

**Untersuchung von plastischen Eigenschaften
und Materialermüdung von Ni_2MnGa
mit Positronen**

DIPLOMARBEIT

im Fach Physik

von

KATRIEN HUYSMANS

aus

Mechelen/Belgien

angefertigt an dem
Helmholtz Institut für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn

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

im Januar 2007

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfaßt, keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet und Zitate kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier
Korreferent: Priv.-Doz. Dr. R. Vianden

*Meinen großartigen Eltern
und
besonders meinem Bruder Tom*

*Es sind nicht die großen Erfolge,
die viel zählen.
Es kommt vielmehr darauf an,
aus den kleinen
viel zu machen.*

(ANONYM)

Inhaltsverzeichnis

Abstract	IX
1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Kristallbaufehler	3
2.1.1 Punktdefekte	3
2.1.2 Versetzungen	3
2.2 Mechanismen der plastischen Deformation	7
2.2.1 Zugversuch	7
2.2.2 Mechanische Zwillingsbildung	10
2.2.3 Wechselverformung	14
2.3 Die magnetische Formgedächtnislegierung	15
2.3.1 Herstellung	16
2.3.2 Heusler-Legierung	16
2.3.3 Magnetischer Formgedächtniseffekt	17
2.3.4 Funktionsprinzip	18
2.3.5 Phasendiagramm	20
2.3.6 Die Martensitische Umwandlung	21
2.3.7 Voraussetzungen für den MSM-Effekt	23
2.3.8 Materialeigenschaften	25
2.3.9 Anwendungen der MSMAs	25
2.4 Positronen im Festkörper	27
2.4.1 Positronquellen	27
2.4.2 Thermalisierung und Positronendiffusion	27
2.4.3 Wechselwirkung mit Fehlstellen	29
2.4.4 Die Annihilation	31
2.4.5 Der S-Parameter	31
2.4.6 Hochimpulsanalyse	33
2.4.7 Lebensdauerermessung	34

3	Die Messapparaturen	37
3.1	Die Bonner Positronenmikrosonde	37
3.2	Die Positronen-Lebensdauerermessung	39
3.3	Der „Positronen-Topf“	41
4	Die Proben	43
4.1	Einkristalline Probe	43
4.2	Polykristalline Probe	44
5	Der Aufbau des Wechsel-Belastungs-Apparates	45
5.1	Die Idee	45
5.2	Der Probenhalter	45
5.3	Die Magnetfelder	48
5.3.1	Elektromagnet	48
5.3.2	Permanentmagnet	48
5.3.3	Elektro- und Permanentmagnet	49
5.4	Die Elektronik	50
5.5	Der Gesamtaufbau	52
6	Experimentelle Untersuchungen und Ergebnisse	55
6.1	Die Wechselbelastung	55
6.2	Die Ergebnisse	57
6.2.1	Positronenmikrosonden-Messung	57
6.2.2	Messung der Vickers-Härte	62
6.2.3	Positronen-Lebensdauerermessung	65
6.2.4	Hochimpulsanalyse	69
7	Zusammenfassung und Diskussion	71
	Literaturverzeichnis	74
	Danksagung	81

Abbildungsverzeichnis

2.1	Gitter mit Punktdefekten	4
2.2	Versetzungslinie im kubischen Gitter	5
2.3	Analogie Raupenbewegung/Versetzungsbewegung	5
2.4	Stufen in der Versetzungslinie	6
2.5	Jog-Drugging	6
2.6	Schematischer Verlauf einer technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve	9
2.7	Vergleich der technischen und wahren Spannungs-Dehnungs-Kurve	10
2.8	Schematische Darstellung der Zwillings Ebenen	11
2.9	Zwillingsbildung in kubischen Kristallen	11
2.10	Richtungsänderung durch Zwillingsbildung	12
2.11	Verfestigungskurve eines Zn-Einkristalls	13
2.12	Verformungszwilling in Zirkon	13
2.13	Hystereseschleife bei der Wechselverformung mit zyklischer Verfestigung	14
2.14	Schematisches Wöhler-Diagramm	16
2.15	Struktur der Heusler-Legierung von Ni_2MnGa	17
2.16	Thermischer und magnetischer Formgedächtniseffekt	18
2.17	Magnetische Formgedächtniseffekt	19
2.18	Schematische Darstellung des magnetischen Formgedächtniseffektes.	19
2.19	Spannungs-Dehnungs-Hysteresese mit der Phasenumwandlung	21
2.20	Einheitszelle eines fcc-Gitters	22
2.21	(111)-Netzebene eines fcc-Gitters	22
2.22	Zwillingsbildung	23
2.23	Martensitische Umwandlung	24
2.24	Zerfallsschemata von ^{22}Na und ^{68}Ge	28
2.25	Diffusion im Festkörper	29
2.26	Potentialverlauf in der Nähe einer Leerstelle	30
2.27	Verlauf der potentiellen Energie bei einer Versetzung	30
2.28	Impulsbetrachtung	32
2.29	Dopplerspektrum	33
2.30	Auswertung der Hochimpulsanalyse	35
3.1	Bonner Positronenmikrosonde	38
3.2	Sandwich-Geometrie	39
3.3	Positronen-Lebensdauer-Schaltkreis	40

3.4	„Positronen“-Topf	41
4.1	Einkristalline Probengeometrie	43
4.2	Linienscan	44
4.3	Polykristalline Probengeometrie	44
5.1	Probenhalter mit Versuchsprinzip	46
5.2	Der Probenhalter	47
5.3	Die Blattfeder	47
5.4	Diagramm zur Elektromagnetfeld-Messung	48
5.5	Permanentmagnetfeld-Messung	49
5.6	Diagramm zur Permanentmagnetfeld-Messung	50
5.7	Elektro- und Permanentmagnetfeld-Messung	51
5.8	Sinus-Verlauf der PCI-Karte	52
5.9	Schematischer Gesamtaufbau des Wechsel-Verformungs-Apparates	53
5.10	Der Gesamtaufbau	53
6.1	Probenhalter mit Bruchstück	56
6.2	Bruch der Probe	57
6.3	S-Parameter nach 58 000 und 163 467 Zyklen	59
6.4	S-Parameter nach 277 617 und 287 517 Zyklen	59
6.5	S-Parameter auf der Bruchfläche	60
6.6	W-Parameter auf der Bruchfläche	60
6.7	W-Parameter nach 58 000 und 163 467 Zyklen	61
6.8	W-Parameter nach 277 617 und 287 517 Zyklen	61
6.9	Messung der Vickers-Härte	62
6.10	Diagramm zur Vickers-Härte-Messung	63
6.11	Steg-Belastungsfläche	64
6.12	Sandwich-Geometrien zur Lebensdauerermessung	66
6.13	Ni ₂ MnGa-Gitterstruktur	66
6.14	Die Schnittebene zur Positronenaufenthaltswahrscheinlichkeit	67
6.15	Positronendichte in Ni- und Ga-Fehlstellen	68
6.16	N _{norm} -Energie-Diagramm der Hochimpulsanalyse	69
6.17	Ratio-Funktion der Hochimpulsanalyse	70

Tabellenverzeichnis

2.1	Materialeigenschaften	26
6.1	Tabelle der Parameter zur Wechselbelastung	55
6.2	S- und W-Parameter	58

Abstract

Die magnetische Formgedächtnislegierung Ni_2MnGa ist ein neuartiger Werkstoff, dem z.B. in der Automobilindustrie und Medizintechnik hohes Potential zugesprochen wird. Eine bisherige Studie zeigt, dass bei bis zu $2 \cdot 10^8$ Magnetisierungszyklen ohne Last keine Materialermüdung nachweisbar ist [TEL02,SÖD05]. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde das Verhalten des einkristallinen Materials dagegen unter Last untersucht. Dabei zeigte sich lastabhängig bereits nach einer sehr viel geringeren Zyklenzahl eine signifikante Verschlechterung der Aktuatoreigenschaften. Untersuchungen mit Positronen-Annihilations-Spektroskopie an reinen Elementen (Fe, Al, Ti,...) und technischen Legierungen (CK45, AA2024,...) zeigten eine deutliche Abhängigkeit der Zerstrahlungsparameter vom Ermüdungszustand. Bei der untersuchten Ni_2MnGa -Probe wurden während der Ermüdung orts aufgelöste Untersuchungen mit der Bonner Positronenmikrosonde durchgeführt. Zur Aufklärung der bei der Ermüdung entstehenden Fehlstellentypen werden sowohl Untersuchungen mit Positronen (Lebensdauer, Hochimpulsanalyse) als auch Rechnungen zur Positronen-Annihilations-Parametern durchgeführt.

Kapitel 1

Einleitung

Um die Sicherheit von Bauteilen zu gewährleisten, spielt deren Ermüdung und Versagen in der Industrie und Forschung eine wichtige Rolle. In dieser Arbeit wird das Ermüdungsverhalten von der erst seit 1996 bekannten Ni_2MnGa -Legierung untersucht.

Die makroskopischen Eigenschaften von Festkörpern werden größtenteils durch Fehlstellen wie Versetzungen, Leerstellen, Korngrenzen und Ausscheidungen beeinflusst. Als Ursache der Ermüdung eines Festkörpers wird hier die Akkumulation von Fehlstellen verstanden. Ein Materialversagen tritt dann ein, wenn lokal eine kritische Fehlstellendichte erreicht wird. Bei vielen Materialien kann die Fehlstellendichte durch die Positronen-Annihilationsspektroskopie (PAS) untersucht werden. Die PAS ist eine zerstörungsfreie Messmethode, die Positronen als Fehlstellensonden einsetzt. Der S-Parameter, der aus dem Annihilationsspektrum gewonnen wird, dient dabei als Maß für die Fehlstellendichte im Material.

Die Schwingfestigkeit eines Bauteils ist für die Konstruktion von zyklisch belasteten Bauteilen sehr wichtig. Die ersten, allerdings nicht zerstörungsfreien, Untersuchungen zur Materialermüdung wurden vor fast 150 Jahren von August Wöhler an Eisenbahnachsen durchgeführt [WÖH58]. In einem Wöhler-Diagramm wird dazu die Spannung gegen den Logarithmus der Lastwechselzahl aufgetragen, bei der die Probe durch Ermüdung versagt hat. Aus einem solchen Diagramm kann die Lebensdauer von Bauteilen mit statistischen Methoden abgeschätzt werden.

Bei dem in dieser Arbeit untersuchten Material handelt es sich um eine magnetische Formgedächtnislegierung, Ni_2MnGa . Sie besteht aus 49,6% Nickel, 28,4% Mangan und 22% Gallium [GLA00]. Diese Legierungen haben die interessante Eigenschaft, ihre Form zu ändern, wenn ein äußeres Magnetfeld angelegt wird. Dabei können Dehnungen von bis zu 10% erreicht werden. Gegenüber den Piezokeramiken, den herkömmlichen Aktuatorwerkstoffen, ist dies ein 100-mal größerer Wert. Ein wesentlicher Vorteil der magnetischen Formgedächtnislegierungen ist außerdem die schnelle und präzise Reaktion auf äußere Steuerung durch Magnetfelder. Diese hohe Dynamik verbunden mit der großen Dehnung eröffnet neue Perspektiven beim Aufbau aktiver Systeme, z.B. zur Positionierung optischer Bauelemente

oder zur Bewegung von Motoren. Aufgrund dieser Eigenschaften könnten elektromechanische Strukturen effizienter und kompakter konzipiert werden.

Bisher wurde das Material als Aktuator unter einer rein akademischen Belastung untersucht, indem es ohne Last auf die Ermüdungsgrenze getestet wurde. Dabei weist die Legierung nach mehr als $2 \cdot 10^8$ Zyklen in einem wechselnden Magnetfeld noch keine Degradation ihrer Eigenschaften auf [TEL02,SÖD05]. In dieser Arbeit wird nun die Probe unter verschiedenen realistischen Lasten in einem selbstgebauten Wechsel-Verformungs-Apparat bis zum Bruch beansprucht.

Zum ersten Mal wird die Auswirkung der Ermüdung auf die Kristallstruktur an dieser Legierung mit der Positronen-Annihilations-Spektroskopie untersucht. Mit Hilfe der Bonner Positronenmikrosonde (BPM), die die Fehlstellendichte orts aufgelöst messen kann, wird das Verhalten der Probe zwischen den Belastungszyklen bis zum Bruch beobachtet. Dabei werden die Positron-Annihilationsparameter, wie S- und W-Parameter bestimmt und mit ihrem Wert im Ausgangszustand verglichen. Weitere Untersuchungen mittels Positronen-Lebensdauer messung und Hochimpulsanalyse sollen Aufschluß über den Fehlstellentyp im Kristall geben. Bei der Hochimpulsanalyse am „Positronen-Topf“ wird die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes bestimmt und mit dem Referenzwert von reinem Nickel verglichen.

Die Ergebnisse werden somit einen wesentlichen Beitrag zum besseren mikroskopischen Verständnis der Legierung beitragen.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Kristallbaufehler

Die reale Kristallstruktur weicht in der Wirklichkeit von der strengen räumlichen Periodizität durch Defekte und Fehler ab. Somit gibt es keine fehlerfreien, idealen Festkörper. Die Art und die Häufigkeit von Gitterfehlern verändern in charakteristischer Weise die physikalischen Eigenschaften der realen Festkörper. Die verschiedenen Fehlstellentypen werden im Folgenden nach ihrer Dimensionalität geordnet beschrieben.

2.1.1 Punktdefekte

Bei Punktdefekten handelt es sich um „nulldimensionale“ Fehlorderungen. Sie werden durch einzelne fehlplatzierte Atome hervorgerufen, wie z.B. Fremdatome, atomare Leerstellen (Schottky-Defekte) und Atome, die außerhalb der normalen Positionen auf Zwischengitterplätzen verweilen (Frenkel-Defekte).

Allgemein können Defekte unter anderem durch Verformungsprozesse oder Teilchenbeschuss im Gitter erzeugt werden. Leerstellen werden aber auch bei hohen Temperaturen im thermischen Gleichgewicht gebildet.

Fremdatome können sowohl Zwischengitterplätze als auch Gitterplätze des Wirtsgitters einnehmen. Im ersteren Fall spricht man von interstitiellen Fremdatomen, im zweiten Fall von Substitutionsstörstellen (s. Abb. 2.1).

Natürliche Verunreinigungen, absichtlich eingebrachte Legierungselemente oder Dotierungen sind für das Auftreten der Fremdatome verantwortlich. Dabei liegt die Konzentration von natürlichen Verunreinigungen in reinsten erhältlichen Metallen bei ca. 10^{-4} bis 10^{-7} pro Atom.

2.1.2 Versetzungen

Eindimensionale Gitterfehler, die eine linienförmige Störung des Gitters darstellen, werden als Versetzungen bezeichnet. Sie sind für das Verformungsverhalten vor allem metallischer

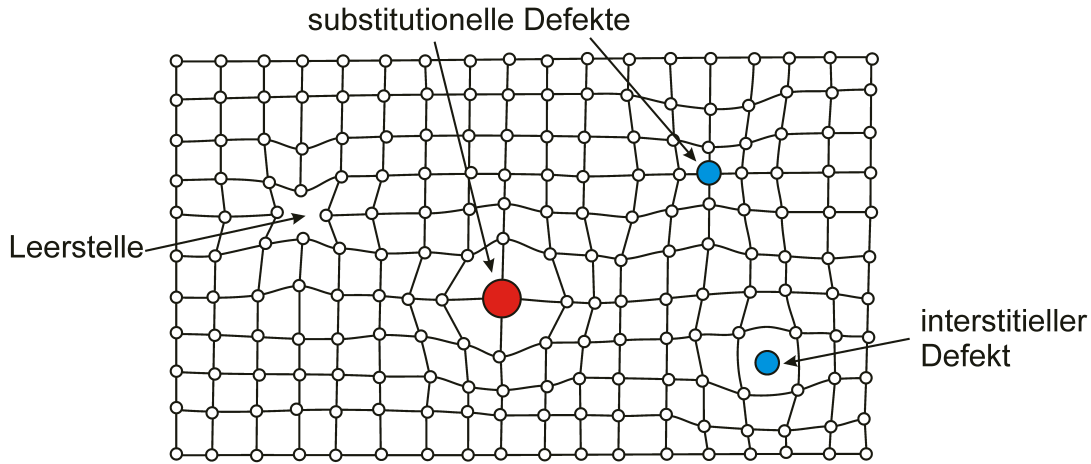


Abbildung 2.1: Schema eines einfachen Gitters mit möglichen Punktdefekten. Solche Gitterfehler können zu Verzerrungen des Gitters führen, wobei das Gitter an den Störstellen relaxiert (nach [JOH92]).

Kristalle verantwortlich und damit für deren mechanische Eigenschaften von fundamentaler Bedeutung. Die plastische Verformung eines Metalls führt zu einer Verfestigung, die bei weiterer Belastung zum Bruch führen kann. Der Grund hierfür ist die Erzeugung von Versetzungen im Gitter.

Jede Versetzung verursacht in der Nachbarschaft ihrer Versetzungslinie eine Deformation des Kristalls. Es muß daher zur Ausbildung einer Versetzung Energie (ca. 10^{-12} Joule je mm Versetzungslänge [BAR04]) aufgebracht werden.

Eine Versetzung kann aufgrund geometrischer Gegebenheiten innerhalb eines Kristalls nicht einfach enden, sondern allenfalls an anderen Fehlern oder Kristallgrenzflächen auslaufen, oder sie bildet im Kristall einen in sich geschlossenen Versetzungsring. Es gibt zwei verschiedene Formen: die Stufenversetzung (Symbol \perp) und die Schraubenversetzung (Symbol \odot). Diese werden durch die Versetzungslinie \vec{s} und den Burgersvektor \vec{b} , auch Verschiebungsvektor genannt, beschrieben. Steht \vec{b} senkrecht auf \vec{s} , handelt es sich um eine Stufenversetzung, ist \vec{b} parallel zu \vec{s} , handelt es sich um eine Schraubenversetzung. Beide kommen selten in reiner Form vor. Im Allgemeinen sind sie eine Kombination beider Komponenten und bilden eine sogenannte gemischte Versetzung (s. Abb. 2.2). Die Versetzungsdichte in vollständig ausgeheilten Metallen liegt zwischen $\rho = 10^{10} \text{ m}^{-2}$ und $\rho = 10^{12} \text{ m}^{-2}$. In stark kaltverformten Metallen kann sie bis auf $\rho = 10^{16} \text{ m}^{-2}$ steigen [JOH92].

Die gute plastische Verformbarkeit von Metallen beruht auf der Bewegung von Versetzungen in den Gleitebenen (s. Abb. 2.3). Mikroskopisch gesehen findet diese Bewegung in einem periodischen Potential statt, dem Peierls-Potential [HAA74]. Zum Verschieben muss die Peierls-Spannung τ_p überwunden werden, welche nach

$$\tau_p \sim G e^{-\frac{d}{b}} \quad (2.1)$$

proportional zu dem Schubmodul G ist und exponentiell vom Gleitebenenabstand d und

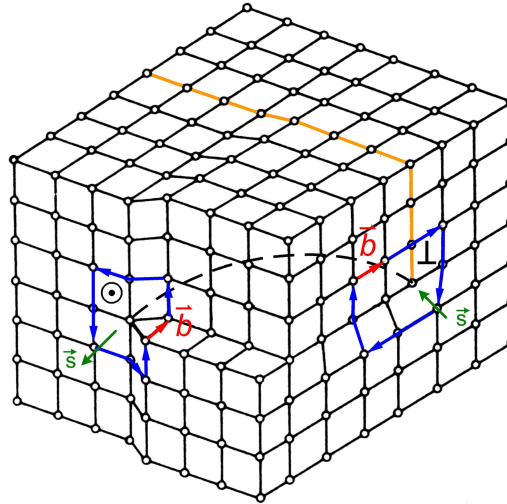


Abbildung 2.2: Versetzungslinie in einem primitiven kubischen Gitter. Je nach Richtung der Vektoren zueinander definiert sich eine Stufenversetzung ($\vec{b} \perp \vec{s}$) oder eine Schraubenversetzung ($\vec{b} \parallel \vec{s}$). Da beide Formen meistens als eine Überlagerung vorkommen, ergibt sich eine gekrümmte Versetzungslinie \vec{s} (gestrichelte Linie). Die eingeschobene Gitterebene ist farbig gekennzeichnet (nach [JOH92]).

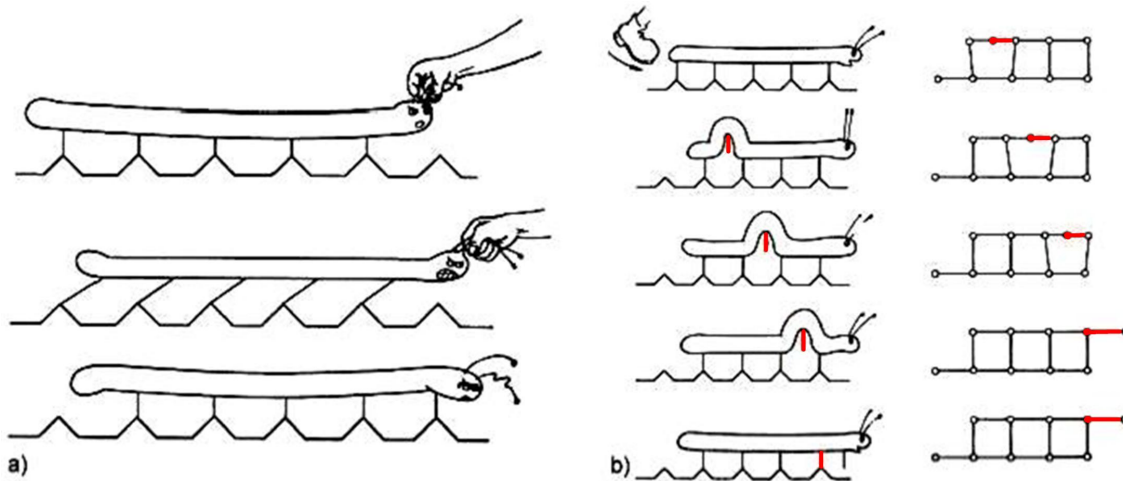


Abbildung 2.3: Analogie zwischen Raupenbewegung und Versetzungsbewegung (nach [GOT98]).

dem Betrag des Burgersvektors b abhängt [GOT98]. Mit zunehmendem d und abnehmendem b wird τ_p kleiner. Daher werden die niedrig indizierten, dichtest gepackten Ebenen, die sog. Hauptebenen des Gitters, als Gleitebene bevorzugt. Für Stufenversetzungen wird die Gleitebene durch \vec{b} und \vec{s} aufgespannt, Schraubenversetzungen besitzen keine festgelegte Gleitebene, da hier \vec{b} und \vec{s} parallel verlaufen. Die Bewegung innerhalb der Gleitebene

wird *Gleiten* genannt. Bewegt sich eine Versetzung quer zur Gleitebene, heißt dies *Klettern*, wobei sich Stufen in der Versetzung bilden [KLE90]. Besitzt die Versetzung einen Sprung innerhalb der Gleitebene, so wird dieser *Kinke* genannt. Ein Sprung, der aus der Gleitebene herausführt, wird *Jog* genannt (s. Abb. 2.4).

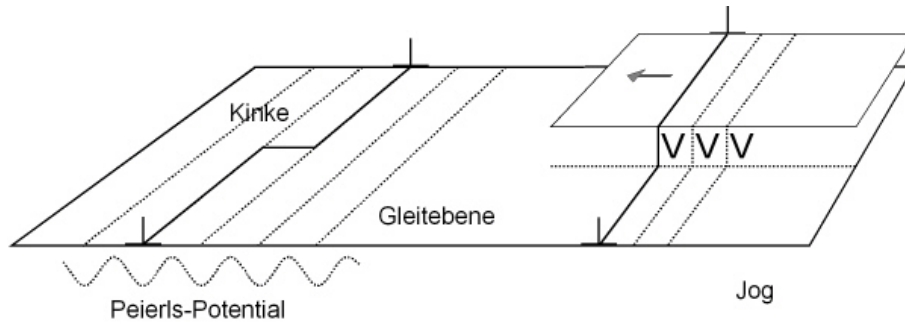


Abbildung 2.4: Stufen in der Versetzungslinie. Links: Erzeugung einer Kinke, indem sich die Versetzung parallel zu einer Gleitebene bewegt. Rechts: Bewegt sich die Versetzung quer dazu wird ein Jog erzeugt (nach [BAC93]).

Damit sich ein solcher Jog mit der Versetzung bewegen kann, muss er klettern, was als *Jog-Drugging* bezeichnet wird (s. Abb. 2.5). Das behindert die Bewegung der Versetzung und ist eine der Hauptquellen der Erzeugung von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen bei plastischer Verformung. Je nach Orientierung des Jogs werden Leerstellen bzw. Zwischengitteratome emittiert.

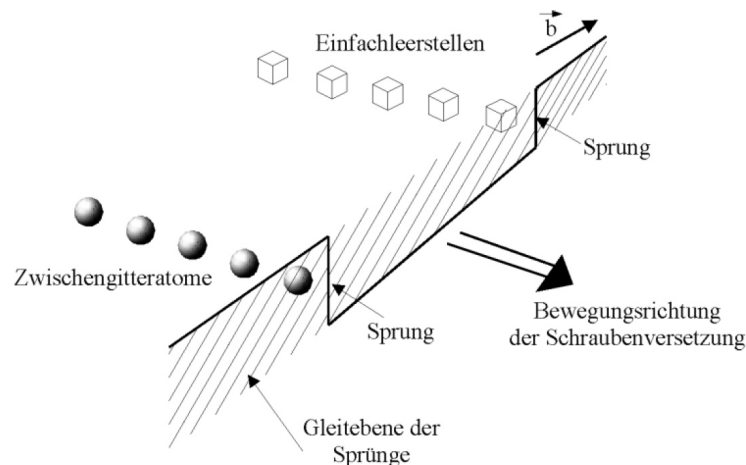


Abbildung 2.5: Jog-Drugging. Eine Versetzung mit Sprung, der in die nächste Gleitebene führt (Jog), kann sich nur dann bewegen, wenn je nach Orientierung Zwischengitteratome oder Leerstellen emittiert werden [SAA61].

Die zur Leerstellenerzeugung notwendige Energie wird durch die bei der Verformung geleistete mechanische Arbeit geliefert [SAA61]. Da in der Umgebung der Versetzungslinie die Anordnung der Atome nicht der Gleichgewichtslage im perfekten Kristallgitter entspricht, ergeben sich weitreichende Spannungsfelder, die umgekehrt proportional zum Abstand der Versetzungslinie ($\sim 1/r$) abfallen. Diese Spannungsfelder führen zu komplexen Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander und mit anderen Gitterfehlern. So können einzelne Leerstellen an einer passierenden Versetzung angelagert werden, wodurch atomare Sprünge entlang der Versetzungslinie entstehen. Die Bildungs- und Wanderungsenthalpie von atomaren Leerstellen ist in den Bereichen vergrößerter Atomabstände um die Versetzungslinie kleiner als im ungestörten Gitter. Im Dilatationsbereich um eine Versetzung führt das lokale thermische Gleichgewicht zu einer höheren Konzentration an Leerstellen [SCH92].

Ein Teil der während der plastischen Verformung des Festkörpers resultierenden Produkte ist unbeweglich und verhindert so eine weitere Bewegung der Versetzungen [HUL84, SEE65]. Mit Zunahme dieser Hindernisse steigt die Festigkeit des Materials [VOL89].

Zusammenfassend werden grundsätzlich drei verschiedene Arten von Versetzungen unterschieden: *Gleit-, Hindernis- und Umwandlungsversetzungen*.

Die Gleitebenen sind bewegliche Versetzungen, die bei bestimmten Spannungen durch Gleiten eine plastische Verformung ermöglichen. Diese werden meistens aus Versetzungsquellen gebildet.

Hindernisversetzungen sind unbeweglich gewordene Versetzungen. Sie entstehen aus Versetzungsreaktionen bei der plastischen Verformung und tragen, da sie die Bewegung von Gleitversetzungen behindern, in erheblichen Maße zur Verformungsverfestigung bei.

Umwandlungsversetzungen werden bei martensitischen Umwandlungen des Gitters gebildet. Wie die Gleitversetzungen erhöhen auch sie den Verformungswiderstand.

2.2 Mechanismen der plastischen Deformation

Die Verformung von Metallen besteht anfänglich aus einem makroskopisch *reversiblen* (elastischen) Anteil, welcher durch das Hookesche Gesetz beschrieben wird. Danach folgt das makroskopisch *irreversible* (plastische) Verhalten, das auf der Bewegung und Erzeugung von Versetzungen beruht, die direkt dauerhaft Gefüge und Textur verändern. Der Verformungszustand eines Materials bestimmt dessen technischen Eigenschaften maßgeblich. Die vielen unterschiedlichen Anforderungen an Metalle erfordern eine ganze Reihe von verschiedenen Prüfverfahren, wie z.B. den Zug- bzw. Druckversuch und die Wechselverformung, aber auch die Härteprüfung nach Brinell, Rockwell und Vickers. Im nächsten Abschnitt werden die beim Zugversuch auftretenden Messgrößen näher erläutert.

2.2.1 Zugversuch

Beim *Zugversuch* wird das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Werkstoffen bei einachsiger Verformung festgestellt. Dabei wird die Zugprobe in einer mechanischen Prüfmaschine einer langsam und stetig zunehmenden Verlängerung Δl unterworfen und die dazu erforderliche

Spannung σ gemessen. Die Verlängerung Δl , bezogen auf die Ausgangslänge l_0 ergibt die technische *Dehnung* ϵ .

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.2)$$

Dabei wird die *Dehnrate*

$$\dot{\epsilon} = \frac{d \Delta l}{dt l_0} \quad (2.3)$$

so gering gewählt, dass die Verformung annähernd im Gleichgewicht erfolgt. Die zur Längenänderung nötige (technische) *Spannung* σ wird aus der Kraft F und der Ausgangsquerschnittsfläche A_0 der Probe bestimmt

$$\sigma = \frac{F}{A_0}. \quad (2.4)$$

„Technisch“ bedeutet hierbei, dass die Einschnürung der Probe während des Versuchs vernachlässigt wird. Der elastische Bereich, der sich von kleinen Spannung bis zur Streckgrenze erstreckt, wird vom Hookeschen Gesetz

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.5)$$

beschrieben. Bei kleinen Spannungen bis hin zur *Streckgrenze* (oder *Fließgrenze*) erfolgt eine reversible Dehnung und eine lineare Abhängigkeit zwischen Spannung und Dehnung. Das Elastizitätsmodul E stellt dabei die Proportionalitätskonstante dar.

