

**Untersuchung von Plastizität und
Ermüdung technischer
Aluminiumlegierungen mit Positronen**

von

Oliver Marius Wirtz

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz–Institut für Strahlen– und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

im November 2008

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

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: PD Dr. Reiner Vianden

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Defekte im Festkörper	3
2.1.1	Punktdefekte	3
2.1.2	Versetzungen	4
2.1.3	Ausscheidungen	6
2.2	Plastizität	7
2.2.1	Zugversuch	7
2.2.2	Wechselverformung	8
2.2.3	WÖHLER-Verfahren	9
2.3	Ausscheidungshärtung	11
2.4	Positron im Festkörper	15
2.4.1	Positronenquellen	15
2.4.2	Wechselwirkung mit Materie	16
2.4.3	Wechselwirkung mit Fehlstellen	17
2.4.4	Positronenannihilation	19
2.4.5	Die Linienformparameter	20
3	Aluminium und Aluminiumlegierungen	23
3.1	AlCuMg-Legierungen	24
3.2	AlMgSi-Legierungen	24
4	Experimentelle Grundlagen	27
4.1	Die Zugprüfmaschine	27
4.2	Die Wechselverformungsmaschine	29
4.3	Die Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM)	31
5	Messungen	33
5.1	Zugversuche	33
5.1.1	AA2024	33
5.1.2	AA6013	36
5.1.3	AA6082	38
5.2	Wechselverformungsversuch	40

6	Auswertung und Diskussion	43
6.1	Verformungsabhängigkeit des relativen S-Parameters	43
6.2	Schadensvorhersage	46
7	Zusammenfassung	49
	Literaturverzeichnis	51
	Danksagung	54

Kapitel 1

Einleitung

In sehr vielen Bereichen der industriellen Produktion werden heutzutage Aluminiumlegierungen eingesetzt. Überall dort, wo gleichzeitig hohe Festigkeit und geringes Gewicht erforderlich sind, kommen sie zum Einsatz, so z.B. in der Luft- und Raumfahrttechnik oder der Automobilindustrie. Aus diesem Grund werden in dieser Arbeit drei verschiedene Aluminiumlegierungen untersucht.

Bevor man einen Werkstoff in der industriellen Produktion einsetzen kann, müssen seine mechanischen und plastischen Eigenschaften untersucht werden. Die Kenntnis über das Verhalten von Bauteilen, wenn diese großen Belastungen ausgesetzt sind, ist ebenso wichtig für die Stabilität und Festigkeit, wie das Wissen über das Ermüdungsverhalten. Schon bei kleinen Lasten, die deutlich im elastischen Bereich liegen, kommt es bei anhaltender Wechselbelastung zum Ermüdungsbruch.

Seit 150 Jahren wird mit Hilfe des WÖHLER-Tests die Lebensdauer mechanisch beanspruchter Bauteile ermittelt. Hierzu benötigt man eine große Anzahl äquivalenter Proben, die bei unterschiedlichen Spannungen bis zum Bruch wechselbelastet werden. Die Ergebnisse werden dann in einem WÖHLER-Diagramm dargestellt. Um mit dieser Methode die Lebensdauer des Materials zu bestimmen, benötigt man neben der großen Anzahl von Proben auch Lastzyklenzahlen im Bereich von 10^7 bis einige 10^9 . Diese Art der Schadensvorhersage ist also sehr zeit- und kostenintensiv.

Wird ein Metall plastisch verformt, kommt es im Kristallgitter zu einer Erhöhung der Fehlstellenkonzentration. Das Material bricht, wenn lokal eine kritische Fehlstellendichte erreicht wird. Diese Veränderung der Fehlstellenkonzentration lässt sich mit Hilfe der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) messen. Sie ermöglicht es aus den Frühstadien der plastischen Verformung den späteren Bruch sichtbar zu machen.

Frühere Ergebnisse der Arbeitsgruppe haben gezeigt, dass die PAS zur Vorhersage von Ermüdungsbrüchen herangezogen werden kann. An austenitischen und ferritischen Stählen konnten erfolgreich Ermüdungsbrüche vorhergesagt werden. Dar-

über hinaus liegen die Vorteile der PAS als Methode zur Schadensvorhersage auf der Hand. Es ist keine aufwendige Probenpräparation nötig und sie ist vollkommen zerstörungsfrei. Außerdem ergibt sich eine immense Zeitersparnis, da schon nach wenigen Lastzyklen - auf Grund der hohen Sensitivität der PAS auf die Defektdichte - Informationen für die Vorhersage eines Ermüdungsbruch gewonnen werden können.

Diese Tatsachen gaben Anlass dazu diese Methode auch auf Aluminiumlegierungen anzuwenden. Die Geometrie der verwendeten Proben lehnt sich an die Standardgeometrie für Wechselbelastungsversuche an. Auf Grund der stark lokalisierten Spannungskonzentration ist es notwendig, die Fehlstellendichte mit einer hohen Ortsauflösung zu messen, wie es die Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) zulässt.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Defekte im Festkörper

Eine Reihe von wichtigen physikalischen Eigenschaften eines Festkörpers werden durch die Anzahl und die Art von Defekten in seiner Kristallstruktur bestimmt. So beeinflussen sie zum Beispiel auch seine mechanischen und plastischen Eigenschaften. Die verschiedenen Defekttypen lassen sich nach ihrer Dimension ordnen.

2.1.1 Punktdefekte

Zu den einfachsten Gitterdefekten gehören die nulldimensionalen oder Punktdefekte. Sie werden unterteilt in Gitterleerstellen, Zwischengitterdefekte und substitutionelle Defekte. Bei Gitterleerstellen handelt es sich um ein fehlendes Atom im Kristallgitter. Von Zwischengitterdefekten spricht man, wenn ein Atom von einem Gitterplatz oder ein Fremdatom ins Zwischengitter wandert. Darüber hinaus können auch Fremdatome einen Gitterplatz besetzen und so substitutionelle Defekte bilden. Das Einbringen solcher Gitterdefekte führt zu kurzreichweitigen Verzerrungen der Kristallstruktur (siehe Abb. 2.1).

Fremdatome treten in einem Metall entweder als natürliche Verunreinigung auf oder sie werden absichtlich als Legierungselemente eingebracht. In Legierungen kann die Fremdatomkonzentration bis zu 50 % betragen, bei den reinsten Metallen liegt sie zwischen 10^{-4} und 10^{-7} pro Atom.

Da Leerstellen einen besonderen Einfluss auf die Annihilationsstrahlung von Positron und Elektron haben, ist ihre Konzentration im Festkörper von besonderem Interesse für diese Arbeit. Im thermischen Gleichgewicht folgt sie einer Boltzmannverteilung.

$$C_{1V}(T) = \exp\left[-\frac{H_{1V}^F}{k_b T}\right] \exp\left[\frac{S_{1V}^F}{k_b}\right] \quad (2.1)$$

Hierbei ist $C_{1V}(T)$ die Leerstellenkonzentration. Sie hängt von der Leerstellenbildungsenthalpie H_{1V}^F und der Konfigurationsentropie S_{1V}^F ab. Wie aus der Formel 2.1 zu entnehmen ist, berechnet sie sich im wesentlichen aus H_{1V}^F und man sieht, dass im Festkörper immer Leerstellen vorhanden sind [Got98, LB91, Sch81].

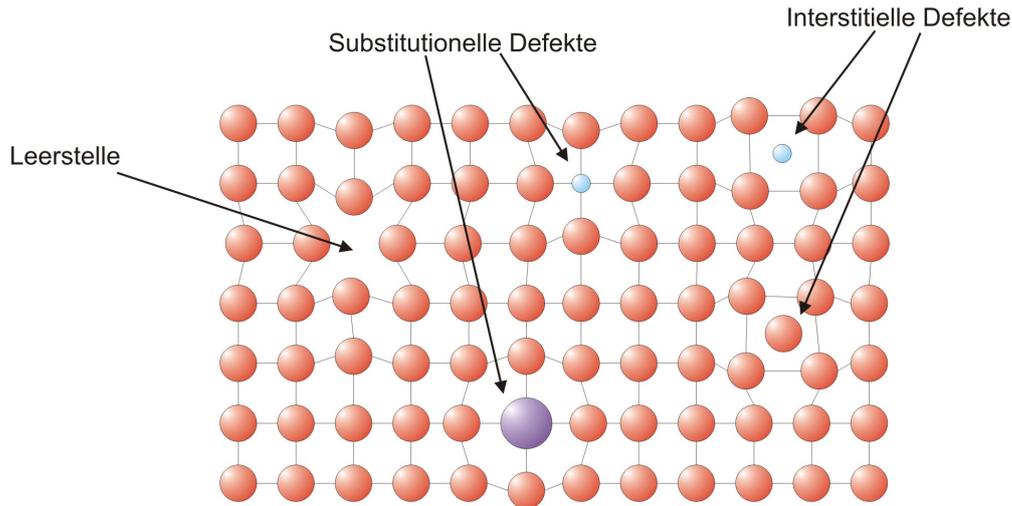


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung einiger Punktdefekte in einem primitiven kubischen Gitter. Alle Punktdefekte haben eine Verzerrung des Gitters zur Folge. Darüber hinaus können sie attraktive Potentiale für Positronen darstellen. Vor allem Fehlstellen sind gute Kandidaten für Positronenfallen.

2.1.2 Versetzungen

Versetzungen sind linienförmige Defekte in der Kristallstruktur. Sie enden niemals im Kristall, sondern sind entweder zu Ringen geschlossen oder enden an einer Grenz- bzw. Oberfläche. Zu den einfachsten Vertretern einer Versetzung gehören die Stufen- und die Schraubenversetzungen.

Wie Abbildung 2.2 zeigt, kann man Versetzungen mit Hilfe des Burgersvektors \vec{b} und der Versetzungslinie \vec{s} charakterisieren. Der Burgersvektor ist der Vektor den man benötigt, um einen Burgersumlauf im gestörten Gitter zu schließen.

Stehen \vec{s} und \vec{b} senkrecht zueinander, handelt es sich um eine Stufenversetzung. Sind sie hingegen parallel, so liegt eine Schraubenversetzung vor. Im realen Kristallgitter liegen diese beiden Versetzungstypen in der Regel nicht in Reinform vor. Die Versetzungslinie ist in den meisten Fällen eine Kombination aus beiden Verset-

zungsarten und krümmt sich beliebig im Kristall [Hul84, Got98, Hir82].

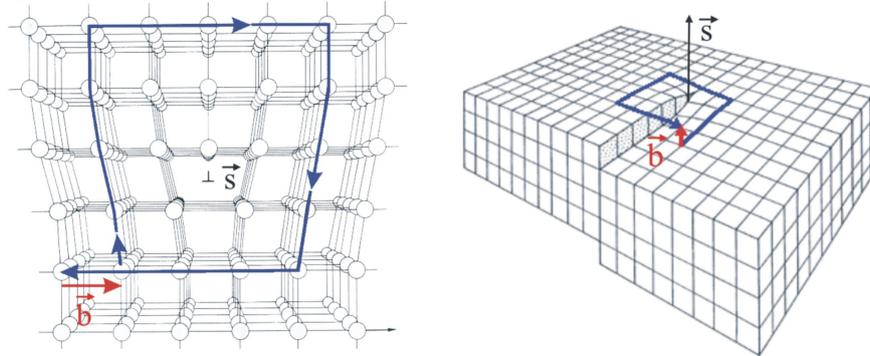


Abbildung 2.2: Die linke Seite der Abbildung zeigt eine Stufenversetzung, die rechte eine Schraubenversetzung. Der Vektor \vec{s} zeigt aus der Papierebene hinaus. Der Burgersumlauf ist in blau und der Burgersvektor \vec{b} in rot dargestellt [Haa74].

Wirkt nun von außen eine Kraft, bewegen sich die Versetzungen bevorzugt auf sogenannten Gleitebenen durch den Kristall. Diese Gleitebenen werden vom Burgersvektor \vec{b} und der Versetzungslinie \vec{s} aufgespannt. Dieses Wandern oder Gleiten der Versetzungen ist energetisch sehr viel günstiger als alle Atome gleichzeitig gegeneinander zu verschieben, da nur einzelne atomare Bindungen aufgebrochen werden müssen (siehe Abb. 2.3).

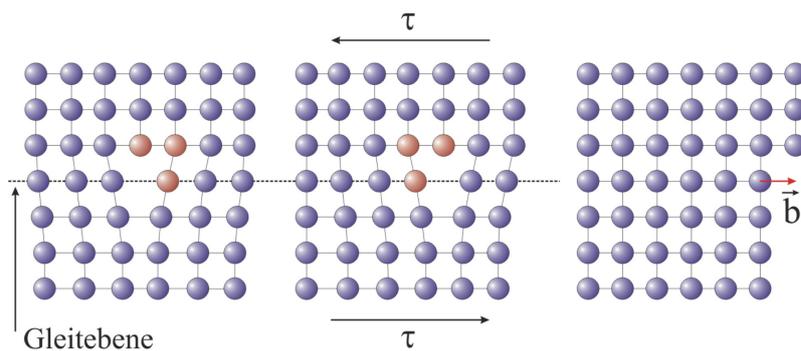


Abbildung 2.3: Abgleiten einer Versetzung durch das Kristallgitter. τ ist die von außen wirkende Scherspannung. Es müssen immer nur einzelne Atombindungen aufgebrochen werden, nach [Loe08].

Findet die Versetzungsbewegung quer zur Gleitebene statt, wird sie als Klettern bzw. Quergleiten bezeichnet. Hierbei entstehen Stufen in der Versetzung, die ihre Bewegung behindern und gleichzeitig Hauptquelle für die Erzeugung von Leerstellen sind [Kle90].

Diese Versetzungsbewegungen sind von großer Bedeutung für die Verfestigung und Verformung von kristallinen Festkörpern. Auf ihre genaue Wirkungsweise wird in Kapitel 2.2 eingegangen. In ausgeheilten Metallen beträgt die Versetzungsdichte $10^{10} m^{-2}$ bis $10^{12} m^{-2}$ und kann bei Verformung auf $10^{16} m^{-2}$ ansteigen [Joh92].

2.1.3 Ausscheidungen

Ausscheidungen führen, je nach ihren Abmessungen im Vergleich zum Grundgitter, zu einer elastischen Verzerrung des Gitters, wodurch sich der Kristall in einem energetisch ungünstigen Zustand befindet. Um diesen Effekt zu mildern, bilden sich im Umfeld Versetzungen und Leerstellen [Vol89].

Zusätzlich zu diesem Effekt sind Ausscheidungen auch Hindernisse für Versetzungsbewegungen. Sie können nicht mehr ungehindert durch das Material gleiten, was zu einer Verfestigung führt. Dieser Effekt ist für technische Anwendungen von großer Bedeutung und wird als Ausscheidungshärtung bezeichnet. Diese wird in Kapitel 2.3 näher beschrieben.

2.2 Plastizität

Ein Festkörper kann elastisch und plastisch verformt werden. Charakteristisch für eine elastische Verformung ist, dass der Festkörper nach Entlastung sofort wieder seine ursprüngliche Form annimmt. In diesem Bereich relativ kleiner Verformungen gilt das HOOKSche Gesetz, welches einen linearen Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und der Dehnung des Festkörpers beschreibt.

Eine Eigenschaft von Metallen ist, dass sie weit über diesen elastischen Bereich hinaus verformt werden können. Hierbei handelt es sich um eine irreversible Verformung, die man als plastisch bezeichnet und die nach der Entlastung erhalten bleibt. Dies ist auf die Erzeugung und Bewegung von Versetzungen zurückzuführen. Zur Untersuchung dieser unterschiedlichen Mechanismen gibt es verschiedene Versuchsanordnungen, von denen einige im Anschluss näher erläutert werden.

