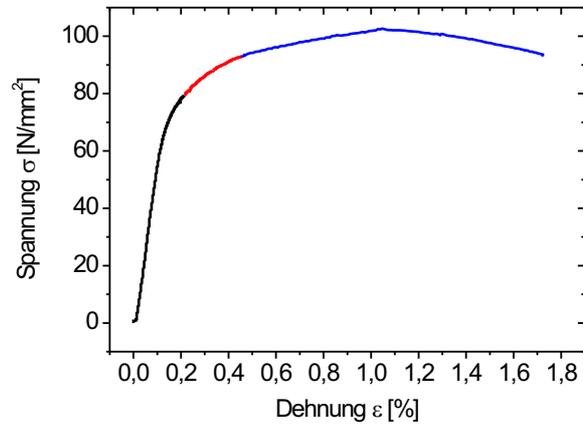


Abbildung A.2: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 1 At% Cu-Legierung Probe A. Die Zugfestigkeit wurde bei  $94,8 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch setzte bei einer Dehnung von 2,0% ein.

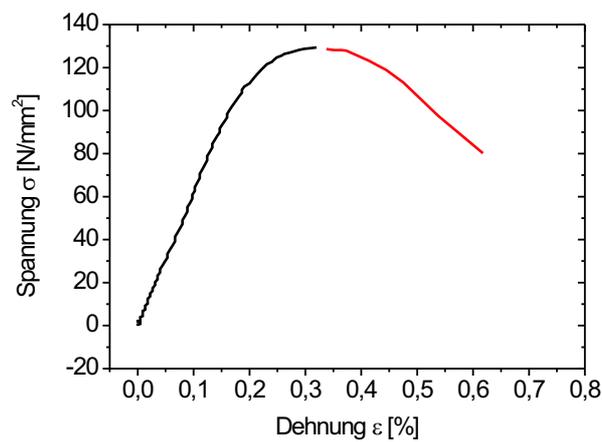


Abbildung A.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 3 At% Cu-Legierung Probe A. Die Zugfestigkeit wurde bei  $129,4 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch setzte bei einer Dehnung von 0,3% ein.

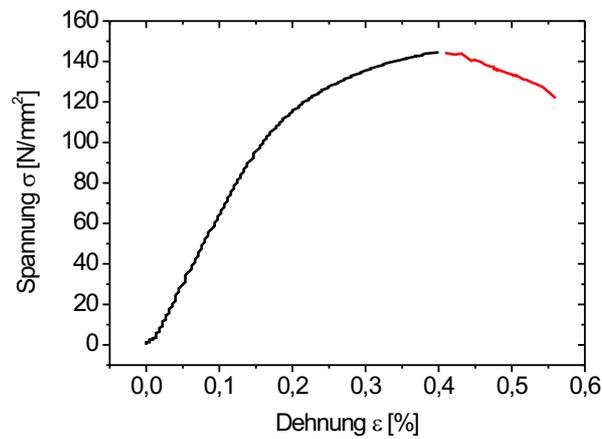


Abbildung A.4: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 3 At% Cu-Legierung Probe B. Die Zugfestigkeit wurde bei  $144,6 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch setzte bei einer Dehnung von 0,4% ein.

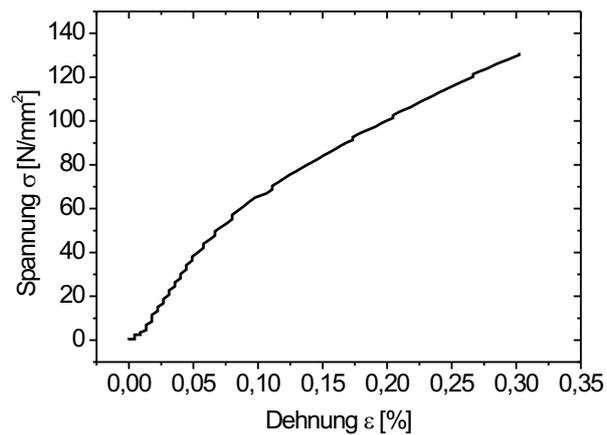


Abbildung A.5: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von der 17 At% Cu-Legierung Probe B. Die Zugfestigkeit wurde bei  $131,1 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Der Bruch setzte bei einer Dehnung von 0,3% ein.