Bei vielen Materialien ist der elastisch-plastische Übergang mit einem diskontinuierlichen Fließen verbunden, das im Spannungs-Dehnungs-Diagramm als *ausgeprägte Streckgrenze* ersichtlich ist (s. Abb. 2.6 links). Die dazugehörige Dehnung heißt Lüders-Dehnung ϵ_L . Bei Materialien mit ausgeprägter Streckgrenze sind die Gleitsysteme der Versetzungen durch Ausscheidungen oder Fremdatome blockiert (Cottrell-Wolke). Steigt die Zugspannung weiter an, kommt es zu einem ruckartigen Losreißen der Versetzungen von diesen Blockaden. Dadurch kommt es zu einer oberen Streckgrenze σ_{SO} , bei der die Versetzungsbewegung beginnt, und zu einer unteren Streckgrenze σ_{SU} , bei der die Versetzungsbewegung vollständig aktiviert ist (s. Abb. 2.6).

Bei Werkstoffen mit kontinuierlichem Übergang aus dem elastischen in den plastischen Bereich (z.B. reines Al, Cu) fehlen die Cottrell-Wolken und es sind eine große Anzahl von gleitfähigen Versetzungen im Ausgangsmaterial vorhanden. Anstatt der Streckgrenze tritt hier die 0,2%-Dehngrenze $\sigma_{0,2}$ als Werkstoffkenngröße auf (s. Abb. 2.6 rechts). Darunter versteht man die Spannung, bei der nach Entlastung noch eine dauerhafte Dehnung von 0,2% zurückbleibt. Bei beiden Materialtypen steigt nach dem elastischen Bereich die Spannung mit der Dehnung zunächst an (*Verfestigung*), erreicht bei einer Dehnung ϵ_G (*Gleichmaßdehnung*) ein Maximum σ_B (*Zugfestigkeit*) und fällt danach bis zum Erreichen der Bruchdehnung ϵ_B ab [GOT98]. In Abbildung 2.6 ist der typische Verlauf einer (technischen) Spannungs-Dehnungs-Kurve für zwei verschiedene Materialtypen schematisch dargestellt.

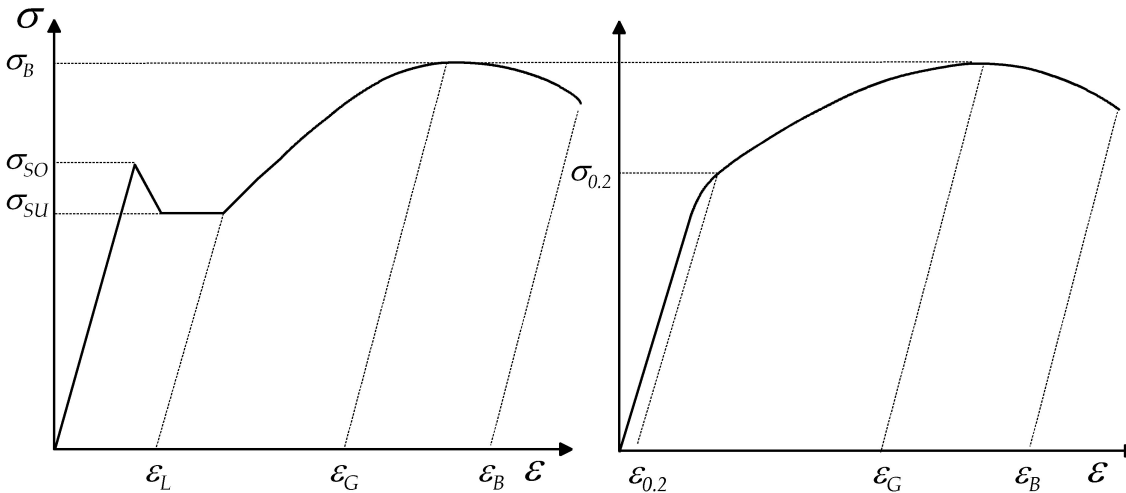


Abbildung 2.6: Schematischer Verlauf einer technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve. Links: Für Metalle mit ausgeprägter Streckgrenze (z.B. ferritischer Stahl). Rechts: Für Metalle mit kontinuierlichem Übergang (z.B. reines Al, Cu). Im elastischen Bereich, d.h. vor dem Erreichen der Streckgrenze σ_{SO} bzw. $\sigma_{0,2}$, gilt das Hookesche Gesetz, wo sich das Material unter kleiner Zugspannung reversibel verformt. Nach dem Hookeschen Bereich kommt es zur plastischen Verformung, wo zunächst die Spannung mit der Dehnung ansteigt. Dieser Anstieg erfolgt bis zur Gleichmaßdehnung ϵ_G , wo das Maximum σ_B (Zugfestigkeit) erreicht wird. Ab der Zugfestigkeit fällt es dann bis zum Bruch hin ab. Die dabei erreichte Dehnung heißt Bruchdehnung ϵ_B [HAA03].

Beim Überschreiten der Gleichmaßdehnung wird die Verformung instabil. Das Material verringert lokal seinen Querschnitt (Einschnürung) und bricht dort schließlich. Wird diese Querschnittsverminderung mit berücksichtigt, spricht man von der wahren Spannung. In Abbildung 2.7 ist unter anderem die *wahre Spannung* σ_w dargestellt. Diese steigt bis zum Bruch kontinuierlich an.

Die wahre Spannung lässt sich berechnen, solange Volumenkonstanz vorausgesetzt werden kann [GOT98]:

$$\sigma_w = \frac{F}{A} = \sigma(1 + \epsilon). \quad (2.6)$$

Für die wahre Dehnung ϵ_w gilt:

$$\epsilon_w = \ln(1 + \epsilon). \quad (2.7)$$

Dabei gelten diese Beziehungen nur, wenn keine lokalen Einschnürungen oder Risse auftreten, d.h. für Spannungen, die kleiner als die Zugfestigkeit sind, und für Dehnungen kleiner der Gleichmaßdehnung ϵ_G .

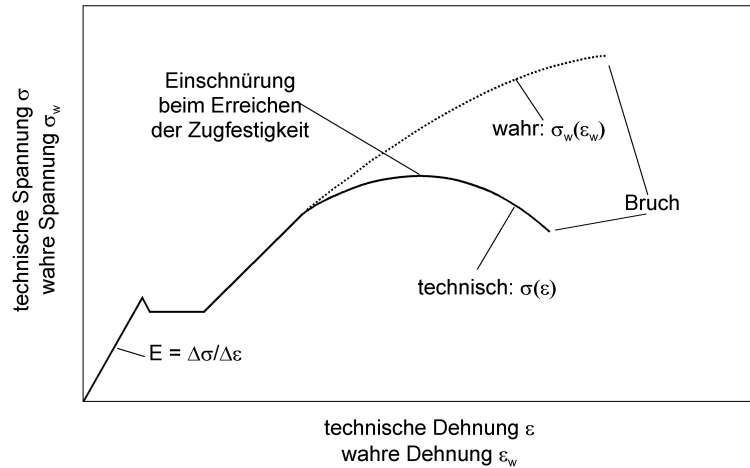


Abbildung 2.7: Technische und wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve im Vergleich. Im Gegensatz zur technischen Spannung $\sigma(\epsilon)$ steigt die wahre Spannung σ_w kontinuierlich bis zum Bruch an (nach [MIT79]).

2.2.2 Mechanische Zwillingsbildung

Der wichtigste und dominierende Verformungsprozeß in duktilen Werkstoffen ist das kristallographische Gleiten. Die Gestaltsänderung durch Diffusionsvorgänge und mechanische Zwillingsbildung sind andere Möglichkeiten der plastischen Verformung, ohne dabei die Kristallstruktur zu ändern. Diffusionsvorgänge spielen nur beim Hochtemperaturkriechen eine wesentliche Rolle und werden hier nicht weiter besprochen. Dagegen wird der Mechanismus der *Verformungszwillinge* näher erläutert, da er in dieser Diplomarbeit eine wichtige Grundlage für die Untersuchung von Ni_2MnGa darstellt.

Zwillingsbildung ist eine Scherverformung, bei der ein Kristallbereich in eine zur Ausgangslage (Matrix) spiegelsymmetrische Lage überführt wird (s. Abb. 2.8). Die (kohärente) *Zwillingssebene* ist die Bezeichnung für die Spiegelebene, die dem Zwilling und der Matrix gemeinsam gehören. Alle anderen Grenzflächen zwischen Zwilling und Matrix heißen inkohärente Zwillingsgrenzen. Das Zwillingsgitter besitzt die gleiche Kristallstruktur wie die Matrix. Kristallographisch stehen Zwilling und Matrix durch eine 180° -Rotation um die Normale der Zwillingssebene in Beziehung [GOT98].

Die Geometrie der mechanischen Zwillingsbildung wird durch das *Zwillingsystem* $\{hkl\}\langle uvw\rangle$, bestehend aus Zwillingssebene $\{hkl\}$ und der Richtung der Scherung (Verschiebung) $\langle uvw\rangle$, beschrieben. Die Richtung der Verschiebung ist die Richtung der Schnittebene von Zwillingssebene und der dazu senkrecht stehenden Verschiebungsebene [GOT98]. Die Bewegung der Atome und die damit verbundene Scherung läßt sich in der *Verschiebungsebene* beobachten. In Abbildung 2.9 ist die Lage der Zwillingsysteme in kubischen Gittern und die Atombewegung bei der Zwillingsbildung zu sehen.

Der Betrag der Scherung bei Zwillingsbildung ist fest vorgegeben und beträgt bei kubischen Gittern $\gamma_Z = \frac{\sqrt{2}}{2}$. Die Gesamtformänderung hängt dabei nicht nur von γ_Z ab,

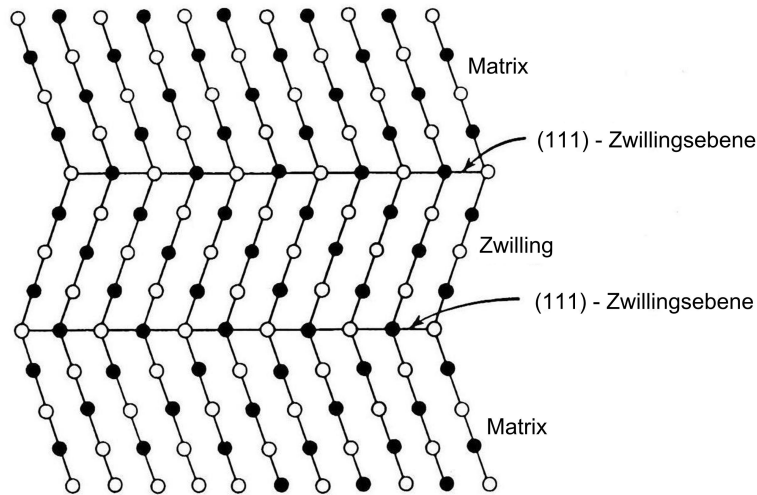


Abbildung 2.8: Schematische Anordnung der Atome in Matrix und Zwilling eines kubisch flächenzentrierten Gitter (kfz-Gitter) [GOT98].

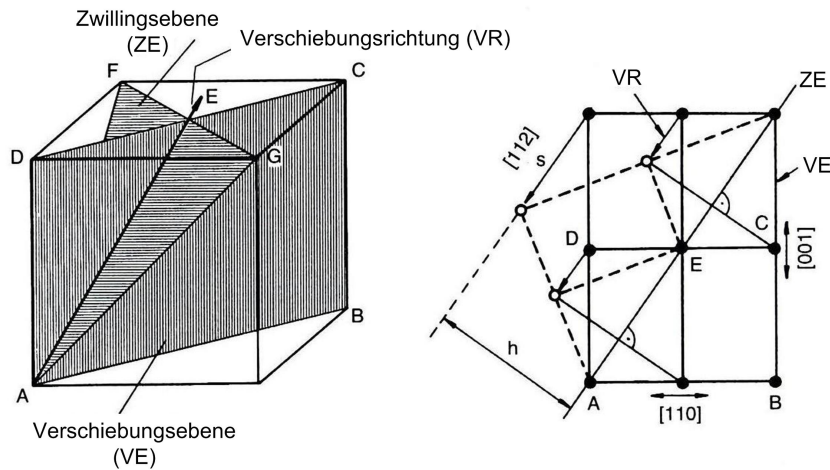


Abbildung 2.9: Zwillingsbildung in kfz-Kristallen. Links: Die Lage der Zwillingssysteme, bestehend aus Zwillingsebene und der Verschiebung. Rechts: Die Atombewegung bei der Zwillingsbildung [GOT98].

sondern auch vom Volumen des Zwillings. Gilt $\gamma = \gamma_Z$ für die Scherung, so ist das ganze Material verzwillingt. Verzwillingt jedoch nur ein kleiner Teil der Probe, so verringert sich die Gesamtverformung. Die Zwillingsscherung ist auf einem Zwillingssystem einsinnig, d.h. die Scherbewegung zur Zwillingsbildung kann nur in eine einzige Richtung erfolgen.

Infolge der Zwillingsbildung ändert die Probe ihre Form so, dass sie sich in einigen Richtungen verlängert, in anderen aber verkürzt (s. Abb. 2.10).

Ein Zwillingssystem kann daher nur dann betätigt werden, wenn die Zwillingsscherung die

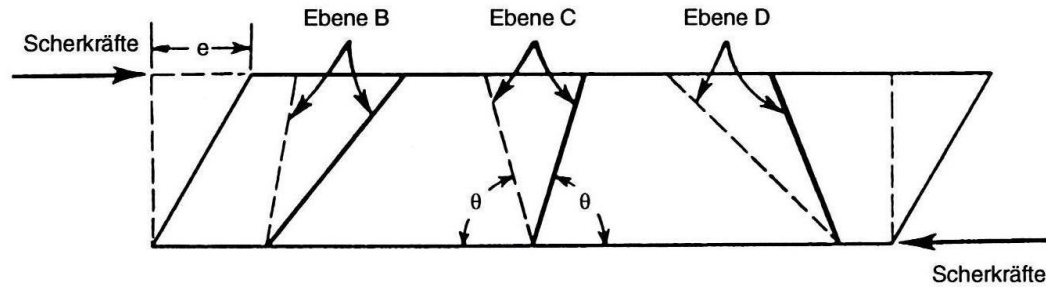


Abbildung 2.10: Durch die Zwillingsbildung werden einige Richtungen verlängert (Ebene B), andere werden verkürzt (Ebene D) [GOT98].

aufgezwungene Formänderung begünstigt, also bei Zugverformung die Probe in Zugrichtung verlängert. Abhängig vom c/a -Verhältnis wird der Kristall durch die Zwillingsbildung senkrecht zur Basisebene entweder verlängert oder verkürzt. Das hexagonale Material wird zum Beispiel bei $c/a < 1,73$ verlängert und bei $c/a > 1,73$ verkürzt. Das bedeutet, wenn es nun gestaucht wird kann es sich durch Zwillingsbildung nur verformen, wenn $c/a > 1,73$ ist.

Der Prozeß der Zwillingsbildung verläuft spontan, als Umklappvorgang, ähnlich der martensitischen Umwandlung (vgl. 2.3.6), also praktisch mit Schallgeschwindigkeit. Die dabei ausgelöste Schallwelle im Material ist äußerlich als Knacken oder Knistern hörbar. Die Zwillingsbildung macht sich im Spannungs-Dehnungs-Diagramm (Verfestigungskurve) durch einen ruckhaften Abfall der Fließspannung bemerkbar (s. Abb. 2.11). Danach steigt die Fließspannung wieder an, bis der nächste Zwilling erzeugt wird, und so weiter. Der Grund des plötzlichen Spannungsabfalls ist die mit der Zwillingsbildung verbundene Verformung. Sie ist größer als die von der Zugprüfmaschine in der gleichen Zeit verursachte Probenverlängerung, so dass die Probe kurzfristig teilweise entlastet wird und dann die Fließspannung entlang der elastischen Geraden wieder ansteigt.

Je weiter der Abstand zwischen den Atomen eines Zwillings und der ZwillingsEbene ist, desto größer ist der Weg, den sie bei der Zwillingsbildung zurücklegen müssen, womit hohe Energien verbunden sind. Um die Erhöhung der Energie möglichst klein zu halten, sind die Zwillinge meist sehr schmal (s. Abb. 2.12).

Das Auftreten der Zwillingsbildung hängt von der Energie der Zwillingsgrenzen ab, die von Material zu Material verschieden ist. Ist die Energie der Zwillingsgrenzen sehr klein (z.B. in Silber), so ist das Auftreten von Zwillingen sehr wahrscheinlich. Solche Materialien zeigen außerdem auch eine größere Verformungsverfestigung gegenüber Werkstoffen mit hoher Zwillingsenergie (z.B. Aluminium).

Dabei ist zu beachten, dass Verformungs- und Rekristallisationszwillinge die gleiche atomistische Anordnung haben, jedoch mit der Bildung von Rekristallisationszwillingen keine Scherung verbunden ist.

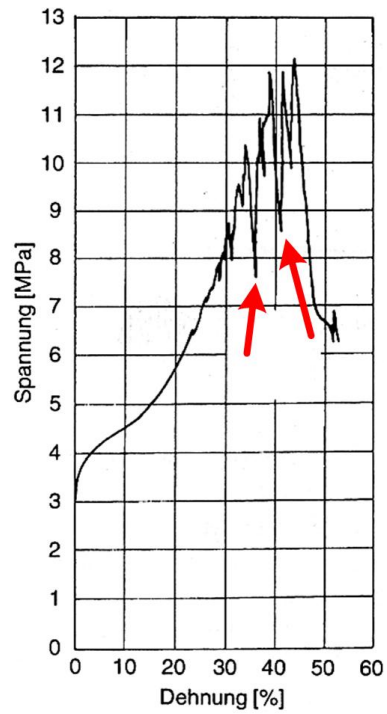


Abbildung 2.11: Verfestigungskurve eines Zn-Einkristalls. Aufgrund der Zwillingsbildung ist ein ruckhafter Abfall der Fließspannung zu erkennen (gekennzeichnet mit roten Pfeilen) (nach [GOT98]).

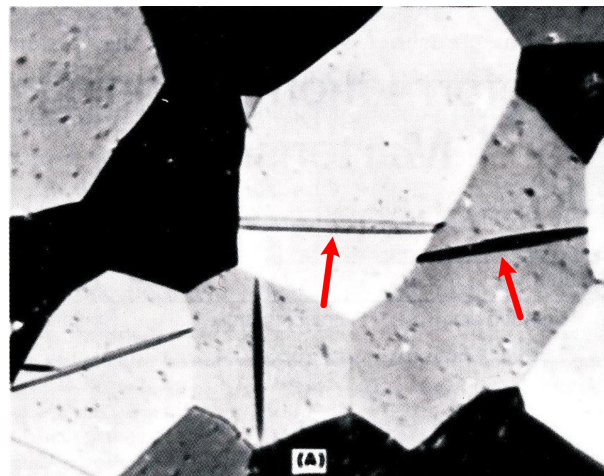


Abbildung 2.12: Verformungszwilling in Zirkon. Verformungszwillinge sind meist sehr dünn und laufen an den Enden spitz zu (nach [GOT98]).

2.2.3 Wechselverformung

Wechselverformung ist eine Materialbeanspruchung, die im realen Einsatz beispielsweise bei einem schwingenden Bauteil häufig zu finden ist. Sie ist ein periodischer Prozeß und wird als zyklische Belastung bezeichnet. Am Ende führt sie meist zum Versagen, zum sogenannten Ermüdungsbruch.

Das Ermüdungsverhalten von Werkstoffen wurde nach August Wöhler benannt. Zwischen 1858 und 1870 hat er die ersten Schwingfestigkeitsversuche an der Königlich Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn Frankfurt/Oder [WIK06] durchgeführt. Danach sind eine Vielzahl von Experimenten zum Ermüdungsverhalten entwickelt worden, wie zum Beispiel der symmetrische Zug-Druck-Versuch. Dabei wird die Probe einachsig eingespannt und mit konstanter Geschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ gedehnt und dann um den gleichen Betrag gestaucht. Die Belastung erfolgt sinusförmig, entweder mit konstanter Dehnungsamplitude ϵ_a (dehnungskontrolliert) oder mit konstanter Spannungsamplitude σ_a (spannungskontrolliert).

Durch das Auftragen von Spannung σ gegen Dehnung ϵ während ein oder mehrerer Belastungen ergeben sich Hystereseschleifen (s. Abb. 2.13), die auf irreversible Prozesse während der plastischen Deformation zurückzuführen sind. Die Spannung σ , die nötig ist, um die Dehnungsamplitude aufrecht zu erhalten, steigt dabei mit der Zyklenzahl an. Dieser Vorgang wird als zyklische Verfestigung bezeichnet.

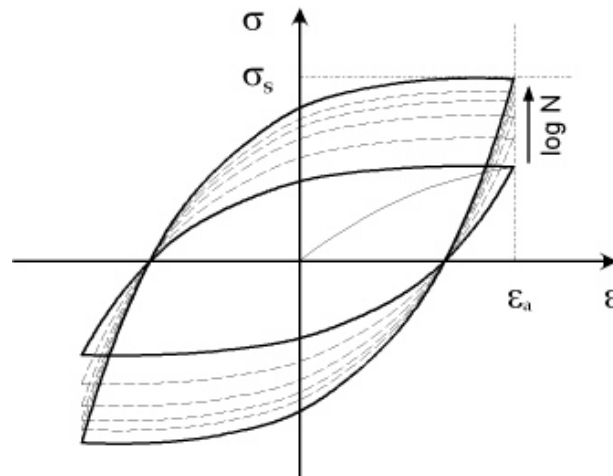


Abbildung 2.13: Idealisierte Hystereseschleife bei der Wechselverformung mit zyklischer Verfestigung. Bei dehnungskontrollierten Versuchen steigt die Spannung bis zu einem Sättigungswert σ_s an (nach [HAA97]).

Zu Beginn der Wechselbelastung zeigen die meisten Metalle, abhängig von ihrer Vorgesichte, zunächst zyklische Ver- bzw. Entfestigung, während bei größeren Lastwechselzahlen oft ein Sättigungszustand erreicht wird. Für die Form der Hysteresekurve bedeutet dies, dass zu Beginn eine Asymmetrie auftritt, die bei fortschreitender Zyklenzahl in einen symmetrisch geschlossenen Kurvenverlauf übergeht (s. Abb. 2.13). In der Regel bleibt die Form der Hysterese dann für einen großen Teil der Lebensdauer in ihrer Form konstant.

Zum Ende der Lebensdauer kommt es zur Entfestigung. Dabei sinkt die Spannung σ so ab, dass es schließlich zum Ermüdungsbruch kommt.

Die Versetzungsanordnung bei wechselverformten Proben sind gegenüber zug- oder druckverformten Materialien verschieden. Der Grund dafür ist, dass eine unter Zug entstandene Versetzungsanordnung nach Spannungsumkehr nicht unbedingt stabil ist. Dabei geht ein Teil der Verfestigung wieder verloren, was als Bauschinger-Effekt bezeichnet wird [BAU86].

Der Wöhler-Versuch

Mit dem Wöhler-Versuch bzw. dem Dauerschwingversuch wird die Schwingfestigkeit von Werkstoffen oder Bauteilen ermittelt. Das Wöhler-Verfahren wird auch heute noch fast ausschließlich zur Untersuchung von Ermüdungsverhalten genutzt. In den Schwingfestigkeitsversuchen werden Proben bei verschiedenen, aber jeweils über die Versuchsdauer konstanten Lastamplituden bis hin zum Bruch zyklisch belastet. Die sogenannten Bruchlastspielzahlen, die Lastwechselzahlen, bei denen der Bruch eintritt, werden dabei ermittelt. Die Ergebnisse werden unter Angabe der angelegten Spannung der jeweiligen Probe gegen die Lastwechselzahl aufgetragen (s. Abb. 2.14). Der Auftrag der Lastwechselzahl erfolgt logarithmisch. Tritt bis zu einer Grenzlastwechselzahl N_G der Bruch der Probe nicht ein, wird diese Probe als Durchläufer gesondert gekennzeichnet (Pfeile in Abb. 2.14) [BER89].

Der prinzipielle Verlauf von Wöhler-Kurven ist für viele Metalle ähnlich. Die Bruchlastwechselzahl steigt mit sinkender Spannung an. Wird die Spannung weiter verringert, brechen keine Proben mehr, und die Wöhler-Linie nimmt im Bereich der *Dauerfestigkeit* einen horizontalen Verlauf an. Die Grenzlastwechselzahl N_G , oberhalb derer keine Proben mehr brechen, hängt von den untersuchten Werkstoffen ab.

2.3 Die magnetische Formgedächtnislegierung

Adaptive Materialien wie Piezokeramiken können ihre Form durch äußere elektrische Felder verändern. Sie erreichen durch Anlegen hoher elektrischer Spannung eine relative Längenänderung von 0,1% bis 0,2%. Dies bezeichnet man als eine elektrische Formänderung.

Eine solche Formänderung kann auch magnetisch, wie bei den magnetostriktiven Materialien, herbeigeführt werden, wobei man damit eine Längenänderung von bis zu 10% erreicht. Diese sogenannten magnetischen Formgedächtnislegierungen, die erst seit 1996 bekannt sind, weisen eine große Dehnung, hohe Leistungsdichte und hohe Schaltfrequenzen gegenüber den üblichen Materialien auf [SCH04]. In den folgenden Kapiteln wird unter anderem das Funktionsprinzip, wie auch Herstellung und Anwendung dieser Legierungen erläutert.

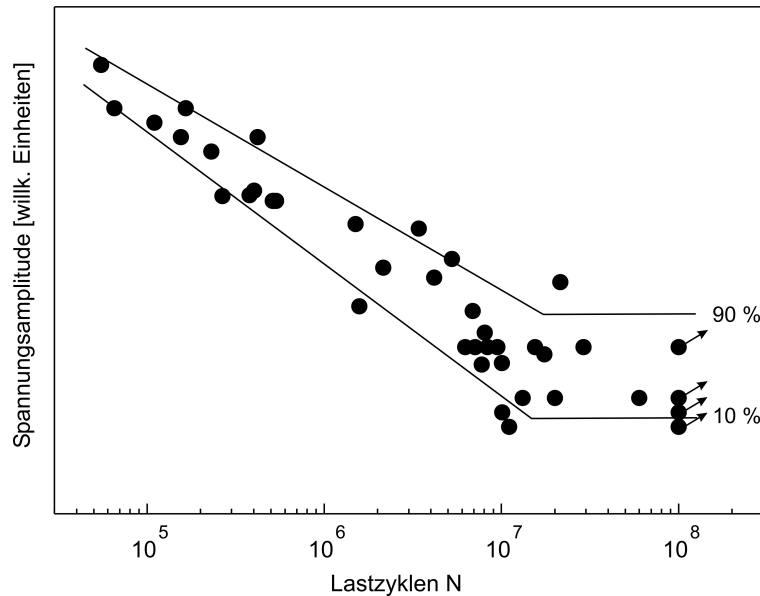


Abbildung 2.14: Schematisches Wöhler-Diagramm. Ein Punkt in diesem Diagramm bedeutet, dass eine Probe, die mit der Spannung σ wechselbelastet wurde, bei der Lastwechselzahl N versagt hat. Überlebt die Probe den Versuch, wird sie als Durchläufer mit einem Pfeil gekennzeichnet. Ein Maß für die Streubreite der dynamischen Belastbarkeit eines Werkstoffes ist die Differenz zwischen 10% und 90% Überlebenswahrscheinlichkeit.

2.3.1 Herstellung

In dieser Diplomarbeit wird als magnetische Formgedächtnislegierung die bekannteste ferromagnetische Heusler-Legierung, Ni_2MnGa untersucht.

Die Einkristallzucht von Ni-Mn-Ga aus der Schmelze ist aufgrund des ungleichen Schmelzverhaltens der Komponenten, des hohen Dampfdrucks des Legierungselementes Mangan sowie der Neigung zur Blasenbildung in der Schmelze und der Entstehung von Fremdphasen erschwert. Neue Verfahren zur Darstellung von $\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{Ga}_z$ -Einkristallen und verwandter Systeme sind zur Zeit in Erprobung. Hier ist insbesondere eine modifizierte Bridgman-Technik zu erwähnen, die am Hahn-Meitner-Institut entwickelt wurde [SCH04].

2.3.2 Heusler-Legierung

Heusler-Legierungen besitzen als wesentlichen Bestandteil eine Heusler-Phase. Diese Phasen sind intermetallische Phasen mit spezieller Zusammensetzung und Gitterstruktur. Sie sind ferromagnetisch, obwohl die darin enthaltenen Legierungselemente diese Eigenschaft nicht aufweisen müssen.

Es gibt zwei unterschiedliche Typen von Heusler-Legierungen. *Halbe* Heusler-Legierungen haben allgemein eine Zusammensetzung XYZ (jeder Buchstabe steht für ein Legierungselement), während die *vollständigen* Heusler-Legierungen aus X_2YZ zusammengesetzt sind.

Dabei sind X und Y Übergangsmetalle, während Z ein Element der III.-V. Hauptgruppe ist.

Das hier behandelte Material Ni_2MnGa ist eine vollständige Heusler-Legierung (s. Abb. 2.15). Sie setzt sich aus den Übergangselementen Nickel und Mangan, wie auch dem Element Gallium aus der III. Hauptgruppe (als Z), zusammen. Sie bilden Ordnungsphasen, so dass die Kristallstruktur aus vier ineinander geschachtelten kubisch-flächenzentrierten Teilgittern besteht. Die Wechselwirkungen zwischen den Atomen der Teilgitter bewirken eine nahezu vollständige Ausrichtung (Spinpolarisation) der magnetischen Dipolmomente, was sich makroskopisch als *ferromagnetisch* äußert.

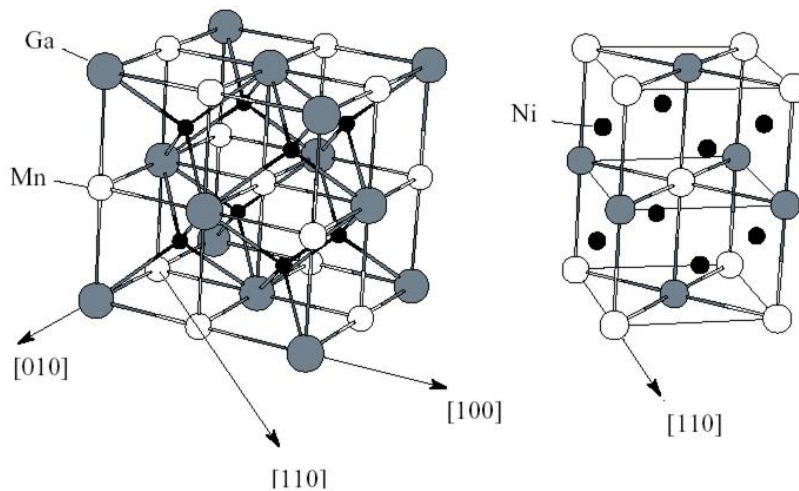


Abbildung 2.15: Die kubische $L2_1$ -Struktur von Ni_2MnGa . In der Hochtemperaturphase hat die Legierung die hier links gezeigte kubische $L2_1$ -Struktur, bestehend aus dem „äußeren“ fcc-Gitter und dem inneren bcc-Gitter mit den Nickel-Atomen. Auf der rechten Seite wird das bcc-Gitter einzeln gezeigt. In der martensitischen Tieftemperaturphase besitzt das gesamte Gitter eine tetragonale Symmetrie.