2.2.1 Zugversuch

Der Zugversuch liefert bei einachsiger Verformung Informationen über das Spannungs-Dehnungs-Verhalten eines Werkstoffs. Dazu wird eine Probe mit konstanter Geschwindigkeit verlängert und sowohl die Längenänderung Δl also auch die dazu notwendige Kraft F fortlaufend dokumentiert. Aus diesen beiden Messgrößen lässt sich dann die relative Dehnung ϵ und die technische Spannung σ mit Hilfe der Formeln 2.2 und 2.3 bestimmen.

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

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (2.3)$$

Die Dehnung ϵ ist also das Verhältnis der Längenänderung Δl zur Ausgangslänge l_0 der Probe. Aus der Kraft F , bezogen auf den Ausgangsquerschnitt A_0 , ergibt sich die technische Dehnung σ . Trägt man nun σ gegen ϵ auf, erhält man die technische Spannungs-Dehnungs-Kurve. Der Zusatz „technische“ besagt, dass die Einschnürung der Probe während des Versuches nicht berücksichtigt wird. Ein typischer Verlauf einer solchen Kurve ist in Abbildung 2.4 dargestellt.

Zu Beginn der Spannungs-Dehnungs-Kurve, also bei kleinen Spannungen, befindet man sich im elastischen Bereich. Die auftretende Verformung der Probe ist noch reversibel. Der Verlauf wird hier durch das HOOKSche Gesetz

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.4)$$

beschrieben. Erhöht man die Spannung erreicht man die Elastizitätsgrenze. Die Kurve knickt ab. Erhöht man die Spannung weiter, überschreitet man die Streckgrenze und erreicht den plastischen Bereich. Hier ist die Deformation der Probe irreversibel.

Als Zugfestigkeit bezeichnet man die Spannung, bei der die Probe reißt. Der Abfall gegen Ende der Kurve ist mit dem nicht berücksichtigten Einschnüren der Probe zu erklären [Ber92, Ber97, Got98, Joh92].

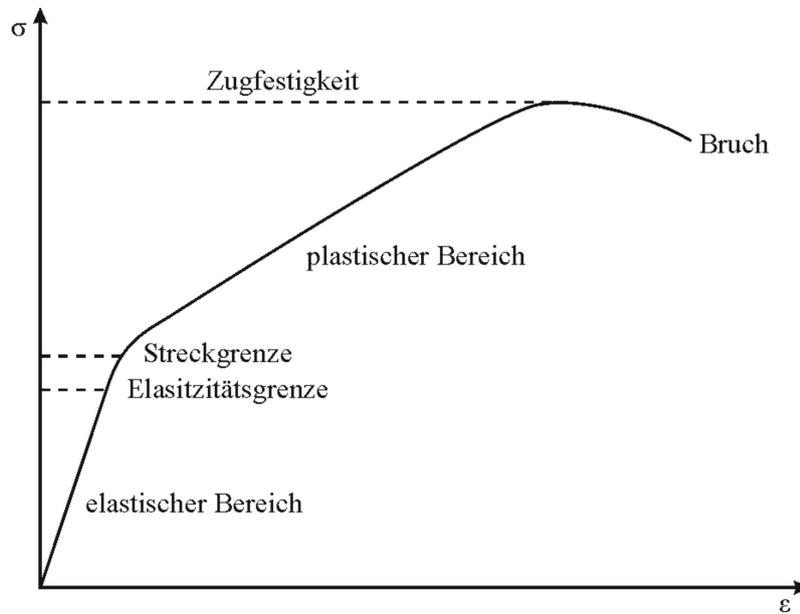


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve. Es wird die technische Spannung σ gegen die technische Dehnung ϵ aufgetragen. Bei kleinen Spannungen befindet man sich im elastischen Bereich, der durch das HOOKSche Gesetz beschrieben wird. Mit Erreichen der Elastizitäts- bzw. der Streckgrenze wechselt man in den plastischen Bereich. Als Zugfestigkeit bezeichnet man die maximale Spannung bei der die Probe reißt. Auf Grund des Einschnürens der Probe kommt es im hinteren Teil zu einem Abfall des Kurvenverlaufes.

2.2.2 Wechselverformung

In der Praxis werden Werkstoffe nicht nur statisch, wie im Fall des Zugversuchs, sondern auch dynamisch beansprucht. Diese idealisierte Form der Belastung nennt man zyklisch und tritt u.a. bei schwingenden oder rotierenden Bauteilen auf. Bereits 1858 entwickelte August Wöhler eine Vielzahl von Experimenten, um das Ermüdungsverhalten von Eisenbahnachsen zu untersuchen. Die damals entwickelten Methoden sind heute noch von großer Wichtigkeit für die industrielle Schadensvorhersage [Wöh58].

Ein solches Experiment ist z.B. der Zug-Druck-Versuch, in dessen Verlauf ein Werkstück sinusförmig belastet wird. Diese Belastung kann entweder mit konstanter Dehnungsamplitude ϵ_a (dehnungskontrolliert) oder mit konstanter Spannungsamplitude σ_a (spannungskontrolliert) erfolgen. Trägt man während des Versuches die Spannung

gegen die Dehnung auf, so ergeben sich Hystereseschleifen, wie sie in Abbildung 2.5 dargestellt sind.

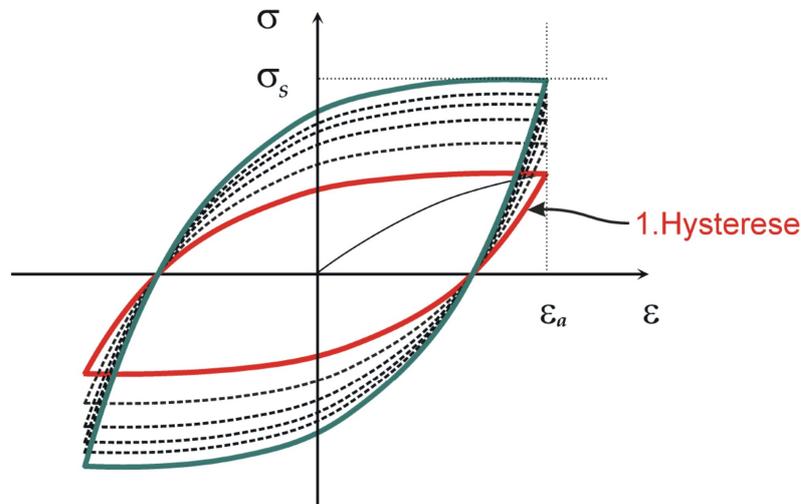


Abbildung 2.5: Idealisierte Hystereseschleifen für den dehnungskontrollierten Fall. Die Dehnung ϵ_a bleibt konstant, während auf Grund der Verfestigung des Materials mit steigender Zyklenzahl N eine immer höhere Spannung aufgebracht werden muss.

Hierbei handelt es sich um den dehnungskontrollierten Fall. Die Spannungsamplitude steigt an, während die Dehnungsamplitude konstant bleibt. Dieses Verhalten nennt man zyklische Verfestigung. Die meisten Metalle zeigen es zu Beginn einer Wechselbelastung und erreichen mit größerer Lastwechselzahl einen Sättigungszustand. In der Hysteresekurve macht sich dies wie folgt bemerkbar: zu Beginn kommt es zu Asymmetrien, die mit steigender Zyklenzahl in einen geschlossenen Kurvenverlauf übergehen. Sobald der Sättigungszustand erreicht ist, bleibt die Form der Kurve konstant, bis die Lebensdauer des Werkstoffs erreicht ist und es zum Ermüdungsbruch der Probe kommt.

Die Mechanismen, die für das Verfestigungsverhalten bei wechselverformten Proben verantwortlich sind, werden mit dem BAUSCHINGER-Effekt erklärt. Dieser besagt, dass Versetzungsanordnungen, die unter Zugspannung entstehen, bei Spannungsumkehr nicht zwangsläufig stabil sind [Bau86].

2.2.3 Wöhler-Verfahren

Das Ermüdungsverhalten von Metallen wird bis heute noch fast ausschließlich mit Methoden untersucht, die sehr stark an das WÖHLER-Verfahren angelehnt sind. Die zu untersuchenden Proben werden in einem Schwingfestigkeitsversuch bei konstanter Lastamplitude bis zum Bruch zyklisch belastet. Von Interesse ist die Lastwechselzahl,

bei der es zum Ermüdungsbruch der Proben kommt. Die Ergebnisse werden in einem WÖHLER-Diagramm, wie es in Abbildung 2.6 zu sehen ist, graphisch dargestellt. Ein solches WÖHLER-Diagramm ist ein wichtiges Qualitätsmerkmal für den jeweils untersuchten Konstruktionswerkstoff.

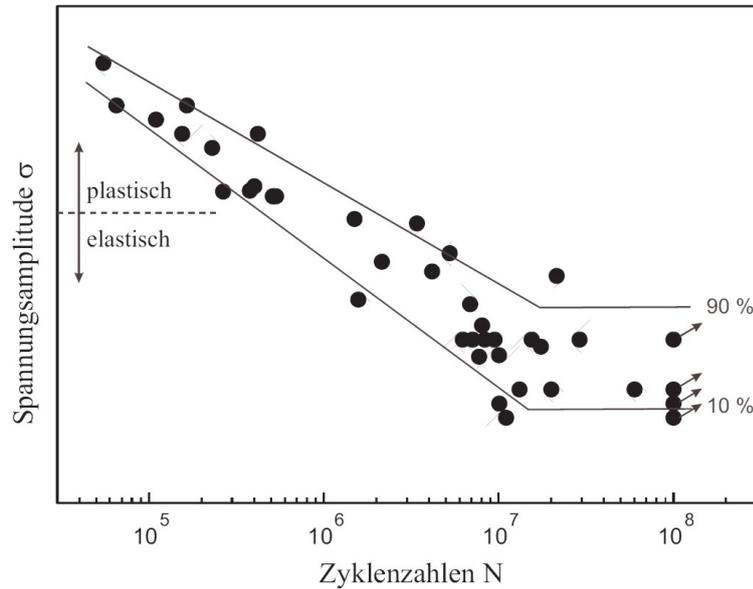


Abbildung 2.6: Prinzipieller Verlauf eines WÖHLER-Diagramms. Jeder Punkt bezeichnet eine Probe, die bei der entsprechenden Spannung σ und einer Zyklenzahl N , gebrochen ist. Der Bereich zwischen den durchgezogenen Linien ist ein Maß für die dynamische Belastbarkeit eines Stoffes und kennzeichnet 10% bzw. 90% Überlebenswahrscheinlichkeit. Die mit einem Pfeil markierten Punkte sind Durchläufer, die den Versuch ohne zu brechen überstanden haben.

In einem WÖHLER-Diagramm wird die angelegte Spannung der jeweiligen Probe gegen die Lastwechselzahl bis zum Bruch aufgetragen. Die Lastwechselzahl wird logarithmisch dargestellt. Proben, bei denen bis zur Grenzlastwechselzahl N_G kein Bruch aufgetreten ist, werden als Durchläufer bezeichnet und sind mit einem Pfeil gesondert gekennzeichnet. In Abbildung 2.6 ist gut zu erkennen, dass bei gleichen Proben und gleicher Lastamplitude, die Bruchlastzahlen deutliche Unterschiede aufweisen können. Aus diesem Grund wird aus den Ergebnissen eine 10 %tige bis 90 %tige Überlebenswahrscheinlichkeit errechnet. Mit abnehmender Spannung steigt die Anzahl der Lastwechsel bis zum Bruch an. Bei ausreichend niedrigen Spannungen kommt es bei keiner Probe mehr zum Bruch und die WÖHLER-Linie nimmt einen horizontalen Verlauf an. Man hat den Bereich der Dauerfestigkeit erreicht. Die Grenzlastwechselzahl N_G , oberhalb der es bei keiner Probe mehr zum Bruch kommt, hängt vom untersuchten Material ab.

2.3 Ausscheidungshärtung

Die Ausscheidungshärtung gehört zu den wichtigsten Methoden zur Härtung von Legierungen. Dieses Verfahren wurde 1905 von Alfred Wilm entdeckt und hat Aluminium zu seinem Durchbruch als Konstruktionswerkstoff verholfen [Hor06, Wil11].

Zu einer Steigerung der Festigkeit tragen, wie der Name schon sagt, Ausscheidungen bei, die sich nach dem Abkühlen eines homogenen Mischkristalls bilden. Auf Versetzungen wirken diese Ausscheidungen als Hindernisse. Es gibt aber je nach Art der Phasengrenzflächen verschiedene Mechanismen für Versetzungen um diese Hindernisse zu überwinden. Im Allgemeinen gibt es drei Arten von Ausscheidungen bzw. ihrer Phasengrenzen, wie Abbildung 2.7 zeigt.

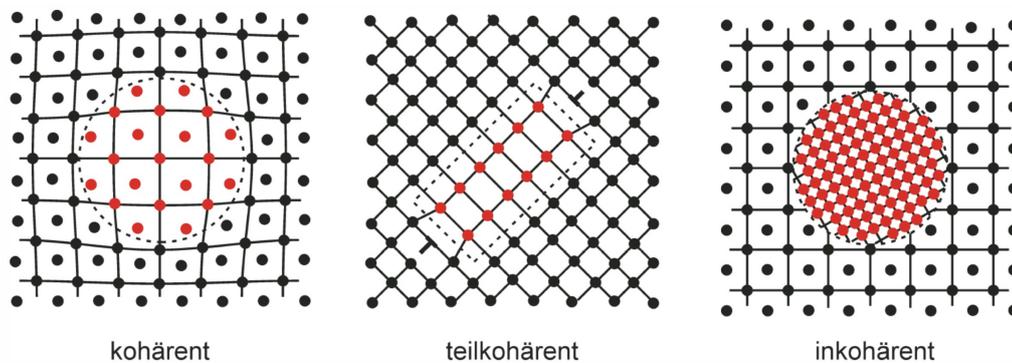


Abbildung 2.7: Die drei verschiedenen Arten der Phasengrenzflächen von Ausscheidungen im umgebenden Grundgitter. Sie unterscheiden sich im wesentlichen in ihrer Kohärenz zum Grundgitter. Mit zunehmender Inkohärenz steigt die Gitterverzerrung und die elastische Energie an. Infolge dessen wird es energetisch günstiger eine Versetzung einzufügen, um diesen Effekt zu kompensieren [Got98].

Diese Unterteilung lässt sich auf die unterschiedlichen Gitterkonstanten von Ausscheidung und Grundgitter zurückführen. Kohärente Phasengrenzflächen ergeben sich, wenn die Gitterkonstanten beider Phasen in etwa die gleiche Größe haben. Die Gitterebenen können sich also durch die Phasengrenzfläche stetig fortsetzen. Werden die Unterschiede der Gitterkonstanten größer, führt dies zu elastischen Verzerrungen an der Phasengrenze, infolge dessen sich die elastische Energie erhöht. Schließlich wird es energetisch günstiger diese Verzerrungen durch das Einfügen einer Versetzung zu kompensieren. Da sich nun nicht mehr alle Gitterebenen stetig fortsetzen, spricht man von teilkohärenten Phasengrenzen. Die Kohärenz geht vollkommen verloren, wenn die Ausscheidung und das Grundgitter völlig verschiedene Gitterstrukturen haben. In diesem Fall spricht man von inkohärenten Phasengrenzflächen.

Wie bereits erwähnt, sind Versetzungen in der Lage Ausscheidungen zu umgehen oder zu schneiden. Im Fall von kohärenten und teilkohärenten Ausscheidungen ist es ihnen sogar möglich sich durch sie hindurch zu bewegen. Diesen Prozess bezeichnet man als Versetzungsschneiden, den des Umgehens als Orowan-Mechanismus (siehe Abb. 2.8).