## A.2 Langzeitmessungen der mittleren Positronenlebensdauer

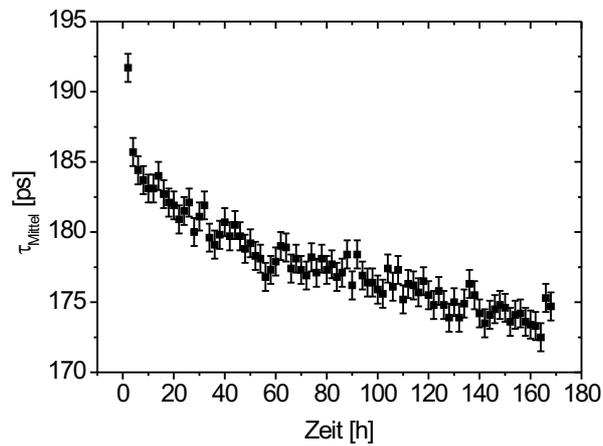


Abbildung A.6: Mittlere Lebensdauer der 1 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Der stärkste Abfall der Lebensdauer zeigt sich innerhalb der ersten 2 Stunden. Die Messung fand bei Raumtemperatur statt. Vor Beginn der Messreihe wurde die Probe lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt.

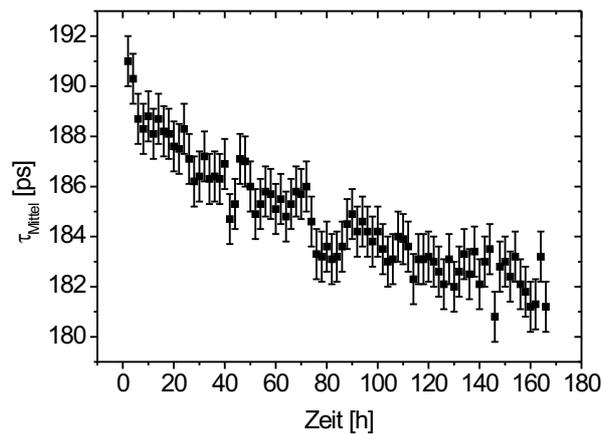


Abbildung A.7: Mittlere Lebensdauer der 8 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit.

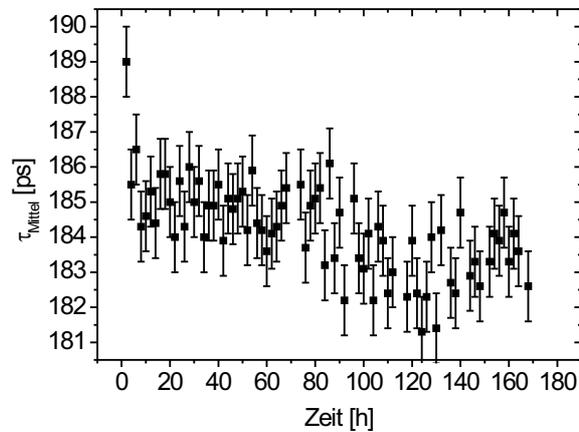


Abbildung A.8: Mittlere Lebensdauer der 17 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit.

### A.3 Langzeitmessungen des S-Parameters

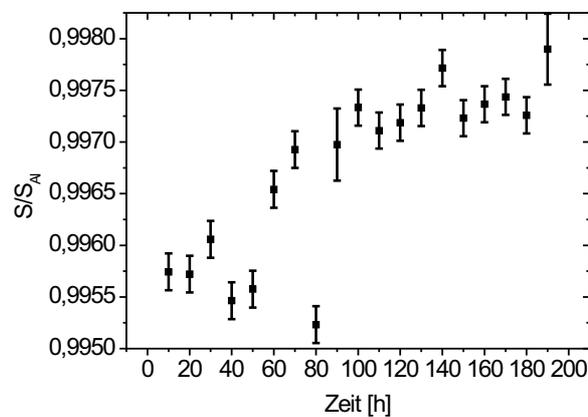


Abbildung A.9: Relativer S-Parameter der 1 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Analog zum relativen S-Parameter zeigte die Monitorlinie bei 40, 50 und 80 Stunden Auslagerungszeit eine Abweichung von der steigenden Tendenz. Dies lässt darauf schließen, dass die Apparatur bei diesen Zeiten Schwankungen unterlag. Die Messung fand bei Raumtemperatur statt. Vor Beginn der Messreihe wurde die Probe lösungsgeglüht und auf Raumtemperatur abgeschreckt.

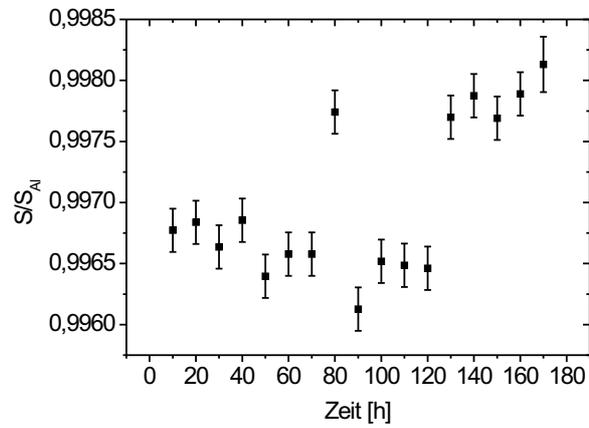


Abbildung A.10: Relativer S-Parameter der 3 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Der relative S-Parameter bei einer Auslagerungszeit von 80 Stunden weicht ab, in Analogie zur Monitorlinie. Die Apparatur unterlag hier Schwankungen.