2.3.3 Magnetischer Formgedächtniseffekt

In konventionellen Formgedächtnislegierungen wie NiTi ändert sich die Struktur in Abhängigkeit von der Temperatur. Dabei gibt es eine Umwandlung von der Hochtemperaturphase, dem Austenit, in die Tieftemperaturphase, dem Martensit, und wieder zurück. Die magnetischen Formgedächtnislegierungen (MSMA, *engl. magnetic shape memory alloys*) hingegen sind Legierungen, die sich unter Einwirkung eines Magnetfeldes verformen. In Abbildung 2.16 ist ein Vergleich zwischen thermischen und magnetischen Formgedächtnislegierungen zu sehen.

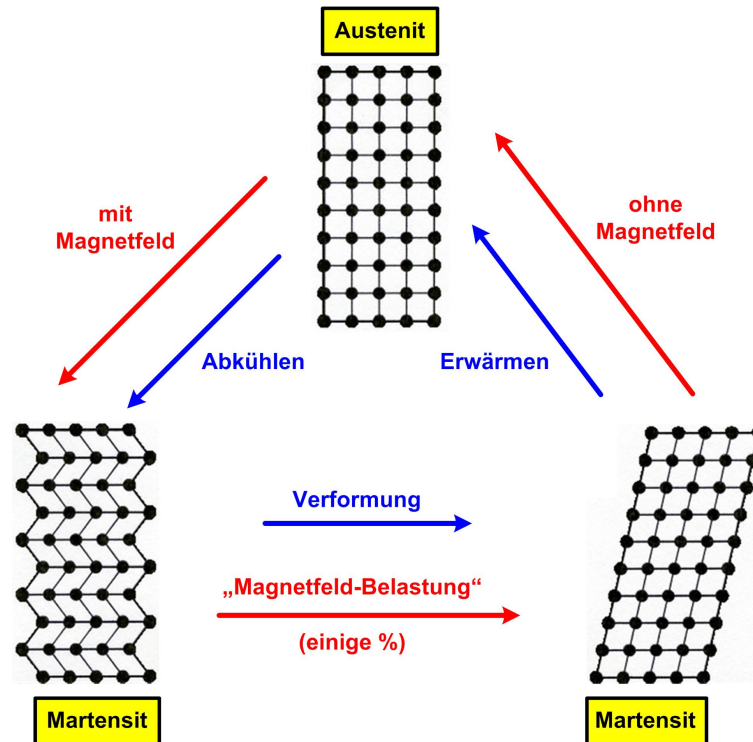


Abbildung 2.16: Schematische Darstellung des thermischen und magnetischen Formgedächtniseffektes. Der konventionelle Effekt (blaue Pfeile) ist von der Temperatur abhängig. Wird der Martensit erwärmt, so entsteht die Hochtemperaturphase, der Austenit. Während dem Abkühlen kommt es zur Austenit-Martensit-Transformation. Dabei werden die Zwillingsgrenzen verschoben. Die Legierung befindet sich in der martensitischen Phase. Nach der Verformung besitzt das Gitter wieder die ursprüngliche Struktur. Bei den magnetischen Legierungen (rote Pfeile) hängt die Verformung vom Magnetfeld ab. Ist der Martensit verformt, so wird es ohne Magnetfeld in ihre ursprüngliche Form zurückkehren. Befindet sich die Legierung im Magnetfeld so kommt es zur Austenit-Martensit-Transformation. Die martensitische Phase liegt vor, dabei kommt es zu einer kleinen Längenänderung.

2.3.4 Funktionsprinzip

Zum Vergleich werden die üblichen ferromagnetischen Materialien unter Einwirkung eines Magnetfeldes betrachtet. Befindet sich ein Ferromagnet in einem Magnetfeld, so dreht sich die Magnetisierung, wenn das Magnetfeld gedreht wird. Dabei ändert sich die Kristallorientierung nicht. Das bedeutet, dass im Material die Wände zwischen magnetischen Domänen bewegt werden und die Magnetisierung in Feldrichtung gedreht wird (s. Abb. 2.17 links).

Befindet sich eine magnetische Legierung in einem Magnetfeld und besitzt leicht bewegliche Zwillingsgrenzen, so kommt es zu einer Verschiebung dieser Zwillingsgrenzen (s. Abb. 2.17 rechts). Damit werden die Mikrostruktur und äußere Form des Werkstoffes geändert.

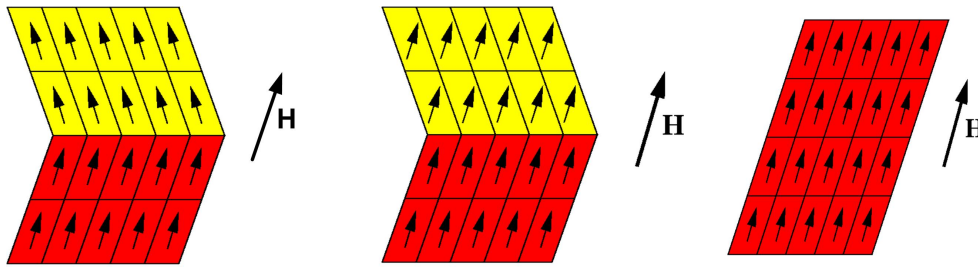


Abbildung 2.17: Links und Mitte: In üblichen ferromagnetischen Materialien führt eine Drehung des Magnetfeldes nur zu einer Drehung der Magnetisierung, ohne dass sich die Kristallorientierung ändert. Rechts: Änderung der magnetischen Momente und der Form einer magnetischen Formgedächtnislegierung durch die Verschiebung der Zwillingsgrenzen nach Drehung eines äußeren Magnetfeldes (nach [AYU03]).

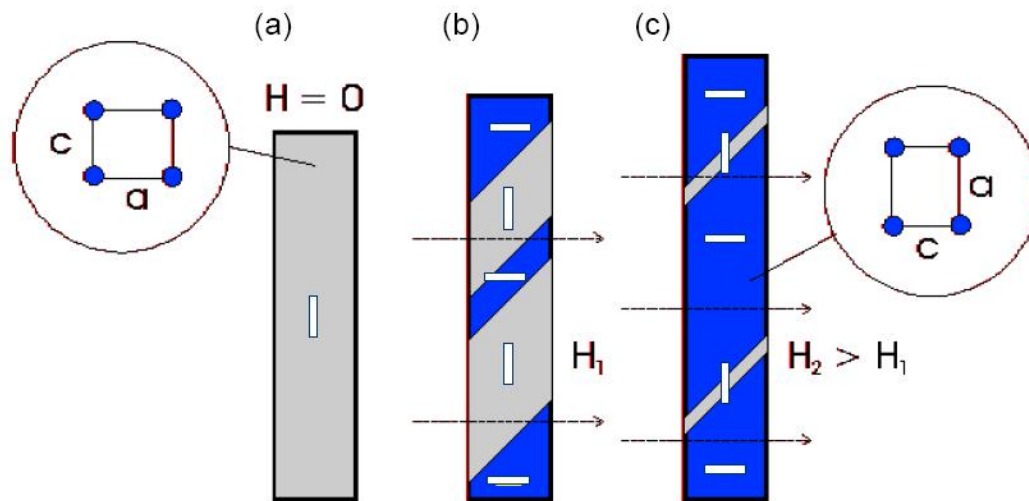


Abbildung 2.18: Schematische Darstellung des magnetischen Formgedächtniseffektes. Kleine helle Balken symbolisieren die Richtung der kristallographischen c -Achsen, die mit den leichten magnetischen Richtungen zusammenfallen und kürzer als die a -Achsen sind. Die durch Zwillingsgrenzen getrennten Varianten (Bereiche unterschiedlicher Kristallorientierung) sind blau bzw. grau gekennzeichnet.

(a): Nach der Anwendung eines äußeren, vertikalen Druckes ohne äußeres Magnetfeld richtet sich die kürzere c -Achse nach oben aus und der Kristall zeigt die kleinstmögliche Ausdehnung in diese Richtung.

(b): Legt man ein horizontales Magnetfeld H_1 an, so wird die horizontale Ausrichtung der leichten magnetischen Achse energetisch begünstigt. Durch Verschiebung beweglicher Zwillingsgrenzen können deshalb die blau gekennzeichneten Varianten auf Kosten der grau gekennzeichneten wachsen.

(c): Im Bereich des Schaltfeldes H_2 sind fast nur noch die blau gekennzeichneten Varianten vorhanden, bei denen die längere a -Achse vertikal ausgerichtet ist. Damit ist die maximale Dehnung erreicht (aus [TEL02,SCH04]).

Der magnetische Formgedächtniseffekt (MSM-Effekt) tritt in der ferromagnetischen martensitischen Phase auf. Bei Ni_2MnGa hat die martensitische Tieftemperaturphase eine trigonale Symmetrie mit der leichten Magnetisierungsrichtung in Richtung der kürzeren c -Achse. Wird nun senkrecht dazu ein Magnetfeld (bis zu 1 T) angelegt so kommt es zu einer Änderung der Kristallorientierung, da dieser Vorgang energetisch günstig ist. Dabei zeigt die magnetisch leichte Richtung in Richtung des Magnetfeldes. In Abbildung 2.18 ist dieser Effekt an einem Einkristall schematisch dargestellt.

Im Ausgangszustand (s. Abb. 2.18 (a)) wird durch einen uniaxialen Druck die Ausrichtung der kürzeren c -Achsen in Richtung der äußeren Kraft bevorzugt. Durch das Anlegen eines externen Magnetfeldes senkrecht hierzu wird die Ausrichtung der leichten magnetischen Achse in Richtung des Magnetfeldes bevorzugt (siehe (b)). Fällt die leichte magnetische Achse mit der kürzeren c -Achse zusammen, so ändert sich von (a) nach (c) mit der Kristallorientierung auch die äußere Form. Um diese makroskopische Längenänderung durch ein externes Magnetfeld zu erreichen, müssen beide Varianten (Kristallorientierung) durch eine leicht bewegliche Zwillingsgrenze verbunden sein. In den Ausgangszustand kommt man durch ein um 90° gedrehtes Magnetfeld oder durch mechanische Vorspannungen zurück.

2.3.5 Phasendiagramm

Der magnetische Formgedächtniseffekt ist bekannt unter Pseudoelastizität bzw. Superelastizität. Bei dieser Umwandlung ergibt sich eine Spannungs-Dehnungs-Hysterese (s. Abb. 2.19).

Wird das Material belastet, so kommt es zuerst zu dem bekannten elastischen Bereich, dem Hookeschen-Bereich ($\sigma \sim \epsilon$), wie beim „normalen“ σ - ϵ -Diagramm (s. Abb. 2.6). An dem Punkt σ_{Ms} , an dem die plastische Verformung anfängt, beginnt die Umwandlung des Austenits in den Martensit. Die Zwillingsgrenzen klappen sich soweit um, bis man bei σ_{Mf} den vollständigen Martensit vorfindet. Bei diesem Martensit würde bei normaler Belastung eines Werkstoffes der Bruch eintreten. Ni_2MnGa verformt sich jedoch ohne Bruch weiter. Bei Entlastung, d.h. beim Herabsetzen der Dehnung, verformt es sich elastisch zurück bis bei σ_{As} die Transformation zum Austenit beginnt und letztendlich bei σ_{Af} wieder seine alte Form besitzt. Dabei erreicht man eine Längenänderung von bis zu 10% ohne bleibende Verformung.

Die Größe der Auslenkung ist jedoch von der Stöchiometrie des Einkristalls abhängig. Hat man sogenannte Überstrukturen, wie 5M und 7M, kann es zu einer Auslenkung von 5% bzw. 10% kommen. 5M bzw. 7M besitzen eine fünfzählige bzw. siebenzählige Überstruktur. Bei der hier verwendeten Legierung kommt es maximal zu einer Auslenkung von 5% [DIR06].

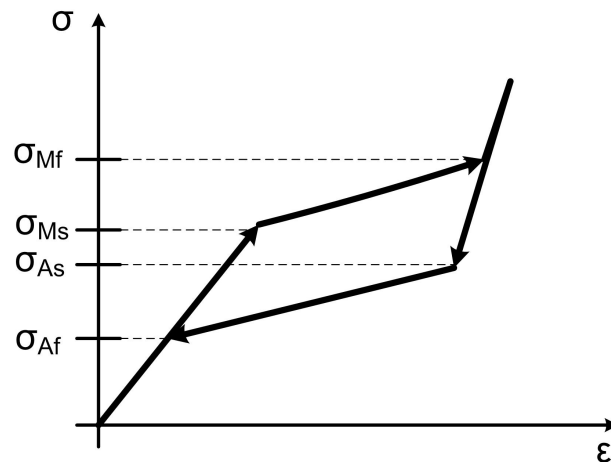


Abbildung 2.19: Spannungs-Dehnungs-Hysterese mit der Phasenumwandlung. Pseudoelastizität spiegelt den Effekt des MSM-Effektes wider. Zu Beginn durchläuft die Legierung als kubischer Austenit einen linearen Bereich, der dem Hookeschen Bereich entspricht. Bei σ_{Ms} , an dem die plastische Verformung anfängt, kommt es zur Umwandlung vom Austenit in den Martensit. Die Zwillingsgrenzen haben sich soweit umgeklappt bis man bei σ_{Mf} den vollständigen Martensit als tetragonal raumzentriertes Gitter vorfindet. Nun ist der Bereich vorhanden, an dem bei normalen Materialien der Bruch eintritt. Ni_2MnGa verformt sich jedoch ohne Bruch weiter. Bei Entlastung der Dehnung geht es elastisch zurück bis bei σ_{As} die Transformation zum Austenit beginnt und letztendlich bei σ_{Af} wieder seine alte Form besitzt.

2.3.6 Die Martensitische Umwandlung

Zwillingsbildung

Der Austenit, die Hochtemperaturphase eines Kristalls, hat als Kristallsystem ein kubisch flächenzentriertes Gitter (fcc-Gitter). Die Auffüllung einer Einheitszelle (s. Abb. 2.20) erfolgt durch die dichteste Kugelpackung entweder hexagonal oder flächenzentriert. In der (111)-Netzebene eines fcc-Gitters, wo die Atome als flächenzentriert dichteste Kugelpackung angeordnet sind, ist eine ABCABC-Schichtfolge vorhanden. In der hexagonal dichtesten Kugelpackung (hcp) hingegen besteht das Gitter aus einer ABAB-Reihenfolge. In der Abbildung 2.21 ist eine solche (111)-Netzebene dargestellt. Auf der rechten Seite der eingezeichneten Versetzungslinie sind in der zweiten Schicht durch eine unvollständige Versetzung Atome aus der B-Position (grüne Kreise) in die C-Position (rote Kreise) überführt worden. Die darüberliegenden Schichten werden mitgenommen, so dass sich die ursprüngliche ABCABC-Folge in ACABCA abändert; im Bereich ACA tritt ein Stapelfehler auf. Die hier beschriebene unvollständige Versetzung wird als *Shockley-Partialversetzung* bezeichnet. In diesem Fall handelt es sich um eine Stufenversetzung. Es ist aber auch eine Schraubenversetzung oder eine Mischform möglich.

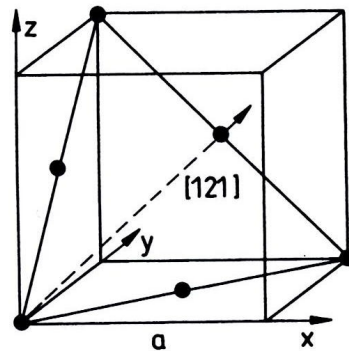


Abbildung 2.20: Die Einheitszelle eines fcc-Gitters. Die „Dreiecksfläche“ in der Zelle stellt die (111)-Netzebene mit Burgers-Vektor in [121]-Richtung dar [KOP04].

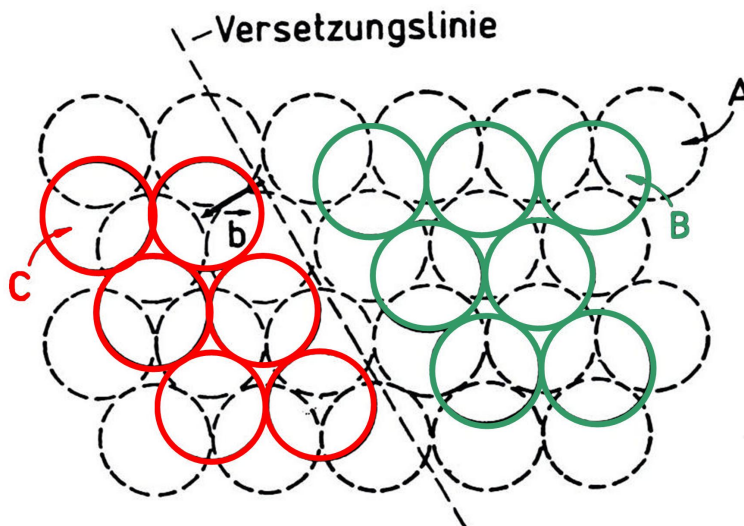


Abbildung 2.21: Die (111)-Netzebene eines kubisch flächenzentrierten Gitters. Das fcc-Gitter hat eine ABCABC-Reihenfolge. Durch eine Shockley-Partialversetzung werden die Atome aus der B-Position (grüne Kreise) in die C-Position (rote Kreise) überführt. Die darüberliegenden Schichten werden bei der Verschiebung mitgenommen, so dass sich die Schichtfolge in eine ACABCA-Folge abändert (nach [KOP04]).

Tritt in jeder von der aufeinanderfolgenden (111)-Netzebenen eine Shockley-Partialversetzung auf, so kommt es zur sogenannten *Zwillingsbildung*. Die Reihenfolge ABCABCA der (111)-Netzebene wird in ABCACBA-Reihenfolge überführt. Wie man in Abbildung 2.22 sieht, ist die verschobene Kristallhälfte das Spiegelbild des unverschobenen Teils. Die Kristallstruktur wird bei einer Zwillingsbildung nicht geändert.

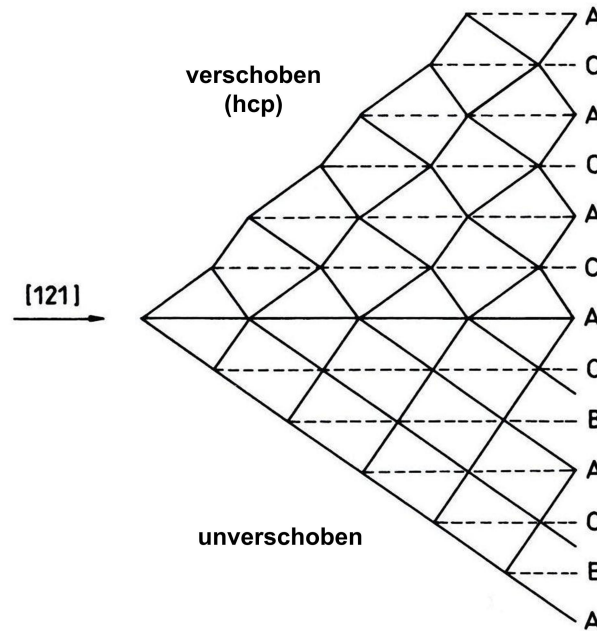


Abbildung 2.23: Die martensitische Umwandlung. Befindet sich in jeder zweiten (111)-Netzebene eine Shockley-Partialversetzung, so hat man einen Martensit. Dabei hat die verschobene Kristallhälfte eine hcp-Struktur (nach [KOP04]).

martensitischen Strukturen 5M und 7M wird dies durch weiche Phononen („shuffling“) erleichtert [ZEL96,HEC02]. Darüber hinaus muss das „Pinning“ der Zwillingsgrenzen an Defekten möglichst gering sein. Die leichte Verschiebbarkeit der Zwillingsgrenzen ist auch die Voraussetzung für die bekannte „Superelastizität“.

- Die Sättigungsmagnetisierung M_S muss hoch sein. Nach Murray et al. [MUR01] wird das magnetische Schwellenfeld H , das wenigstens nötig ist, um Zwillingsgrenzen zu verschieben, durch das Gleichgewicht zwischen der mechanischen Energiedichte (bestimmt durch die äussere Spannung σ) und der magnetischen Energiedichte (bestimmt durch die Sättigungsmagnetisierung M_S) gegeben:

$$\sigma \epsilon_0 = M_S H \quad (2.8)$$

Eine hohe Sättigungsmagnetisierung erlaubt daher niedrigere Schaltfelder und höhere Kräfte.

- Die Kristallanisotropie K muss groß sein. Für das Auftreten des MSM-Effektes muss der konkurrierende Prozess, das Herausdrehen der Magnetisierung aus der leichten Achse, möglichst schwer werden. Die mechanische Arbeit, die zur Bewegung einer Zwillingsgrenze notwendig ist, kann durch die maximale Dehnung ϵ_0 unter dem uni-

axialen Druck σ_{TW} , der notwendig ist, um Zwillinge ineinander umzuwandeln, abgeschätzt werden [SOZ02].

$$K > \epsilon_0 \sigma_{TW} \quad (2.9)$$

- Die maximal erreichbare Dehnung für tetragonale Systeme ist $\epsilon_0 = 1 - (c/a)$. Eine große Differenz der Gitterkonstanten im Martensit ist vorteilhaft.
- Der MSM-Effekt tritt bevorzugt in Einkristallen auf, da es zu den größten Dehnungen und geringsten Schaltfeldern führt. Defekte können die Bewegung der Zwillingsgrenzen behindern und damit das Schaltfeld erhöhen bzw. ein Schalten unmöglich machen. Daher sind polykristalline Proben nicht verwendbar, da sie durch die unterschiedlichen Orientierungen zu schnell ermüden.

2.3.8 Materialeigenschaften

In der Tabelle 2.1 sind einige Materialeigenschaften zum Vergleich zwischen der hier untersuchten Legierung Ni_2MnGa , den Piezokeramiken (wie z.B. MgO_2 und Quarz) und den thermischen Formgedächtnislegierungen (SMA, *engl. shape memory alloys*) (wie z.B. NiTi , CuZnAl) aufgezählt. Bei der Dehnung ist die MSM-Legierung klar im Vorteil mit bis zu 10% Längenänderung. Piezokeramiken haben eine sehr viel kleinere Auslenkung von 0,1% - 0,2%. Die SMA hingegen 4% - 8%.

Die Schaltfelder sehen folgendermaßen aus: bei Ni_2MnGa werden Magnetfelder von 0,5 - 1 T benötigt (im Vergleich dazu besitzt ein Festplattenmagnet 0,8 - 1 T); bei Piezokeramiken sind hohe elektrische Felder und bei den SMA hohe bzw. niedrige Temperaturen notwendig. Defekte, wie Korngrenzen und Ausscheidungen, können die Bewegung der Zwillingsgrenzen behindern und damit das Schaltfeld erhöhen bzw. ein Schalten unmöglich machen. Deshalb erreichen Einkristalle die größten Dehnungen und erfordern die geringsten Schaltfelder.

Die Effizienz ist das Verhältnis von geleisteter mechanischer Arbeit zu der gesamten aufgebrauchten (magnetischen und mechanischen) Arbeit. Bei einkristallinen Aktuatoren sollte die Effizienz bei etwa eins liegen, sodass die magnetische Energie fast vollständig in mechanische Arbeit umgesetzt werden kann. Bisher wurden Kopplungsfaktoren von 0,75 erreicht. Vergleichbar dazu sind die Faktoren bei Piezokeramiken von 0,7 - 0,75.

Die Schaltzeiten betragen bei Ni_2MnGa $620 \mu\text{s}$, bei SMA $\gg 620 \mu\text{s}$ während sie bei Piezokeramiken im ms-Bereich liegen. Bei den thermischen SMA sind die Zeiten durch die Umwandlungsgeschwindigkeit durch Wärmeleitung begrenzt [SCH04].

Die Nachteile dieser Heusler-Legierungen sind unter anderem die Beschaffung, da sie derzeit in Europa nur in Finnland hergestellt werden. Außerdem wurde bisher die Dauerfestigkeit des Materials als Aktuator nur ohne Last getestet [TEL02].

2.3.9 Anwendungen der MSMA's

MSM-Legierungen erlauben einen einfachen elektromechanischen Aufbau ohne Verschleißkomponenten und benötigen im Vergleich zu Piezokeramiken geringe elektrische Spannungen.

Tabelle 2.1: Vergleich der Materialeigenschaften von Ni_2MnGa , Piezokeramiken (z.B. MgO_2) und SMA (z.B. NiTi , CuZnAl).

	Ni_2MnGa	Piezokeramiken (z.B. MgO_2)	SMA (z.B. NiTi , CuZnAl)
Dehnung	10%	0,1 - 0,2%	4 - 8%
Schaltfelder	Magnetfelder 0,5 bis 1 T	hohe E-Felder ($\approx 100 \text{ V/mm}^2$)	
Effizienz	0,75	0,7 - 0,75	
Schaltzeiten	620 μs	einige ms	$\gg 620 \mu\text{s}$
Nachteile	- Beschaffung - Dauerbetrieb ohne Last	- kleine Auslenkung - hohe Felder	Temperatur

gen. Aufgrund der spezifischen Eigenschaften der Legierungen sind sie in mehreren Einsatzbereichen, wie bei der Entwicklung von Aktuatoren und Sensoren, einsatzfähig.

Maschinen, die auf MSM-Materialien basieren können einfach kontrolliert werden, sowie im Vergleich zu den schon existierenden Konstruktionen sehr vereinfacht, leichter und kleiner gemacht werden. So werden elektronische Maschinen einfacher, indem ein Stück von dieser Legierung „die Rolle der Maschine“ übernehmen kann.

Im Bereich der Fertigungsautomatisierung können sie vielseitig eingesetzt werden. Bisher wird der Elektromotor für pneumatische und hydraulische Antriebe verwendet. Er besitzt einen komplexen Aufbau und ein schlechtes Arbeitsvermögen. Pneumatische und hydraulische Aktuatoren erreichen zwar eine deutlich höhere Leistungsdichte, sind aber in ihrer Dynamik sehr eingeschränkt und erfordern aufwändige Regelungskonzepte. Eine bessere Methode wäre das Einsetzen von magnetischen Formgedächtnislegierungen. Sie ermöglichen bei kleinen Stellwegen und moderaten Kräften eine feinfühlig geregelte Kraft oder einen sehr genau einstellbaren Weg. Außerdem haben sie die benötigte Dynamik für kraftgeregelte Greifer [SCH04].

In der Medizintechnik sollen sie für inkorporierte Sonden oder mikrochirurgische Geräte eingesetzt werden. Durch den kompakten, robusten Aufbau werden neue Werkzeuge oder Implantate für Anwendungen in der minimalinvasiven Chirurgie möglich [SCH04].

Mit MSM-Legierungen können Mikroaktuatoren aus wenigen Komponenten gebaut werden, die dadurch ein hohes Miniaturisierungspotential besitzen. So konnte ein neuer Aufbau entwickelt werden, der durch die gleichzeitige Nutzung entgegengesetzt gerichteter ferromagnetischer Kräfte und vom Formgedächtniseffekt hervorgerufener Kräfte zwei aktive Bewegungsrichtungen besitzt und trotzdem aus nur einem Bauteil besteht [KOH04a,SCH04]. Durch die kleine Baugröße und somit geringere Wirbelstromverluste ist der dynamisch nutzbare Frequenzbereich noch größer als bei massiven Bauteilen. Solche Aktuatoren können zur Ventilsteuerung eingesetzt werden. Mit MSM-Legierungen kann durch ein Magnetfeld bei kleiner Baugröße ein großer Ventilhub und kontaktloser Antrieb realisiert werden. Erste Mikroventile auf der Grundlage von NiMnGa -Dünnschichten sind kürzlich entwickelt worden [KOH04b,SCH04].

Auch im Bereich der Mikrosensorik sind die MSM-Legierungen präsent. Es können komplexe, intelligente Mikrosysteme mit wenigen Komponenten verwirklicht werden, indem dünne Schichten aus magnetischen Formgedächtnislegierungen gleichzeitig als Aktuatoren und Sensoren eingesetzt werden [SCH04].

Letztendlich ist die Anpassung des Aktuatoraufbaus an die speziellen Werkstoffkennlinien sowie die Entwicklung von Konzepten für eine verlustarme Einkopplung der Ansteuerenergie in den Aktuatorwerkstoff notwendig, um den großen Wirkungsgrad und die hohe Grenzfrequenz praktisch nutzbar zu machen. Ein Lösungsansatz z.B. bei hoher Kennliniensteilheit ist es, den Aktuator aus mehreren individuell ansteuerbaren Subaktuatoren aus MSM-Legierungen aufzubauen, die seriell in Wirkrichtung angeordnet sind. Auch sollten zur Vermeidung von Wirbelstromverlusten Aktuatoraufbauten unter Verwendung von dünnen, polykristallinen Drähten oder Blechen aus MSM-Legierungen entwickelt werden [SCH04].

2.4 Positronen im Festkörper

Positronen sind die Antiteilchen der Elektronen, mit denen sie bis auf die elektrische Ladung in allen Eigenschaften übereinstimmen. Ihre Existenz wurde zunächst nur theoretisch vorhergesagt und erst später experimentell bestätigt [DIR30,AND33].

Im Vakuum ist ein Positron stabil ($\tau_{\frac{1}{2}} > 2 \cdot 10^{21}$ Jahre [SCH88]). Im Festkörper jedoch zerstrahlt es mit einem Elektron innerhalb von 10^{-10} bis 10^{-9} s zu zwei γ -Quanten. Über die Analyse der Zerstrahlungsquanten erhält man Informationen über den Impuls des zerstrahlenden Elektrons und damit über die Defekte im Material. Diese Messmethoden besitzen eine hohe Empfindlichkeit von ca. 10^{-6} Leerstellen pro Atom und sind zerstörungsfrei [HAU79].

2.4.1 Positronquellen

Positronen entstehen beim radioaktiven β^+ -Zerfall neutronenarmer Kerne $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$, beim Zerfall positiver Myonen $\mu^+ \rightarrow e^+ + \bar{\nu}_\mu + \nu_e$ oder durch Paarbildung $\hbar\omega \rightarrow e^+ + e^-$. Aufgrund der Mobilität und einfachen Benutzung werden in der Materialforschung Positronen aus dem β^+ -Zerfall, wie bei ^{22}Na oder ^{68}Ge , als Fehlstellensonden verwendet.

Eine häufig genutzte Quelle ist das Isotop ^{22}Na , dessen Halbwertszeit $\tau_{\frac{1}{2}} = 2,6$ a beträgt (s. Abb. 2.24). Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) für Positronenmessungen verwendet, bei der ^{22}Na als Quelle genutzt wird. Für die Hochimpulsanalyse wird ^{68}Ge verwendet (s. Abb. 2.24). Es hat eine Halbwertszeit von 270 Tagen.