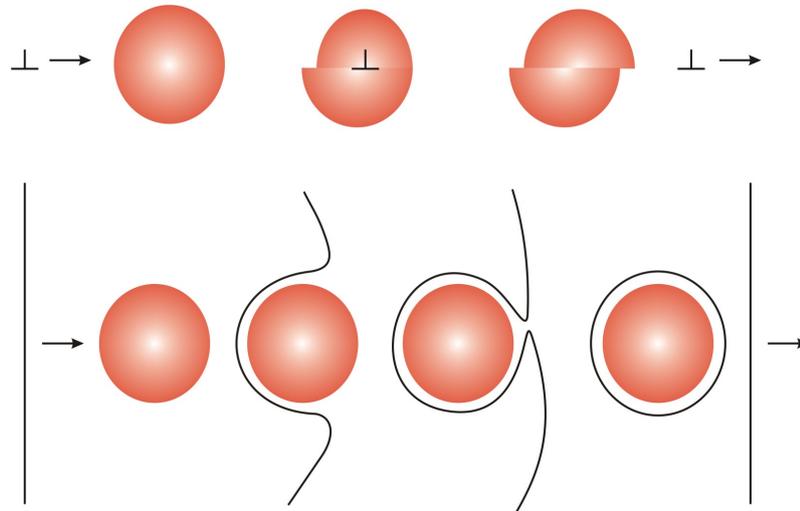


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung des Versetzungsschneidens (oben) und des Orowan-Mechanismus (unten). Eine Versetzung schneidet eine kohärente Ausscheidung, indem die Atome oberhalb der Gleitebene um einen Burgersvektor verschoben werden. Beim Orowan-Prozess wölbt sich die Versetzung zwischen zwei Ausscheidungen aus, bis sie sich hinter der Ausscheidung berührt und einen Orowan-Ring zurücklässt.

Trifft eine Versetzung auf eine kohärente oder teilkohärente Ausscheidung, so kann sie durch Abscheren eines Atoms und Verschieben der Atome oberhalb der Gleitebene um einen Burgersvektor die Ausscheidung schneiden. Da bei diesem Prozess die Phasengrenzfläche vergrößert wird, wozu Energie aufgebracht werden muss, führt dies letztendlich zu einer Erhöhung der kritischen Schubspannung.

Inkohärente Ausscheidungen können von einer Versetzung nicht geschnitten werden, da sich hier keine Gitterebene des Grundgitters in die Ausscheidung fortsetzt und die Phasengrenzflächen ein Hindernis bilden. Der Versetzung bleibt also keine andere Möglichkeit, als sich zwischen den einzelnen Ausscheidungen auszuwölben, bis sie schließlich hinter der Ausscheidung antiparallele Versetzungsteile berühren und sich eine freie Versetzung ablösen kann. Es bleibt ein geschlossener Versetzungsring um die Ausscheidung zurück, den man als Orowan-Ring bezeichnet.

Die Spannung σ_c zum Durchschneiden einer Ausscheidung wächst proportional zur

Quadratwurzel des Ausscheidungsradius. Beim Orowan-Prozess hingegen wächst die Spannung σ_c antiproportional zum Radius [Got98]. Da die Versetzungen sich immer für den energetisch günstigsten Weg entscheiden, ergibt sich nach der Formel

$$r_0 = \sqrt[3]{3} \cdot \frac{Gb^2}{\gamma} \quad (2.5)$$

ein optimaler Ausscheidungsradius r_0 , bei dem die kritische Spannung für beide Prozesse gleich groß wird. Die makroskopische Festigkeitszunahme ist in diesem Fall also maximal. Siehe dazu auch Abbildung 2.9. In der Formel 2.5 bezeichnet G das Schubmodul der Ausscheidung, γ die effektive Grenzflächenenergie und b den Burgersvektor der einlaufenden Versetzung [Got98].

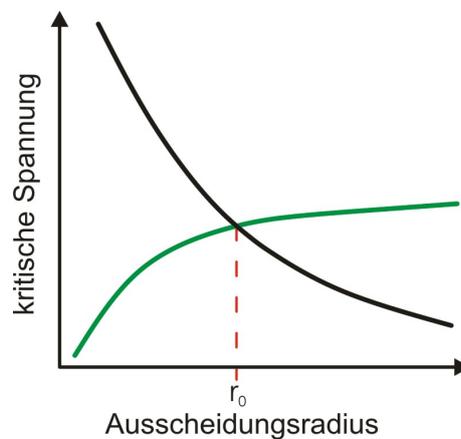


Abbildung 2.9: Abhängigkeit der kritischen Schubspannung vom Ausscheidungsradius. Die kritische Spannung ist im Fall des Ausscheidungsschneidens proportional zu \sqrt{r} , beim Orowan-Prozess hingegen zu $\frac{1}{r}$. Der optimale Ausscheidungsradius ist dann erreicht, wenn die kritische Spannung beider Prozesse gleich groß wird.

Um eine solche Ausscheidungshärtung vorzunehmen, wird das Werkstück einer Temperaturbehandlung unterzogen (siehe Abb. 2.10).

Zu Beginn wird die Legierung bis oberhalb der Löslichkeitslinie aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann solange gehalten, bis ein homogener Mischkristall entstanden ist. Hierbei spricht man vom Lösungsglühen des Kristalls. Anschließend wird die Legierung abgeschreckt um diesen Zustand einzufrieren. Durch erneutes Aufheizen der Legierung werden die Diffusionsprozesse zur Bildung einer Gleichgewichtsphase beschleunigt, da sie bei Raumtemperatur meistens zu langsam ablaufen. Der Kristall wird also warmausgelagert. Der Zustand maximaler Härte ist ein Zwischenzustand auf dem Weg zum thermodynamischen Gleichgewicht. Es handelt sich hierbei niemals um die Gleichgewichtsphase, da hier die Ausscheidungen bereits zu groß sind um eine maximale Festigkeitssteigerung zu erreichen. Die optimale Größe der Ausscheidungen liegt je nach Legierung zwischen 1 - 10 nm [Hor06].

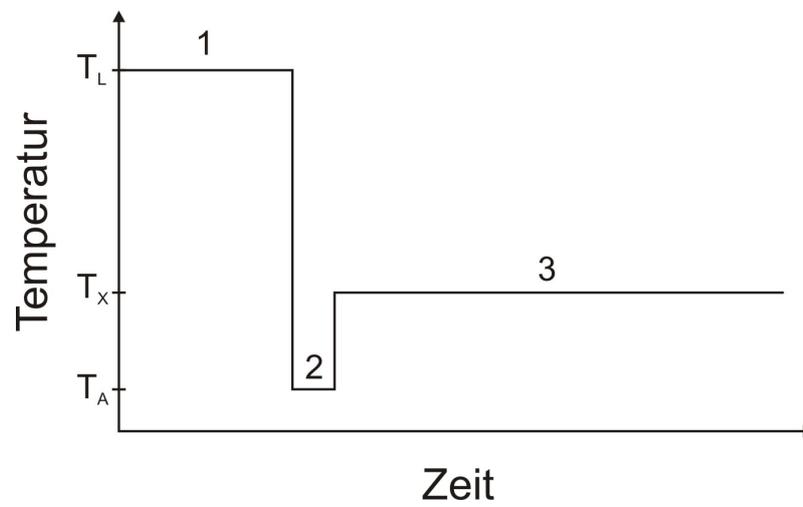


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung der Wärmebehandlung zur Ausscheidungshärtung. Bei Temperatur T_L bildet sich ein homogener Mischkristall (1), der anschließend auf T_A abgeschreckt wird (2), um diesen Zustand einzufrieren. Anschließend wird die Legierung bei T_X warmausgelagert (3) bis sich Ausscheidungen bilden, nach [Klo07].

2.4 Positron im Festkörper

Das Positron wurde erstmalig in den 40er Jahren des vergangenen Jahrhunderts zur Untersuchung von Festkörpern eingesetzt [Beh42], nachdem es 1928 von P. A. Dirac postuliert [Dir30] und 1932 von C. D. Anderson experimentell nachgewiesen wurde [And33]. Auf Basis dieser Untersuchungen wurde in den 60er Jahren entdeckt, dass die Zerstahlungsparameter des Positrons sensitiv auf Gitterdefekte im Festkörper sind [Dek64, Mac67, Bra68]. Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) bietet also eine Vielzahl von Möglichkeiten zur Fehlstellenanalyse und zerstörungsfreien Materialprüfung von Festkörpern.

2.4.1 Positronenquellen

Bevor man Positronen in ein Material als Fehlstellensonde einbringen kann, müssen diese erst einmal erzeugt und so aufbereitet werden, dass sie zu diesem Zweck genutzt werden können. Es gibt drei technisch relevante Möglichkeiten Positronen zu erzeugen:

1. Paarbildung
2. Zerfall eines Anti-Myons μ^+
3. β^+ -Zerfall ($p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$)

Die ersten beiden Möglichkeiten kommen für die PAS im labortechnischen Bereich in der Regel nicht in Frage, da sie nur unter großem technischen Aufwand zu realisieren sind. Der β^+ -Zerfall ist auf Grund seiner einfachen Handhabung im Vergleich zu den ersten beiden Möglichkeiten für die labortechnische Anwendung von Positronen die gebräuchlichste Variante.

Es gibt zwar viele β^+ -Strahler, aber die wenigsten dieser neutronenarmen Isotope genügen den labortechnischen Anforderungen:

- genügend lange Halbwertszeit
- gute Verfügbarkeit
- ausreichend hohe Energie der emittierten Positronen

Isotope auf die diese Anforderungen zutreffen sind ^{22}Na und der $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$ -Generator, deren Zerfallsschemata in Abbildung 2.11 dargestellt sind.

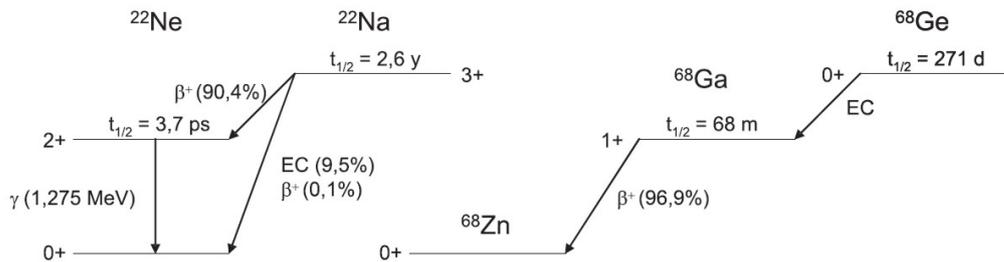


Abbildung 2.11: Zerfallsschemata von ^{22}Na und ^{68}Ge . Mit einer Halbwertszeit von 2,6 Jahren bzw. 271 Tagen und einer maximalen Positronenenergie von 544 keV bzw. 1,89 MeV.

^{22}Na wird auf Grund seines prompten γ -Quants überwiegend bei der Lebensdauer-spektroskopie eingesetzt. Der $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$ -Generator wird hingegen überwiegend bei der Dopplerspektroskopie verwendet.

2.4.2 Wechselwirkung mit Materie

Treffen Positronen auf einen Festkörper und dringen in ihn ein, verlieren sie innerhalb weniger Pikosekunden ihre kinetische Energie und werden auf die thermische Energie $E_{kin} = \frac{3}{2} k_B T$ des Festkörpers abgebremst [Nie80]. Bei Raumtemperatur liegt sie ungefähr bei 40 meV. Dieser Prozess wird Thermalisierung genannt und läuft in einem Bruchteil der Positronenlebensdauer ab. Somit kann die Zerstrahlung von Positronen, die sich nicht im thermischen Gleichgewicht mit dem Festkörper befinden, bei Raumtemperatur vernachlässigt werden. Die Wechselwirkung der Positronen mit dem Festkörper wird je nach Energie von folgenden Prozessen dominiert:

1. Bremsstrahlung (einige MeV)
2. inelastische Streuung an Elektronen (einige 100 keV)
3. Plasmonische Anregung (0,5 eV bis einige 100 eV)
4. Phononische Anregung (einige meV bis 1 eV)

Den größten Teil seiner kinetische Energie verliert das Positron durch die Streuung am Coulombfeld der Gitteratome im Festkörper. Es wird von einigen MeV auf ca. 100 keV abgebremst. Anschließend verliert es Energie durch inelastische Stöße mit Rumpf-Elektronen, wodurch die Atome ionisiert werden. Die Energie sinkt weiter auf wenige eV durch Anregung weniger stark gebundener Elektronen. Bis zu diesem Zeitpunkt sind ungefähr 0,1 ps vergangen. In den folgenden 3 ps dominieren

niederenergetische Prozesse, wie die inelastische Streuung an Valenzelektronen, Plasmonenanregung und die inelastische Streuung an Phononen [Rit59, Per70, Nie80].

Da sich das Positron nun im thermodynamischen Gleichgewicht mit dem Phonongas befindet, ist es in der Lage durch den Festkörper zu diffundieren. Es bewegt sich dabei auf einem sogenannten dreidimensionalen Random-Walk, wie er in Abbildung 2.12 dargestellt ist. Der dabei zurückgelegte Weg beträgt in etwa 300 nm und ist abhängig von der mittleren freien Weglänge, der thermischen Energie, der Lebensdauer des Positrons und der Fehlstellendichte im Material [Leo93].

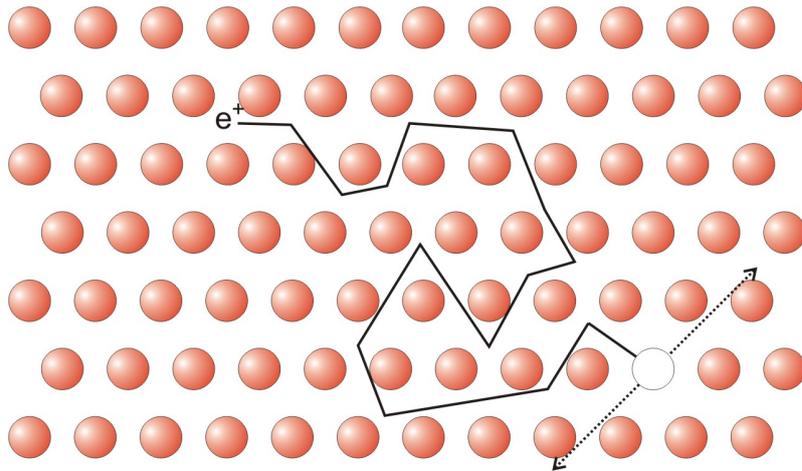


Abbildung 2.12: Vereinfachte Darstellung eines Random-Walks des Positrons in einer Gitterebene des Festkörpers. Auf seinem Weg durch den Kristall wird das Positron (bei Raumtemperatur) bis zu einer Millionen Mal an Atomrümpfen gestreut.

Um sicherzustellen, dass trotz seiner fermionischen Eigenschaften das Positron den niedrigsten Energiezustand im Festkörper besetzt, wird die Stärke der verwendeten Quelle an die mittlere Lebensdauer des Positrons im Metall ($\tau = 10^{-10}$ s) angepasst, so dass sich immer nur ein Positron im Festkörper befindet. Dies ist bei den im Laborbetrieb verwendeten Quellen immer gegeben.

2.4.3 Wechselwirkung mit Fehlstellen

Unter der Voraussetzung eines defektfreien Festkörpers, diffundieren Positronen über die Zwischengitterplätze durch das Kristallgitter. Hier hat die potentielle Energie des Positrons, auf Grund der Coulomb-Wechselwirkung mit den positiv geladenen Atomrümpfen, ein Minimum. Im Zwischengitter ist also die Aufenthaltswahrscheinlichkeit für Positronen am größten.