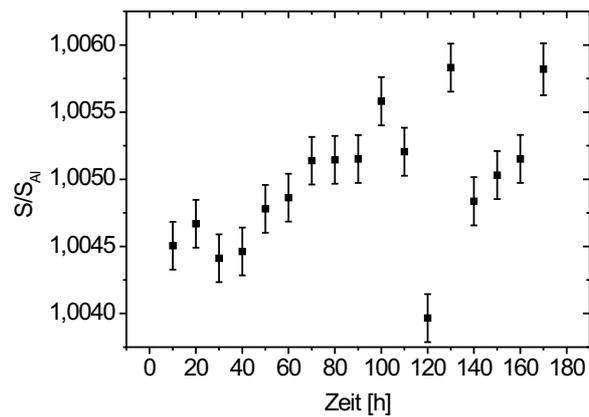


Abbildung A.11: Relativer S-Parameter der 17 At% Cu-Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungszeit. Der relative S-Parameter bei einer Auslagerungszeit von 120 Stunden weicht ab, in Analogie zur Monitorlinie. Die Apparatur unterlag hier Schwankungen.

### A.4 Tabellen

Tabelle A.1: Messparameter aus dem Zugversuch. Es sind für jede Legierung die Dehnung bis zum Riss und die Zugfestigkeit beider Proben aufgelistet.

Legierung	Bruchdehnung	Zugfestigkeit
5N Al Probe A	18,89%	43,87 N/mm <sup>2</sup>
5N Al Probe B	22,51%	33,24 N/mm <sup>2</sup>
1 At%Cu Probe A	1,95%	94,80 N/mm <sup>2</sup>
1 At%Cu Probe B	4,91%	127,61 N/mm <sup>2</sup>
3 At%Cu Probe A	0,32%	94,80 N/mm <sup>2</sup>
3 At%Cu Probe B	0,40%	144,61 N/mm <sup>2</sup>
8 At%Cu Probe A	0,0%	1,26 N/mm <sup>2</sup>
8 At%Cu Probe B	0,0%	89,80 N/mm <sup>2</sup>
17 At%Cu Probe A	0,40%	148,10 N/mm <sup>2</sup>
17 At%Cu Probe B	0,30%	131,13 N/mm <sup>2</sup>

Tabelle A.2: Ergebnisse der Lebensdauer-Auswertung. Es sind für jede Legierung die mittlere Lebensdauer, die beiden Lebensdauerkomponenten und ihre Intensitäten angegeben. Das Auswerteprogramm gibt keinen Fehler der mittleren Lebensdauer an. Als Mass für die Übereinstimmung von Messspektrum und ausgewerteten Komponenten kann die Varianz genutzt werden. Die Varianz liegt idealerweise bei 1, bei der aufgenommenen Statistik wird ein Wert von bis zu 5 erreicht. Der Wert der 5N Al Probe bei 5% Dehnung weicht ab. Eventuell unterlag die Apparatur hier Schwankungen.

Legierung	Dehnung	$\tau_{Mittel}$	$\tau_1 \pm \Delta\tau_1$	$I_1 \pm \Delta I_1$	$\tau_2 \pm \Delta\tau_2$	$I_2 \pm \Delta I_2$	Varianz
5N Al	0%	162,5 ps	138±0 ps	81,7±0,4%	272±1 ps	18,3±0,4%	4,223
5N Al	2%	163,9 ps	137±0 ps	78,8±0,4%	264±1 ps	21,2±0,4%	3,573
5N Al	5%	197,5 ps	174±0 ps	88,7±0,2%	385±2 ps	11,3±0,2%	6,191
5N Al	12%	175,9 ps	130±1 ps	67,6±0,5%	273±1 ps	32,4±0,5%	3,610
5N Al	30%	185,3 ps	139±1 ps	67,6±0,5%	282±1 ps	32,4±0,5%	4,146
1 At%Cu	0%	168,3 ps	120±1 ps	52,0±0,8%	220±1 ps	48,0±0,8%	4,339
1 At%Cu	2%	180,2 ps	118±1 ps	43,8±0,7%	229±1 ps	56,2±0,7%	3,819
1 At%Cu	5%	205,3 ps	180±1 ps	84,5±0,5%	343±3 ps	15,5±0,5%	5,689
3 At%Cu	0%	183,2 ps	121±2 ps	39,2±1,1%	223±1 ps	60,8±1,1%	4,203
3 At%Cu	2%	183,6 ps	124±1 ps	41,0±1,0%	225±1 ps	59,0±1,0%	3,245
8 At%Cu	0%	190,5 ps	141±2 ps	49,0±1,4%	238±1 ps	51,0±1,4%	3,226
8 At%Cu	2%	184,5 ps	141±1 ps	56,4±1,0%	241±1 ps	43,6±1,0%	4,081
17 At%Cu	0%	188,4 ps	139±2 ps	50,6±1,3%	239±1 ps	49,4±1,3%	3,638
17 At%Cu	2%	182,3 ps	123±1 ps	44,8±0,9%	231±1 ps	55,2±0,9%	3,817

Tabelle A.3: Angabe der relativen S-Parameter. Normiert wurde auf undeformiertes 5N Aluminium. Die Messdauer betrug ca. 7 Stunden.