2.4.2 Thermalisierung und Positronendiffusion

Durch das Eindringen der Positronen in einen Festkörper kommt es zu einem Energieverlust. Die Positronen verlieren dabei innerhalb weniger Pikosekunden ihre gesamte kinetische Energie und werden auf die thermische Energie $E_{kin} = \frac{3}{2}k_B T$ des Festkörpers abgebremst

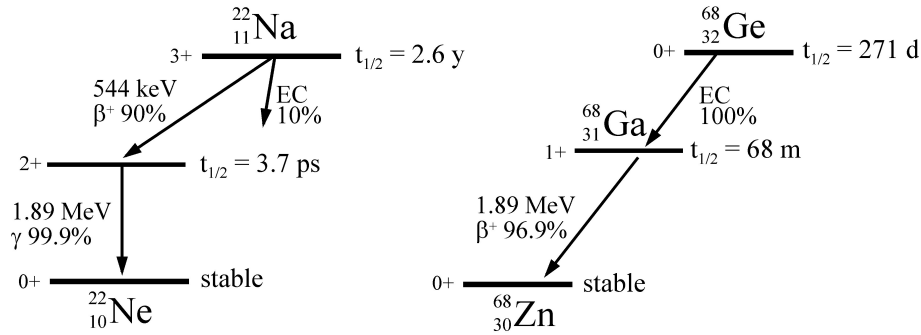


Abbildung 2.24: Zerfallsschemata von ^{22}Na und ^{68}Ge . ^{22}Na zerfällt in ^{22}Ne zu 90% durch β^+ -Zerfall und zu 10% durch Elektroneneinfang (EC). ^{68}Ge zerfällt zuerst zu 100% durch Elektroneneinfang in das ^{68}Ga und durch β^+ -Zerfall in das stabile ^{68}Zn .

[NIE80]. Bei Raumtemperatur beträgt diese ungefähr 0,04 eV. Der gesamte Prozess wird als Thermalisierung bezeichnet und findet in einem kleinen Bruchteil der Lebensdauer des Positrons statt. Die hochenergetischen Prozesse der Thermalisierung dauern ca. 0,1 ps und vollziehen sich in drei Schritten: Als Erstes gibt das Positron einen Teil seiner kinetischen Energie durch Streuung am Coulombfeld der Atome ab. Dabei wird es von einigen MeV auf einige 100 keV abgebremst. Im nächsten Schritt gibt das Positron Energie durch inelastische Stöße mit Rumpf-Elektronen ab, deren Atome dadurch ionisiert werden. Danach sinkt die Energie des Positrons auf einige eV ab, indem es weniger stark gebundene Elektronen anregt und so seine Energie abgibt.

Nach diesen hochenergetischen Prozesse dominieren nun die niederenergetischen Prozesse, wie die inelastische Streuung an Valenzelektronen mit Elektron-Loch-Paar-Bildung, Plasmonenanregung und die inelastische Streuung an Phononen. Dies findet bei Raumtemperatur in einem Zeitraum von ca. 3 ps statt [RIT59,PER70,NIE80].

Das Positron befindet sich nun im thermodynamischen Gleichgewicht mit dem Phononengas. Das bedeutet, dass das Positron nun eine kinetische Energie von $E_{kin} = \frac{3}{2}k_B T$ besitzt. Da die mittlere Lebensdauer des Positrons in Metallen 10^{-10} s beträgt, befindet sich mit üblicherweise verwendeten Quellstärken im Mittel immer nur ein Positron im Festkörper. Dies bedeutet, dass jedes Positron trotz seiner fermionischen Eigenschaften dazu in der Lage ist, den niedrigsten Energiezustand zu besetzen [BEL83,NIE80,EICH06].

Nach dem Prozess der Thermalisierung kann das Positron als freies Teilchen im Gitter diffundieren. Es bewegt sich dabei in einem sogenannten dreidimensionalen Random-Walk (s. Abb. 2.25).

Nach der Diffusion zerstrahlt das Positron mit einem Elektron. Dies geschieht entweder im Zwischengitter oder in einer Haftstelle. Die dabei auftretende typische Diffusionslänge L_+ wird durch die mittlere Lebensdauer τ_{e^+} folgendermaßen bestimmt:

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau_{e^+}} \quad (2.10)$$

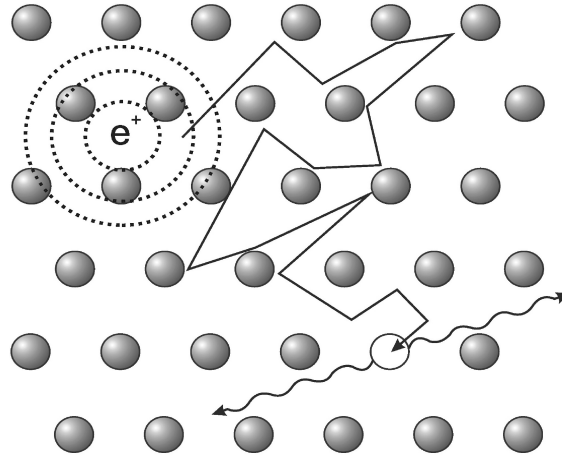


Abbildung 2.25: Schematische Darstellung des dreidim. Random-Walk eines Positrons in Metallen. Ein thermalisiertes Positron diffundiert im Festkörper, wird in der Leerstelle eingefangen und zerstrahlt nach etwa 300 nm mit einem Elektron (nach [WID99]).

Der Diffusionskoeffizient D_+ wird durch die mittlere freie Weglänge und die thermische Energie festgelegt [LEO93]. D_+ ist nur ungenau bekannt und liegt in vielen Materialien bei etwa $1 \text{ cm}^2/\text{s}$ [SL88]. Mit einer mittleren Lebensdauer von $\tau_{e^+} \approx 100\text{-}300 \text{ ps}$ ergibt sich eine Diffusionslänge von ca. $0,1 - 0,4 \text{ }\mu\text{m}$. Das Positron ist wegen seiner hohen Beweglichkeit und seiner Wechselwirkung mit Fehlstellen eine sensitive Sonde für Fehlstellen. Mit der Positronenspektroskopie kann man somit experimentell Punktdefekte nachweisen, die eine Konzentration von 10^{-7} bis 10^{-6} Defekte pro Atom haben.

2.4.3 Wechselwirkung mit Fehlstellen

Die Atomrümpfe besitzen dasselbe Vorzeichen der elektrischen Ladung wie die Positronen, und stellen somit ein repulsives Potential für die Positronen dar. Befindet sich auf dem Diffusionsweg eines Positrons ein Bereich geringerer Dichte der Atomrümpfe, so stellt dies ein attraktives Potential für die Positronen dar. Sind Positronen einmal in solch einem Potentialtopf gefangen, so können sie diesen bei Raumtemperatur nicht mehr verlassen. Dies liegt daran, dass ihre kinetische Energie von $E_{kin} \approx 0,04 \text{ eV}$ viel kleiner ist, als die Potentialtiefe von etwa 1 eV . Sie werden dort so lange verweilen, bis es zur Annihilation mit einem Elektron kommt [HÄK90].

Ob das Positron einen Defekt verlassen kann, ist abhängig von der Tiefe des Potentialtopfes dieses Defektes. Ist es für das Positron nach dem Einfang nicht mehr möglich, diese Haftstelle bei Raumtemperatur zu verlassen, wird diese Haftstelle als „tiefe Falle“ bezeichnet (s. Abb. 2.26).

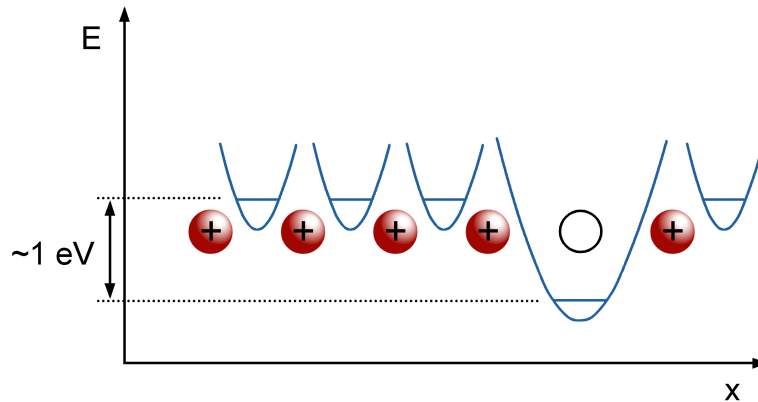


Abbildung 2.26: Potentialverlauf in der Nähe einer Leerstelle. Nach der Thermalisierung und der Diffusion kann das Positron in einer „tiefen Falle“, wie z.B. einer Leerstelle, gefangen werden. Dort bleibt es so lange, bis es zur Annihilation mit einem Elektron kommt (nach [WID99]).

Außer der „tiefen Falle“ gibt es noch eine andere Art von „Einfang“. Die „flache Falle“ wird durch viele Defekte, wie z.B. Versetzungen, erzeugt. Befindet sich das Positron in einer solchen Falle, so kann es diese innerhalb seiner Restlebensdauer wieder verlassen. Darüber hinaus haben diese flachen Fallen ggf. die Eigenschaft, den Positronen als Diffusionsweg in Richtung einer tiefen Falle zu dienen (s. Abb. 2.27) [MÜL06].

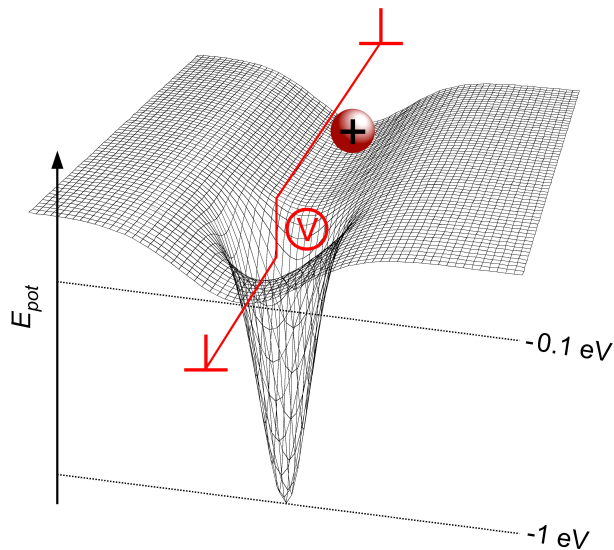


Abbildung 2.27: Potentialverlauf eines Sprungs in einer Stufenversetzung. Der einatomare Sprung entspricht einer Einzelleerstelle (V). Die Versetzungslinie stellt einen schnellen Diffusionsweg für das Positron dar und erhöht somit die Einfangrate in leerstellenartige Defekte (nach [WID99]).

In Legierungen werden Positronen durch Versetzungen, Einfachleerstellen, Leerstellen-Fremdatomkomplexe, kleine Leerstellenagglomerate (2 bis 50 Leerstellen), Mikroporen und Mikroblasen eingefangen, und zerstrahlen aus einem am Defekt lokalisierten Zustand. Damit sind diese Strukturdefekte mit Positronen nachweisbar. Das gleiche gilt für Korngrenzen, Grenzflächen und innere Oberflächen bei Korngrößen kleiner als $10\ \mu\text{m}$ bis in den Nanometerbereich hinein [HÜB95][STA99]. Bei größeren Körnern erreicht nur ein Teil der thermalisierten Positronen die Grenzfläche. Zusätzlich können in entmischten Legierungen Ausscheidungen als Positronenhaftstellen auftreten [ZAM02].

2.4.4 Die Annihilation

Bei der Annihilation von Positron und Elektron werden die Ruhemassen und die kinetischen Energien beider Teilchen als elektromagnetische Strahlung frei. Dieser Prozess erfolgt meistens unter der Abgabe zweier γ -Quanten, die aufgrund der Impulserhaltung in entgegengesetzte Richtungen emittiert werden. Die 1- γ - und 3- γ -Annihilation ist dagegen um den Faktor α bzw. α^3 unwahrscheinlicher ($\alpha =$ Feinstrukturkonstante).

Im Schwerpunktsystem annihilieren Positron und Elektron unter Aussendung von zwei γ -Quanten mit 511 keV in einem Winkel von 180° . Geht man über ins Laborsystem, so kommt es zu einer Dopplerverschiebung durch die Impulsanteile. Die Positronen besitzen aufgrund ihrer Thermalisierung einen sehr kleinen Impuls, so dass dieser gegenüber dem Elektronenimpuls zu vernachlässigen ist. Der Hauptanteil des Impulses wird somit durch das Elektron geliefert.

Zerlegt man den Impuls des Elektrons in einen longitudinalen und transversalen Anteil, so sorgt der longitudinale Anteil für eine Dopplerverbreiterung der 511 keV Annihilationslinie um $\Delta E = \pm \frac{1}{2} p_L c$, wobei p_L der Longitudinalimpuls des Elektrons und c die Lichtgeschwindigkeit ist.

Der Transversalimpuls führt zu einer Abweichung von der 180° Winkelkorrelation (s. Abb. 2.28) [DEB49].

2.4.5 Der S-Parameter

Die Energie der Elektronen von ca. 1 eV führt durch die Dopplerverbreiterung zu einer Energieverschiebung der γ -Quanten von ca. 1.5 keV. Diese kann mit einem Germaniumdetektor gemessen werden, da die Energieauflösung des verwendeten Detektors bei ca. 1,13 keV liegt. Die Energie der γ -Strahlung ist davon abhängig, mit welchem Elektron das Positron annihiliert. Es kann entweder mit schnellen kernnahen oder langsamen Valenzelektronen zerstrahlen. Befindet sich das Positron im Zwischengitter, zerstrahlt es überwiegend mit einem kernnahen Elektron. Ist es in einer Leerstelle gefangen, annihiliert es hingegen bevorzugt mit einem Valenzelektron. Damit ist die Wahrscheinlichkeit für das Positron mit einem kernnahen Elektron zu annihilieren, im Zwischengitter um ein Vielfaches größer als in der Leerstelle.

Diese Sensitivität des Positrons für seine Umgebung wird zur Untersuchung der Kristallstruktur ausgenutzt. Die dabei auftretende Dopplerverbreiterung ist ein Maß für die Leer-

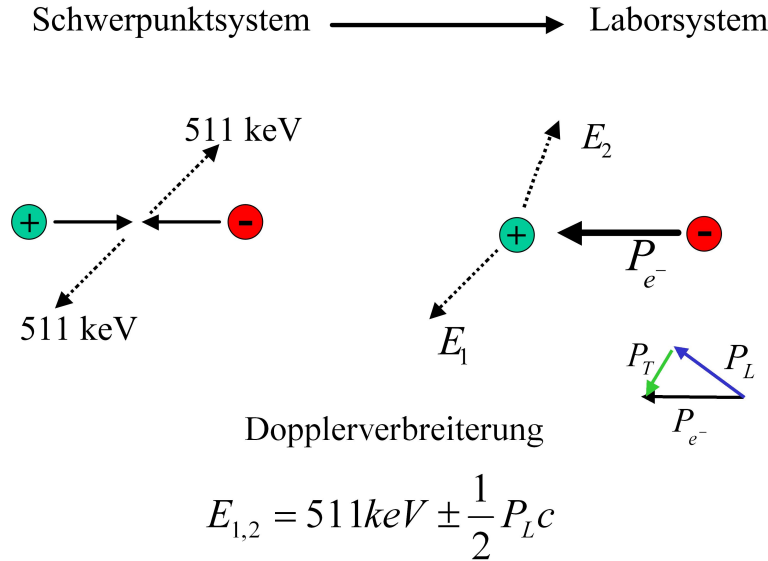


Abbildung 2.28: Impulsbetrachtung. Im Laborsystem liefert das Elektron den Hauptanteil des Impulses. Der Longitudinalimpuls des Elektrons sorgt für die von uns untersuchte Dopplerverbreiterung des Photopeaks, während der Transversalimpuls für eine Störung der Winkelkorrelation verantwortlich ist (nach [MÜL05]).

stellendichte. Um diese zu beschreiben werden zwei Linienformparameter verwendet, der sogenannte *S-Parameter* (shape-Parameter) und der *W-Parameter* (wing) (siehe Abb. 2.29). Der S-Parameter wird aus dem Verhältnis der Zählraten in der Mitte des Peaks (A_S in Abb. 2.29) und der Gesamtzählrate im Peak bestimmt, und beschreibt anschaulich die Änderung der Dopplerkurve. Für eine Metallprobe bedeutet dies, dass der S-Parameter mit erhöhter Fehlstellendichte ansteigt. Der S-Parameter ist folgendermaßen definiert:

$$S = \frac{\int_{E_0-\delta E}^{E_0+\delta E} N(E) dE}{\int_{E_{min}}^{E_{max}} N(E) dE} \quad (2.11)$$

wobei E_0 die Energie der Peakmitte (511 keV) und δE die halbe Breite der für die S-Parameter-Definition benutzten Fläche ist. Diese Flächenbreite symmetrisch um die Peakmitte ist zunächst willkürlich. Um die Vergleichbarkeit von Messdaten zu erhöhen, wird sie so definiert, dass der S-Parameter bei ausgeheiltem (unverformtem) Material (bulk) ca. 0,5 beträgt. S_{bulk} wird dann als Referenz für die weiteren Messungen benutzt. Teilt man dann den gemessenen S-Parameter S_{mess} einer belasteten Probe durch den Referenzwert der ausgeheilten Probe, erhält man den relativen S-Parameter S_{rel} .

$$S_{rel} = \frac{S_{mess}}{S_{bulk}} \quad (2.12)$$

Ein weiterer Formparameter des Annihilationspeaks ist der W-Parameter, der als Verhält-

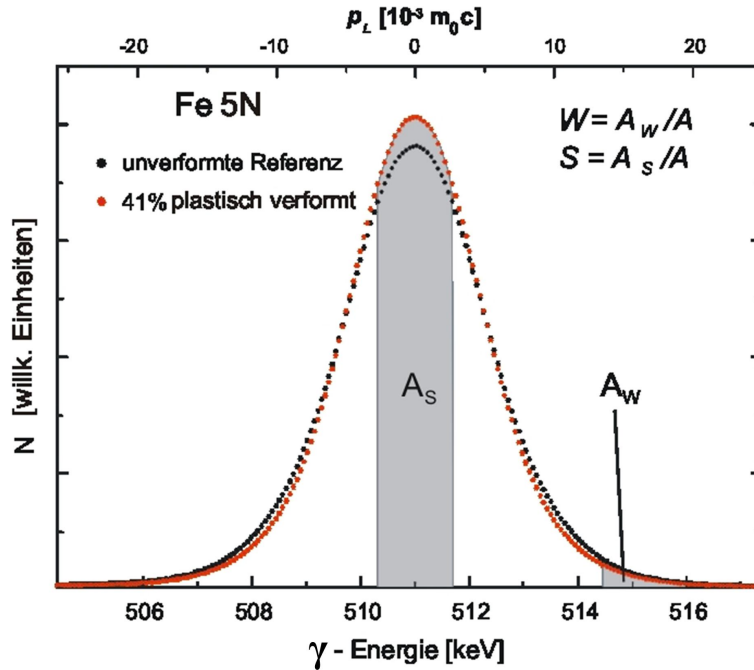


Abbildung 2.29: Dopplerspektrum zur S- und W-Parameter-Definition am Beispiel von verformtem und unverformtem reinem Eisen. Der S-Parameter beschreibt die Dopplerverbreiterung des 511 keV-Photopeaks. Gezeigt wird es hier am Beispiel einer plastisch verformten Eisenprobe (rote Kurve) und einer unverformten Referenzprobe (schwarze Kurve). Die rote Kurve hat einen schmaleren und damit höheren Peak, da mehr Positronen mit Valenzelektronen in Leerstellen annihiliert sind und die Dopplerverbreiterung damit kleiner ist. Das Gesamtintegral beider Kurven ist auf eins normiert. Der W-Parameter ist das Verhältnis zwischen der Zählrate im Randbereich zur Gesamtzählrate [HAA03].

nis der Zählraten im Randbereich des Peaks A_W zur Gesamtzählrate definiert ist (A_W in Abb. 2.29). Er beschreibt den Anteil der Zerstrahlungen mit kernnahen Elektronen und ist damit sehr sensitiv für die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes [MÜL06]. Wie auch beim S-Parameter, wird der W-Parameter auf einen Referenzwert normiert:

$$W_{rel} = \frac{W_{mess}}{W_{bulk}}. \quad (2.13)$$

2.4.6 Hochimpulsanalyse

Die Impulsverteilung der Positronenannihilation bei hohen Impulsen, d.h. großer Dopplerverschiebung ΔE , enthält spezifische Informationen zur chemischen Umgebung des Annihilationsortes [ASO96][ALA95][ALA96][ALA98]. Rumpfelektronen behalten unabhängig vom Bindungszustand des Atoms ihre Eigenschaften (Fermiflächen) bei, so dass ihre Impulse spezifisch für die Atomsorte sind.

Ist das Positron in einem Defekt eingefangen, erfolgt der Überlapp der Positronenwellen-

funktion hauptsächlich mit der Wellenfunktion der Elektronen benachbarter Atome. In Verbindungshalbleitern können damit Leerstellen in verschiedenen Untergittern [ALA95] [LAI96] oder Fremdatom-Leerstellen-Komplexe identifiziert werden [ALA95][GEB99].

Die Voraussetzung für die Auswertung des Hochimpulsanteils sind Spektren mit einem sehr geringen Untergrund. Bei den Messungen mit ^{68}Ge im „Positronen-Topf“ (Kapitel 3.3) ist dies gegeben, da ^{68}Ge keine höherenergetischen γ -Quanten ausstrahlt, das Compton-Untergrund unter den 511 keV Photopeak erzeugt.

Zur Analyse des Hochimpulsanteils wird zunächst der Untergrund durch eine Faltung der Kleinwinkelstreuung mit der Geräteauflösung berechnet und von den Spektren subtrahiert (s. Abb. 2.30 links, am Beispiel von Nickel). Der Untergrund besteht dabei aus folgenden drei Teilen: Der Hauptanteil ist eine glatte Stufe, aufgrund der Kleinwinkelstreuung (in Abb. 2.30 als „Compton-Stufe“ bezeichnet). Der niedrige Energieschweif, wie auch der Hochenergieschweif stellen eine Exponentialfunktion dar (in Abb. 2.30 als „Pile-Up“ bzw. „Unvollständiger Ladungsnachweis“ bezeichnet).

Die Energiekalibrierung der Kanäle erfolgt durch eine Bestimmung der Peaks, die bei 478 keV bzw. 511 keV liegen. Anschließend findet eine Normierung statt, indem die Spektren auf die gleiche Fläche normiert werden. Um Aussagen über Defekttypen oder auch Legierungselemente machen zu können, wird die Impulsverteilung auf eine Referenzprobe bezogen. In dieser Arbeit werden die Impulsverteilungen auf undeformiertes Nickel (99,997 %, Ni) bezogen, da die magnetische Legierung aus 49,6% Nickel besteht, außerdem aus 28,4% Mangan und 22% Gallium.

Details zur Auswertung der Hochimpulsanalyse sind in [HAA05,HAA06b] beschrieben.

2.4.7 Lebensdauerermessung

Bei der Positronen-Lebensdauerspektroskopie wird die Zeitdifferenz zwischen Erzeugung des Positrons und seiner Zerstrahlung mit einem Elektron im Festkörper gemessen. Bei Verwendung der ^{22}Na -Quelle wird das 1275 keV γ -Quant als Startimpuls genutzt. Der Stopimpuls ist dann eines der 511 keV γ -Quanten aus der Annihilation. Das Meßprinzip ist die Fast-Slow-Koinzidenz, bei der innerhalb eines bestimmten Zeitfensters jeweils ein Start- und ein Stop-Quant der passenden Energie detektiert werden muss. Die Lebensdauer ist eine Funktion der Elektronendichte am Zerstrahlungsort und somit unterschiedlich für verschiedene Fehlstellentypen sowie das ungestörte Gitter (bulk) [WES73,KR99].

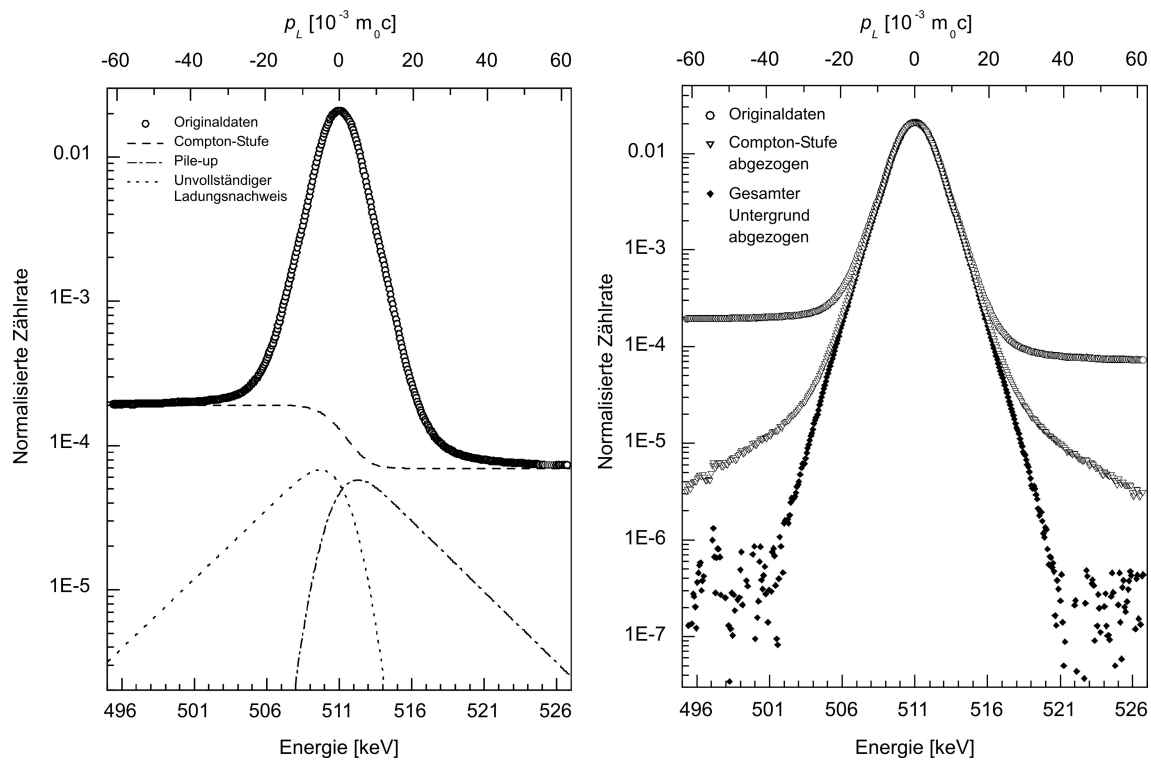


Abbildung 2.30: Links: Annihilationspeak gemessen in hochreinem Nickel mit einer ^{68}Ge -Quelle. Das Diagramm zeigt die drei Komponenten für die Untergrundberechnungen: „Compton-Stufe“, „Pile-Up“ und „Unvollständiger Ladungsnachweis“. Rechts: Das gleiche Spektren wie links nachdem der Untergrund abgezogen wurde. Schritt 1 (offene Dreiecke): Daten nach der Subtraktion der Stufenfunktion. Schritt 2 (gefüllte Rauten): Daten nach der Subtraktion des gesamten Untergrundes. An der oberen Abszisse ist der Elektronenimpuls in Einheiten von $10^{-3} m_0 c$ angegeben [HAA06b].

Kapitel 3

Die Messapparaturen

3.1 Die Bonner Positronenmikrosonde

Die Bonner Positronenmikrosonde (BPM) ist eine Kombination eines Raster-Elektronen-Mikroskopes (REM) und einer Positronenquelle mit kleinem Phasenraum. Beide Quellen befinden sich auf den gegenüberliegenden Seiten eines magnetischen Prismas (s. Abb. 3.1).

Die aus der Öffnung des Moderators austretenden Positronen werden von einem Zwischenpotential abgesaugt und von einer auf Erdpotential liegenden Elektrode auf 30 keV beschleunigt. Die ^{22}Na -Quelle und der Moderator liegen dabei auf dem Beschleunigungspotential. Die Kondensorlinse fokussiert den Positronenstrahl in die Eingangsebene des Prismas und verkleinert den Strahl lateral. Betragsmäßig besitzen Positronen und Elektronen die gleiche spezifische Ladung $\frac{q}{m}$ und Masse, unterscheiden sich aber im Vorzeichen der Ladung. Somit werden beide Strahlen aus entgegengesetzter Richtung kommend durch dasselbe Feld im Prisma um 90° nach unten in die Eingangsebene der REM-Säule abgebildet.

Die weitere Strahlverkleinerung und Fokussierung übernehmen das Kondensorzoom und die Objektivlinse der REM-Säule. Der Strahldurchmesser auf der Probe läßt sich zwischen $5\ \mu\text{m}$ und $200\ \mu\text{m}$ einstellen. Die Probe befindet sich unterhalb des Objektivs in einer Vakuum-Kammer auf einem automatisierten zwei-Achsen-Motortisch mit einer Genauigkeit von $\Delta x = \Delta y = 1\ \mu\text{m}$. Das Energiespektrum der Annihilationsstrahlung wird mit einem Ge-Detektor in 10 mm Abstand unterhalb der Probe aufgenommen. Der Detektor deckt einen Raumwinkel von $\Omega = 0,31 \cdot 4\pi$ ab. Mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit des Ge-Detektors von etwa 0,35 bei 511 keV ergibt sich eine Gesamtnachweiswahrscheinlichkeit von 0,11 für γ -Quanten aus dem Photopeak. Das heißt etwa jedes neunte Positron, das in der Probe annihiliert, steht zur Messung zur Verfügung [HAA97,HAA03].

Im Elektronenbetrieb wird der Elektronenstrahl mittels im Objektiv befindlicher Scanspulen über die Probe gerastert. Dabei wird eine Ortsauflösung von 12 nm erreicht. Zur

Vermeidung von Linsenfehlern höherer Ordnung wird im Positronenbetrieb nicht gerastert, stattdessen wird die Probe mit dem Motortisch unter dem Strahl bewegt. Damit werden ebenfalls Abweichungen in der Strahlposition durch den bezüglich des Elektrons entgegengesetzten Drehsinn der Positronen im magnetischen Feld der Linsen vermieden. Zur Aufnahme von REM-Bildern stehen ein Sekundär-Elektronen-Detektor und ein Rückstreu-Detektor zur Verfügung [HAA03].