Da in einem realen Festkörper immer Gitterdefekte vorhanden sind, trifft das Positron auf seinem Weg durch den Kristall mit großer Wahrscheinlichkeit auf ein

freies Volumen. Dieses freie Volumen bildet auf Grund seiner fehlenden Coulomb-Abstoßung ein attraktives Potential für Positronen. Der Potentialverlauf ist in Abbildung 2.13 schematisch am Beispiel einer Leerstelle im Kristall dargestellt.

Abhängig von der Tiefe der attraktiven Potentiale unterscheidet man tiefe und flache Fallen. Eine Leerstelle hat ein Potentialtiefe von ca. 1 eV [Sch81]. Das Positron hat bei Raumtemperatur eine Energie von $E_{th} = \frac{3}{2}k_B T \approx 0,04eV$. Somit kann ein Positron, das von einer Leerstelle eingefangen wurde, diese nicht mehr verlassen und verbleibt dort, bis es mit einem Elektron zerstrahlt [Häk90]. Man spricht hier von einer tiefen Falle. Ist die Bindungsenergie hingegen etwa gleich hoch oder kleiner als die Energie des thermalisierten Positrons handelt es sich um eine flache Falle. Solche flachen Fallen sind z.B. Versetzungen in verformten Metallen, aus denen die Positronen reemittiert werden können [Dau74, Häk89, Häk90, Wid99].

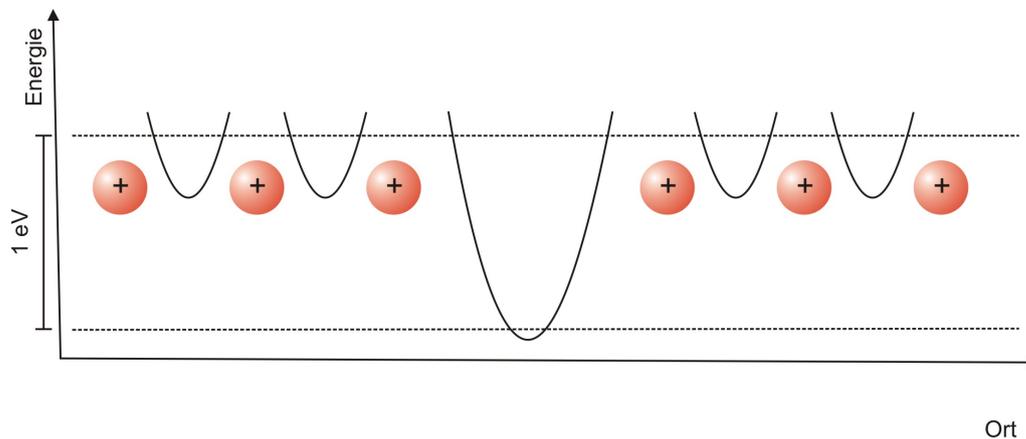


Abbildung 2.13: Eine Leerstelle im Gitter bietet mit einer Potentialtiefe von ca. 1 eV ein attraktives Potential für Positronen. Man erkennt deutlich, dass die Potentialmulden des Zwischengitters sehr viel flacher sind. Im defektfreien Kristall sind sie allerdings die wahrscheinlichsten Zerstrahlungsorte für Positronen.

Ob ein Positron von einem Gitterdefekt eingefangen wird oder nicht, ist also u.a. abhängig von der Potentialtiefe. Zur Abschätzung der Wahrscheinlichkeit des Einfangs (trapping) und des Entweichens (detrapping) von Positronen in Abhängigkeit der Temperatur werden Trapping-Modellen verwendet (siehe Abb. 2.14) [Ber70, Con71, Bra72, Fra74].

Man setzt beim Trapping-Modell voraus, dass man die Annihilation schneller Positronen gegenüber der thermalisierter Positronen vernachlässigen kann. Die Einfangrate ist proportional zur Defektdichte, wenn die Defekte homogen im Festkörper verteilt sind. Darüber hinaus wird vorausgesetzt, dass es zu keiner Wechselwirkung

zwischen den Positronen kommt. Dies wird durch eine entsprechende Quellstärke gewährleistet. Für die verschiedenen Einfangraten, ergibt sich in Abhängigkeit von der Temperatur:

$$\begin{aligned}\kappa_d(T) &= \mu(T)c_d \text{ mit} \\ \mu &\approx 10^{14} - 10^{15} \frac{1}{\text{s}} \text{ (spezifische Einfangrate) [Wes73] und} \\ c_d &= \text{Defektdichte}\end{aligned}$$

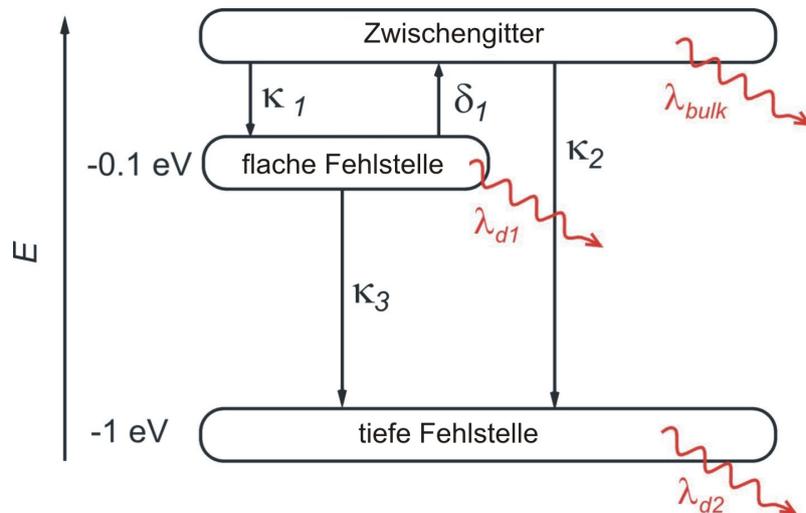


Abbildung 2.14: Dieses Bild veranschaulicht ein einfaches Trapping-Model. Dargestellt sind drei Zustände. Aus dem Zwischengitter kann das Positron mit einer Einfangwahrscheinlichkeit κ_1 von einer flachen Fehlstelle gefangen werden. Hier hat das Positron drei Möglichkeiten. Es kann mit einer Rate κ_3 von einer tiefen Fehlstelle gefangen werden, wieder ins Zwischengitter (δ_1) entkommen oder mit einem Elektron annihilieren. Mit einer Wahrscheinlichkeit κ_2 kann das Positron auch direkt von einer tiefen Fehlstelle eingefangen werden und hier mit einem Elektron zerstrahlen. Es ist dem Positron bei Raumtemperatur aber nicht mehr möglich aus einer tiefen Fehlstelle zu entkommen. Die Positronen zerstrahlen jeweils mit einer Rate λ_{bulk} , λ_{d1} , λ_{d2} .

2.4.4 Positronenannihilation

Hat das Positron das Ende seiner Lebensdauer erreicht, zerstrahlt es mit seinem Antiteilchen, dem Elektron. Hierbei wird die Ruhe- und Bewegungsenergie von Elektron und Positron in γ -Strahlung umgewandelt. Am häufigstens geschieht dies über die Annihilation in zwei γ -Quanten. Die Annihilation in ein bzw. drei γ -Quanten ist mit $1/\alpha$ bzw. $1/\alpha^3$, wobei α die Feinstrukturkonstante ist, stark unterdrückt.

In Abbildung 2.15 ist die Annihilation von Positron und Elektron im Schwerpunktsystem und im Laborsystem dargestellt. Im Schwerpunktsystem annihilieren beide unter Aussendung von zwei γ -Quanten mit einer Energie von jeweils 511 keV unter einem Winkel von 180° . Wechselt man in das Laborsystem, so muss der Impuls von Elektron und Positron berücksichtigt werden. Den Impuls des Positrons kann man allerdings auf Grund seiner geringen thermischen Energie von ca. 40 meV bei Raumtemperatur gegenüber dem Elektronenimpuls vernachlässigen.

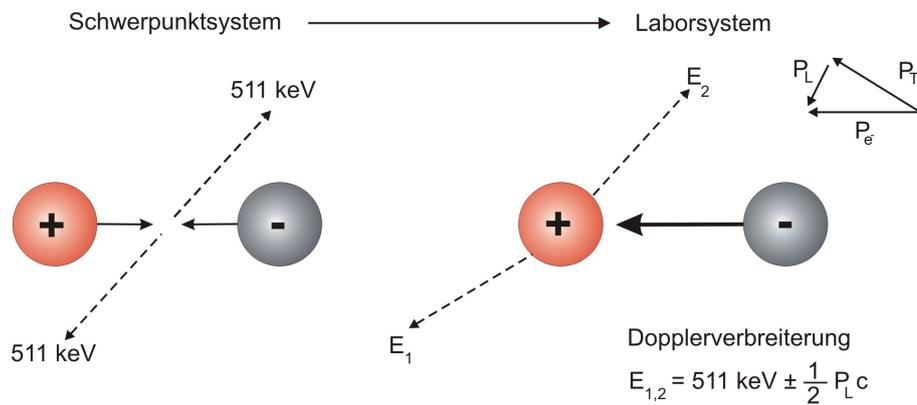


Abbildung 2.15: Betrachtet man die Annihilation von Elektron und Positron im Laborsystem, so liefert das Elektron den Hauptanteil des Impulses. Der Longitudinalimpuls und die damit verbundene kinetische Energie des Elektrons führt zu einer Dopplerverbreiterung der 511 keV γ -Energie, die in dieser Arbeit untersucht wird. Der Transversalimpuls sorgt hingegen für eine Störung der Winkelkorrelation.

Spaltet man den Elektronenimpuls im Laborsystem in seine longitudinale und transversale Komponente auf, bewirkt der longitudinale Impuls eine Dopplerverschiebung der 511 keV-Linie um $\Delta E = \pm \frac{1}{2} p_L c$, wobei p_L den Longitudinalimpuls des Elektrons bezeichnet. Die transversale Impulskomponente führt hingegen zu einer Abweichung von der 180° Winkelkorrelation [Deb49].

2.4.5 Die Linienformparameter

Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben führt der Longitudinalimpuls des Elektrons zu einer Dopplerverschiebung bei der Annihilation des Positrons und damit zur Verbreiterung des Photopeaks. Die Annihilationslinie der gemessenen γ -Quanten wird bei einer Elektronenenergie von 10 eV um maximal 1,6 keV verbreitert. Diese Energieverschiebung kann an der Bonner-Positronen-Mikrosonde mittels eines Ge-Detektors mit einer Energieauflösung von 1,2 keV gemessen werden (siehe Kapitel

4.3) [Haa03].

Die Energie der γ -Strahlung bzw. die Breite der Linie hängt also vom Impuls des an der Annihilation beteiligten Elektrons ab. Positronen im Festkörper können entweder mit schnellen kernnahen Elektronen oder langsamen Valenzelektronen zerstrahlen. Befindet sich das Positron im Zwischengitter, findet die Zerstrahlung mit kernnäheren Elektronen mit einer höheren Wahrscheinlichkeit statt. Ist es hingegen von einer Leerstelle eingefangen worden, ist es sehr viel wahrscheinlicher, dass es mit einem Valenzelektron annihiliert. Diese Sensibilität des Positrons für seine Umgebung wird zur Untersuchung der Kristallstruktur genutzt. Die Dopplerverbreiterung ist also ein Maß für die Fehlstellendichte im Festkörper und damit ein Maß für die plastische Verformung des Materials [Haa06]. Zur Auswertung dieser Verbreiterung und um Aussagen über die Fehlstellenkonzentration machen zu können, definiert man einen S-Parameter (Shape-Parameter) und einen W-Parameter (Wing-Parameter), wie in Abbildung 2.16 dargestellt.

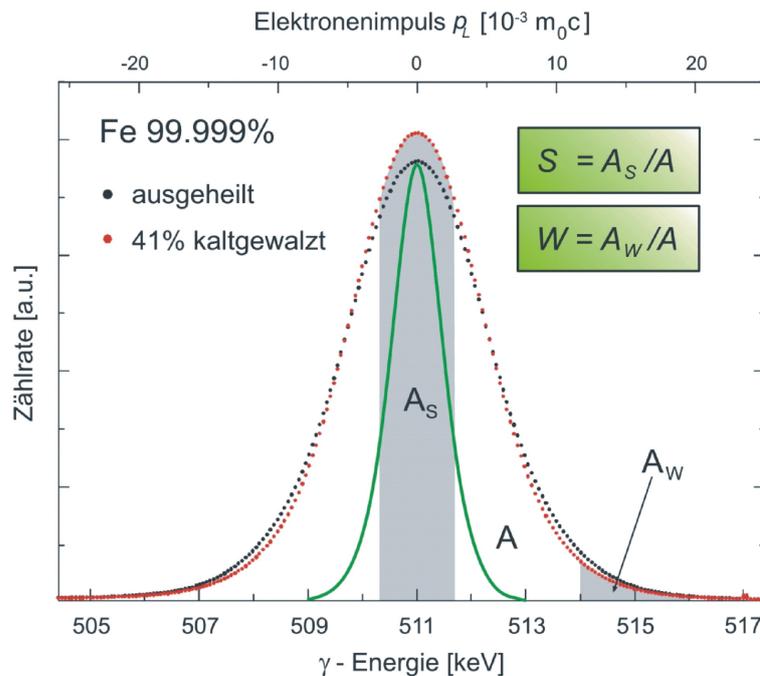


Abbildung 2.16: Die Dopplerverbreiterung des 511 keV-Photopeaks wird durch den S-Parameter beschrieben, der W-Parameter hingegen ist ein Maß für den Anteil kernnaher Elektronen an der Zerstrahlung. Am Beispiel einer Eisenprobe wird hier der Unterschied in der Linienform zwischen einer verformten Probe (rot) und einer unverformten Referenzprobe (schwarz) verdeutlicht. Im Fall der verformten Probe ist der Photopeak schmaler, da die Positronen in Leerstellen mit Leitungselektronen annihilieren und so die Dopplerverbreiterung geringer wird [Haa03]. Die grüne Linie veranschaulicht die apparative Auflösung.

Die genaue Definition lautet:

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

$$W \equiv \frac{\int_{E_{min}}^{E_{min}+\delta E'} N(E)dE + \int_{E_{max}-\delta E'}^{E_{max}} N(E)dE}{\int_{E_{min}}^{E_{max}} N(E)dE}$$

Beide Linienformparameter sind das Verhältnis zwischen einem bestimmten Bereich des Photopeaks (δE) und seiner Gesamtfläche. Zur Bestimmung des S-Parameters nimmt man einen Bereich aus dem Zentrum des Peaks und kann so Aussagen über die Zerstrahlung des Positrons mit Valenzelektronen machen. Der W-Parameter dient zur Untersuchung der Zerstrahlung mit kernnäheren Elektronen, da man hier einen Bereich im hochenergetischen Bereich definiert. Beide Parameter beschreiben die Form der Dopplerkurve [Haa97, Haa03].

Kapitel 3

Aluminium und Aluminiumlegierungen

Aluminiumlegierungen sind in fast allen Bereichen der Wirtschaft und des modernen Lebens zu finden. Das Anwendungsfeld reicht von Architektur über Verkehr, Maschinenbau, Elektrotechnik, Verpackung bis hin zu Freizeit und Sport, Unterhaltung, Kunst und Kultur. Zurückzuführen ist die große Beliebtheit von Aluminiumwerkstoffen unter anderem auf eine gute Verfügbarkeit. Es ist das am häufigsten vorkommende Metall in der Erdkruste. Seine Materialeigenschaften können durch Zulegieren verschiedener Elemente noch verbessert werden.