Legierung	Dehnung	rel. S-Parameter Probe A	Fehler	rel. S-Parameter Probe B	Fehler
5N Al	0%	1,004237	0,000272	1,000000	0,000000
5N Al	2%	1,006647	0,000208	1,003417	0,000175
5N Al	5%	1,006945	0,000205	1,004660	0,000195
5N Al	12%	1,009805	0,000201	1,008606	0,000188
5N Al	30%	1,008424	0,000205	1,012009	0,000196
1 At%Cu	0%	0,993638	0,000127	0,994258	0,000245
1 At%Cu	2%	0,998006	0,000187	1,002982	0,000146
1 At%Cu	5%	0,996817	0,000214	1,010538	0,000180
3 At%Cu	0%	0,992765	0,000203	0,994681	0,000214
3 At%Cu	2%	0,993900	0,000191	0,995115	0,000179
8 At%Cu	0%	0,994700	0,000206	0,996154	0,000171
8 At%Cu	2%	0,994674	0,000218	0,996422	0,000213
17 At%Cu	0%	0,998252	0,000158	0,997024	0,000274
17 At%Cu	2%	0,998786	0,000201	0,998544	0,000210

Tabelle A.4: Ergebnisse der Vickers-Härte (HV)-Messungen. Es sind für jede Legierung die HV-Werte beider Proben in Abhängigkeit der Dehnung aufgelistet. Für beide 8 At% Cu-Proben sind die zweiten Werte bei 0% Dehnung die nach Bruch der Proben erhaltenen Werte.

Legierung	Dehnung	HV Probe A	Fehler HV Probe A	HV Probe B	Fehler HV Probe B
5N Al	0%	17,62	0,61	17,31	0,52
5N Al	2%	18,62	0,48	17,82	0,51
5N Al	5%	18,66	0,52	18,18	0,60
5N Al	12%	19,43	0,70	19,55	1,26
5N Al	30%	20,00	2,79	20,59	2,38
1 At%Cu	0%	60,20	6,20	59,77	6,32
1 At%Cu	2%	72,71	6,44	68,58	2,31
1 At%Cu	5%	68,06	9,14	67,54	7,77
3 At%Cu	0%	110,30	11,00	-	-
3 At%Cu	2%	98,00	4,77	87,64	10,09
8 At%Cu	0%	104,60	5,23	118,90	13,80
8 At%Cu	0%	118,30	7,40	134,00	20,90
17 At%Cu	0%	181,10	12,90	162,30	13,50
17 At%Cu	2%	134,00	25,80	153,10	25,40

## A.5 Darstellung der Probenoberflächen in Abhängigkeit der Dehnung

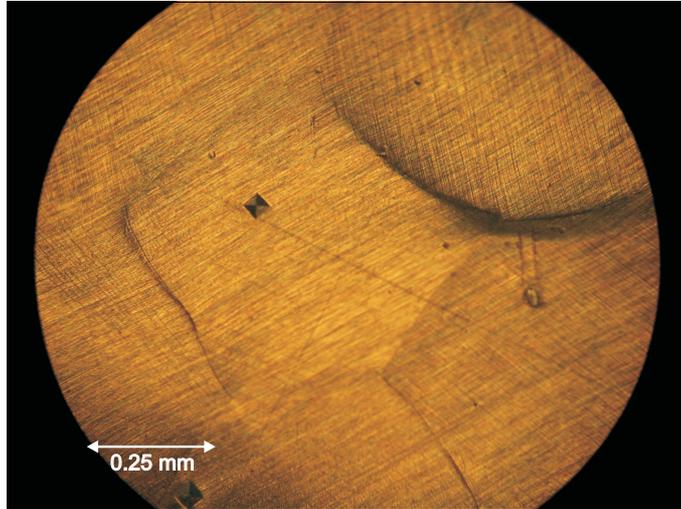


Abbildung A.12: Mit einem Lichtmikroskop aufgenommenes Foto der 5N Al Probe A nach 12% Dehnung. Erkennbar sind gebildete Risse an der Oberfläche, die von Extrusionen und Intrusionen umgeben sind. Ebenso erkennt man noch deutlich die Schleifspuren der Probenpräparation. Die pyramidenförmigen Eindrücke stammen von der Messung der Vickers-Härte. Der Massstab ist im Foto abgebildet.