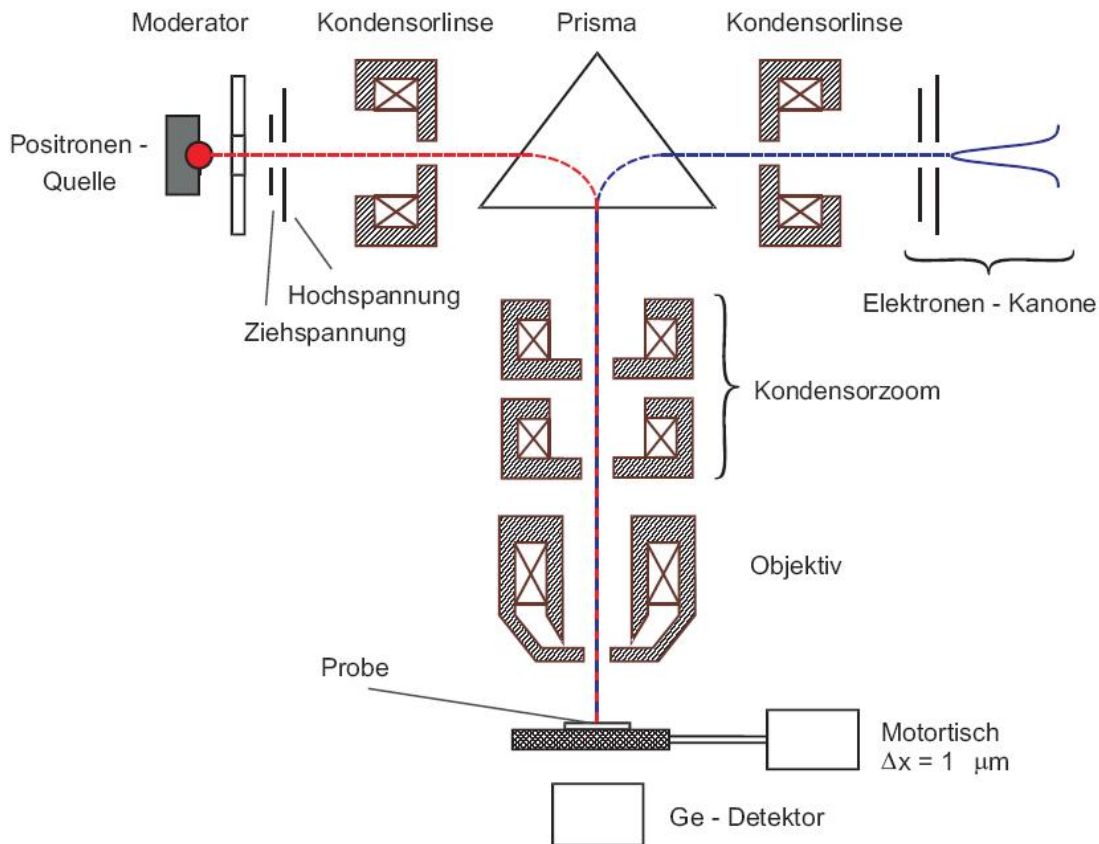


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau der Bonner Positronenmikrosonde (BPM). Sie ist eine Kombination aus einer Positronenquelle und einer Elektronenkanone. Positronen- und Elektronenstrahl werden durch Kondensorlinsen auf die Eingangsebene eines symmetrischen magnetischen Prismas projiziert und von demselben magnetischen Feld in die REM-Säule eingelenkt. Durch den darin enthaltenen Kondensorzooom und Objektivlinse wird der Strahl auf die Probe, die sich auf dem zwei-Achsen-Motortisch befindet, fokussiert. Die Annihilationsstrahlung wird dabei durch einen ca. 10 mm unter der Probe positionierten Germanium-Detektor gemessen [HAA03].

3.2 Die Positronen-Lebensdauerermessung

Sandwich-Geometrie

Bei der Positronen-Lebensdauerermessung befinden sich die Quelle und die Probe in der sogenannten Sandwich-Geometrie (s. Abb. 3.2).

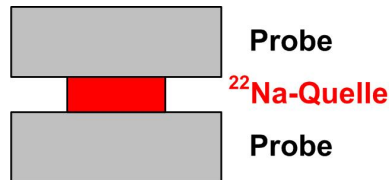


Abbildung 3.2: Die Sandwich-Geometrie. Die von $3\ \mu\text{m}$ dicker Alu-Folie umschlossene ^{22}Na -Quelle befindet sich zwischen zwei identischen Proben. Zur Fixierung werden die Proben mit samt Quelle in Haushalts-Aluminium-Folie gewickelt.

Dabei befindet sich die ^{22}Na -Quelle zwischen zwei identischen Proben. Das $1275\ \text{keV}$ γ -Quant des ^{22}Na -Isotops wird als Start-Quant genutzt. Das Stop-Quant ist das Annihilationsquant mit der Energie von $511\ \text{keV}$. Das Start-Quant wird $3,7\ \text{ps}$ nach dem Positron emittiert. Diese Zeitspanne kann vernachlässigt werden, da sie ungefähr der Zeitspanne der Thermalisation entspricht.

Die ^{22}Na -Quelle ist von einer $3\ \mu\text{m}$ dicken Aluminiumfolie umschlossen. Die Aktivität befindet sich auf einer ungefähr Stecknadelkopf großen Fläche. Die Maße der Aluminiumfolie betragen $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$.

Das Prinzip der Messung ist die Fast-Slow-Koinzidenz (s. Abb. 3.3), bei der innerhalb eines bestimmten Zeitfensters jeweils ein Start- und ein Stop-Quant der passenden Energie detektiert werden muss. Das aus der ^{22}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 Stop-Quants entspricht der Positronenlebensdauer.

Messprinzip

Die Positronen-Lebensdauerermessung basiert auf der Fast-Slow-Koinzidenz. Das Schaltbild ist in Abbildung 3.3 dargestellt.

Die bei der Elektron-Positron-Vernichtung auftretenden Annihilationsquanten erzeugen im BaF_2 -Szintillator Lichtblitze, die im Photomultiplier (PM) elektrische Impulse erzeugen. Die elektrischen Impulse sind dabei proportional zur Energie des Quants. Um im Fast-Kreis eine gute Zeitauflösung zu erreichen, werden die Signale an einer der letzten

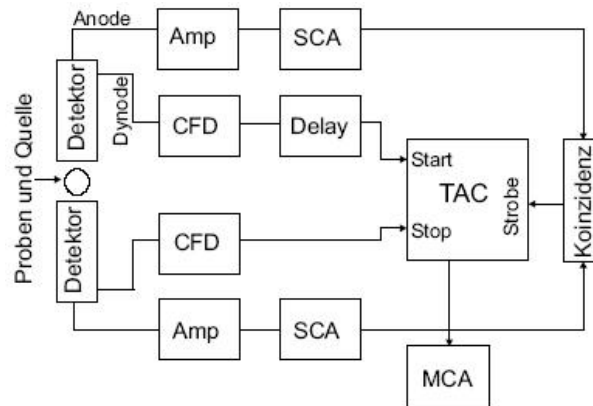


Abbildung 3.3: Der schematische Positronen-Lebensdauer-Schaltkreis. Der Fast-Kreis besteht aus den Constant-Fraction-Diskriminatoren (CFD) und einem Delay. Der Slow-Kreis zur Energieselektion besteht aus Verstärkern (Amp), Single-Channel-Analysern (SCA) und einer Koinzidenzeinheit, deren Ausgangssignal 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-Analyser (MCA), der die Zählereignisse in entsprechende Kanäle einordnet und speichert (Abb. aus [NEG04]).

Dynode ausgekoppelt. Damit erreicht man eine steile Anstiegsflanke der Spannungspulse. Im Constant-Fraction-Diskriminator (CFD) lösen die Pulse einen Rechteckpuls aus. Nach einem Startsignal lädt sich im Time-Amplitude-Converter (TAC) ein Kondensator auf. Wird innerhalb eines vorgegebenen Zeitfensters ein Stoppsignal registriert, wird die Aufladung unterbrochen und ein Ausgangssignal proportional zur Kondensatorladung zum Multi-Channel-Analyser (MCA) geleitet. 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 ^{22}Na -Quelle durchgeführt wurden, muss bei dem Start-SCA die Amplitude oberhalb von 511 keV liegen, um ein Ausgangssignal des SCAs zu erhalten; bei dem Stop-SCA muss die Amplitude des Annihilationssignals unterhalb 511 keV liegen. Die SCA-Signale werden auf eine Koinzidenzeinheit geschaltet. Sind die Signale koinzident innerhalb des gewählten Fensters, so geht ein Ausgangssignal auf den Strobe-Eingang des TAC. Hierbei ist die Zeitaufösung des Spektrometers abhängig von der gewählten Fensterbreite. Diese Fensterbreite stellt somit einen Kompromiss zwischen Zeitaufösung und Zählrate dar. Der TAC gibt ein Spannungssignal entsprechend der gemessenen Zeitdifferenz Δt 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. 22°C, um den Einfluss der Umgebungstemperatur gering zu halten [NEG04]. Einen detaillierten Überblick über die Verwendung der Elektronik findet man in [SME83].

3.3 Der „Positronen-Topf“

Die Messung der Hochimpulsanalyse wurden im „Positronen-Topf“ durchgeführt, bei dem es sich um einen Vakuumrezipienten mit einem Durchmesser von 40 cm und einer Höhe von 25 cm handelt (s. Abb. 3.4). In dem Topf werden die Proben in der Mitte des Bodens platziert. Die Positronenquelle kann direkt auf die Probe gelegt werden.

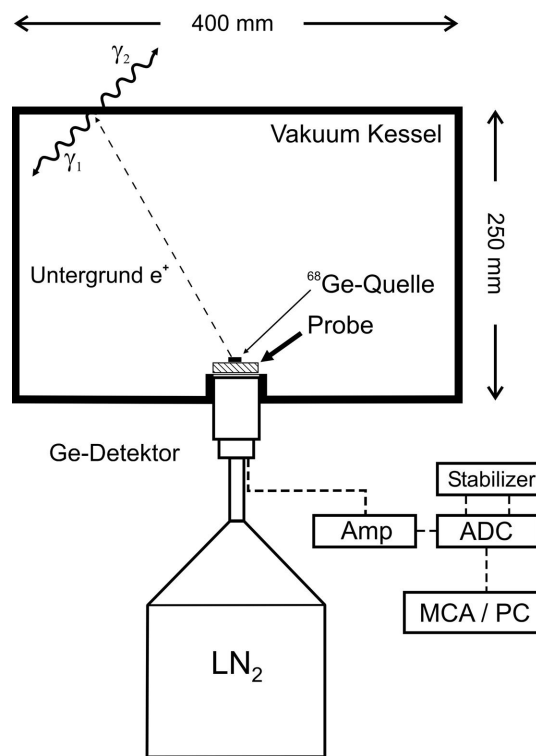


Abbildung 3.4: Der schematische Aufbau des „Positronen-Topfs“. Der Topf hat eine Höhe von 25 cm und einen Durchmesser von 40 cm. Die Detektion der γ -Quanten erfolgt mithilfe eines Germaniumdetektors. Die Probe wird in die Mitte des Bodens, direkt über den Germaniumdetektor gelegt. Die Positronenquelle wird direkt auf der Probe platziert (verändert nach [HAA06]).

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

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

Die Signale des Germaniumdetektors werden verstärkt und von einem ADC (Analog-Digital-Converter) digitalisiert. Mit einer MCA-Karte (Multi-Channel-Alyser) liest ein Computer die Werte ein und speichert diese zur späteren Auswertung ab.

Um Schwankungen der Elektronik auszugleichen, wird während der Messung immer eine ${}^7\text{Be}$ Monitorlinie bei 478 keV mit detektiert. Ein Stabilisator analysiert die vom ADC digitalisierten Werte, bestimmt die Abweichung der Monitorlinie von einem Sollwert und gleicht diese gegebenenfalls aus. Die ${}^7\text{Be}$ -Quelle ist direkt am Detektor angebracht [SON02]. Details zum Aufbau des „Positronen-Topfes“ sind in [BOM00] beschrieben.

Kapitel 4

Die Proben

Aufgrund der derzeitigen Beschaffungsprobleme des Materials konnten für diese Diplomarbeit nur eine einkristalline und eine polykristalline Probe verwendet werden, die im folgenden Kapitel beschrieben werden.

4.1 Einkristalline Probe

Die einkristalline Ni_2MnGa -Legierung wurde uns von Viktor Dirks, einem Kooperationspartner von Dr. R. Sindelar vom Fraunhofer LBF in Darmstadt, zur Verfügung gestellt. Die Probe hat die in Abbildung 4.1 dargestellten Maße.

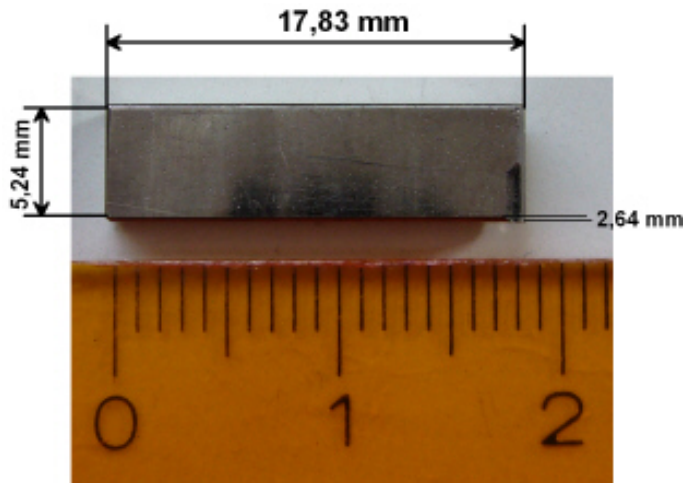


Abbildung 4.1: Die Probengeometrie der einkristallinen Ni_2MnGa -Legierung. $L = 17,83 \text{ mm}$, $B = 5,24 \text{ mm}$, $H = 2,64 \text{ mm}$

In Abbildung 4.2 ist der Scanbereich der BPM-Messung dargestellt.

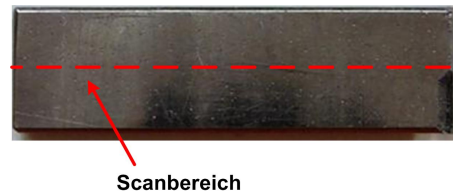


Abbildung 4.2: Der Scanbereich. Mithilfe der BPM wurde nach jeder zyklischen Belastung ein Linienscan mit 23 Messpunkten durchgeführt.

Unter Normalbedingungen (RT, keine \vec{B} -Felder) ist die Legierung spröde. Befindet sie sich jedoch in einem Magnetfeld, so „verwandelt“ sie sich in ein Material mit elastischen Eigenschaften. Mit dieser Probe wurde das Ermüdungsverhalten der Ni_2MnGa -Legierung unter Last untersucht. Dabei wurde die Probe in den selbstkonstruierten Wechsel-Verformungs-Apparat (s. Kapitel 5) eingespannt. Nach einer definierten Anzahl von Zyklen wurde dann mithilfe der BPM ein Linienscan durchgeführt und diese Messung mit dem Ausgangszustand des Materials verglichen.

4.2 Polykristalline Probe

Die polykristalline Probe zeigt nicht den gleichen Effekt wie die einkristalline. Aufgrund der polykristallinen Struktur bewegen sich die Zwillingsgrenzen nicht in allen Bereichen und zeigen somit keinen makroskopischen Effekt. Befindet sich die einkristalline Ni_2MnGa -Probe im Feld eines starken Permanentmagneten (Festplattenmagnet: ca. 0,8 T), so klappen beim Bewegen der Probe die Zwillingsgrenzen sichtbar um. Das findet bei der Polykristallinen jedoch nicht statt, da aufgrund der Struktur die leicht beweglichen Zwillingsgrenzen fehlen. Diese Probe wurde als Referenzwert für die einkristalline Legierung verwendet.

In Abbildung 4.3 ist die Probengeometrie dargestellt.

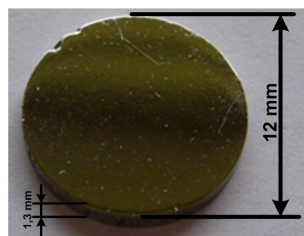


Abbildung 4.3: Die Probengeometrie der polykristallinen Probe. Durchmesser = 12 mm, H = 1,3 mm.

Kapitel 5

Der Aufbau des Wechsel-Belastungs-Apparates

5.1 Die Idee

Die Idee des Experimentes basiert auf dem Belasten der Probe bis zum Bruch. Dabei wurde die Änderung des S-Parameters nach unterschiedlichen Zyklenzahlen mit der BPM gemessen. Die einkristalline Ni₂MnGa-Legierung ist in dem Probenhalter einseitig befestigt. Dieser wiederum befindet sich zusammen mit der Probe in einem selbstgebauten Permanentmagnet-Kästchen, das im bis zu 1,8 T starken Elektromagneten eingebaut wird. Beim Durchlaufen der positiven Sinus-Kurve hebt die Probe das Gewicht an. Bei $\vec{B}_{Gesamt} = 0$ T beginnt das Gewicht die Legierung in ihre Ausgangsposition zurückzudrücken. Dieser Prozess wird mehrere Zyklen wiederholt. Bei der anschließenden Messung des Linienscans wurde zusätzlich versucht, die Veränderung der Fehlstellenkonzentration des Kristalls in der BPM zu messen, was erstmals im Rahmen dieser Arbeit getestet wurde.

5.2 Der Probenhalter

Bei der Konstruktion des Probenhalters war die Verwendung von nicht magnetischen Materialien besonders wichtig.

Der Probenhalter (s. Abb. 5.1 oben in hellgrau) ist eine „einfache“ Konstruktion, damit Veränderungen bzw. Zusatzteile leicht und schnell bearbeitet werden können. Das Anbringen zusätzlicher Teile führt somit zu keiner großen Umstrukturierung des Halters.

Für die Probe war hierbei zu beachten, dass sie nur einseitig eingespannt wird, die andere Seite muss frei beweglich sein (s. Abb. 5.1 unten). Probenhalter und Legierung müssen dabei in das Permanentmagnet-Kästchen passen.

Der Halter hat das Prinzip einer Balkenwaage. Das Gewicht ist an der Stange in der Mitte befestigt. Die Stange ist am Ende mit zwei Schrauben fixiert, die als loses Lager dienen. Zusätzlich besitzt die mittlere Stange des Probenhalters vorne einen kleinen Steg, der gerade noch die Probe berührt. Das vordere Stück der Stange mit diesem Steg ist ebenfalls

im Permanentmagnet-Kästchen angeordnet. Es hat aber genug Platz, um sich frei zu bewegen. Damit ist die Voraussetzung gegeben, dass nur die Probe für das Heben des Gewichtes verantwortlich ist.

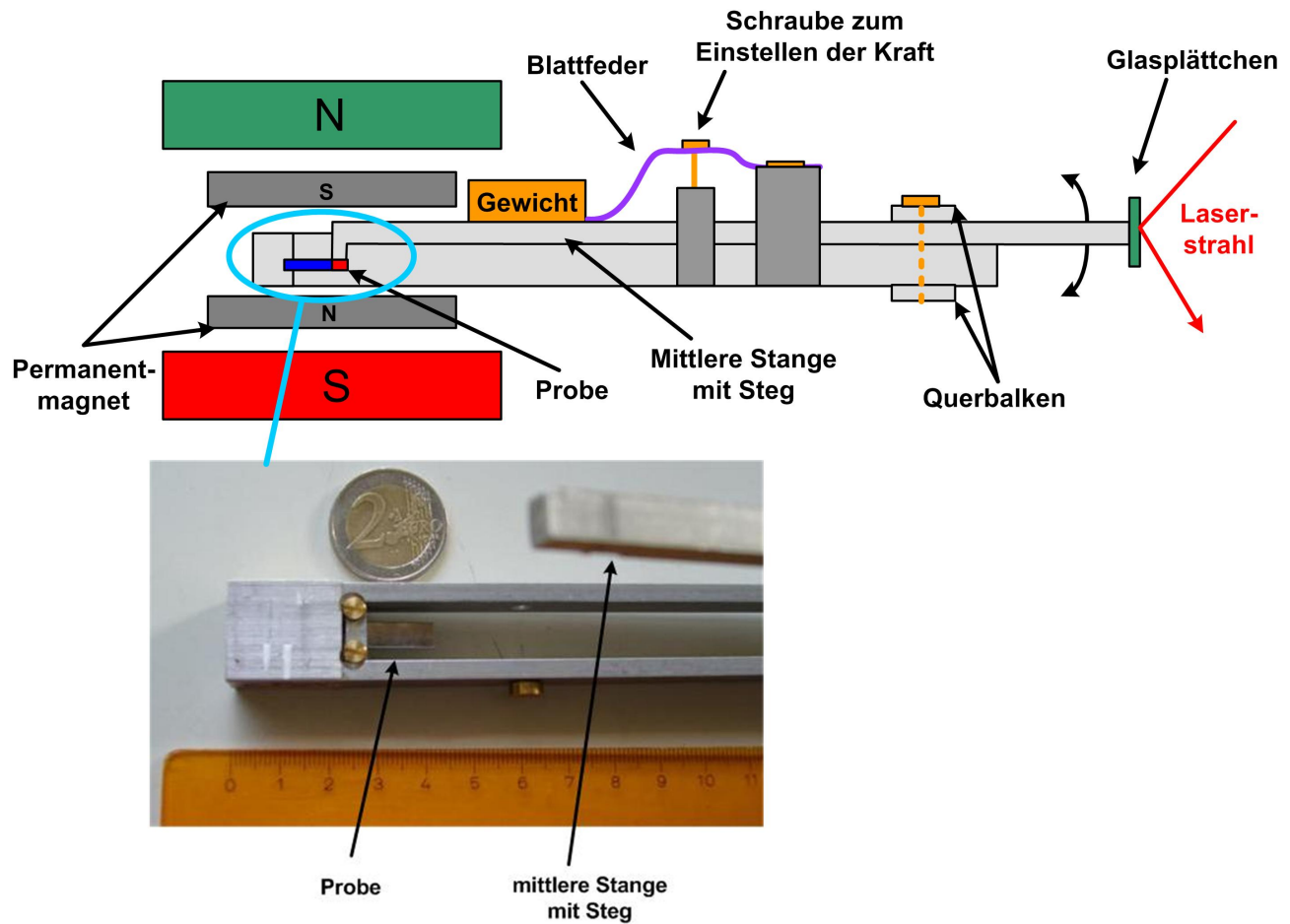


Abbildung 5.1: Oben: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus in der Seitenansicht. Der Probenhalter ist in hellgrau dargestellt. Beim Halter wurde das Prinzip der Balkenwaage angewendet. Dabei ist die mittlere Stange mit den Querbalken durch zwei Schrauben fixiert, die als loses Lager dienen. Auf der mittleren Stange ist ein Gewicht (in orange) und eine Blattfeder (in lila) befestigt. Vorne ist die Probeneinspannung (hellblauer Kreis) zu sehen, dabei stellt das blaue Rechteck die Probe dar. Der vordere Bereich des Halters befindet sich mit der Probe in einem Permanentmagnet-Kästchen, wobei diese gesamte Konstruktion in einen Elektromagneten platziert wird. Nun hebt die Probe bei einem Magnetfeld von etwa 0,8 T das Gewicht hoch. Beim Gesamtmagnetfeld von 0 T wird die Legierung durch das Gewicht wieder in ihre Ausgangslage gedrückt. Dabei drückt ein Steg, der sich ganz vorne an der mittleren Stange befindet, vorne auf die Probe (in der Skizze in rot zu sehen). Die Breite der Druckfläche ist etwa 1,2 mm. Das Glasplättchen am Ende der mittleren Stange dient zum Beobachten des Proben-Hubs. Unten: Die Draufsicht des Probenhalters mit Probe. Die Probe muss einseitig eingespannt sein, damit sie sich frei bewegen kann. Am anderen Ende belastet ein Gewicht die Probe, um sie wieder in ihre Ausgangsposition zu bringen.

In Abbildung 5.2 ist der Probenhalter zu sehen. Gewicht und Probe sind noch nicht eingebaut.

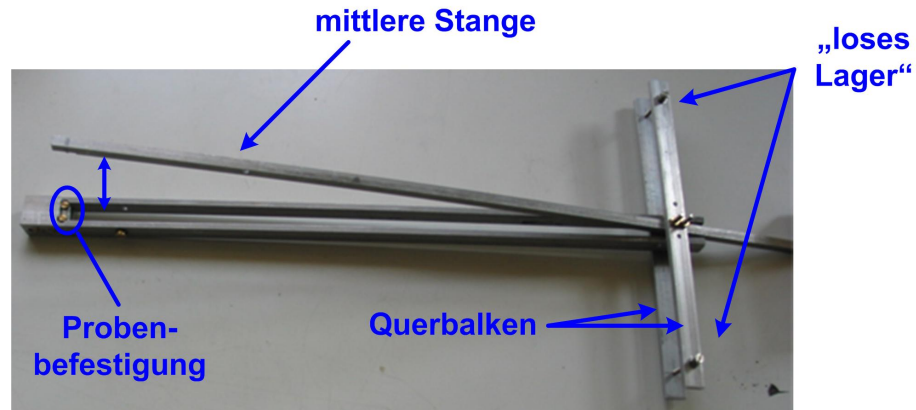


Abbildung 5.2: Das Prinzip der Balkenwaage ist zu sehen. Die mittlere Stange ist mit den Querbalken durch zwei Schrauben fixiert, die als loses Lager dienen. Die gesamte Vorrichtung hat eine Länge von 48 cm.

In späteren Versuchen (s. Kapitel 6) wurde die Kraft auf die Probe erhöht. Da eine weitere Erhöhung durch ein Gewicht aus Platzgründen nicht möglich war, wurde zusätzlich eine Blattfeder befestigt (s. Abb. 5.3).

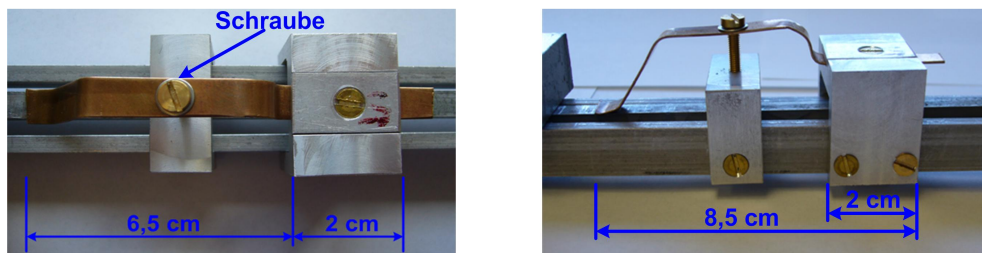


Abbildung 5.3: Da eine Erhöhung durch ein Gewicht aus Platzgründen nicht möglich war, wurde zusätzlich eine Blattfeder angebracht. Links: Die Draufsicht. Mit der Schraube wurde die Feder so stark angespannt bis die Probe einen noch gerade sichtbaren Hub machen konnte. Dabei ergab sich eine Kraft von 3 N, die auf die Probe ausgeübt wurde. Rechts: Die Seitenansicht.

5.3 Die Magnetfelder

5.3.1 Elektromagnet

Damit sich die Probe verformen kann, braucht sie eine bestimmte Magnetfeldstärke. Bei Ni_2MnGa sind $\vec{B}_{\text{Gesamt}} = 0,8 \text{ T}$ ausreichend, vergleichbar der Feldstärke eines starken Permanentmagneten. Der Elektromagnet (s. Abb. 5.10), der sich im Hochstromraum des Bonner Isochron-Zyklotrons befindet, hat eine Flußdichte von bis zu 1,8 T. Er hat eine Länge von 150 cm und eine Breite von 90 cm. Die Spulen sind mit Sensoren zur Temperaturüberwachung ausgestattet.

Nun wurde das Magnetfeld mit einer Hallsonde, die sich zwischen den Polschuhen befand, ausgemessen. Es ergab sich der folgende in Abbildung 5.4 dargestellte lineare Zusammenhang zwischen Flußdichte und Stromstärke.

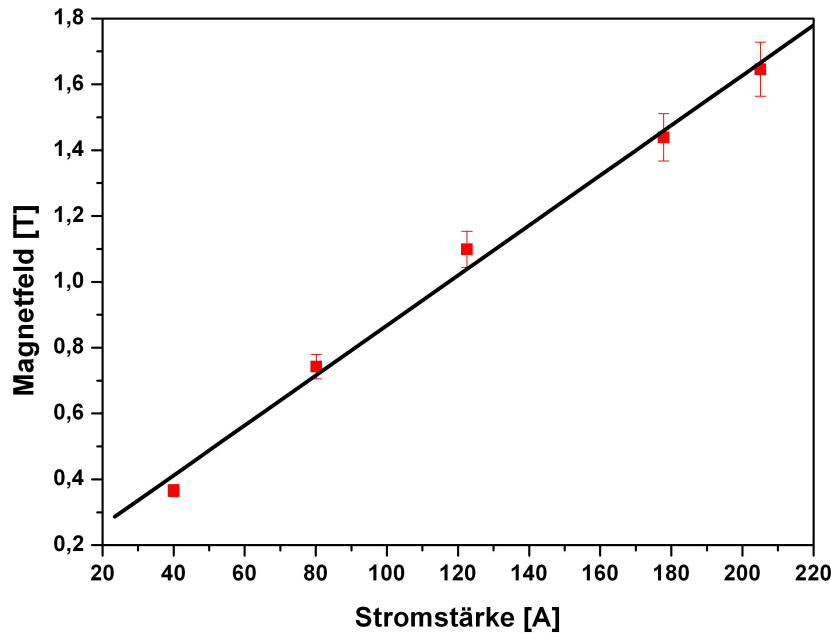


Abbildung 5.4: Diagramm zur Elektromagnetfeld-Messung. Dieser lineare Verlauf zeigt die Abhängigkeit des Magnetfeldes von der Stromstärke. Für die Messung befand sich eine Hallsonde zwischen den Polschuhen, wodurch man die Feldstärke direkt ablesen konnte. Der Stromfluß durch den Magneten dazu konnte in der Zyklotronwarte an einem externen Netzgerät bestimmt werden.

5.3.2 Permanentmagnet

Das Permanentmagnet-Kästchen besteht aus nicht magnetischen Materialien und acht kleinen Permanentmagneten von der Größe (20 x 10 x 5) mm. Dabei liegen vier Magnete ober-

halb und vier unterhalb der Probe, wobei sie jeweils durch zwei Platten fest fixiert sind und die Probe nicht direkt berühren.

Zu Beginn wurde das Feld mit einer Hallsonde vermessen. Dabei wurden drei Linien ausgemessen (s. Abb. 5.5). Die Höhe wurde nicht beachtet, da das Magnetfeld in dieser Richtung homogen und unverändert bleibt. Dabei wurde die Hallsonde an dem Bohrfutter einer Fräsmaschine befestigt. Das Kästchen wurde auf den beweglichen Tisch der Fräse gelegt. Durch die Verschiebung in x- und z-Richtung (Genauigkeit von $50 \mu\text{m}$) konnte somit das Feld vermessen werden.