Das Metall Aluminium hat die Ordnungszahl 13 im Periodensystem der Elemente und eine Dichte von $2,7 \text{ g/cm}^3$. Seine Schmelztemperatur liegt bei $660,4 \text{ °C}$ und sein Siedepunkt liegt bei 2467 °C . Reines Aluminium ist ein sehr weiches und zähes Metall mit einer Zugfestigkeit von 49 MPa . Außerdem verfügt es über eine gute elektrische und thermische Leitfähigkeit. Aluminium ist sehr korrosionsbeständig, da sich an Luft sehr schnell eine schützende Oxidschicht von $1 - 3 \text{ nm}$ Dicke bildet.

Mit der 1905 von Alfred Wilm entdeckten Methode der Ausscheidungshärtung (siehe Kapitel 2.3), kann die Zugfestigkeit von Aluminiumlegierungen auf typische Werte zwischen 300 und 500 MPa gesteigert werden. So konnten Aluminiumlegierungen zu einem der wichtigsten Konstruktionswerkstoffe im Bereich des Automobil- und Flugzeugbaus werden und sich später auch in der Raumfahrttechnik durchsetzen. Ein weiterer Beleg hierfür ist die rasante Entwicklung der Weltaluminiumproduktion, die im Jahr 2004 bei 30 Millionen Tonnen lag [Ost07].

Die Hauptlegierungselemente sind Si, Mg, Mn, Cu und Zn, deren Hauptzweck eine Festigkeitssteigerung ist. Bei den Sonderlegierungselementen handelt es sich um Ti, B, V und Cr. Sie dienen u.a. zur Kornfeinung, Rekristallisationskontrolle und Steigerung der Warmfestigkeit [Haa84, Ost07].

Im Folgenden werden zwei Legierungssysteme etwas genauer betrachtet, die im Rah-

men dieser Diplomarbeit untersucht wurden.

3.1 AlCuMg-Legierungen

Die Gruppe der AlCuMg-Legierungen wird vor allem im Flugzeugbau eingesetzt. Von besonderer Bedeutung ist der Einfluss von Mg-Zusätzen, da diese die Kaltaushärtung verstärken und beschleunigen. Ein Vertreter dieser Gruppe ist die Legierung AA2024 (aluminium alloy). Sie wird z.B. für Außenhautbleche am Flugzeugrumpf verwendet. Dem Aluminium werden 4,4 Gew. % (1,99 At. %) Kupfer sowie 1,6 Gew. % (1,8 At. %) Magnesium zulegiert [Zam02].

Das Probenmaterial wird im kaltausgelagerten Zustand T4 untersucht. In diesem hat das Material eine mittlere Festigkeit und sehr gute Schadenstoleranz-Eigenschaften. Die minimale Streckgrenze liegt bei ca. 300 MPa und die minimale Zugfestigkeit bei 420 MPa. Die maximale Dehnung beträgt 17 % bis 19 %. Dieser Zustand lässt sich in dieser Legierung durch Lösungsglühen bei 495 °C und anschließendem Abschrecken auf Raumtemperatur erreichen. Die Probe muss so lange lösungsgeglüht werden, bis ein homogener Mischkristall entstanden ist. Direkt nach dem Abschrecken liegt ein übersättigter Mischkristall vor. Die Legierung befindet sich also in einem metastabilen Zustand. Schon bei Raumtemperatur kommt es zur Ausscheidung von Clustern und metastabilen Phasen, die aus Cu und Mg bestehen. Nach viertägiger Lagerung bei Raumtemperatur lässt sich keine Festigkeitssteigerung mehr feststellen und der Zustand T4 ist erreicht [ASM91a, ASM91b, Zam02].

3.2 AlMgSi-Legierungen

Die AlMgSi-Legierungen gehören zu den mittel- bis hochfesten Legierungen. Sie werden vor allem im Automobil- und Motorbau verwendet. Aufgrund ihrer guten Schweißbarkeit und günstigen Strangpress-Eigenschaften sind sie in den letzten Jahren auch verstärkt im Flugzeugbau eingesetzt worden. Im Gegensatz zur AA2024 werden die AlMgSi-Legierungen im Zustand höchster Festigkeit T6 verwendet.

Zu den in dieser Arbeit untersuchten Legierungen gehört die AA6013. Bei dieser Legierung wurde dem Aluminium 1 Gew. % (1,11 At. %) Magnesium, 0,8 Gew. % (0,77 At. %) Silizium und 0,9 Gew. % (0,38 At. %) Kupfer zulegiert. Im Zustand T6 hat die Legierung eine minimale Streckgrenze von 340 MPa, eine minimale Zugfestigkeit von 395 MPa und eine maximale Dehnung von 15%. Dieser Zustand wird durch Lösungsglühen bei 560 °C und anschließendes Abschrecken erreicht. Allerdings wird der Werkstoff dann nicht kaltausgelagert, wie AA2024, sondern bei 190 °C für 4 Stunden warmausgelagert [ASM91a, ASM91b, Zam02].

Die zweite AlMgSi-Legierung, die untersucht wurde, ist die AA6082. Hier wurden 0,7 Gew. % (0,78 At. %) Magnesium und 0,99 Gew. % (0,87 At. %) Silizium zulegiert.

Dieser Werkstoff wurde ebenfalls im Zustand T6 untersucht und weist hier folgende mechanische Eigenschaften auf. Die minimale Streckgrenze liegt bei 280 MPa, die minimale Zugfestigkeit liegt bei 340 MPa und die maximale Dehnung liegt bei 10 %. Um diesen Zustand zu erreichen wird die Legierung bei 530 °C lösungsgeglüht, abgeschreckt und anschließend bei 190 °C für 4 Stunden warmausgelagert [Alc06, Ost07].

Kapitel 4

Experimentelle Grundlagen

Um die in dieser Arbeit untersuchten Proben mechanisch zu belasten und die Fehlstellendichte zu bestimmen, wurden verschiedene Messapparaturen verwendet. Die Funktionsweise dieser Geräte und die verwendeten Probengeometrien werden im Folgenden näher beschrieben.

4.1 Die Zugprüfmaschine

Die Zugprüfmaschine, deren Aufbau in Abbildung 4.1 dargestellt ist, wurde dazu konstruiert, verschiedenste Materialien mit einem nahezu beliebigen Probenquerschnitt axial zu belasten. Hierzu wurde ein Rahmen aus 42CrMo4 Stahl hergestellt, der auf Grund seiner hohen Steifigkeit nur einen kleinen Beitrag zum Elastizitätsmodul liefert. Die maximale Last wird durch die Kraftmessdose begrenzt, deren maximale Belastbarkeit 20 kN liegt. In den Rahmen können Zwischenstücke von 20 mm und 50 mm eingesetzt werden, wodurch ermöglicht wird, Proben unterschiedlicher Länge zu untersuchen. Darüber hinaus kann gleichzeitig die Defektdichte in der axial belasteten Probe gemessen werden.

Um eine Messung der Defektdichte während der Verformung durchführen zu können sind im Rahmen dieser Diplomarbeit einige bauliche bzw. messtechnische Änderungen an der Zugprüfmaschine vorgenommen worden. So wird die Dehnung der zu untersuchenden Probe nicht mehr mit Hilfe eines Dehnungsaufnehmers bestimmt, sondern aus der Zeit bestimmt, die zwischen Beginn des Zugversuches und dem Bruch der Probe vergeht. Zu diesem Zweck wird die Antriebswelle nicht per Hand betrieben, sondern mittels eines Synchronmotors. Bei dem Motor ist darauf zu achten, dass die Ausgangsgeschwindigkeit konstant über die Zeit ist, um die Dehnung der Probe genau bestimmen zu können. Darüber hinaus ist es wichtig, dass die Dehngeschwindigkeit nicht zu hoch ist, da während des Zugversuchs die Fehlstellenkonzentration in der Probe gemessen werden soll. Der verwendete Motor hat eine Ausgangsgeschwindigkeit von einer Umdrehung pro Minute. Diese Geschwindigkeit wird über das Getriebe mit einer Untersetzung von 100 : 1 und über ein Gewinde an die Probe weitergegeben. Dies führt zu einer Dehngeschwindigkeit von 160 nm/s.

Das maximal zulässige Drehmoment des Motors beträgt 5 Nm. Auf Grund dieses Messaufbaus ist es möglich, mit Hilfe eines Auslese- und Darstellungsprogramms, welches die angelegte Kraft und die vergangene Zeit permanent dokumentiert, eine Spannungs-Dehnungs-Kurve der eingespannten Probe zu erstellen.

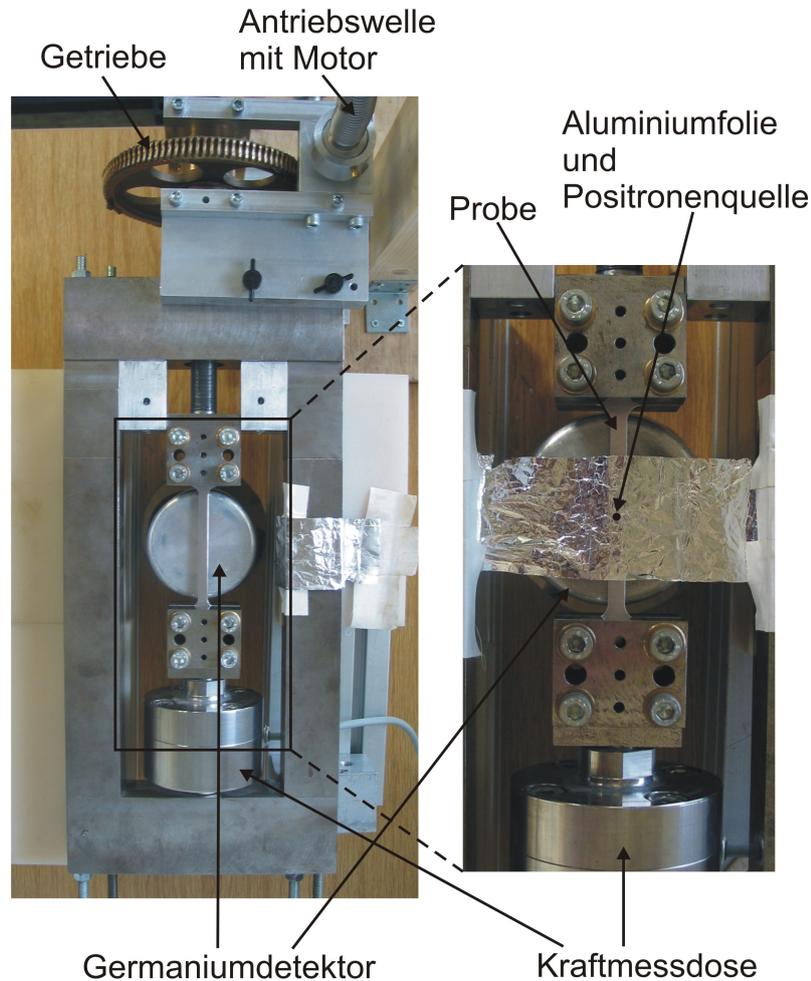


Abbildung 4.1: Aufbau der Zugprüfmaschine. Das linke Bild zeigt die gesamte Zugprüfmaschine, bis auf den Motor, der sich oberhalb der Antriebswelle befindet. Die Kraftmessdose im unteren Teil des Bildes wird über ein Programm ausgelesen, welches kontinuierlich die angelegte Kraft und die verstrichene Zeit dokumentiert. Im rechten Bild ist die eingespannte Probe vergrößert dargestellt. Direkt unter ihr befindet sich der Ge-Detektor zur Messung der Annihilationsstrahlung. Oberhalb der Probe ist eine 5 μm dünne Aluminiumfolie gespannt, die verhindert, dass sich die ^{68}Ge -Positronenquelle im Verlauf des Versuches mit der Probe bewegt.

Um nun die Entwicklung der Fehlstellenkonzentration in der Probe während des

Zugversuchen zu messen, wird direkt über der Probe auf einer $5\ \mu\text{m}$ dünnen Aluminiumfolie eine ^{68}Ge -Positronenquelle platziert. Die Aluminiumfolie dient dazu, dass die Quelle im Verlauf des Versuches nicht ihre Position ändert, sondern immer an der selben Stelle relativ zum Detektor bleibt. Direkt unter der Probe befindet sich ein Germaniumdetektor, der die Dopplerverbreiterung des Photopeaks misst (siehe Kap. 2.4). Die Signale des Germaniumdetektors werden verstärkt und von einem ADC (Analog-Digital-Converter) digitalisiert. Mittels einer MCA-Karte (Multi-Channel-Alynsator) liest der Computer die Messwerte aus und speichert diese zur späteren Auswertung.

Zusätzlich zum 511 keV Photopeak wird noch eine 478 keV ^7Be -Linie als Monitorlinie aufgenommen. Die Quelle wird direkt am Detektorgehäuse befestigt. Die Linie dient dazu Schwankungen in der Messelektronik zu erkennen und gegebenenfalls auszugleichen.

Die Geometrie der in diesem Versuch verwendeten Proben ist in Abbildung 4.2 dargestellt. Die Dicke der Proben beträgt ca. 1,5 mm und entspricht damit in etwa der von im Flugzeugbau verwendeten Blechen. Die Länge der Probe ergibt sich aus dem Durchmesser des Germaniumdetektors, der bei 85 mm liegt. Bei der Herstellung der Probengeometrie muss besonders darauf geachtet werden, dass die Probe keine Einkerbungen aufweist, da es an solchen Stellen zum verfrühten Bruch kommen kann. Alle verwendeten Proben wurden mit einer CNC Fräse in der Feinmechanischen Werkstatt des HISKP hergestellt und, wie in Kapitel 3 beschrieben, wärmebehandelt.

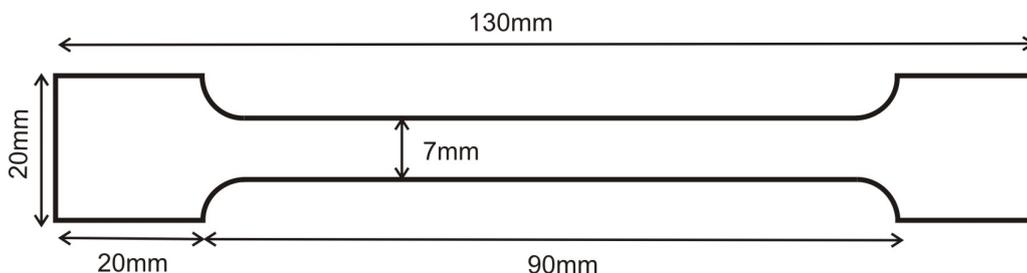


Abbildung 4.2: Probengeometrie der Proben im Zugversuch. Die Dicke der Probe beträgt 1,5 mm.

4.2 Die Wechselverformungsmaschine

Die Wechselverformungsmaschine wurde konstruiert, um Proben kontrolliert im Mikrometerbereich zu verformen. In Abbildung 4.3 ist ihr Aufbau schematisch dargestellt. Das obere und untere Joch ist mit dem Rahmen starr verbunden. Die Probe wird mit Hilfe eines Piezotranslators nach oben gedrückt und die vorgespannten

Edelstahlfedern üben Zugkräfte auf sie aus. Dabei beträgt der maximale Stellweg der Piezotranslators $300 \mu\text{m}$ im unbelasteten Zustand. Dafür nutzt man einen Spannungsbereich zwischen -750 V und $+250 \text{ V}$. Der Nullpunkt der Wechselverformung liegt also bei -250 V Piezospannung.