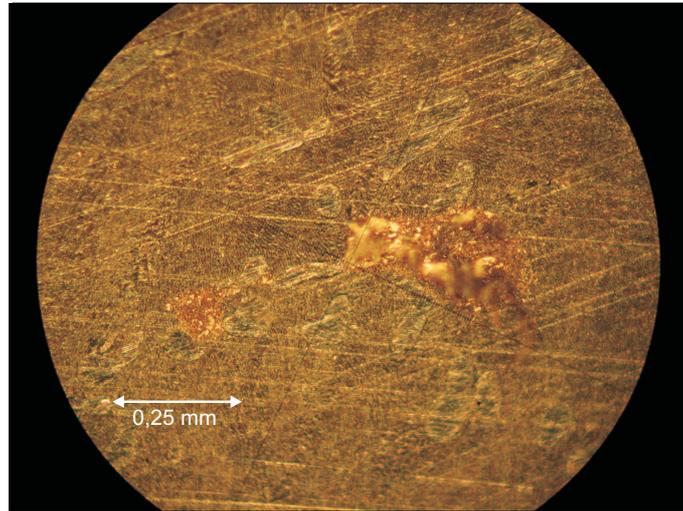


Abbildung A.13: Mit einem Lichtmikroskop aufgenommenes Foto der ungedehnten 17 At% Cu Probe A. Zu sehen ist in der Mitte des Bildes ein ca. 0,35 mm langes Kupfer-Cluster, links daneben ein etwas kleineres Cluster. Diese Kupferagglomerate waren nach einigen Tagen nicht mehr auf der Oberfläche der Probe beobachtbar.

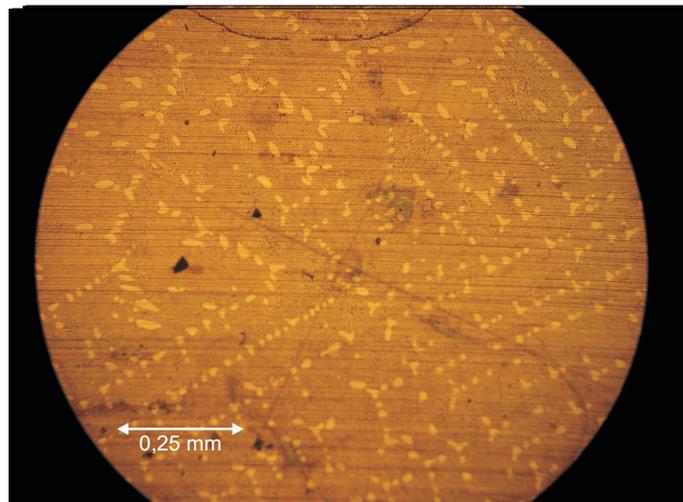


Abbildung A.14: Mit einem Lichtmikroskop aufgenommenes Foto der ungedehnten 17 At% Cu Probe B. Es bildeten sich in der Aluminiummatrix Ausscheidungen aus, die sich in annähernd regelmässigem Muster anordnen.

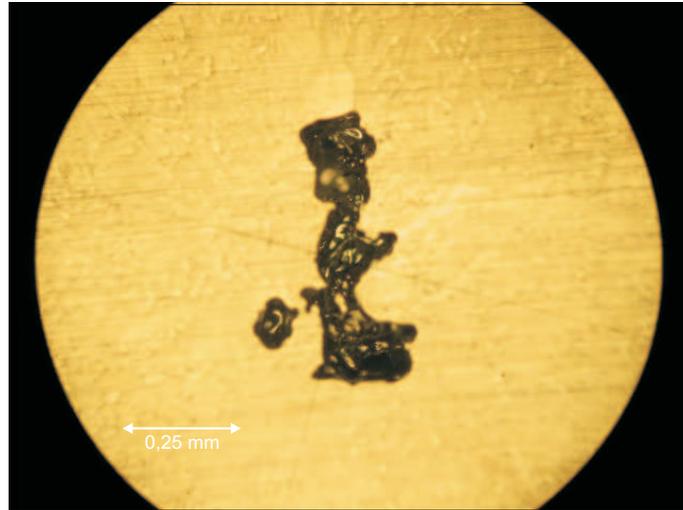


Abbildung A.15: Mit einem Lichtmikroskop aufgenommenes Foto der 17 At% Cu Probe A nach 2% Dehnung. Während des Erstarrungsvorgangs blieben Gasblasen in dem Material. Diese Hohlräume wurden durch die Probenpräparation an der Oberfläche sichtbar. Gezeigt ist hier ein besonders grosser Hohlraum.