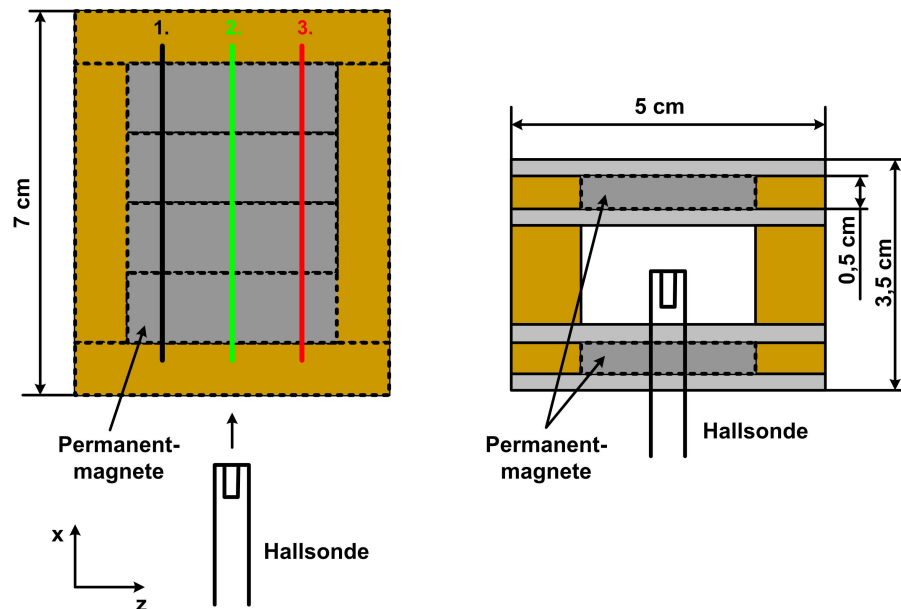


Abbildung 5.5: Die Magnetfeld-Messung des Permanentmagnetkästchens. Links: Die Draufsicht. Es wurden drei Linien gemessen. Die Höhe wurde nicht betrachtet, da sich dort das Feld nicht merkbar ändert. Rechts: Die Vorderansicht. Oben und unten sind jeweils vier Magnete fixiert. In der Mitte ist eine Öffnung, in der sich während dem Experiment die Probe mit Halter befand. Zuerst wurde sie zur Magnetfeld-Messung mit einer Hallsonde genutzt.

Abbildung 5.6 zeigt die Magnetfeldstärkeverteilung im Permanentmagnetkästchen.

5.3.3 Elektro- und Permanentmagnet

Im Folgenden wurde die Wechselwirkung von Elektromagnet und Permanentmagnet beobachtet. Dabei wurde der Permanentmagnet zwischen den Polschuhen des Elektromagneten platziert und in der Öffnung des Kästchens mit der Hallsonde die Gesamtfeldstärke gemessen. In Abbildung 5.7 wird der Verlauf Gesamtmagnetfeld gegen Stromstärke gezeigt. Der Permanentmagnet bewirkt, dass das \vec{B}_{Gesamt} -Feld bei einer Stromstärke von 0 A etwa $-0,2 \text{ T}$ beträgt. Er stellt somit das Gegenfeld dar, das mit einem Permanentmagneten erzeugt werden mußte, da ein unipolares Netzgerät verwendet wurde. Zu diesem Zeitpunkt

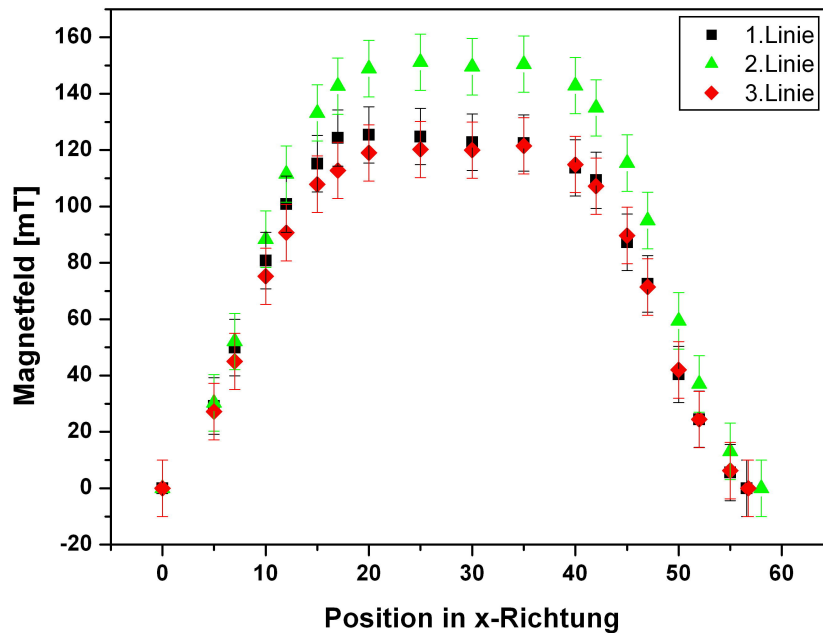


Abbildung 5.6: Diagramm zur Permanentmagnetfeld-Messung. Gezeigt wird die gemessene Magnetfeldstärke in Abhängigkeit der x-Koordinate. Der Verlauf der drei Messlinien ist in Abbildung 5.5 zu sehen. Das Permanentmagnetfeld hat eine maximale Stärke von $\vec{B}_{Gesamt} = 150$ mT. Nach außen hin nimmt die Feldstärke stetig ab.

drückt das Gewicht die Probe in ihre Ausgangsposition. Wie im Diagramm zu sehen dominiert der Permanentmagnet zu Beginn, danach kommt es zu einem Gleichgewicht, bei dem $\vec{B}_{Gesamt} = 0$ T ist. Nach diesem Punkt überwiegt die Feldstärke des Elektromagneten. Die Stromstärke wurde dabei stets in der Zyklotronwarte an einem externen Netzgerät eingestellt. Die Messung wurde mehrmals wiederholt, um die Stabilität des Permanentmagneten zu testen. Das stärkere Feld des Elektromagneten kann dazu führen, dass sich die einzelnen Magnete umpolen und so ein viel kleineres bzw. kein Magnetfeld mehr aufweisen. Dieser Effekt trat nur zu Beginn auf. Dabei betrug das Permanentmagnetfeld maximal nicht mehr 150 mT, sondern 146 mT. Dies blieb im weiteren Verlauf bei allen experimentellen Untersuchungen konstant. Für das benötigte Magnetfeld von $\vec{B}_{Gesamt} \approx 1$ T wurde eine Stromstärke von 155 A und eine Spannung von 17,52 V eingestellt.

5.4 Die Elektronik

Die gesamte Elektronik besteht aus einem PC mit einer 10 V-Steuerkarte (ADLINK Technology inc., PCI-6308 V, 8-CH 12-Bit Isolated Voltage outputs Card), einem Netzgerät („Power supply EA - 532 - 250“; 0 bis 32 V; 0 bis 250 A), einem Trennverstärker mit 24 V-Netzgerät und einem RC-Glied (s. Abb. 5.9). Der PC enthält eine Steuerkarte, die durch

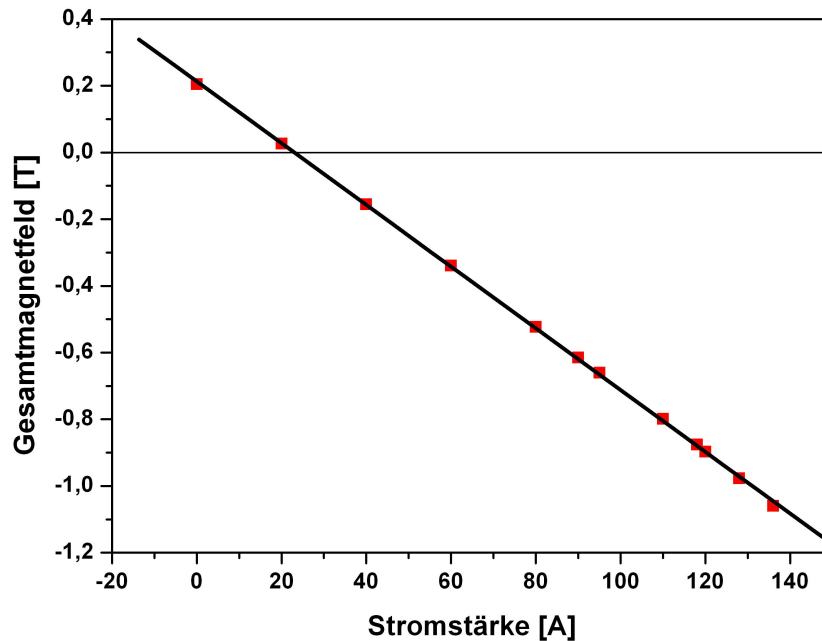


Abbildung 5.7: Die Elektro- und Permanentmagnetfeld-Messung. Man sieht deutlich die Wirkung des Permanentmagneten. Zu Beginn dominiert er mit etwa $\vec{B}_{Gesamt} = 150 \text{ mT}$. Erhöht sich die Stromstärke, so nimmt das Magnetfeld ab bis 0 T. Zu diesem Zeitpunkt befindet sich die Probe wieder in ihrer Ausgangsposition. Danach überwiegt der Elektromagnet.

Dr. I. Müller programmiert wurde, die das Netzgerät mit externer Spannung ansteuert. Die Karte durchläuft pro Zyklus eine positive Sinuskurve mit einer Amplitude bis maximal 6,6 V, wo das Gesamt magnetfeld 1 T beträgt (s. Abb. 5.8). Das Programm zeigt die Gesamtzyklenzahl, die durchlaufen werden soll, die aktuelle Zyklenzahl, die Spannung und die Frequenz an.

Bei allen Messungen wurden eine Steueramplitude von 6,6 V und eine Frequenz von etwa 0,11 Hz eingestellt. Dies waren die optimalen Einstellungen, damit das Netzgerät die benötigte Stromstärke von bis zu 155 A und eine Spannung bis etwa 18 V nahezu linear liefert.

Zur Sicherheit wurde ein Trennverstärker, der von einem 24 V-Netzgerät angetrieben wird, vor das große Netzgerät geschaltet. Die Wasserkühlung des Magneten wird durch Temperatursensoren und einen Durchflußwächter gewährleistet. Sobald das Kühlwasser ausfällt und sich damit die Temperatur des Elektromagneten erhöht, wird der gesamte Apparat ausgeschaltet.

Zwischen PC und Netzgerät befindet sich ein RC-Glied zur Glättung des Sinus-Signals aus der Steuerkarte.

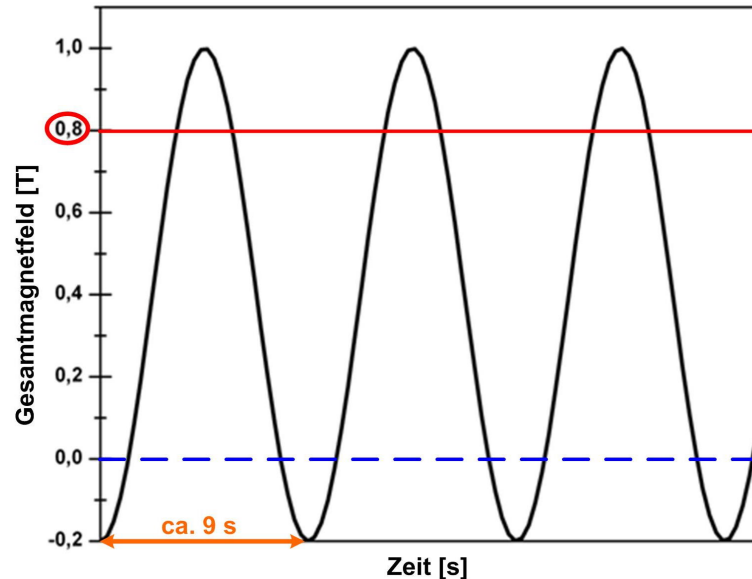


Abbildung 5.8: Der Sinus-Verlauf des von der Steuer-Karte generierten Signals. Für einen Zyklus wird einmal die positive Sinuskurve durchlaufen. Dabei liegt ihr Anfangswert bei $-0,2$ T. Der Verlauf eines Zyklus: Zu Beginn dominiert der Permanentmagnet durch sein hohes Koerzitivfeld mit etwa 200 mT. Bei einem Gesamtmagnetfeld von 0 T wird die Probe wieder in ihre Ausgangsposition gebracht (als blaue gestrichelte Linie gekennzeichnet). Das Hochklappen der Probe findet bei etwa $0,8$ T statt (rote durchgezogene Linie). Nach dem Maximum von 1 T verringert sich die Feldstärke bis zum $\vec{B}_{Gesamt} = 0$ T, bei der die Probe durch das Gewicht herunter gedrückt wird und sich bei $\vec{B}_{Gesamt} = -0,2$ T wieder vollständig in ihrer Ausgangslage befindet. Ein Zyklus dauert etwa 9 s ($0,11$ Hz). Der nächste Zyklus folgt nach weniger als 1 s Wartezeit.

5.5 Der Gesamtaufbau

Um das Hochklappen der Probe zu beobachten, wurde am Ende des Probenhalters ein Glasplättchen befestigt. Darauf wurde ein HeNe-Laser gerichtet. Der Strahl wird dabei an dem Plättchen reflektiert und auf einem mm-Papier beobachtet, an dem der Laser-Hub markiert worden ist. Der Laserpunkt wurde mit einer Kamera aufgenommen, um eventuelle Störungen oder Veränderungen nachvollziehen zu können. In Abbildung 5.9 und 5.10 ist der gesamte Aufbau des Wechsel-Verformungs-Experimentes dargestellt.

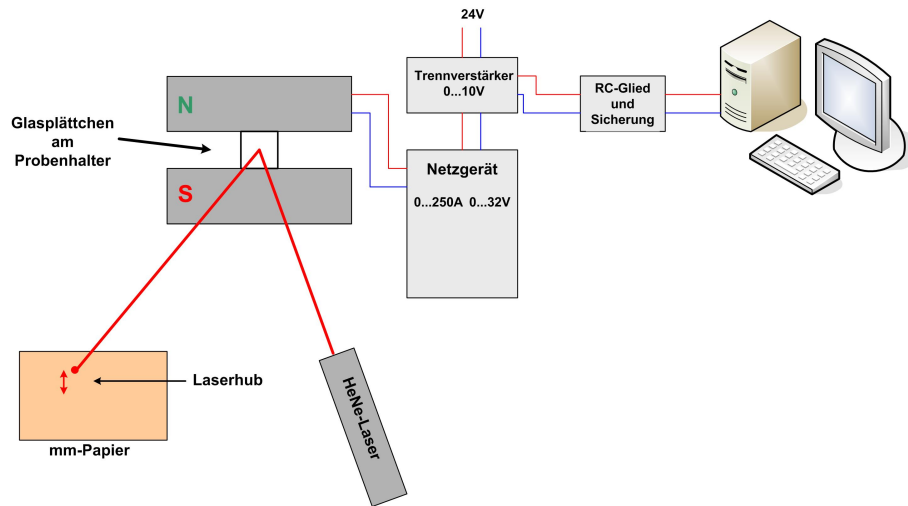


Abbildung 5.9: Der schematische Gesamtaufbau des Wechsel-Verformungs-Apparats. Rechts die Elektronik mit dem PC, RC-Glied und Netzgerät. Um die Bewegung der Probe zu beobachten wurde ein HeNe-Laser-Strahl auf ein Glasplättchen am Ende des Probenhalters gerichtet. Dabei wurde der reflektierte Strahl auf ein mm-Papier gelenkt. Dort konnte der Laser-Hub durch eine Kamera beobachtet werden. Die Entfernung des Lasers zum Glasplättchen betrug etwa 7 m.

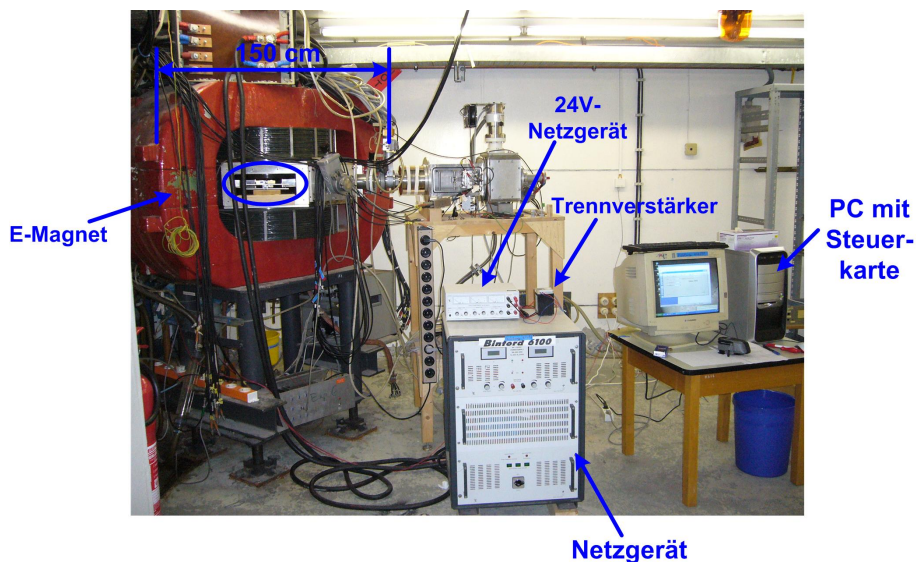


Abbildung 5.10: Der Gesamtaufbau. Links im Bild ist der Elektromagnet des Bonner Isochron-Zyklotron. Der in blau umkreiste Bereich zeigt einen Teil des Probenhalters, der sich zwischen den Polschuhen befindet. Rechts im Bild ist der Computer, der eine PC-Steuerkarte enthält, der Trennverstärker mit dem 24V-Netzgerät und das Netzgerät, das die benötigte Stromstärke für den Magnet liefert.

Kapitel 6

Experimentelle Untersuchungen und Ergebnisse

6.1 Die Wechselbelastung

Zu Beginn der Belastung wurde die Probe immer in die gleiche Position im Probenhalter eingebaut, dabei durfte die Probe nicht zu schwach aber auch nicht zu stark (wegen ihrer Sprödheit) eingespannt werden. Die Zyklen wurden, wie schon im vorigen Kapitel erwähnt, bei einer Ansteueramplitude von 6600 mV und einer Frequenz von ca. 0,11 Hz gesteuert. Nach Durchlaufen der Zyklenzahl wurden der Permanentmagnet und der Halter mit dem Gewicht entfernt. Dabei wurde die Frequenz auf 0,017 Hz gestellt. Es wurde nun gewartet bis man beim maximalen Magnetfeld angelangt war, dann wurde die Probe mit Halter zwischen die Polschuhe des Elektromagneten gehalten und gedreht bis der Zyklus beendet war. Somit hatte man immer die gleiche Ausgangslage, um in der BPM die Positron-Zerstrahlungsparameter zu bestimmen.

Zwischen den Messungen wurden drei Mal Veränderungen am Auflagegewicht bzw. der damit auf die Legierung wirkenden Kraft vorgenommen. In der folgenden Tabelle sind die Werte notiert, wobei der Laser-Hub bei jeder Messung erneut beobachtet wurde und daraus der Hub der Probe berechnet werden konnte.

Tabelle 6.1: Das Belastungsprotokoll. Es werden die verschiedenen Parameter zur Wechselbelastung gezeigt. Die Kraft von 0,148 N wird durch das Eigengewicht der mittleren Stange erzeugt. Dort wurde der Hub ohne Last gemessen.

Gewicht	15,1 g	125 g	265 g	265 g + Blattfeder
Kraft [N]	0,148	1	2	3
Proben-Hub [mm]	0,114	0,2	0,114	0,0286
Anzahl Zyklen		115 460	161 657	10 400

Die erste Messung begann mit einem Messing-Gewicht von 125 g. Die Probe wurde mit der Last von 1 N mit insgesamt 115 460 Zyklen belastet. Zwischendurch wurden vier Messungen mit der Positronenmikrosonde durchgeführt, damit man eine Kontrolle bei eventuellen Veränderungen besitzt. Bei den ersten 500 Zyklen betrug der Probe-Hub 0,571 mm. Danach wurde der Hub kleiner, blieb aber konstant. Außerdem hat sich die Probe nach diesen ersten Zyklen um 1 mm verlängert.

Da sich weder eine Änderung des S-Parameters noch der Bruch der Probe eintrat, wurde die Last auf 2 N erhöht. Dabei wurde ein Blei-Gewicht von 265 g montiert. Die Ni₂MnGa-Legierung wurde bei einem Hub von 0,114 mm insgesamt mit 161 657 Zyklen belastet.

Zur weiteren Erhöhung der Last, wurde zusätzlich eine Blattfeder am Halter befestigt. Mit einer Schraube konnte dabei die Kraft vergrößert werden. Sie wurde so lange gespannt bis die Probe gerade noch eine ersichtliche Auslenkung von 0,029 mm vollführte. Dadurch hat man die maximale Kraft auf der Probe definiert. Während des Schraubens bog sich die Probe sehr stark nach unten, aber sie blieb „elastisch“. Hätte man dies außerhalb des Magnetfeldes durchgeführt, so wäre die Probe wie Glas zersprungen. Letztendlich trat nach 300 000 Zyklen der Bruch ein (s. Abb. 6.1). Die Länge der Probe wurde nochmals gemessen und wies dabei 19,2 mm anstatt 18,95 mm auf. Diese minimale Änderung kann auf den Bruch zurückgeführt werden.

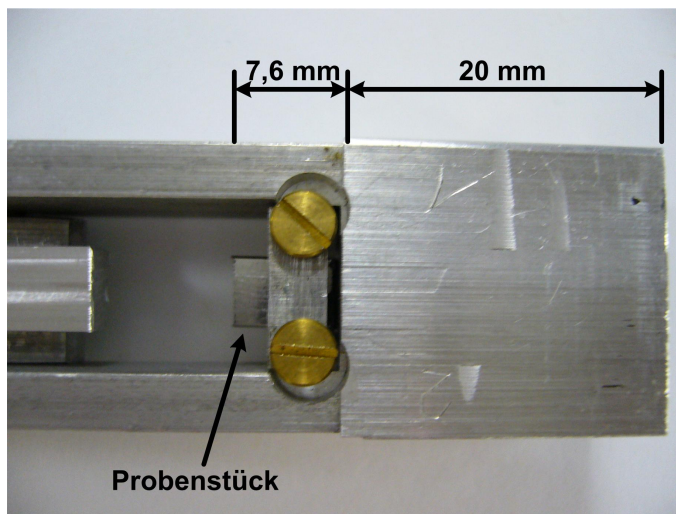


Abbildung 6.1: Nach insgesamt 287 517 Zyklen und 719 h Messzeit brach die Probe durch. Im Bild ist nur ein Teilstück zu sehen. Gut zu sehen ist, dass der Bruch nahe der Einspannfläche eingetreten ist.

6.2 Die Ergebnisse

6.2.1 Positronenmikrosonden-Messung

Die Bulkmessung

Da für diese Diplomarbeit nur eine Probe zur Verfügung stand und das „Ausheil-Verhalten“ von Ni_2MnGa noch nicht bekannt ist, wurde der Zustand vor der Wechselbelastung der Probe als Ausgangszustand, da kein Bulkwert zur Verfügung stand, definiert. Die Ausgangsmessung erfolgte in der Bonner Positronenmikrosonde mit einem einfachen Linienscan, wie in Kapitel 3.1 beschrieben. Er besteht aus 23 Messpunkten. Diese Ausgangswerte wurden mit den Messwerten der belasteten Probe verglichen, um eventuelle S- bzw. W-Parameter-Veränderungen zu beobachten.

Die Messungen nach dem Bruch

Nach dem Bruch der Probe (s. Abb. 6.2) wurden die zwei Bruchstücke aneinandergelegt und mithilfe eines Linienscans gemessen. Danach wurde der Bereich der Bruchfläche etwas näher betrachtet, indem eine Matrix-Messung durchgeführt wurde.

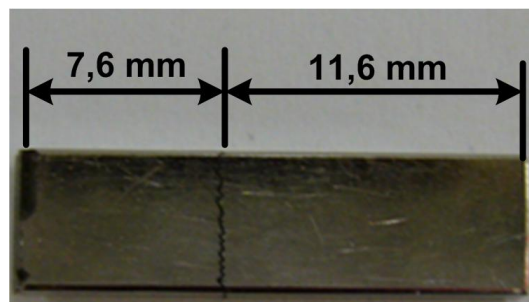


Abbildung 6.2: Nach insgesamt 287 517 Zyklen und einer Belastung von 3 N trat der Bruch der Probe ein. Der linke Teil der Probe ist dabei im Halter eingespannt gewesen.

In diesem Abschnitt wird die Auswertung der Linienscans dargestellt. Tabelle 6.2 zeigt den Verlauf des S- und W-Parameters nach der jeweiligen Zyklenzahl. Die dazugehörigen Graphen zeigen den Vergleich mit der Ausgangsmessung. Die Scans wurden mit dem Programm M_Spec 2 (beta 037) von Dr. Matz Haaks [HAA06a] ausgewertet. Es ist zu jeder Last einen Graphen mit der dazugehörigen Zyklenzahl und der Betrachtung der Bruchfläche dargestellt.

Tabelle 6.2: Mittelwert von S- und W-Parameter. Hier sind die gesamten Messergebnisse der BPM-Messungen als mittlere relative Parameter aufgelistet. Zum Vergleich der Ausgangswert. Ausgangswert2 ist der Ausgangswert nach dem Einbau der neuen Quelle in die BPM. Er wurde an der Einspannfläche der Probe gemessen und ist nur für die Bruchfläche von Bedeutung. Der Vollständigkeit halber wurden beide Parameter der polykristallinen Bulkprobe aufgenommen.

Material bzw. Zyklenzahl	\bar{s}_{rel}	$\Delta\bar{s}_{rel}$	\bar{w}_{rel}	$\Delta\bar{w}_{rel}$
Ausgangswert	1	0,0008	1,0001	0,0044
500 (mit 1 N)	1,0037	0,0021	0,9285	0,0118
9500 (mit 1 N)	1,0034	0,0021	0,9609	0,0121
58000 (mit 1 N)	1,0016	0,0016	0,9454	0,0088
115460 (mit 1 N)	1,0009	0,0013	0,9551	0,0072
163467 (mit 2 N)	1,0008	0,0008	0,9586	0,0043
219717 (mit 2 N)	1,0028	0,0016	0,9564	0,0091
277117 (mit 2 N)	1,0037	0,0021	0,9285	0,0118
277617 (mit 3 N)	1,0015	0,0014	0,9526	0,0078
287517 (mit 3 N)	1,0014	0,0014	0,9578	0,0078
Ausgangswert2	1	0,0039	1	0,0231
Bruchfläche	0,9919	0,0024	1,0028	0,0143
Polyk.Bulk	1	0,0016	1	0,0098

Bei der Messung der Bruchfläche wurde eine Matrix-Messung durchgeführt (Abb. 6.5 und 6.6). Bei den restlichen Graphen wurde die Einspannfläche als Nullpunkt gewählt. Die schwarzen Messpunkte repräsentieren den Ausgangswert, den Zustand vor den Belastungszyklen. Die roten bzw. blauen Messpunkte stellen die Messung nach einer bestimmten Anzahl von Zyklen dar.

Alle Graphen (s. Abb. 6.3 bis 6.5) weisen beim S-Parameter keine Änderungen auf. Dieses Verhalten könnte auf eine zu hohe Konzentration struktureller Leerstellen im Material zurückzuführen sein, was zu einem Sättigungseinfang der Positronen führt. Dies kann man anhand der Tabelle 6.2 deutlich sehen. Der mittlere relative S-Parameter ändert sich gegenüber dem Ausgangswert lediglich innerhalb der Fehler.

Beim W-Parameter (s. Abb. 6.6 bis 6.8) zeigt sich jedoch ein signifikanter Unterschied, der auf eine Änderung der chemischen Umgebung des Annihilationsortes, oder ein systematischer Fehler hinweist. Das bedeutet, dass Leerstellen durch die Belastung entstehen.

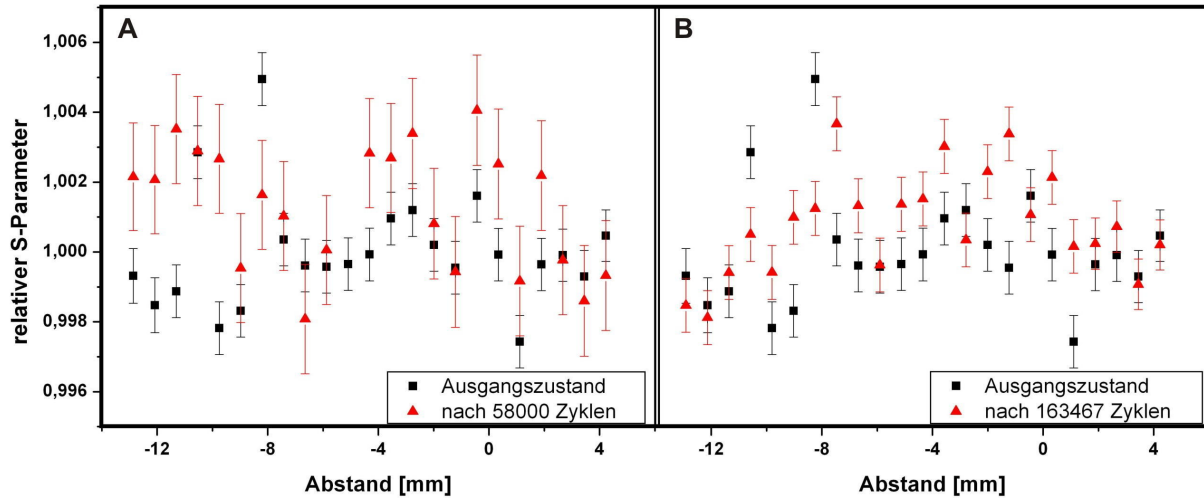


Abbildung 6.3: Der relative S-Parameter, entlang eines Linienscans wie in Abb. 4.2. A: Nach insgesamt 58 000 Belastungszyklen bei einer Last von 1 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{S}_{rel} = 1,0016(16)$. B: Nach insgesamt 163 467 Belastungszyklen bei einer Last von 2 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{S}_{rel} = 1,0008(8)$.