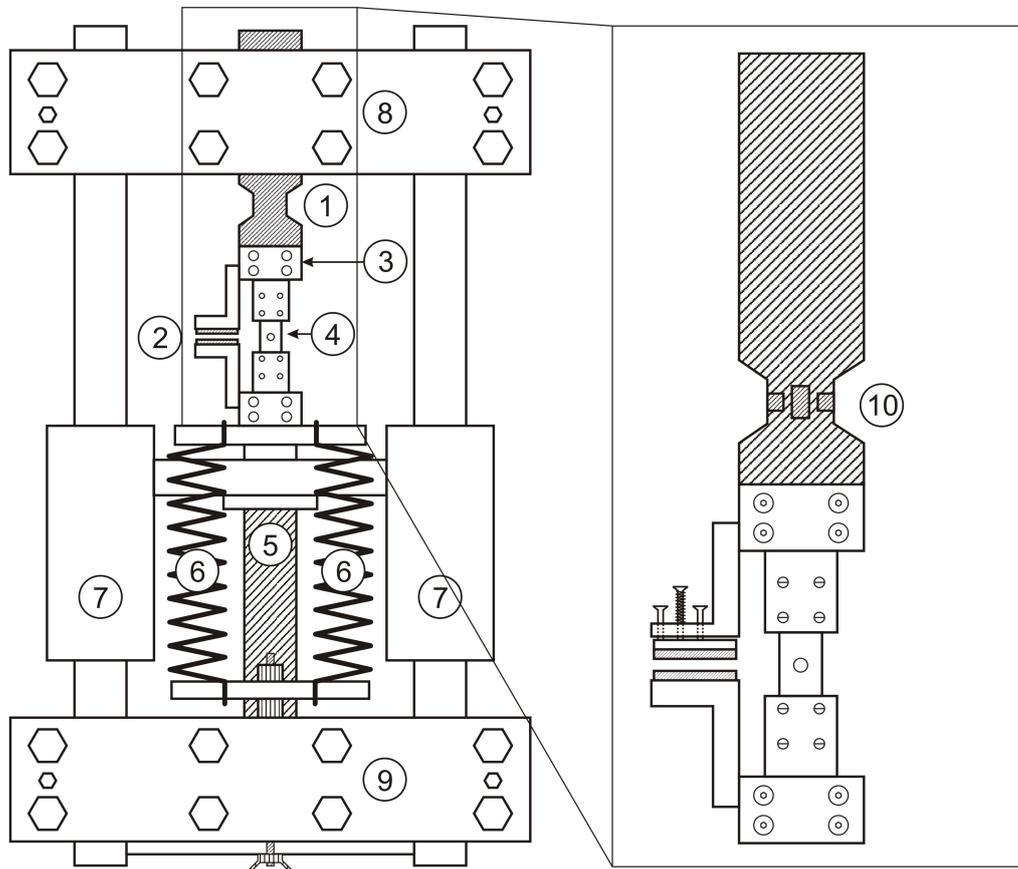


Abbildung 4.3: Schematische Darstellung der Wechselverformungsmaschine: (1) Kraftmessdose, (2) kapazitiver Sensor, (3) Spannbacken, (4) Probe, (5) Piezotranslator, (6) Edelstahlfeder, (7) bewegliches Mitteljoch, (8) & (9) oberes und unteres Joch, (10) Dehnmessstreifen, nach [Wid98].

Zur Durchführung kontrollierter Verformungsexperimente müssen die auf die Probe wirkende Kraft und ihre Dehnung gemessen werden. Die Kraft wird über eine Kraftmessdose, die Dehnung mittels eines kapazitiven Sensors bestimmt. Die Funktionsweise dieses Aufbaus und die Korrektur des Hystereseverhaltens der Piezokeramik wird in dieser Arbeit nicht näher behandelt. Genauer hierzu findet sich in [Loe08, Wid97].

Die in diesem Versuch verwendete Probengeometrie ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Wie schon die Proben im Zugversuch, haben sie eine Dicke von $1,5 \text{ mm}$ und wurden

auch in der Feinmechanischen Werkstatt des HISKP hergestellt und wärmebehandelt, wie in Kapitel 3 beschrieben. Durch die Bohrung in der Probenmitte wird ein Spannungsverlauf entlang der Probenquerachse erreicht. Die Form der Probe orientiert sich an einer der üblichen Standardgeometrien, die zur Untersuchung von Wechselbeanspruchungen genutzt werden [Eic07].

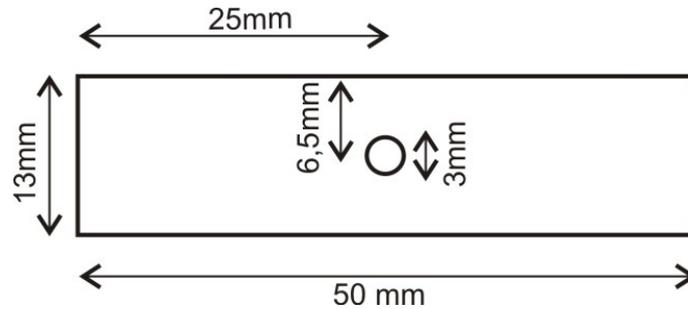


Abbildung 4.4: Probengeometrie der im Wechselverformungsversuch verwendeten Proben. Ihre Dicke beträgt, wie schon beim Zugversuch, 1,5 mm.

4.3 Die Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM)

Der schematische Aufbau der Bonner-Positronen-Mikrosonde ist in Abbildung 4.5 dargestellt. Sie besteht im wesentlichen aus einem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) und einer Positronenquelle mit kleinem Phasenraum. Bei der Positronenquelle handelt es sich um ^{22}Na , dessen genaues Zerfallsschema in Kapitel 2.4.1 beschrieben wird. Zwischen diesen beiden Teilchenquellen befindet sich ein magnetisches Prisma. Die Positronen, die aus der Öffnung des sich vor der ^{22}Na -Quelle befindenden Moderators kommen, werden von einem Zwischenpotential abgesaugt. Sowohl Moderator als auch Quelle liegen auf einem Beschleunigungspotential von bis zu 30 kV. Die Positronen werden dann zu einer auf Erdpotential liegenden Elektrode hin beschleunigt. Um die Positronen dann auf die Eingangsebene des Prismas zu fokussieren, verwendet man eine Kondensorlinse. Da die Ladung von Positron und Elektron vom Betrag her gleich groß ist und sich nur durch das umgekehrte Vorzeichen unterscheidet, werden beide um 90° in die Eingangsebene der REM-Säule gelenkt.

Die weitere Strahlverkleinerung und Fokussierung wird nun mittels des Kondensorzooms und der Objektivlinse der REM-Säule gesteuert. Die Probe kann im Positronenbetrieb unter dem Strahl mittels eines automatisierten Zwei-Achsen-Motortisches bewegt werden. Dieser Tisch hat eine Genauigkeit von $\Delta x = \Delta y = 1 \mu\text{m}$. In einem Abstand von 10 mm unter der Probe befindet sich ein Germaniumdetektor zur Aufnahme des Energiespektrums der Annihilationsstrahlung der Positronen. Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors für eine Energie von 511 keV liegt bei ca. 0,35.

Unter Einbeziehung der relativen Raumwinkelabdeckung von ungefähr 0,31 ergibt sich eine Gesamtnachweiswahrscheinlichkeit von 0,11 für γ -Quanten aus dem Photopeak. Im Schnitt wird also jedes neunte Positron nachgewiesen [Gre97, Haa97, Haa03].

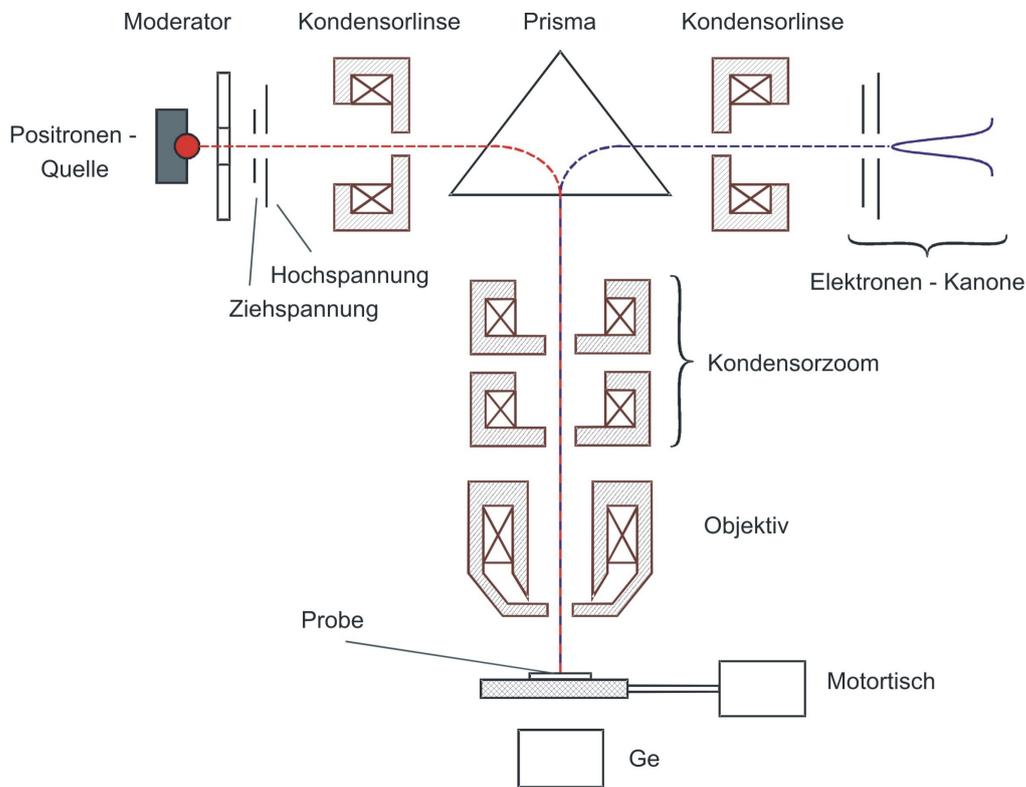


Abbildung 4.5: Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM). Die Teilchenstrahlen beider Quellen werden jeweils von einer Kondensorlinse auf die Eingangsebene des magnetischen Prismas fokussiert. Dort werden beide Teilchenstrahlen um 90° in die REM-Säule gelenkt. Der KondensorzooM und die Objektivlinse fokussieren den Strahl dann auf die Probe, die mittels eines Motortisches verfahren werden kann. Die Annihilationsstrahlung wird von einem 10 mm unter der Probe positionierten Germaniumdetektor gemessen, nach [Haa03].

Scanspulen sorgen im Elektronenbetrieb dafür, dass der Elektronenstrahl über die Probe gerastert wird. Im Positronenbetrieb kann nicht gerastert werden, da sonst Linsenfehler höherer Ordnung auftreten würden. Statt dessen wird die Probe, wie schon beschrieben, unter dem Strahl verfahren. Hierdurch werden auch Abweichungen der Strahlposition vermieden, die durch den unterschiedlichen Drehsinn der Positronen im Magnetfeld der Linsen auftreten können. Um REM-Bilder der Probe zu erhalten, stehen ein Sekundär-Elektronen-Detektor und ein Rückstreu-Detektor zur Verfügung [Haa97].

Kapitel 5

Messungen

5.1 Zugversuche

Ziel dieses Versuches ist es, den relativen S-Parameter in Abhängigkeit von der Dehnung eines Werkstoffes zu messen. Zu diesem Zweck werden die in Kapitel 3 beschriebenen Aluminiumlegierungen mit Hilfe der Zugprüfmaschine (siehe Kap. 4.1) zugverformt. Die technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven sind zu Beginn etwas ausgeschmiert. Dies ist auf den Getriebebeschluß zurückzuführen. Die gemessenen S-Parameterwerte werden auf weichgeglühtes Reinstaluminium (AlN5) normiert. Dies ermöglicht einen Vergleich der Messdaten mit denen vorangegangener Arbeiten wie z.B. [Son02].

Da die Dehnung der Proben sehr langsam erfolgt, kann alle 30 Minuten bzw. während einer Dehnung von ca. 290 μm ein Annihilationsspektrum aufgenommen werden. Jedes Spektrum weist im 511 keV Photopeak ca. 2,34 Millionen Ereignisse auf. Die Positronenquelle wird immer an der selben Stelle relativ zur Probe platziert.

5.1.1 AA2024

Aus dem Zugversuch für AA2024 lässt sich nicht nur die Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters bestimmen, sondern auch die mechanischen Eigenschaften der Legierung. Die Spannungsdehnungskurve ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Die aus dieser Kurve bestimmbaren mechanischen Eigenschaften sind in der nachfolgenden Tabelle mit den jeweiligen Literaturwerten (siehe Kapitel 3.1) aufgelistet.

	Messwert	Literaturwert
Elastizitätsmodul [GPa]	$66 \pm 0,1$	72
Streckgrenze [MPa]	320 ± 10	300
Zugfestigkeit [MPa]	520 ± 10	420
Bruchdehnung [%]	12	17 - 19

Die schlechte Übereinstimmung des Elastizitätsmoduls mit dem Literaturwert ist damit zu erklären, dass bei dem Versuch nicht allein der Elastizitätsmodul der Aluminiumlegierung bestimmt wird, sondern eine Kombination aus dem der Legierung mit dem der gesamten Zugprüfmaschine. Die starke Abweichung der Streckgrenze und der Zugfestigkeit ergibt sich daraus, dass die Literaturwerte minimale Werte angeben. Darüber hinaus ist dieser Versuchsaufbau auf Grund der langsamen Dehngeschwindigkeit nur bedingt geeignet, um technisch relevante mechanische Eigenschaften zu überprüfen [Ost07].

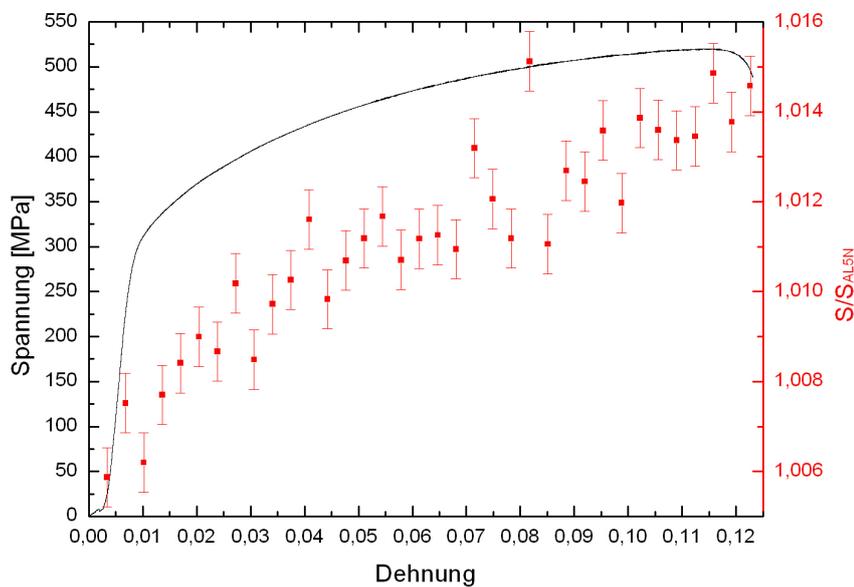


Abbildung 5.1: Spannungs-Dehnungs-Kurve und Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters von AA2024. Die Spannungsdehnungskurve zeigt einen typischen Verlauf, bis auf den nichtlinearen Anstieg zu Beginn. Er ist auf den Totgang im Getriebe zurückzuführen. Der relative S-Parameter steigt linear bis zum Bruch der Probe an.