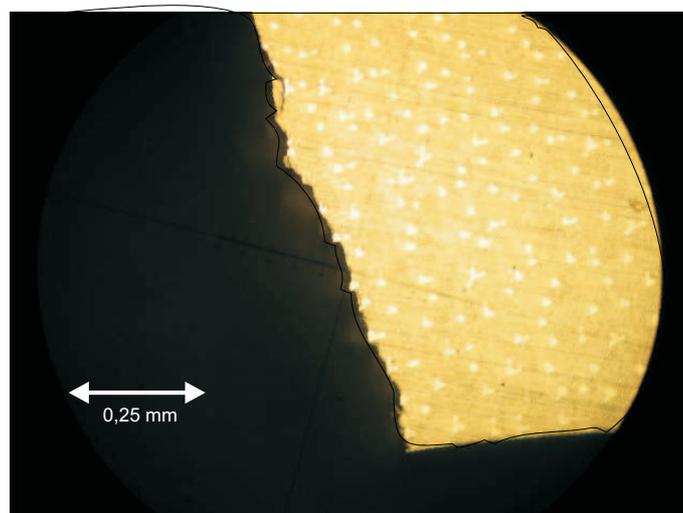


Abbildung A.16: Bruchkante der 17 At% Cu Probe B nach 2% Dehnung. Auffällig ist, dass die Bruchkante um die Ausscheidungen verläuft.

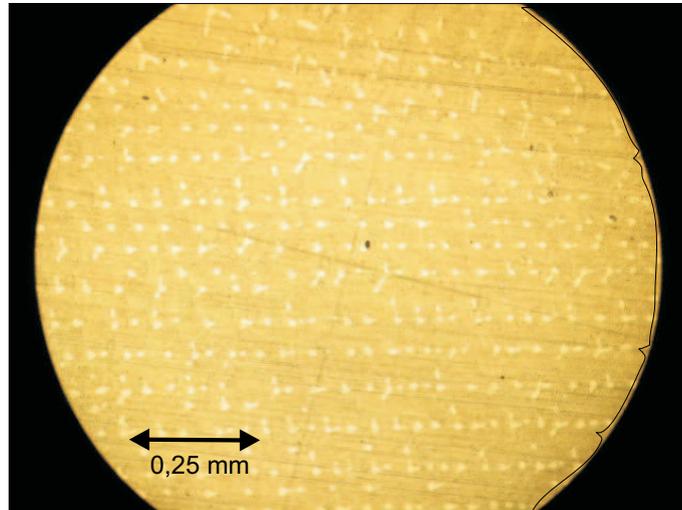


Abbildung A.17: Abbildung der Ausscheidungen in der 17 At% Cu Probe B nach 2% Dehnung. Wie schon bei der undeformierten Probe ordnen sich in der Aluminiummatrix die Ausscheidungen in annähernd regelmässigem Muster.

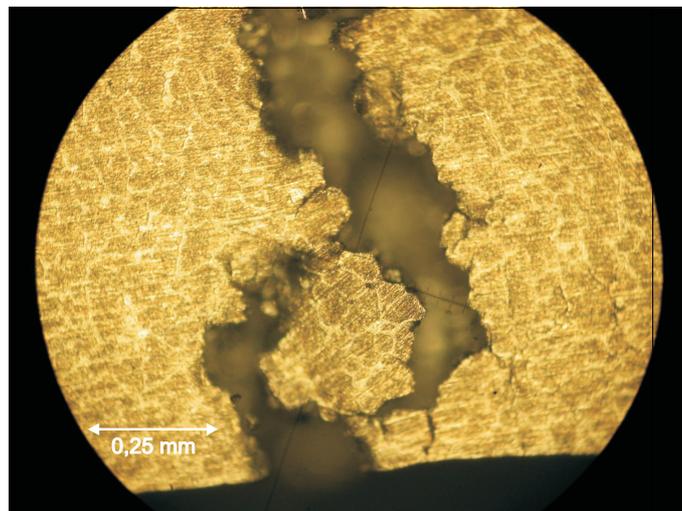


Abbildung A.18: Abbildung der Bruchkante der 3 At% Cu Probe A nach 2% Dehnung. Der Bruch verläuft entlang der Korngrenzen.

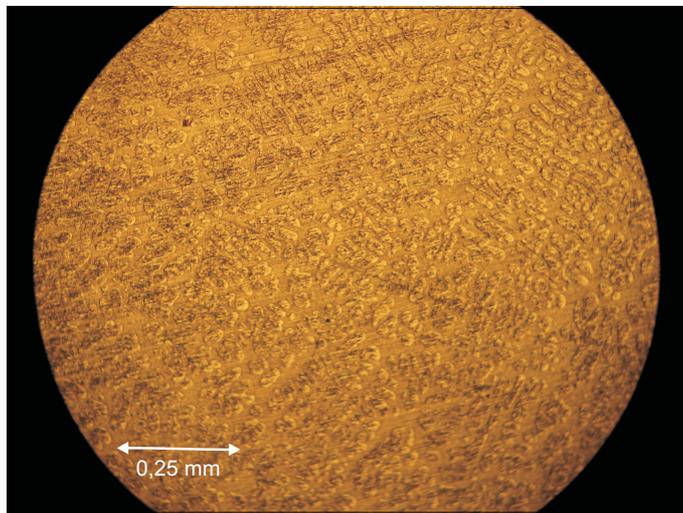


Abbildung A.19: Abbildung der Oberflächentextur der ungedehnten 8 At% Cu Probe B. Gut erkennbar ist die Ausbildung unterschiedlicher Phasen in der Legierung. Diese Phasen ordnen sich regelmässig an.