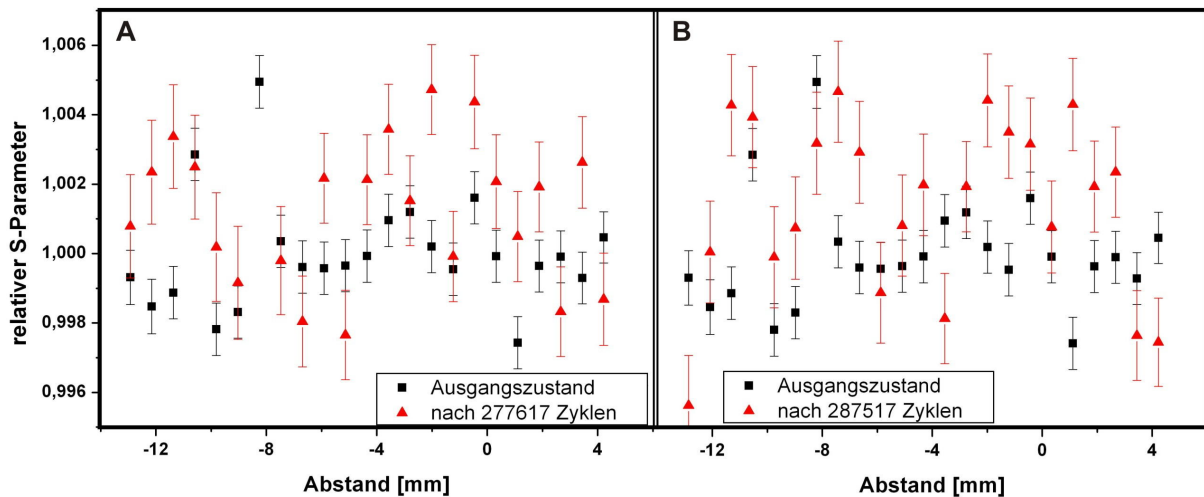


Abbildung 6.4: Der relative S-Parameter, entlang eines Linienscans wie in Abb. 4.2. A: Nach insgesamt 277 617 Belastungszyklen bei einer Last von 3 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{S}_{rel} = 1,0015(14)$. B: Nach insgesamt 287 517 Belastungszyklen bei einer Last von 3 N. Dies ist die Messung, wo der Bruch nach 10 400 Zyklen und 3 N eintrat. Der Mittelwert beträgt $\bar{S}_{rel} = 1,0014(14)$.

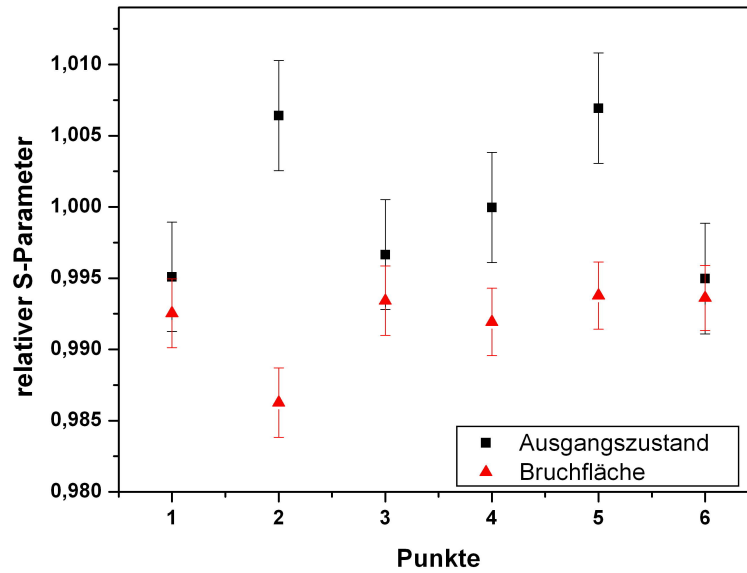


Abbildung 6.5: Der relative S-Parameter auf der Bruchfläche. Der Mittelwert beträgt $\bar{S}_{rel} = 0,9919(24)$.

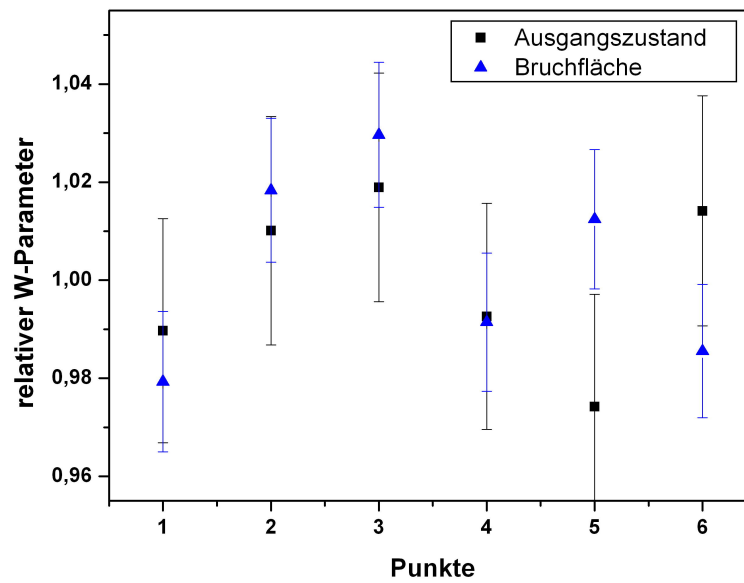


Abbildung 6.6: Der relative W-Parameter auf der Bruchfläche. Der Mittelwert beträgt $\bar{W}_{rel} = 1,0028(143)$.

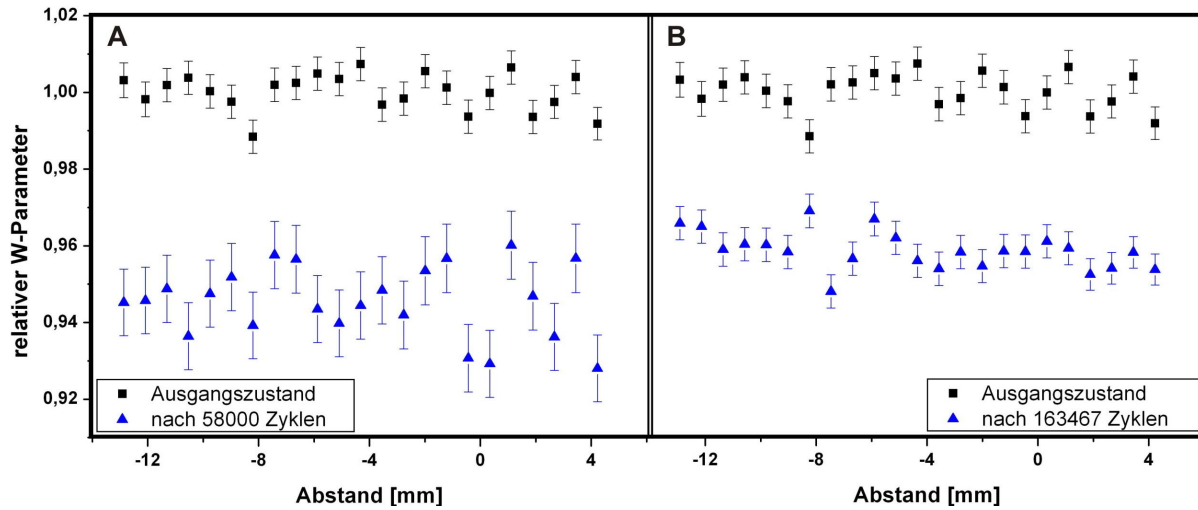


Abbildung 6.7: Der relative W-Parameter, entlang eines Linienscans wie in Abb. 4.2. A: Nach insgesamt 58 000 Belastungszyklen bei einer Last von 1 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{W}_{rel} = 0,9454(88)$. B: Nach insgesamt 163 467 Belastungszyklen bei einer Last von 2 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{W}_{rel} = 0,9586(43)$.

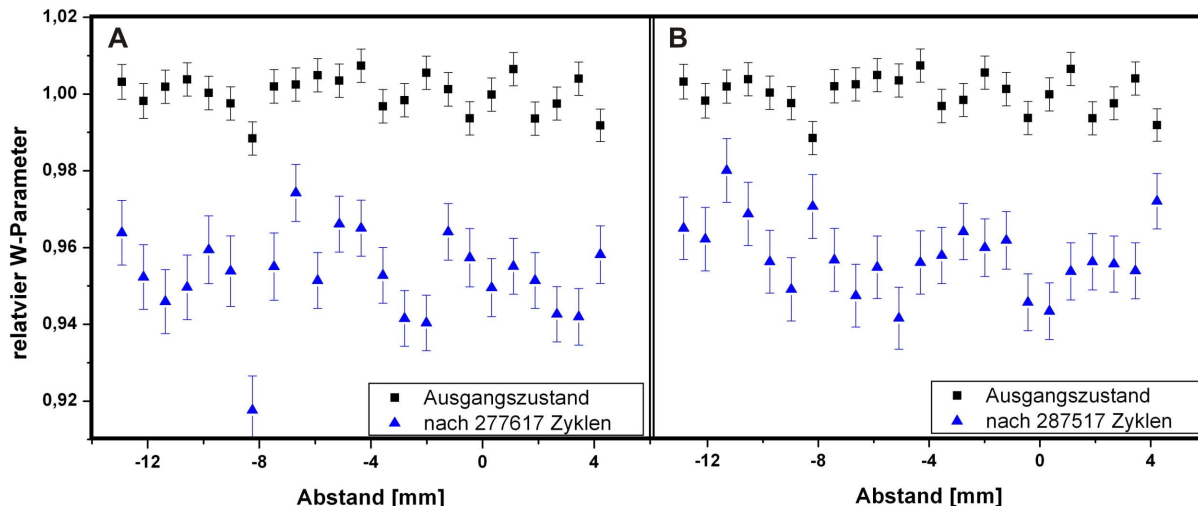


Abbildung 6.8: Der relative W-Parameter, entlang eines Linienscans wie in Abb. 4.2. A: Nach insgesamt 277 617 Belastungszyklen bei einer Last von 3 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{W}_{rel} = 0,9526(78)$. B: Nach insgesamt 287 517 Belastungszyklen bei einer Last von 3 N. Der Mittelwert beträgt $\bar{W}_{rel} = 0,9578(78)$.

6.2.2 Messung der Vickers-Härte

Durchführung der Vickers-Härte-Messungen

Die Vickers-Härte ist ein gängiges industrielles Maß für die Härte eines Materials. Dazu wird eine normierte Diamantpyramide in die Probe mit bekannter Kraft eingedrückt und die Länge der Diagonalen des Eindrucks ausgemessen. Je härter ein Material ist, desto kürzer ist die Diagonale.

Härte-Messung beim polykristallinen Ni_2MnGa

Für die hier durchgeführte Härtemessung wurde ein Gewicht von 300 Gramm und eine Eindrückzeit von 10 Sekunden gewählt. Es wurden 5 Messungen durchgeführt, wobei die Eindrücke der Pyramide unter dem Mikroskop klar zu erkennen sein mussten. Zusätzlich musste darauf geachtet werden, dass weder Messungen in der Umgebung eines Hohlraums noch in der Nähe des Probenrandes in die Auswertung eingingen. Um einen störenden Einfluss zu vermeiden, wurde der minimale Abstand zum Hohlraum oder Probenrand auf das Doppelte der Diagonalen festgelegt. In einer der Messapparatur (Firma Shimazu, Modell HMV-M3) beigelegten Referenzliste kann kontrolliert werden, welche Diagonale welcher Vickers-Härte entspricht. Das Ergebnis war eine Vickers-Härte von 311 HV.

Härte-Messung beim einkristallinen Ni_2MnGa

Bei der Härtemessung an der Ni_2MnGa -Probe wurden insgesamt 126 Eindrücke gemessen. Die Messstruktur ist in Abbildung 6.9 zu sehen. Das Gewicht wurde auf 200 Gramm mit einer Eindrückzeit von 10 Sekunden gewählt. Dabei wurde ebenfalls darauf geachtet, dass sich die Eindrücke nicht zu nah am Rand oder Hohlraum befinden. Der Abstand vertikal wie auch horizontal zwischen den einzelnen Punkten wurde hier auf den drei- bzw. vierfachen Durchmesser der Pyramide festgelegt. Es ergab sich jedoch keine ideale Messlinie, wie in Abbildung 6.9 gezeigt, da immer wieder Hohlräume bzw. Unebenheiten auf der Probenoberfläche die Zwischenabstände zu den Punkten vergrößerten bzw. verkleinerten. In Bereichen, wo sich die Härte als konstant erwies, wurde der Abstand doppelt so groß gewählt.

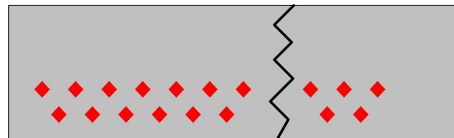


Abbildung 6.9: Schematische Darstellung der Messreihe zur Vickers-Härte. Durch Hohlräume bzw. Unebenheiten auf der Probenoberfläche konnten die Zwischenabstände nicht konstant gewählt werden. Die kürzere rechte Seite ist diejenige, die beim Experiment eingespannt wurde.

Über den Eindruck einer Diamantpyramide wurden die Längen der beiden Diagonalen ermittelt. Über die so erhaltenen Werte wurde gemittelt und mithilfe der Formel (6.1) die Vickers-Härte berechnet. Die Abstände bzw. die Lage der Punkte wurden berechnet und anschließend in ein Diagramm gegen die Vickers-Härte aufgetragen (s. Abb. 6.10).

$$F(d) = 1854,4 \cdot \frac{P}{d^2} \quad (6.1)$$

Dabei ist P das Gewicht in Gramm und d die Diagonale in μm . Der Fehler wurde mit der Gaußschen Fehlerfortpflanzung berechnet, wobei der Ablesefehler der Diagonalen $1 \mu\text{m}$ beträgt.

$$\Delta F(d) = \left| \frac{\delta F}{\delta d} \Delta d \right| = 3708,8 \cdot \frac{200g}{d^3} \cdot \Delta d \quad (6.2)$$

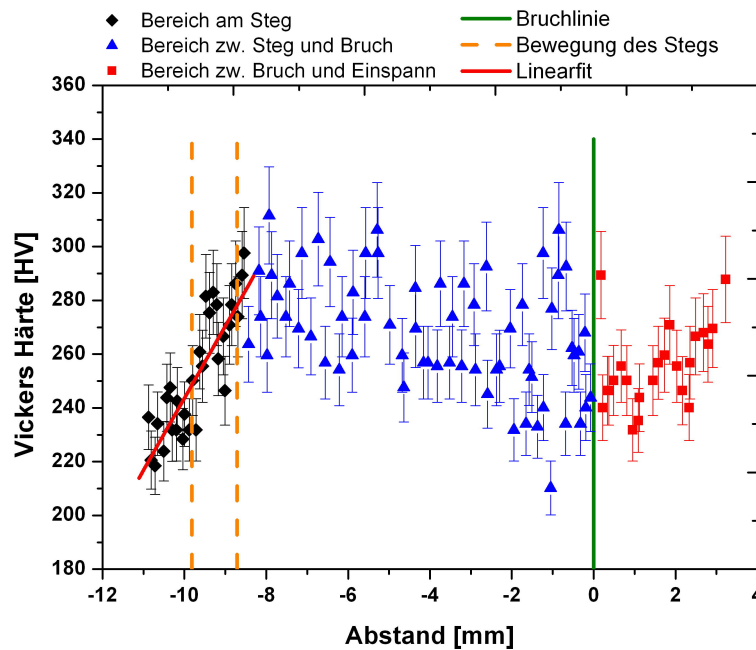


Abbildung 6.10: Diagramm zur Vickers-Härte-Messung. Die Vickers-Härte wurde dabei gegen den Abstand der Messpunkte aufgetragen. Die dunkelgrüne Linie entspricht etwa der Bruchlinie der Probe. Der vordere schwarze Bereich vor der orangenen Linie entspricht der Stegfläche, wobei der Steg durch das Bewegen des Werkstoffes nur mit der Kante auf die Probe einwirkte. Damit ist dieser Bereich unbelastet und zeigt einen linearen Anstieg (rote Linie). Die direkte Belastungsfläche durch den Steg wird durch die schwarzen Messpunkte zwischen den orangenen Linien gezeigt. Dieser hat eine größere Breite als der Steg, da die Bewegung des Stegs mit berücksichtigt wurde. Bei den restlichen blauen und roten Punkten ist eine konstante Vickers-Härte zu sehen, wobei die roten einen etwas niedrigeren Wert haben, aufgrund der Einspannung. Diese Konstanz deutet darauf hin, dass das Material durch die Belastungszyklen verfestigt wurde.

In Abbildung 6.11 wird die Belastung des Stegs auf die Probe schematisch dargestellt. Richtet sich das Material durch das Magnetfeld nach oben aus, so trägt nur die Kante des Stegs zur Belastung bei (s. Abb. 6.11 unten). Damit wird auch der vordere Bereich der Legierung nicht bei der Wechselbelastung beansprucht, so dass keine Verfestigung der Legierung stattfinden kann. Dies erklärt den in Abbildung 6.10 zu erkennenden linearen Verlauf der schwarzen Messpunkte. Im Bereich, in dem sich der Steg durch die Bewegung verschieben kann, ist ebenfalls ein leichter Anstieg der Härte festzustellen. Die Messwerte zwischen Stegkante und Bruchlinie (s. Abb. 6.10 gelbe und grüne Linie) zeigen ein nahezu konstantes Verhalten, wie auch die Werte nach der Bruchlinie, was auf Verfestigung des Materials durch die Belastung hinweist, die letztendlich zum Bruch der Probe führte.

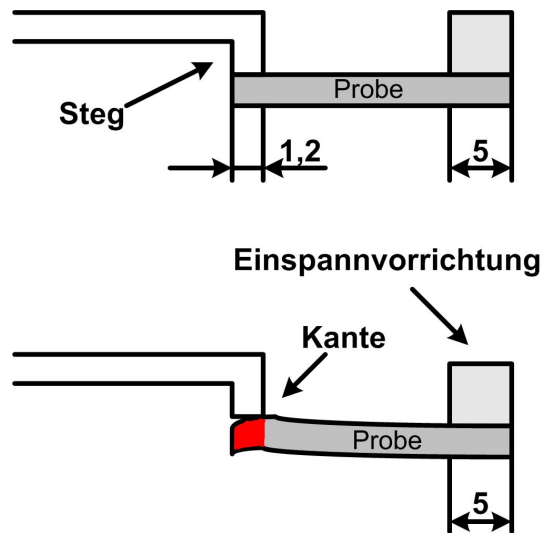


Abbildung 6.11: Die Steg-Belastungsfläche. Oben: Im Ruhezustand liegt der Steg mit Gewicht mit seiner gesamten Querschnittsfläche auf der magnetische Formgedächtnislegierung. Unten: Sobald das Magnetfeld eine Flußdichte von 0,8 T besitzt, biegt sich die Probe nach oben, wobei nun der Steg nur mit einer Kante auf die Probe wirkt. Das bedeutet, dass die Probe die Last maximal im Bereich der Stegkante erfährt (alle Maßen in mm).

6.2.3 Positronen-Lebensdauerermessung

Zur Charakterisierung des Fehlstellentyps wurde eine Lebensdauerermessung durchgeführt. Die zwei Bruchstücke wurden wie in Kapitel 3.2 beschrieben in einer Sandwich-Geometrie eingebaut. Jede Messung erreichte dabei eine Gesamtzählrate über 20 Millionen Ereignisse und etwa 280 Counts pro Sekunde. Die Halbwertsbreite betrug dabei 311 ps.

Theoretische Berechnungen von Priv.-Doz. Dr. T. Staab [STA06] nach den Methoden von [PUS83][PUS94] zeigen eine Positronen-Lebensdauer in einem Ni₂MnGa-Bulk-Material von $\tau_{Ni_2MnGa}(\text{Bulk}) = 155$ ps. Befinden sich Nickel-Leerstellen in der Legierung, so ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Positronen in diesem Zwischengitterbereich der Ni-Ebene groß ($\tau_{vac}(\text{Ni}) = 163$ ps). Da der Atomabstand Mn-Ga ($a \approx 291$ pm) größer als der Abstand von Mn-Ni ($a \approx 251$ pm) ist, ist die Positronenaufenthaltswahrscheinlichkeit zwischen den Mangan- und Galliumatomen in der Ebene der Ni-Atome am größten. Die Lebensdauer wurde in Ga-Leerstellen zu $\tau_{vac}(\text{Ga}) = 235$ ps und in Mn-Leerstellen zu $\tau_{vac}(\text{Mn}) = 237$ ps berechnet. Somit erwartet man, dass diese Leerstellen von den Ni-Leerstellen gut zu unterscheiden sind.

Zusätzlich wurde eine Lebensdauerermessung mit der polykristallinen Probe und ausgeheiltem Nickel durchgeführt. Die Nickel-Referenzprobe ist für die Quellkorrektur notwendig.

Zur Auswertung wurde das Programm „Lifeorg“ verwendet [DRY96]. Bei der Berechnung der Quellkorrektur ergaben sich zwei Lebensdauerkomponenten mit den Werten $\tau_{Salz} = 325$ ps und $\tau_{Positronium} = 981$ ps. Die Komponente τ_{Salz} ist auf das Salz der Quelle zurückzuführen. Die zweite Komponente kommt durch die quellinterne Bildung von Positronium zustande [STA96]. Nun konnten mithilfe der Quellkorrektur die Lebensdauerspektren der Ni₂MnGa- und der polykristallinen Probe ausgewertet werden.

Die Quelle und Probe wurden, wie in Kapitel 3.2 beschrieben, in der Sandwich-Konstruktion gemessen. Dabei wurden mit der einkristallinen Probe zwei verschiedene Messungen durchgeführt.

In Abbildung 6.12 werden die drei verwendeten Sandwich-Geometrien gezeigt. Als erstes lag das kurze gebrochene Probenstück auf der Fläche, die mit dem Steg belastet worden ist (s. Abb. 6.12 a)). Danach wurde das kurze Probenstück so verschoben, dass die beiden gebrochenen Seiten übereinander lagen (s. Abb. 6.12 b)). Als letztes wurden der Vollständigkeit halber zwei polykristalline Proben gemessen (s. Abb. 6.12 c)).

Nun wurden mithilfe der Quellkorrektur die Lebensdauerkomponenten berechnet. Dabei wurden für alle drei Messmethoden jeweils drei Auswertungen durchgeführt. Zuerst ging man von einer Komponente aus, die bei allen drei Methoden $\tau_{Mess} = 161$ ps ergab. Danach wurde die Komponente in dem Bereich der Mn- und Ga-Atome mit einem Anfangswert von 240 ps gesucht. Es ergab sich wiederum genau wie bei der ersten Messung eine Lebensdauer von 160 ps. Als letztes wurden zwei Lebensdauerkomponenten 155 ps und 240 ps angenommen. Dabei ergab sich eine Lebensdauer der ersten Komponente von 159 bzw. 168 ps. Ein zwei-komponentiger Fit ergab jedoch 20 bzw. 22 ps, die physikalisch unsinnig ist.

Damit wurde eindeutig gezeigt, dass nur eine Lebensdauerkomponente vorhanden ist. Ver-

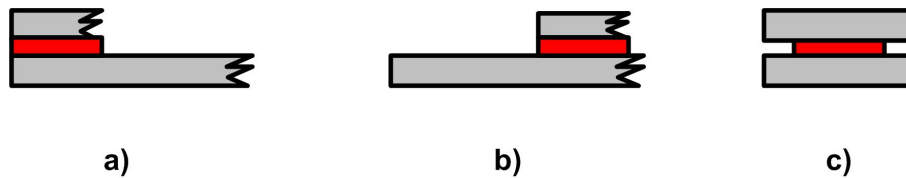


Abbildung 6.12: Die drei Sandwich-Geometrien. a: Das kurze Probenstück lag dabei auf der Fläche, die mit dem Steg belastet wurde. Zwischen den beiden lag die ^{22}Na -Quelle (in rot gekennzeichnet). b: Die zwei gebrochenen Stücke übereinander. c: Hierbei wurde die ^{22}Na -Quelle zwischen den beiden runden polykristallinen Proben befestigt.

gleichet man diese nun mit den vorher beschriebenen theoretischen Werten, so ist dies die Nickel-Komponente mit $\tau_{vac}(\text{Ni}) = 163$ ps. Da es keine zweite Komponente im Bereich von 240 ps gibt, enthält das Material höchstwahrscheinlich keine Mn- bzw. Ga-Fehlstellen. Bei den Graphiken zur Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Positronen wurde die Positronendichte entlang der (110)-Ebene von Ni_2MnGa dargestellt (s. Abb. 6.13).

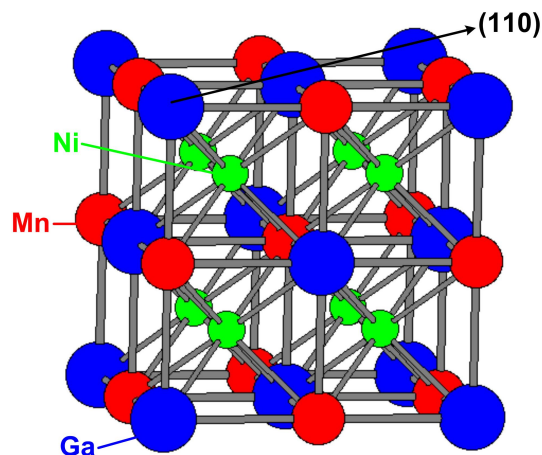


Abbildung 6.13: Ni_2MnGa -Gitterstruktur. Zur Darstellung der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Positronen wird entlang der (110)-Ebene aufgeschnitten (in der Graphik mit einem schwarzen Pfeil gekennzeichnet).

Daraus ergab sich dann die in Abbildung 6.14 rechts gezeigte Atomlage (eine (110)-Ebene). Die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Positrons im ungestörten Gitter ist auf der linken Seite zu sehen. Die höchste Aufenthaltswahrscheinlichkeit ist dabei zwischen den Ni-Atomen, was man an der roten Wellenfunktion sehen kann. Blau deutet auf eine niedrige Positronendichte hin.

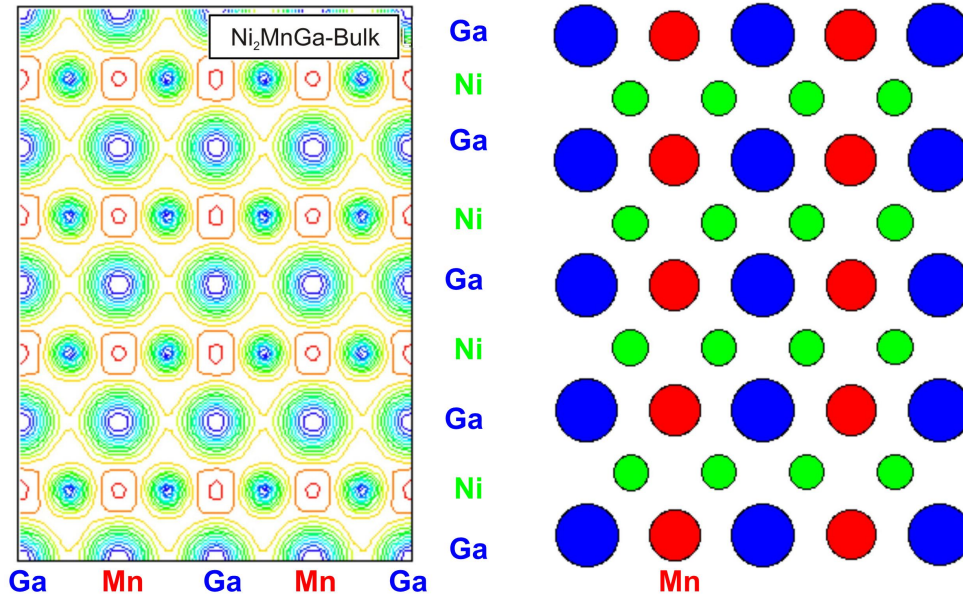


Abbildung 6.14: Links: Darstellung der berechneten Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Positrons (die Positronendichte) in fehlerfreiem Ni₂MnGa. Die roten Linien zeigen, dass die maximale Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter liegt. Die Skaleneinteilung geht von blau 0.00 nach rot 0.0122 bei insgesamt 11 Äquidichte-Linien. Rechts: Die (110)-Netzebene des Ni₂MnGa-Gitters.

Nun wird ein Ni-Atom bzw. ein Ga-Atom entfernt (s. Abb. 6.15). Aus den theoretischen Berechnungen läßt sich daraus schließen, dass die Positronendichte um die Nickel-Leerstelle kleiner als bei einer Gallium-Leerstelle ist. Wobei man hier darauf achten muß, dass die Skaleneinteilung links von 0.00 bis 0.050 geht, während rechts das Maximum bei 0.095 liegt. Rot zeigt die höchste Positronendichte an. Bei der Nickel-Leerstelle kommt es zum Überlapp der Wellenfunktionen des Ga und Mn, sowie mit denen der benachbarten Ni-Atome. Dabei ist sie stärker an den Ni-Atomen lokalisiert, was der Grund für die Ni-Leerstellen im Material, trotz kleinerer Lebensdauer, ist. Im rechten Bild ist zu erkennen, dass sich die Wellenfunktion sehr stark um die Nickel-Atome lokalisiert.

Das Vorhandensein von Ni-Leerstellen konnte durch eine S-Parameter-Messung bestätigt werden, bei der der Ausgangszustand der MSMA zu ausgeheiltem Nickel einen um 12,8% höheren S-Wert zeigte ($S(\text{MSMA}) = 0,4996(4)$, $S(\text{Ni}) = 0,4357(7)$).

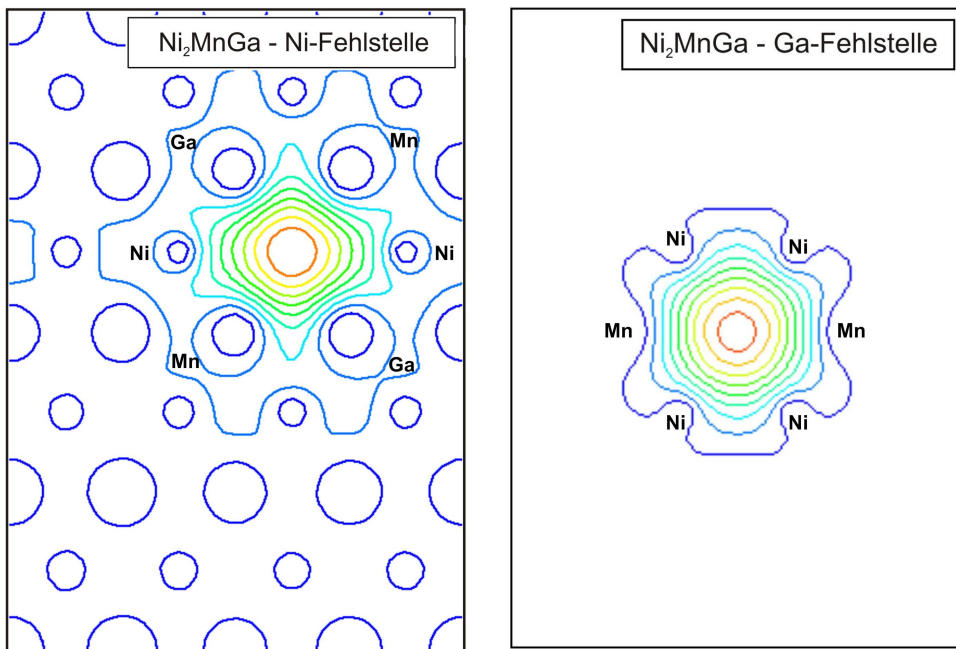


Abbildung 6.15: Links: Wie in Abbildung 6.14 oben, jedoch wurde ein Ni-Atom entfernt (Skaleneinteilung von 0.00 bis 0.050). Im Vergleich dazu wurde im Bild rechts ein Ga-Atom entfernt (Skaleneinteilung von 0.00 bis 0.095). Die Positronenwellenfunktion ist dabei im Bereich der Leerstellen stark lokalisiert. Im linken Bild sieht man den Überlapp der Positronenwellenfunktion mit den nächstliegenden Ni-, Ga- und Mn-Atome. Im rechten Bild ebenso, wobei dort deutlich zu sehen ist, dass sich die Wellenfunktion sehr stark um die Nickel-Atome lokalisiert.