Davon abgesehen zeigt die Kurve in Abbildung 5.1 einen typischen Verlauf. Der nichtlineare Anstieg zu Beginn ist auf das Anfahren des Motors und den Totgang des Getriebes zurückzuführen. Hierauf folgt der elastische Bereich mit seinem linearen Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung. Mit steigender Dehnung setzt die plastische Verformung der Probe ein, bis es schließlich zum Bruch kommt.

Mit zunehmender Dehnung der Probe steigt der relative S-Parameter linear an.

In Abbildung 5.2 ist die Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters und des relativen W-Parameters dargestellt. Der relative W-Parameter ist invers aufgetragen und man sieht deutlich dass er dem Verlauf des relativen S-Parameters folgt.

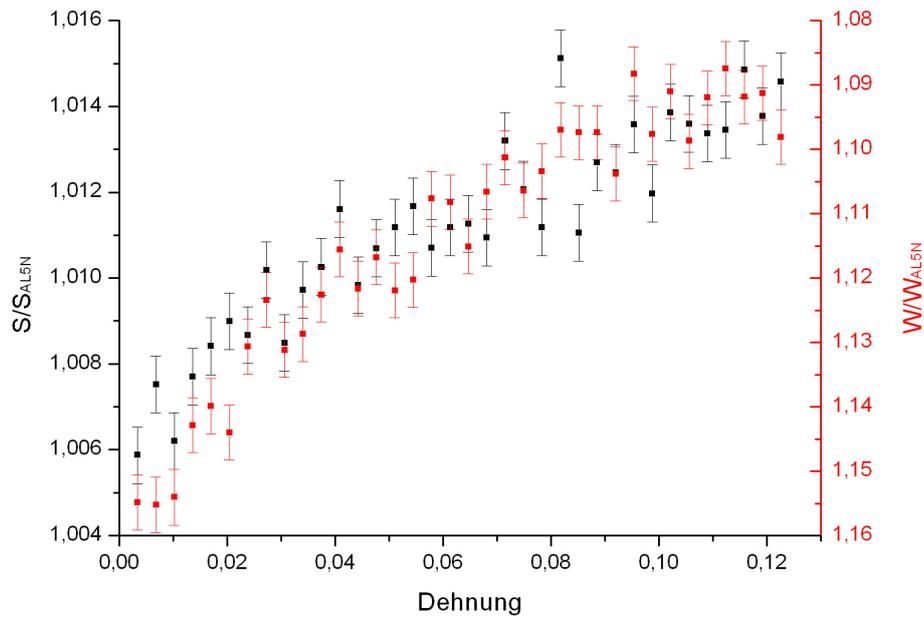


Abbildung 5.2: Der relative S- und W-Parameter in Abhängigkeit von der Dehnung für die Legierung AA2024. Der relative W-Parameter ist invers aufgetragen und man erkennt deutlich dass beide Kurven einen ähnlichen Verlauf haben.

5.1.2 AA6013

Die Spannungs-Dehnungs-Kurve für zugverformtes AA6013 ist in Abbildung 5.3 dargestellt. Die Materialeigenschaften, die sich aus ihr bestimmen lassen, sind in den nachfolgenden Tabelle mit Literaturwerten (siehe Kapitel 3.2) aufgelistet.

	Messwert	Literaturwert
Elastizitätsmodul [GPa]	$57 \pm 0,1$	68
Streckgrenze [MPa]	260 ± 10	340
Zugfestigkeit [MPa]	394 ± 10	395
Bruchdehnung [%]	14	15

Die Abweichung des Elastizitätsmoduls lässt sich wieder mit der Kombination zweier Elastizitätsmodule erklären. Der Unterschied der anderen Werte zu Literaturwert ist auf die extrem langsame Dehngeschwindigkeit zurückzuführen.

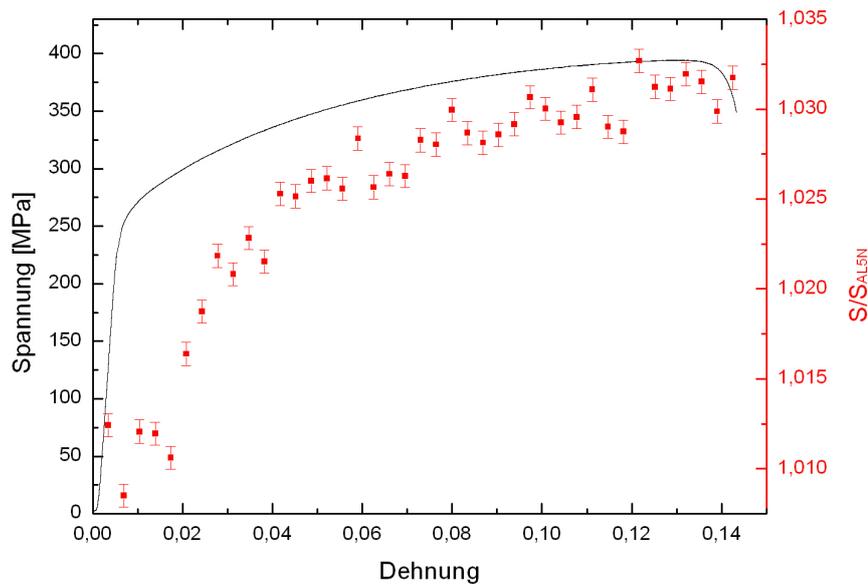


Abbildung 5.3: Spannungs-Dehnungs-Kurve und Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters von AA6013. Der typische Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird nur durch den nichtlinearen Anstieg zu Beginn gestört, der auf den Totgang im Getriebe zurückzuführen ist. Der relative S-Parameter steigt bis zu einer Dehnung der Probe von etwa 4,5 % sehr stark an. Danach ist ein langsamerer Anstieg bis zum Bruch der Probe zu beobachten.

Neben dem typischen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve zeigt Abbildung 5.3 auch den Verlauf des relativen S-Parameters abhängig von der Dehnung der Probe. Der relative S-Parameter steigt zunächst sehr stark an. Ab einer Dehnung der Probe von ca. 4,5 % wird der Verlauf des relativen S-Parameters flacher, steigt aber immer noch an bis zum Bruch der Probe bei einer Dehnung von 14 %.

In Abbildung 5.4 ist wieder die Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters und des relativen W-Parameters dargestellt. Der relative W-Parameter ist wieder invers aufgetragen. Wie schon beim S-Parameter ist hier ein Abknicken des Verlaufs bei ungefähr 4,5 %iger Dehnung der Probe zu beobachten.

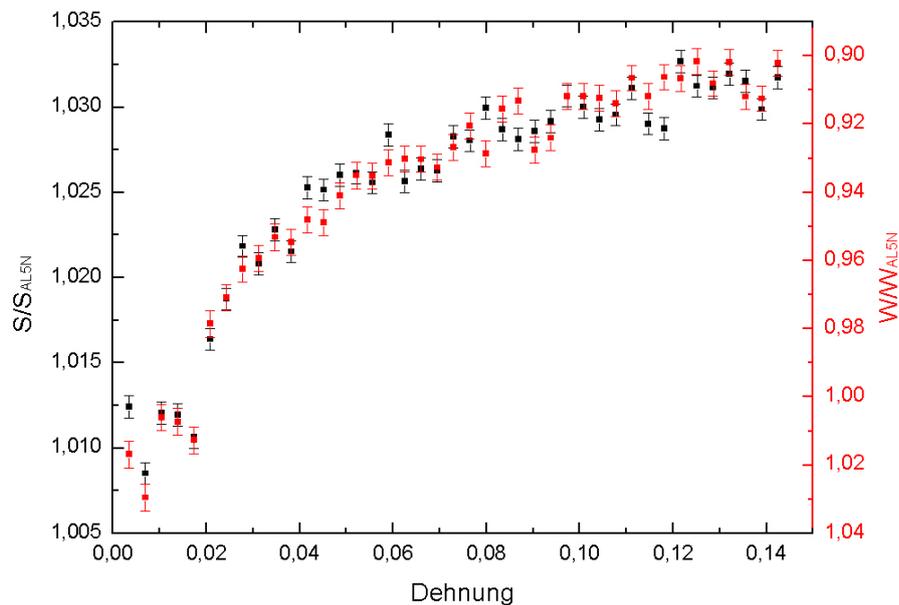


Abbildung 5.4: Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters und des relativen W-Parameters von AA6013. Der relative W-Parameter ist invers aufgetragen. Es ist deutlich zu erkennen, dass er dem Verlauf des relativen S-Parameters folgt.

5.1.3 AA6082

Die mechanischen Eigenschaften von AA6082 sind tabellarisch mit ihren Literaturwerten (siehe Kapitel 3.2) aufgeführt. Sie sind aus der in Abbildung 5.5 dargestellten Spannungs-Dehnungs-Kurve bestimmt worden.

	Messwert	Literaturwert
Elastizitätsmodul [GPa]	$61 \pm 0,1$	70
Streckgrenze [MPa]	345 ± 10	280
Zugfestigkeit [MPa]	366 ± 10	340
Bruchdehnung [%]	7,5	10

Der Elastizitätsmodul weist eine Abweichung von 9 GPa vom Literaturwert auf. Wie schon bei den vorangegangenen Messungen ist dies durch die Kombination mehrerer Elastizitätsmodule zu erklären. Die starke Abweichung der Streckgrenze und der Zugfestigkeit ergibt sich daraus, dass es sich bei den Literaturwerten um minimal Werte handelt.

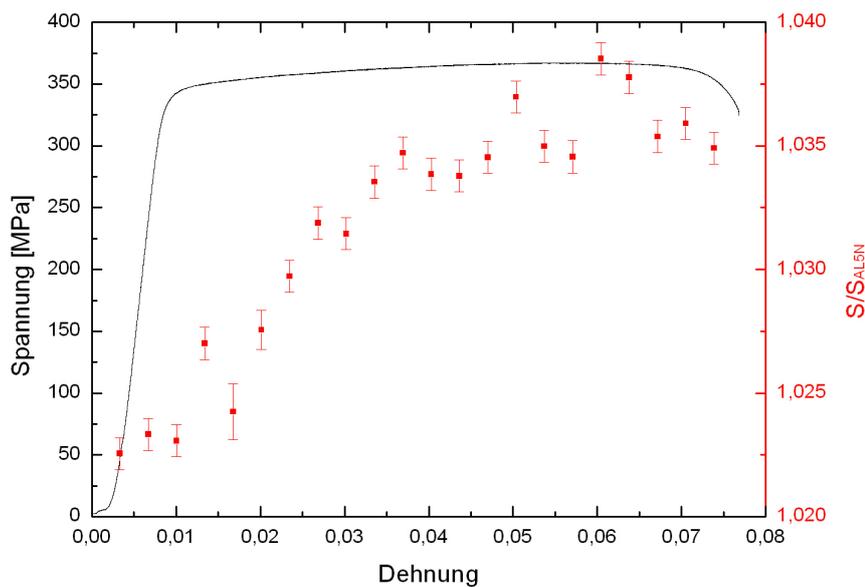


Abbildung 5.5: Spannungs-Dehnungs-Kurve und Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters von AA6082. Zu Beginn der Spannungs-Dehnungs-Kurve ist wieder ein nichtlinearer Anstieg zu beobachten, der durch den Totgang im Motorgetriebe verursacht wird. Der relative S-Parameter zeigt einen deutlichen Anstieg bis zu einer Dehnung von ca. 4 %. Ab diesem Wert bis zum Bruch der Probe ist ein annähernd konstanter Verlauf zu beobachten.

Darüber hinaus ist in der Abbildung 5.5 der Verlauf des relativen S-Parameters dargestellt. Er steigt bis zu einer Dehnung von ca. 4 % an und bleibt dann bis zum Bruch der Probe nahezu konstant.

In Abbildung 5.6 ist der relative S-Parameter im Vergleich zum inversen des relativen W-Parameters in Abhängigkeit von der Dehnung der Probe dargestellt. Beide Kurven zeigen den gleichen Verlauf. Sie steigen zunächst an und bleiben dann bis zum Bruch der Probe annähernd konstant.

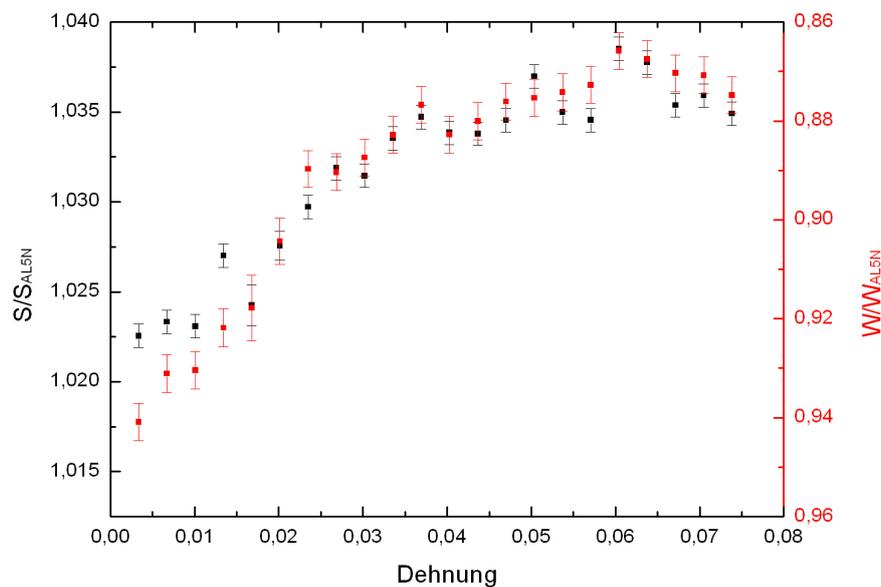


Abbildung 5.6: Dehnungsabhängigkeit des relativen S-Parameters und des relativen W-Parameters von AA6082. Es ist deutlich zu erkennen, dass der invers aufgetragene relative W-Parameter dem Verlauf des relativen S-Parameters folgt.

5.2 Wechselverformungsversuch

Die Proben aus AA6082 (siehe Kap. 3.2) mit der in Abbildung 4.4 dargestellten Probengeometrie wurden zunächst in die in Kapitel 4.2 beschriebene Wechselverformungsmaschine eingebaut. Es wurde eine sinusförmige Spannung zur Verformung der Proben verwendet. Die maximal auf die Proben wirkende Kraft betrug ca. 1100 N, was bei einer Probe ohne Bohrung, aber gleichen Querschnitts, einer Spannung von 73 MPa entsprechen würde. Die Wechselverformung erfolgte mit einer Frequenz von 10 Hz und unterschiedlichen Lastzyklenzahlen. Direkt im Anschluss an die Wechselverformung wurden die Proben in flüssigem Stickstoff gelagert, bis sie mit der BPM (siehe Kap. 4.3) vermessen wurden. Dies war notwendig, um das Ausheilen der vorhandenen Defekte auf Grundlage der Diffusion von Leerstellen im Material zu vermeiden.