# Literaturverzeichnis

- [AND33] C.D. Anderson, Phys. Rev. 43 (1933) 491
- [ASM97] ASM Handbook Vol. 3, Alloy Phase Diagrams, ed.: H. Baker, ASM International (1997)
- [BEN02] K. Bennewitz, Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen, Dissertation Universität Bonn (2002)
- [BER89] W. Bergmann, Werkstofftechnik, Bd. 1 und 2, Hansen (1989)
- [BER65] Berner, R. und H. Kronmüller, Plastische Verformung von Einkristallen in Moderne Probleme der Metallphysik, A. Seeger (1965)
- [BOM00] C. Bommas, Oberflächennahe Fehlstellen infolge plastischer Verformung, Diplom Universität Bonn (2000)
- [DIR30] P.A.M. Dirac, Proc. Roy. Soc. A. 126 (1930) 360
- [DLU86] G. Dlukek, Proc. of the 4th Int. Conf. on Age- hardenable Aluminium Alloys, Trans Tech Publications Ltd (1986)
- [DOY79] M. Doyama, R.M. Cotterill, Proc. of the 5<sup>th</sup> Int. Conf. on Positron Annihilation, ed. by R.R. Hasiguti, F. Fujiwara (1979) 89
- [FRO76] E. Fromm, E. Gebhardt, Gase und Kohlenstoff in Metallen, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York (1976)
- [GLÄ91] U. H. Gläser et al., Phys. stat. sol. b 163 (1991) 337
- [GLÄ92] U. H. Gläser, G. Dlubek, R. Krause, Mat. Sci. For. Volumes 105-110 (1992) 1025
- [GOT98] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1998)
- [GUI39] A. Guinier, La diffraction des rayons X aux très petits angles: Application a l'étude de phénomènes ultramicroscopiques. Ann. Phys. 12 (1939) 161
- [HAA74] P. Haasen, Physikalische Metallkunde, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1974) 196

- [HAA03] M. Haaks, Positronenspektroskopie an Ermüdungsrisen und Spanwurzeln, Dissertation Universität Bonn (2003)
- [HAS94] E. Hashimoto, M. Iwami, Y. Ueda, *J. Phys.: Condens. Matter* 6 (1994) 1611
- [HEN04] R. Henes, MPI für Metallforschung, persönliche Mitteilung (2004)
- [HID92] C. Hidalgo, G. González-Doncel, S. Linderoth, J. San Juan, *Phys. Rev. B* 45 (1992) 7017
- [KLE90] I. Kleber, H.-J. Bausch, J. Bohm, Einführung in die Kristallographie, Verlag Technik GmbH Berlin (1990)
- [KOP02] K. Kopitzki, P. Herzog, Einführung in die Festkörperphysik, Teubner Verlag Stuttgart Leipzig Wiesbaden (2002)
- [KRA99] R. Krause-Rehberg, H.S. Leipner, Positron Annihilation in Semiconductors, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1999)
- [LEO87] W.R. Leo, Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1987)
- [MEH91] H. Mehrer in Landolt-Börnstein, Diffusion in Solid Metals, New Series III/26, Kap. 1 (1991)
- [MEL01] O. Melikhova et al., *Materials Structure* 8, Nr. 2 (2001)
- [NEU91] G. Neumann in Landolt-Börnstein, Diffusion in Solid Metals, New Series III/26, Kap. 3.2. (1991)
- [PET96] K. Petersen, I.A. Repin, G. Trumpy, *J. Phys.: Condens. Matter* 8 (1996) 2815
- [PUS78] M. J. Puska, Elinaikaspektrin sovitusohjelman LIFESPECFIT kehittäminen, Teknillinen Korkeakoulu, Otaniemi (1978)
- [PUS89] M. J. Puska, P. Lnaki, R. M. Nieminen, *J. Phys.: Condens. Matter* 1 (1989) 6081
- [PUS94] M. J. Puska, R. M. Nieminen, *Rev. Mod. Phys.* 66 (1994) 841
- [PRE38] Preston, G.D., The Diffraction of X-rays by Age hardening Alloy of Aluminium and Copper. The Structure of an Intermediate Phase. *Phil. Mag.* 26 (1938) 855
- [RÖB02] M. Röbel, Berechnen von Positronenannihilationsparametern mit Hilfe von PC- Clustern, Diplomarbeit Universität Bonn (2002)
- [SAA61] G. Saada, *Acta Metall.* 9 (1961) 166, 965
- [SCH81] H.E. Schäfer, Habilitationsschrift Stuttgart (1981)
- [SCH87] H.E. Schäfer, *phys. stat. sol. (a)* 102 (1987) 47-65