6.2.4 Hochimpulsanalyse

Bei dieser Methode wurde die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes untersucht (Theorie siehe Kapitel 2.4.6).

Nach der Normierung der Spektren von Nickel und MSMA ergab sich der in Abbildung 6.16 gezeigte Graph.

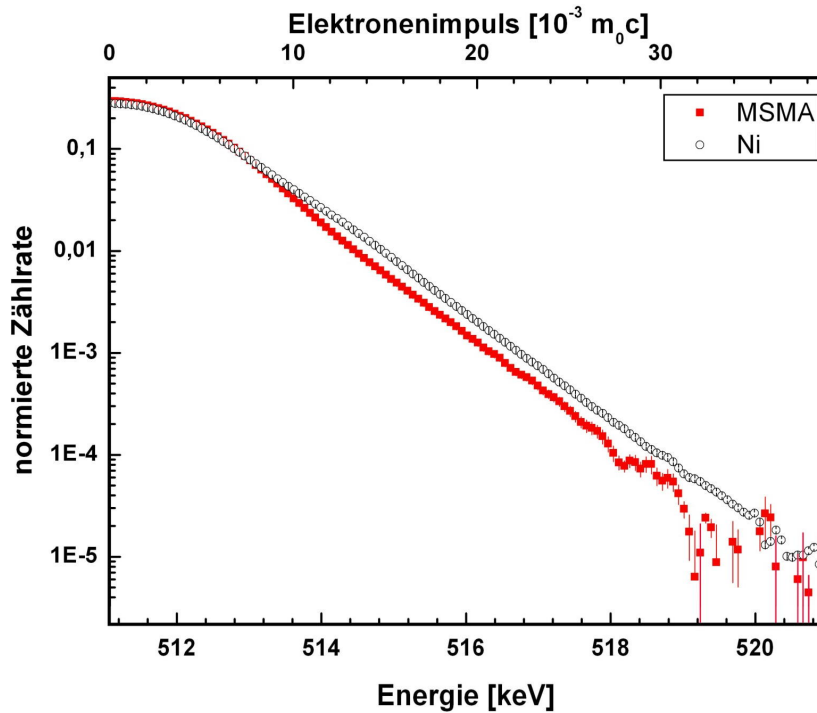


Abbildung 6.16: Diagramm zur Hochimpulsanalyse. Es wurde die normierte Zählrate gegen die Energie aufgetragen. An der oberen Abszisse ist der Elektronenimpuls in Einheiten von $10^{-3} m_0 c$ angegeben. In rot ist das MSMA-Spektrum und in schwarz das Nickel-Spektrum dargestellt. Ab dem Überschneidungspunkt bei etwa 513 keV zeigt sich eine geringere Elektronenimpulsdichte als bei Nickel.

Zu Beginn verhält sich das MSMA wie Nickel bis etwa 513 keV. Nach dem Überschneidungspunkt wird die rote Kurve steiler, was durch die unterschiedliche Impulsverteilung von Gallium gegenüber Nickel zurückzuführen ist.

Die Ratio-Funktion ergab sich durch die kanalweise Division der beiden Kurven. Sie ist in Abbildung 6.16 zu sehen.

Der Energiebereich zwischen 511 keV und 512 keV gilt, aufgrund der niedrigeren Impulse, als S-Parameter-Bereich. Ab 513 keV ist die chemische Umgebung der Leerstellen zu sehen. Dabei besitzen sie nicht die gleiche Umgebung wie Nickel, da die Ratio-Funktion zu höheren Energien abfällt. Somit besteht die Umgebung der Leerstellen nicht nur aus Nickel. Dieses Resultat deckt sich mit den Ergebnissen der Lebensdauerermessung im Kapitel 6.2.3 (Abbildung 6.15).

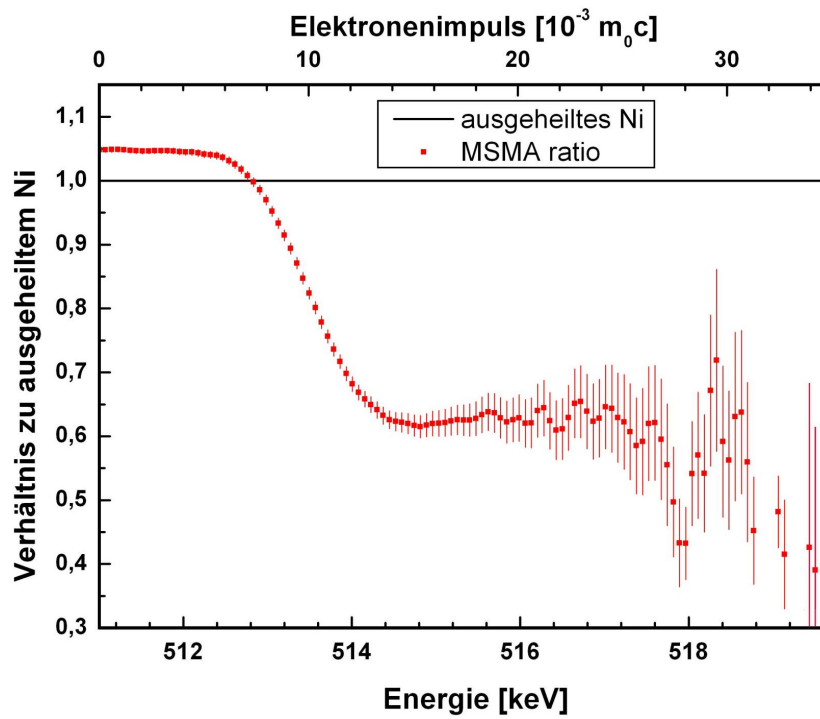


Abbildung 6.17: Ratio-Funktion. Beide Kurven wurden kanalweise dividiert und gegen die Energie aufgetragen. An der oberen Abszisse ist der Elektronenimpuls in Einheiten von $10^{-3} m_0 c$ angegeben. Der Bereich zwischen 511 keV und 512 keV ist der Bereich niedriger Impulse und beschreibt somit den S-Parameter. Ab etwa 512 keV wird die chemische Umgebung der MSM-Legierung zu Nickel gezeigt.

Kapitel 7

Zusammenfassung und Diskussion

Zusammenfassung

Die magnetische Formgedächtnislegierung Ni_2MnGa wurde im Wechsel-Belastungs-Versuch mit drei verschiedenen Lasten auf ihr Ermüdungsverhalten getestet (s. Kapitel 5 und 6.1). Dabei hob die Probe bei einem Gesamtmagnetfeld von etwa 0,8 T ein Gewicht, das an der mittleren Stange des Probenhalters befestigt war. In ihre Ausgangsposition kehrte sie zurück, indem das Gewicht das Material bei einem Magnetfeld von -0,2 T herabdrückte. Nach insgesamt etwa 300 000 Zyklen trat der Ermüdungsbruch ein.

Mit der Bonner Positronenmikrosonde (BPM, Kapitel 3.1) wurden nach verschiedenen Belastungszyklen die Positron-Zerstrahlungsparameter der Probe orts aufgelöst bestimmt (s. Kapitel 6.2.1). Damit sollte der Verlauf der Schädigung im Material bis zum Bruch beobachtet werden, um eine eventuelle Schadensvorhersage möglich zu machen. Dabei wurde bei jeder Messung ein einfacher Linienscan bestehend aus 23 Messpunkten durchgeführt und S- und W-Parameter bestimmt. Bei den Messungen des S-Parameters konnte kein ortsabhängiger Effekt festgestellt werden (s. Abb. 6.3 bis 6.5). Die Bestimmung des W-Parameters dagegen zeigte zu Beginn eine signifikante Änderung, die als Veränderung der chemischen Umgebung des Annihilationsortes gedeutet wird.

Bei einer Messung der Oberflächenhärte (Vickers) zeigte sich eine Verfestigung des belasteten Bereiches (s. Abb. 6.10). Der vordere Bereich, der durch den Steg-Querschnitt belastet wurde, zeigte einen linearen Anstieg bis zum Auflagepunkt (s. Abb. 6.10 rote Linie). Diese Linearität kann durch die in Abbildung 6.11 beschriebene Verschiebung des Stegs erklärt werden.

Die Leerstellen wurden mithilfe einer Messung der Positronen-Lebensdauer weiter untersucht (s. Kapitel 6.2.3). Dazu wurden beide Bruchstücke in einer Sandwich-Geometrie angeordnet und nach dem Messprinzip der Fast-Slow-Koinzidenz gemessen (s. Kapitel 3.2). Mit dieser Messung wurde gezeigt, dass es Sättigungseinfang der Positronen in Leerstellen auf dem Nickel-Untergitter gibt, der die Annihilationsparameter dominiert.

Um die bei der W-Parameter-Bestimmung festgestellte Änderung weiter zu analysieren, wurde am „Positronen-Topf“ (Kapitel 3.3) eine Hochimpulsanalyse durchgeführt. Damit konnte man die chemische Umgebung des Zerstrahlungsortes mit Nickel als Referenzwert vergleichen. Es stellte sich heraus, dass der dominante Leerstellentyp des MSMA nicht die gleiche chemische Umgebung wie ausgeheiltes Nickel hat. Die MSMA-Kurve zeigte einen deutlich steileren Abfall als die Nickel-Kurve (vgl. dazu Abb. 6.16). Diese Aussage wird durch den Ratio-Graph in Abbildung 6.17 bestätigt. Der Vergleich der S-Parameter ($S(\text{MSMA}) = 0,4996(4)$, $S(\text{Ni}) = 0,4357(7)$, $\frac{S(\text{MSMA})}{S(\text{Ni})} = 1.467(6)$) unterstützt das gewonnene Resultat, dass Ni-Leerstellen in der Probe vorhanden sind. Das Ergebnis deckt sich auch mit Lebensdauermessungen, die durch eine Positronenlebensdauer von $\tau_{\text{Mess}} = 161$ ps ein deutliches Anzeichen für das Auftreten von Ni-Leerstellen im Untergitter liefert ($\tau_{\text{calc}}(\text{Ni}) = 163$ ps aus Elektronenstrukturechnungen).

Bisherige Untersuchungen zeigen, dass die Ni_2MnGa -Legierung als Aktuator ohne Last selbst nach mehr als $2 \cdot 10^8$ Zyklen keine Materialermüdung aufweist [TEL02,SÖD05]. In dieser Arbeit wurde gezeigt, dass die magnetische Formgedächtnislegierung unter Last eine begrenzte Lebensdauer hat. Das Material brach ohne vorher messbare Anzeichen nach etwa 300 000 Zyklen unter Wechsel-Belastung. Dabei stellte sich heraus, dass mit Positronen über die Messung des S-Parameters im Gegensatz zu konventionellen Materialien (z.B. Karbonstahl) keine Schadensvorhersage möglich ist, da bereits im Ausgangszustand der Sättigungseinfang von Positronen in strukturelle Leerstellen dominiert.

Diskussion

Die MSM-Legierung Ni_2MnGa ist, wie bereits einleitend beschrieben, ein neuartiger Werkstoff, der bisher nur in struktureller Hinsicht untersucht worden ist (z.B. [ENK02]). Die einzigen beiden bisher veröffentlichten Ergebnisse zu dynamischen Eigenschaften beschreiben das Verhalten des Ni_2MnGa ohne Last [TEL02,SÖD05]. Die in dieser Arbeit durchgeführte Studie zur Dynamik des Werkstoffes unter Last ist neu und bisher noch nicht beschrieben. Aus diesen Gründen fällt eine Einordnung der Ergebnisse in ein literaturübergreifenden Kontext schwer.

In dieser Arbeit wurde die MSMA auf eine Wechselbelastung geprüft, wobei die Probe ein Gewicht hochheben mußte und wiederum durch die Last heruntergedrückt wurde. Es war die einzige einkristalline Probe, die zur Verfügung stand. Dabei hatte man keinen „echten“ Bulkwert, da das Ausheil-Verhalten der Ni_2MnGa -Legierung noch nicht bekannt ist. Dadurch könnte es sein, dass sie bereits verformungsbedingte Fehlstellen besaß und es daher zum schnelleren Bruch kam.

Aufgrund der hohen Konzentration struktureller Leerstellen im Material kommt es zum Sättigungseinfang, der eine Messung verformungsbedingter Leerstellen unmöglich macht.

Daher konnte bei der Messung des S-Parameters (s. Abb. 6.3 bis 6.5) keine Änderung zum Ausgangswert festgestellt werden. Beim W-Parameter (s. Abb. 6.6 bis 6.8) zeigt sich bereits zu Beginn der Wechselverformung einen signifikanten Unterschied (s. Abb. 6.7 A), der im weiteren Verlauf jedoch konstant bleibt. Dies deutet darauf hin, dass bereits nach den ersten Zyklen eine strukturelle Änderung zustande kam, die sich bei weiterer Belastung nicht mehr änderte. Nach diesen ersten Zyklen verlängerte sich die Probe um 1 mm, danach blieb die Länge konstant. Diese Längenänderung könnte den anfänglichen Effekt des W-Parameters erklären.

Aufgrund des Vergleiches der Lebensdauermessung mit der aus dem Überlapp der Positronenwellenfunktion mit der Elektronendichte numerisch bestimmten Lebensdauer konnte gezeigt werden, dass es sich wahrscheinlich um Leerstellen auf dem Ni-Untergitter handelt. Trotz der höheren Positronenaufenthaltswahrscheinlichkeit in Ga-Leerstellen als in Ni-Leerstellen (s. Abb. 6.15), zeigte sich nur die Lebensdauer der Ni-Leerstelle. Somit befinden sich keine Leerstellen auf dem Mn-Ga-Untergitter. Dies konnte durch eine S-Parameter-Messung bestätigt werden, bei der der Ausgangszustand der MSMA mit ausgeheiltem Nickel einen um 12,8% höheren S-Wert zeigte.

Mithilfe der Hochimpulsanalyse (s. Abb. 6.16 und 6.17) zeigte sich durch den steileren Abfall des MSMA-Spektrums einen deutlichen Unterschied zum Ni-Spektrum. Dies bedeutet, dass sich die chemische Umgebung der Leerstellen nicht nur stark von Nickel unterscheidet, sondern auch Anteile von Gallium und Mangan aufweist, und somit die Elektronenstrukturechnungen bestätigt.

Literaturverzeichnis

- [ALA95] M. Alatalo, H. Kauppinen, K. Saarinen, M.J. Puska, J. Mäkinen, P. Hautojärvi, R.M. Nieminen, *Phys. Rev. B* 51 (1995) 4176
- [ALA96] M. Alatalo, B. Barbiellini, M. Hakala, H. Kauppinen, T. Korhonen, M.J. Puska, K. Saarinen, P. Hautojärvi, R.M. Nieminen, *Phys. Rev. B* 54 (1996) 2397
- [ALA98] M. Alatalo, P. Asoka-Kumar, V.J. Ghosh, B. Nielsen, K.G. Lynn, A.C. Kruseman, A. van Veen, T. Korhonen, M.J. Puska, *J. Phys. Chem. Solids* 59 (1998) 55
- [AND33] C.D. Anderson, *Phys. Rev.* 43 (1933) 491
- [ASO96] P. Asoka-Kumae, M. Alatalo, V.J. Ghosh, A.C. Kruseman, B. Nielsen, K.G. Lynn, *Phys. Rev. Lett.* 77 (1996) 2097
- [ASM97] S. Lampman ed., *Metals Handbook, Vol 19: Fatigue and Fracture*, Am. Soc. of Metallurgy (1997)
- [AYU03] Dr. A. Ayuela, Dr. J. Enkovaara, *Magnetic shape memory alloys*, <http://www.fyslab.hut.fi/epm/heusler/>
- [BAC93] D.J. Bacon, *Materials Science and Technology* 1, Hrsg. R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, (VCH Weinheim, New York, Basel, Cambridge, 1993) 411
- [BAU86] J. Bauschinger, *Mitteilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der königlichen Hochschule in München*, 13 (1986) 1
- [BAR04] Bargel, Schulz, *Werkstoffkunde*, 2004
- [BEN02] K. Bennewitz, *Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [BER89] W. Bergmann, *Werkstofftechnik*, Band 1 und 2, Hansen (1989)
- [BOM00] C. Bommas, *Oberflächennahe Fehlstellen infolge plastischer Verformung*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2000)
- [CHR91] H.-J. Christ, *Wechselverformung von Metallen*, Springer (1991)

- [DEB49] S. DeBenedetti, C. Cowan, W. Konneker, Phys. Rev., 76 (1949) 440
- [DIR30] P.A.M. Dirac, Proc. Roy. Soc. A. 126 (1930) 360
- [DIR06] V. Dirks, *persönliche Mitteilung*, „Dirks Mikrotechnik“ Robert Koch-Weg 27 63538 Großkrotzenburg
- [DRY96] J. Dryzek, J. Kansy, *Comparison of three programs: Positronfit, Resolution and LT used for deconvolution of positron lifetime spectra*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 380 (1996) 576-581
- [EICH06] P. Eich, *Ortsaufgelöste Bestimmung der Schädigung an ermüdetem Karbonstahl*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2006)
- [ENK02] J. Enkovaara, A. Ayuela, L. Nordström, R.M. Nieminen, *Structural, thermal, and magnetic properties of Ni₂MnGa*, J. Appl. Phys., Vol. 91, No. 10, pages 7798-7800 (2002)
- [FÖLL] H. Föll, http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1_ge/index.html
- [GLA00] N.I. Glavatska, K. Ullakko, *Isomagnetic martensitic transformation in Ni₂MnGa alloys*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 218 (2000) 256-260
- [GEB99] J. Gebauer, M. Lausmann, T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, M. Hakala, M.J. Puska, Phys. Rev. B 60 (1999) 1464
- [GOT98] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer (1998)
- [HAA84] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*, 2. Auflage, Springer Verlag, Berlin (1984).
- [HAA97] M. Haaks, *Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [HAA03] M. Haaks, *Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spannwurzeln*, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [HAA05] M. Haaks, T.E.M. Staab, K. Saarinen, K. Maier, *Chemical sensitivity in positron annihilation with just one single Ge detector*, phys. stat. sol. (a) 202, No.4, R38-R40 (2005)
- [HAA06a] M. Haaks, *Software zur Datenauswertung M_SPEC 2*, <http://www.iskp.uni-bonn.de/gruppen/material/software/MSpec.php>, 2006
- [HAA06b] M. Haaks, T.E.M. Staab, K. Maier, *Analyzing the high-momentum part of positron annihilation Doppler spectra with a single germanium detector*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 569 (2006) 829-836

- [HÄK90] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1990) 12441
- [HEC02] O. Heczko, L. Straka, N. Lanska, K. Ullakko, J. Enkovaara, *Temperature-Dependence of Magnetic-Anisotropy in Ni-Mn-Ga Alloys Exhibiting Giant Field-Induced Strain*, *J. Appl. Phys.* 91(10), 8228 (2002)
- [HUL84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 3rd ed., Butterworth & Heine-
mann (1984)
- [HÜB95] Ch. Hübner, T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, *Appl. Phys. A* 61 (1995) 202
- [JAM98] R.D. James, M. Wuttig, *Magnetostriction of martensite*, *Phil. Mag. A* 77(5),
1273 (1998)
- [JOH92] V. John, *Introduction to Engineering Materials*, 3rd ed., MacMillian Press
(1992)
- [KLE90] I. Kleber, H. Bautsch, J. Bohm, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag
Technik (1990)
- [KOH04a] M. Kohl, D. Brugger, M. Ohtsuka, T. Takagi, *A novel actuation mechanism
based on ferromagnetic SMA thin films*, *Sensors and Actuators* 114(2-3), 445
(2004a) und Deutsche Patentanmeldung Nr. 10213671, PCT-Anmeldung WO
03/081039
- [KOH04b] M. Kohl, Y. Liu, B. Krevet, S. Dürr, M. Ohtsuka, *SMA microactuators for
microvalve applications*, *J. Phys. IV France* 115, 333 (2004b)
- [KR99] R. Krause-Rehberg und H.S. Leipner, *Positron Annihilation in Semiconductors*,
1. Auflage, Springer Verlag, Berlin (1999)
- [LAI96] T. Laine, K. Saarinen, J. Mäkinen, P. Hautojärvi, C. Corbel, L.N. Pfeiffer, P.H.
Citrin, *Phys. Rev. B* 54 (1996) R11050
- [LEO93] W.R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Elements*, 2nd revisited
ed., Springer New York (1993)
- [MIT79] M. Mitchell, *Fundamentals of Modern Fatigue Analysis for Design*, in [Asm97],
p. 228
- [MUR01] S.J. Murray, R.C. O'Handley, S.M. Allen, *Model for discontinuous actuation
of ferromagnetic shape memory alloy under stress*, *J. Appl. Phys.* 89(2), 1295
(2001)
- [MÜL05] T. Müller, *Magnetfeld induzierte Diffusion von Positronen in Metallen*, Diplom-
arbeit, HISKP, Universität Bonn (2005)

- [MÜL06] I. Müller, *Vergleich orts aufgelöster zerstörungsfreier Methoden zur Plastizitätsuntersuchung*, Dissertation, HISKP, Universität Bonn (2006)
- [NEG04] C.M. Negrini, *Positronenlebensdauerspektroskopie an Al-Cu-Modell-Legierungen*, Diplomarbeit, HISKP, Universität Bonn (2004)
- [NIE80] R.M. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev. B*, 22 (1980) 2226
- [PER70] A. Perkins, J. Carbotte, *Phys. Rev. B*, 1 (1970) 101
- [PUL05] A. Puls, *Schadensvorhersage in ferritischem Stahl*, Diplomarbeit, HISKP, Universität Bonn (2005)
- [PUS83] M.J. Puska and R.M. Nieminen, *Defect Spectroscopy with Positrons: A general Computational Method*, *J. Phys. F. Metal. Phys.*, (1983), 13, p. 333-346
- [PUS94] M.J. Puska, R.M. Nieminen, *Rev. Mod. Phys.* 66 (1994) 841
- [RIT59] R. Ritchi, *Phys. Rev.*, 114 (1959) 644
- [SAA61] G. Saada, *Acta Metall.* 9 (1961) 166, 965
- [SEE65] A. Seeger, *Moderne Probleme der Metallphysik*, Springer(1965)
- [SCH88] P.J. Schultz, K.G. Lynn, *Rev. Mod. Phys.* 60 (3) (1988) 701
- [SCH92] W. Schilling, in: Bergmann und Schäfer: *Lehrbuch der Experimentalphysik-Festkörper*, Band 6; Walter de Gruyter, Berlin New York, 1992in , S.297
- [SCH04] L. Schultz, W. Petry, E. Quandt, K. Samwer, E.F. Wassermann, J. Hesselbach, S. Fähler, *Änderung von Mikrostruktur und Form fester Werkstoffe durch äußere Magnetfelder*, DFG Schwerpunktprogramme, (2004)
- [SL88] P.J. Schultz und K.G. Lynn, *Interaction of Positron Beams with Surfaces, thin Films, and Interfaces*, *Rev.Mod.Phys.*, 60 (3) (1988) 701
- [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)
- [SÖD05] O Söderberg, Y Ge, A Sozinov, S-P Hannula and V K Lindroos, *Recent breakthrough development of the magnetic shape memory effect in Ni-Mn-Ga alloys*, *Smart Mater. Struct.* 14 (2005) S223-S235
- [SON02] S. Sonneberger, *Verformungsverhalten von technischen Aluminiumlegierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2002)

- [SOZ02] A. Sozinov, A.A. Likhachev, N. Lanska, K. Ullakko, *Giant Magnetic-Field-Induced Strain in NiMnGa 7-LayeredMartensitic Phase*, Appl. Phys. Lett. 80(10), 1746 (2002)
- [STA96] T.E.M. Staab, B. Somieski, R. Krause-Rehberg, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 381 (1996) 141
- [STA99] T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, B. Kieback, J. Mat. Sci. 34 (1999) 3833
- [STA06] T.E.M. Staab, *persönliche Mitteilung* (2006)
- [TEL02] J. Tellinen, I. Suorsa, A. Jääskeläinen, I. Aaltio, K. Ullakko, *Basic properties of magnetic shape memory actuators*, Proc. Actuator'02, Bremen, Germany, 566 (2002)
- [VOL89] F. Vollertsen, S. Vogler, Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur, Carl Hanser Verlag (1989)
- [WES73] R. West, Adv. Phys, 22 (1973) 263
- [WDP02] <http://www.weltderphysik.de/de/1269.php>
- [WID99] T. Wider, *Der Einfluss von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung*, Dissertation, Universität Bonn (1999)
- [WIK06] <http://de.wikipedia.org>, (2006)
- [WÖH58] A. Wöhler, *Bericht über die Versuche, welche auf der Königlich-Niederschlesischen-Märkischen Eisenbahn mit Apparaturen zu Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt*, Zeitschrift für Bauwesen, 8 (1858) 642
- [ZAM02] Ch. Zamponi, *Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [ZEL96] A. Zeludev, S.M. Shaprio, P. Wochner, *Precursor effects and premartensitic transformation in Ni₂MnGa*, Phys. Rev. B 54, 15045 (1996)

Danksagung

Mein ganz besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. K. Maier für das interessante und lehrreiche Jahr. Er hat sich immer Zeit für Fragen und Probleme jeglicher Art genommen und dabei immer den entscheidenden Gedanken für ein zielführendes Weiterkommen gehabt. Nebenbei waren die Käse-Spätzle genial...

Herrn Priv.-Doz. Dr. R. Vianden danke ich für die Übernahme des Koreferats.

Dr. Matz Haaks möchte ich für seine große Hilfe bei der Entstehung dieser Arbeit danken, besonders in der Endphase durch zusätzlich schöne Bilder und den letzten Hochimpuls-Messungen, wie auch Auswertung.

Priv.-Doz. Dr. Torsten Staab für die Korrektur und die Bilder, wie auch die Theorie zur Positronen-Lebensdauerermessung.

Der gesamten „Maier-Gruppe“ für eine super Atmosphäre und tolle Hilfsbereitschaft. Patrick Eich (für die Suche nach den „frechen“ Positronen :-)), Benedikt Klobes (für die große Hilfe bei der Lebensdauerermessung), Christian Lenk, Andreas Orth, Poornnima Anbalagan, Judith Fingerhuth, Christine Negrini, Reza Zamani, Hilke Hattermann, Iris Kohlbach, Volker Sluka und Björn Korff.

Der immer größer werdenden NMR-Gruppe: Ole Oehms, Christian Hoehl, Maurice Schlichtenmayer, Nouri El-Miladi, Sarah Wrede (für die schnelle Rechtschreibkorrektur), Meinhard Lewerenz und André Engelbertz (für die „Wochenendaufsicht“ meines Experiments).

Marcus Radicke, als Freund für die Zeit während unseres Studiums und außerhalb des Hörsaals.

Nicht vergessen möchte ich die Ehemaligen. Dr. Ingo Müller für seine Hilfsbereitschaft bei all meinen Fragen und Problemen. Ohne ihn würde meine Arbeit nicht so schnell voran gekommen sein.

Für die schnelle Einführung in die Gruppe und in das Institutsleben danke ich Thorsten Müller. Außerdem für seine Zeit außerhalb der Uni, in der er mir mit Tipps und Rat während und am Ende meiner Diplomarbeit zur Verfügung stand.

Der Zyklotrongruppe möchte ich für die hervorragende und schnelle Hilfe beim Aufbau des Wechsel-Belastungs-Apparats danken. Besonders Berthold Kann und Stefan Birkenbach für die netten und witzigen Gespräche zwischen den Belastungszyklen und Strahlzeiten.

Allen Mitgliedern der Feinmechanischen Werkstatt für die schnelle und präzise Bearbeitung meiner Wünsche.

Der Elektronikwerkstatt-Truppe für die Geduld und Ausdauer bis zur Fertigstellung meiner Elektronikschaltung.

Für die Beschaffung der Probe und somit das Ermöglichen dieser Arbeit danke ich Viktor Dirks aus „Dirks Mikrotechnik“ in Großkrotzenburg und Dr. Ralf Sindelar aus dem Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF in Darmstadt.

Einen besonders riesengroßer Dank geht an meinen Eltern, denen diese Arbeit auch gewidmet ist. Meiner Mama Caroline Bürkle, meinem „Zweitpapa“ Wolfgang Bürkle und meinem Papa Paul Huysmans. Es ist schwer zu beschreiben, was sie geleistet haben, denn es ist genial. Ich bin wahnsinnig stolz, solche Eltern zu haben. Sie haben mir dieses Studium ermöglicht und standen in allen Situationen hinter mir. Ohne sie wäre diese Arbeit nicht zustande gekommen.

Mijn Papa. Ik zou mij graag bij hem bijkomend bedanken. Voor de mooie ontspannende tijd in België tijdens mijn studies. Door hem kon ik zonder zorgen mijn studies eindige en tussendoor ook nog fantastise vakanties beleefd.

Mijn broer Tom. Ik heb altijd naar hem opgekeken en bewonderd. Ik heb met hem onvergetelijke, mooie en plezierige ogenblikken beleefd. Die tijd heeft mij door mijn studies geholpen en langzaam aan begrepen dat hij altijd bij mij zal zijn. Tom, mijn diploma weit ik an jou van ganser harte, want het moet ook jouw succes zijn. DANKU!!!

Meinem Brüderchen Nils danke ich für witzigen und turbulenten Stunden.

Niet te vergeten, mijn oncel Eddy Huysmans, mijn opa Josef Huysmans en marraine Emmy Becquet. Dat ze aanwezig zijn maakt mij gelukkig, en heben mij op hun eigen manier geholpen.

Meinem Freund Marc Wittlich. Für seine grenzenlose Unterstützung und Hilfe während meines Studiums und besonders bei dieser Arbeit. Durch seine Gelassenheit, Ausdauer und Liebe hat er mich während und am Ende der Diplomarbeit immer wieder aufgebaut. Ich habe ihm einen wesentlichen Teil dieser Arbeit zu verdanken. Du bist großartig.

Roselie und Winfried Wittlich für ihre tolle Unterstützung.

Allen Verwandten und Freunden für die Erzeugung eines schönen und gemütlichen Umfeldes.

Meiner Korbballtruppe danke ich für die erholsamen und austobenden Stunden neben der Diplomarbeit.