- [SCH92] W. Schilling in Bergmann und Schäfer: Lehrbuch der Experimental-Festkörper, Band 6; Walter de Gruyter, Berlin, New York (1992)
- [SEV93] J.G. Sevillano, Materials Science and Technology, Vol. 6, Volume editor H. Mughrabi, eds.: R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer (VCH, Weinheim - New York - Basel - Cambridge) (1993) 19
- [SME83] L. C. Smedskjaer, M. J. Fluss, Methods of Experimental Physics Vol. 2-1, Solid State Nuclear Methods, Volume editor R. Celotta and J. Levine, eds.: J. N. Mundy, S. J. Rothman, M. J. Fluss, L. C. Smedskjaer, Academic Press Orlando (1983)
- [SON02] S. Sonneberger, Verformungsverhalten von technischen Aluminiumlegierungen, Diplom Universität Bonn (2002)
- [STA96] T. Staab, B. Somieski, R. Krause-Rehberg, Nucl. Instr. A 381 (1996) 141
- [STA99] T. Staab, R. Krause-Rehberg, B. Kieback, J. Mat. Sci. 34 (1999) 3833
- [VOL89] F. Vollertsen, S. Vogler, Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur, Carl Hanser Verlag München Wien (1989)
- [WES73] R.N. West, Adv. Phys. 22 (1973) 263
- [WID99] T. Wider, Der Einfluss von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung, Dissertation Universität Bonn (1999)
- [WOL99] C. Wolverson, Phil. Mag. Lett. 79, Nr. 9, (1999) 683
- [ZAM02] C. Zamponi, Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern, Dissertation Universität Bonn (2002)

# Danksagung

Besonderer Dank muss Herrn Professor Karl Maier ausgesprochen werden, der neben einer hervorragenden Betreuung für ein aussergewöhnlich nettes und somit produktives Arbeitsklima sorgt. Für die Beantwortung meiner Fragen hatte er immer Zeit und Lösungen parat. Bei vielen Gruppentreffen zu verschiedenen Gelegenheiten sorgte Frau Gerlinde Maier für die Verpflegung und Unterhaltung der Truppe. Somit möchte ich auch herzlich der Chefin danken.

Herrn Professor Herzog danke ich für die bereitwillige Übernahme des Korreferates, ebenso wie für viele gute Tips und Hinweise. Auch bei ihm findet man immer ein offenes Ohr und Unterstützung.

Für ein Jahr wunderbare und glückliche Arbeit danke ich meiner Arbeitsgruppe, allen Derzeitigen und Ehemaligen. Dies sind die Positronis Matz Haaks, Ingo Müller, Torsten Staab, Michael Röbel, Andreas Schulz, Martin Hövel, Thorsten Müller, Stefan Sonneberger und Christiane Zamponi, die Magnetiker Lucian Isfan und Andreas Goris, sowie die NMRler André Engelbertz, Christoph Bommas, Poornnima Anbalagan, Tyler Hartman und Abdelilah Sameh. Besonders hervorheben möchte ich Matz Haaks, der mir zu allen Zeiten mit Rat und Tat geholfen hat. Ohne ihn wäre die Arbeit nicht so geworden, wie sie jetzt ist. Herzlichen Dank, Matz!

Ingo Müller zeigte mir so ziemlich alles, was ich an experimentellem Rüstzeug brauchte. Danke für unendlich viel Geduld bei grösseren und kleineren Notfällen!

Den Mitarbeitern der Feinmechanik danke ich für die prompte und zuverlässige Erledigung sämtlicher Aufträge. Besonders die Herstellung der Probenformen war eine wichtige Unterstützung für diese Arbeit.

Ebenso die Mitarbeiter des E-Labors, das Zyklotron-Team und die guten Seelen der Sekretariate haben zum Erfolg meiner Arbeit beigetragen. Besonders Herr Blumenberg hatte immer ein bisschen Strahlzeit für mich übrig.

Herr Rolf Henes vom Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart hat mir bei der Interpretation den entscheidenden Tip gegeben.

Mit vielen Freunden, ganz besonders Udo Hartmann, habe ich neben dem Studium meine Freizeit verbracht und viel Spass in dieser Zeit gehabt. Hoffentlich bleibt das so!

Stephan danke ich, dass er viel Zeit und Geduld mit mir hatte und mich mein Studium lang mit Liebe und Unterstützung begleitet hat.

Den grössten Anteil am Gelingen meines Studiums tragen meine Eltern. Jede Klausur- und Prüfungsvorbereitung haben sie geduldig ertragen und mich in allen Punkten unterstützt. Ich weiss, dass nicht alle Eltern ihre Kinder in diesem Maß unterstützen und danke Euch ganz herzlich!

Teresa, Carsten und Kerstin haben auch geholfen, viele stressige Phasen durchzustehen. Teresa als zweite Hälfte hat besonders viel mit mir durchgestanden und ich bin froh, dass es Dich gibt!