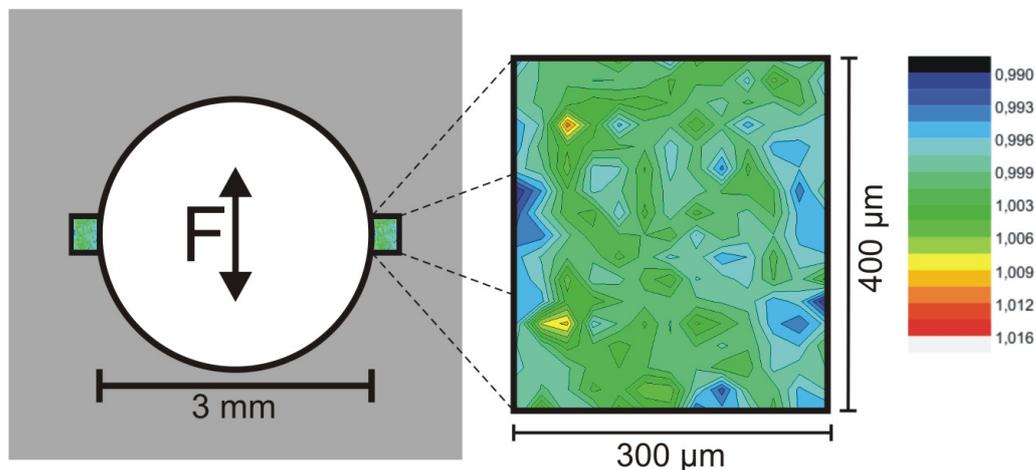


Abbildung 5.7: Vergrößerte Darstellung der Bohrung und des Bereichs des Matrixscans. Die Probe wurde in Richtung der Pfeile wechselverformt. Die Matrix zeigt den gemessenen relativen S-Parameter nach 1000 Zyklen, wobei auf den Wert einer unverformten Referenzprobe normiert wurde.

Im Gegensatz zum Zugversuch, wo die plastische Verformung über die ganze Probe homogen erfolgt, ist es hier notwendig die Änderung der Fehlstellendichte in einem sehr stark lokalisierten Bereich zu messen. Dies ermöglicht die BPM. Abbildung 5.7 stellt die Bohrung der Probe dar und den Bereich, der mit der BPM gescannt wurde. Die Kraft wirkte bei der Wechselverformung vertikal auf die Probe, so dass in dem Bereich des Scans die Region mit der maximalen Fehlstellendichte lag. Die Schädigung des Materials war hier also am stärksten. Der untersuchte Bereich hatte eine Länge von 400 μm entlang der Bohrung und von 300 μm von der Bohrung ins Material hinein. An jeder Probe wurde eine solche Matrix mit einem Strahldurchmesser

von 25-30 μm und einem Punktabstand von 25 μm gemessen. Die rechte Seite der Abbildung 5.7 zeigt eine solche Matrix. Zur Kontrolle, ob die Probe bei der Wechselverformung richtig eingespannt war oder evtl. verdreht wurde, sind auf beiden Seiten der Bohrung Matrixscans durchgeführt worden. Zur weiteren Auswertung wurde aber nur der erste Scan verwendet, da zu Beginn des zweiten Scans ein Teil der Defekte bereits ausgeheilt war. Der gemessene S-Parameter wurde auf unverformtes Probenmaterial, welches der selben Probenpräparation unterzogen wurde, normiert. Um die Darstellungsweise dieser Matrizen anschaulicher zu machen, zeigt Abbildung 5.8 zwei Messungen bei unterschiedlichen Lastzyklenzahlen.

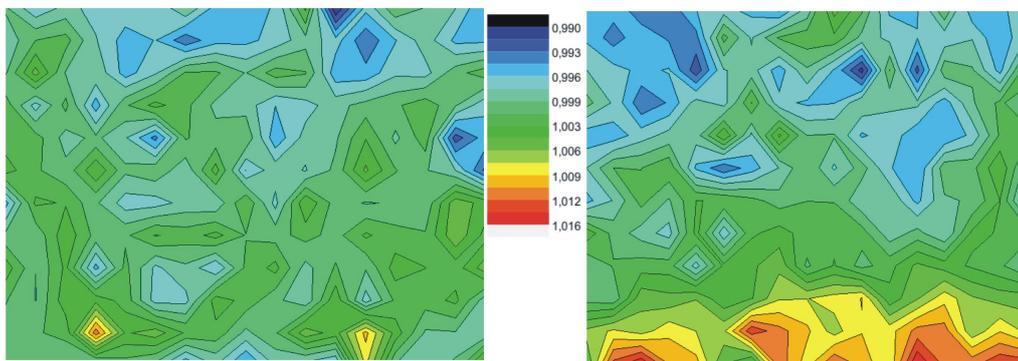


Abbildung 5.8: Darstellung zweier Matrixscans an unterschiedlichen Proben mit verschiedenen Lastzyklenzahlen. Die Bohrung befindet sich direkt unterhalb des Matrixscans. Die linke Probe wurde mit 1000, die rechte mit 50.000 Lastzyklen verformt. Der relative S-Parameter ist rechts sehr viel stärker erhöht als links.

Die linke Seite der Abbildung 5.8 zeigt eine Probe, die mit 1000 Zyklen verformt wurde. Am unteren Rand des Bildes befindet sich die Bohrung und man erkennt, dass hier der relative S-Parameter leicht erhöht ist. Zum Vergleich ist auf der rechten Seite eine Messung dargestellt, die an einer mit 50.000 Zyklen verformten Probe gemacht wurde. Die Bohrung befindet sich auch hier unterhalb der Matrix. Hier ist eine sehr viel stärkere Erhöhung des relativen S-Parameters zu erkennen als bei der Probe, die nur mit 1000 Lastzyklen verformt wurde. Dies lässt auf eine höhere Fehlstellenkonzentration schließen und damit auf eine größere Schädigung des Materials, wie es auch auf Grund der höheren Lastzyklenzahl zu erwarten ist.

Kapitel 6

Auswertung und Diskussion

6.1 Verformungsabhängigkeit des relativen S-Parameters

Die in Kapitel 5.1 dargestellten Messergebnisse zeigen deutlich, dass mit zunehmender Deformation der Proben der relative S-Parameter ansteigt. In allen untersuchten Legierungen nimmt die Fehlstellendichte infolge einer plastischen Deformation zu. Dieses Verhalten wurde schon vorher beobachtet z.B. [Son02] und wurde auch hier erwartet. Interessant ist aber, dass der Anstieg des relativen S-Parameters nicht bei allen untersuchten Legierungen kontinuierlich ist, sondern bei AA6013 und AA6082 ab einer bestimmten Dehnung weniger stark ansteigt (siehe Abb. 5.1, 5.3, 5.5).

Während der plastischen Verformung kommt es zu einem Anstieg der Versetzungsdichte und damit zu einem Anstieg der Fehlstellendichte. Dies wird durch den Anstieg des relativen S-Parameters belegt. Zu Beginn ist der Anstieg der Versetzungsbzw. Fehlstellendichte sehr viel stärker. Im weiteren Verlauf lässt die Stärke des Anstiegs nach. Dies ist auf dynamische Erholungsprozesse zurückzuführen, die den Anstieg der Versetzungsdichte überlagern [Ost07] und im Folgenden kurz erläutert werden.

Bei Anstieg der Versetzungsdichte und gleichzeitiger Versetzungsbewegung, wie es bei der plastischen Verformung der Fall ist, kommt es zu Anhäufungen von Versetzungen auf verschiedenen Gleitebenen. Diese Anhäufungen behindern die Neubildung und Wanderung einzelner Versetzungen. Wenn diese Versetzungsanhäufungen einen versetzungsfreien Kristallbereich einschließen, spricht man von Versetzungszellen, deren Bildung auf Grund des ausgeprägten Quergleitverhaltens von Aluminiumlegierungen sehr wahrscheinlich ist. Nimmt nun die Versetzungsdichte in den Anhäufungen zu, kommt es zur Auslöschung einzelner Versetzungen. Dieser Prozess wird sogar noch durch das Versetzungsklettern unterstützt. Hierbei handelt es sich um Versetzungen, die durch eine Ansammlung von Leerstellen aus ihrer Gleitebene herauswandern. Auf Grund dieser Versetzungsanhäufungen nimmt also nicht nur

die Versetzungsdichte im Kristall ab, sondern auch die Fehlstellendichte. Je nach Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit kann es sogar zu einem Gleichgewicht zwischen Bildung und Vernichtung von Versetzungen kommen. Das Abknicken im Verlauf des relativen S-Parameters aller drei Legierungen, lässt sich also durch das Auftreten von Versetzungsanhäufungen erklären [Ost07].

Das unterschiedliche Verhalten des relativen S-Parameters ist mit den unterschiedlichen Temperaturbehandlungen, Zusammensetzungen und Ausscheidungsbildung der einzelnen Legierungen zu erklären. Bei kaltausgelagerten Legierungen sowie Cu und Mg reichen, wie es bei AA2024 der Fall ist (siehe Kapitel 3.1), wird der dynamische Erholungsprozess unterdrückt, da hier ein eher planares Gleitverhalten vorliegt [Ost07]. Dies beschränkt die Versetzungen auf eine Gleitebenenchar, was die Bildung von Versetzungsanhäufungen und das Auslösen von Versetzungen größtenteils unterdrückt. Der Verlauf des relativen S-Parameters knickt hier nur unmerklich ab. Die Legierungen AA6013 und AA6082 sind hingegen warmausgelagert und nicht so reich an Cu und Mg (siehe Kapitel 3.2). Sie weisen den für Aluminium typischen Quergleitcharakter auf, der die oben beschriebenen Prozesse begünstigt [Ost07]. Das Abknicken im Verlauf des relativen S-Parameters ist hier deutlich zu erkennen.

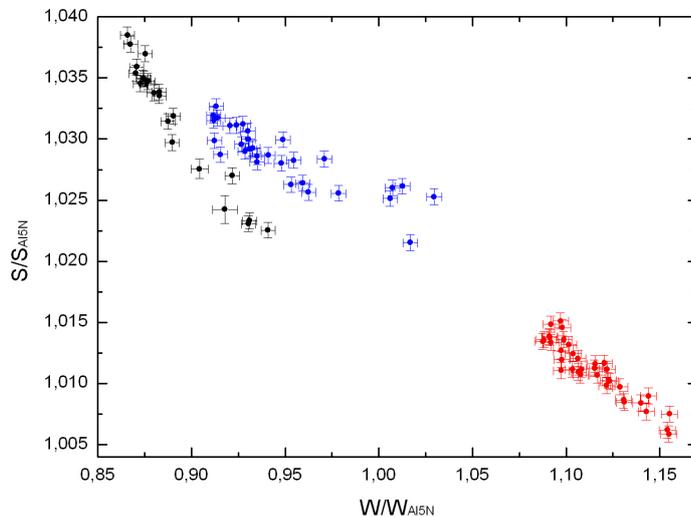


Abbildung 6.1: Zusammenhang zwischen relativem S- und W-Parameter für drei unterschiedliche Legierungen. Die Legierung AA2024 ist in Rot, AA6013 in Blau und AA6082 in Schwarz dargestellt. Bei allen drei Legierungen ist ein linearer Zusammenhang zwischen den beiden Parametern im Verlauf des Zugversuches zu erkennen.

Für den in Abbildung 6.1 dargestellten S-W-Plot wurden die verschiedenen Daten für den relativen S- und W-Parameter verwendet, die im Verlauf des in Kapitel 5.1 beschriebenen Zugversuchs gemessen wurden (siehe Abb. 5.2, 5.4, 5.6). Ein solcher Plot wurde von Krause-Rehberg beschrieben [Kra99] und zum erstenmal von Liszkay et al. zur Defektidentifikation benutzt [Lis94].

In Abbildung 6.1 ist der Zusammenhang zwischen S- und W-Parameters in Abhängigkeit von der plastischen Verformung der Probe dargestellt. Die unterschiedlichen Legierungen sind mit unterschiedlichen Farben gekennzeichnet. Für jede der drei Legierungen ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen S- und W-Parameter. Diese Linearität lässt darauf schließen, dass sich im Verlauf des gesamten Zugversuchs für jede Legierung der Typ von Fehlstellen, in denen die Positronen eingefangen werden, nicht ändert, sondern nur ihre Konzentration. Dieses Ergebnis unterstützt die vorangegangene Interpretation des dehnungsabhängigen Verlaufs des relative S-Parameters, weil so ausgeschlossen werden kann, dass der beobachtete Knick auf einen Wechsel der Fehlstellenart zurückzuführen ist. Dass sich die Messwerte der verschiedenen Legierungen an unterschiedlichen Stellen im S-W-Plot befinden, ist auf die unterschiedlichen chemischen Umgebungen der Fehlstellen zurückzuführen. Bei der Legierung AA2024 erkennt man deutlich den Einfluss der Cu 3d Elektronen. Die anderen Legierungen haben hingegen einen deutlich geringeren Cu Anteil.

6.2 Schadensvorhersage

In vorangegangenen Experimenten unserer Arbeitsgruppe, wurde festgestellt, dass zwischen dem S-Parameter und dem Logarithmus der Lastzyklenzahl ein linearer Zusammenhang besteht [Ben02a, Ben02b, Eic06]. Ein weiteres Resultat war, dass beim Erreichen der maximalen Fehlstellendichte der S-Parameter in Sättigung geht. Auf der Grundlage dieser Ergebnisse wurden schon Wechselverformungsexperimente mit ferritischem Stahl (C45E) durchgeführt, um mit Hilfe der PAS einen Ermüdungsbruch des Materials vorher zu sagen [Eic06, Haa08]. Die guten Ergebnisse dieser Arbeiten gaben Anlass dazu, dieses Verfahren auch auf die technische Aluminiumlegierungen AA6082 anzuwenden.

Aus den in Kapitel 5.2 beschriebenen Matrixscans wurde für jede Probe der maximale S-Parameter ermittelt, indem über den Bereich maximaler Schädigung direkt an der Bohrung gemittelt wurde. Die Ergebnisse dieser Mittelung sind in der folgenden Tabelle mit den jeweiligen Lastzyklenzahlen aufgeführt.

Lastzyklen	S_{max}	ΔS_{max}
100	1,0048	0,00057
300	1,0054	0,0006
1000	1,0062	0,00058
3000	1,0069	0,00056
10000	1,0098	0,00059
30000	1,0106	0,00062
50000	1,0128	0,00055

Schon aus der Tabelle wird ersichtlich, dass mit wachsender Zyklenzahl der Wert des S-Parameter steigt. Die Fehlstellendichte in der untersuchten Region nimmt also zu.

Um den maximalen S-Parameter zu bestimmen, bei dem die kritische Fehlstellendichte erreicht ist und der weitere Verlauf des S-Parameters in Sättigung geht, wurde an der Rissspitze eines Ermüdungsrisses gemessen. Hierzu wurde eine CT (Compact Tension) aus AA6082 hergestellt [Liu97] und es ergab sich ein Wert von $1,017 \pm 0,0006$ für den maximalen S-Parameter.

In Abbildung 6.2 sind die Werte für den S-Parameter gegen den Logarithmus der Zyklenzahl aufgetragen. Man erkennt deutlich einen linearen Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen. Aus dem Schnittpunkt der Geraden mit dem maximalen S-Parameter, der mit Hilfe der CT-Probe bestimmt wurde, ergibt sich die Bruchzyklenzahl N_f . Die mit der PAS bestimmte Bruchzyklenzahl N_f beträgt $7 \cdot 10^7$. Darüber hinaus zeigt die Abbildung 6.2, dass eine solche Abschätzung der Bruchzyklenzahl mit einer einzigen Probe möglich ist, die unterhalb der 1 % Grenze von N_f liegt. Diese Grenze stellt die gestrichelte Linie dar. Es ist sogar möglich ein komplettes WÖHLER-Diagramm mit nur einer einzigen Probe zu erstellen, indem man die PAS

mit einer Finite-Elemente-Methode (FEM) kombiniert [Eic06]. Damit ist man in der Lage die lokal an der Bohrung herrschenden Spannungen in Abhängigkeit vom Abstand zur Bohrung zu simulieren und so jeder Spannung einen relativen S-Parameter bei der entsprechenden Lastzyklenzahl zuzuordnen. So lässt sich der Aufwand, der nötig ist, um ein WÖHLER-Diagramm zu erstellen, erheblich reduzieren, da sowohl auf hohe Zyklenzahlen, als auch auf eine große Anzahl von Proben verzichtet werden kann.

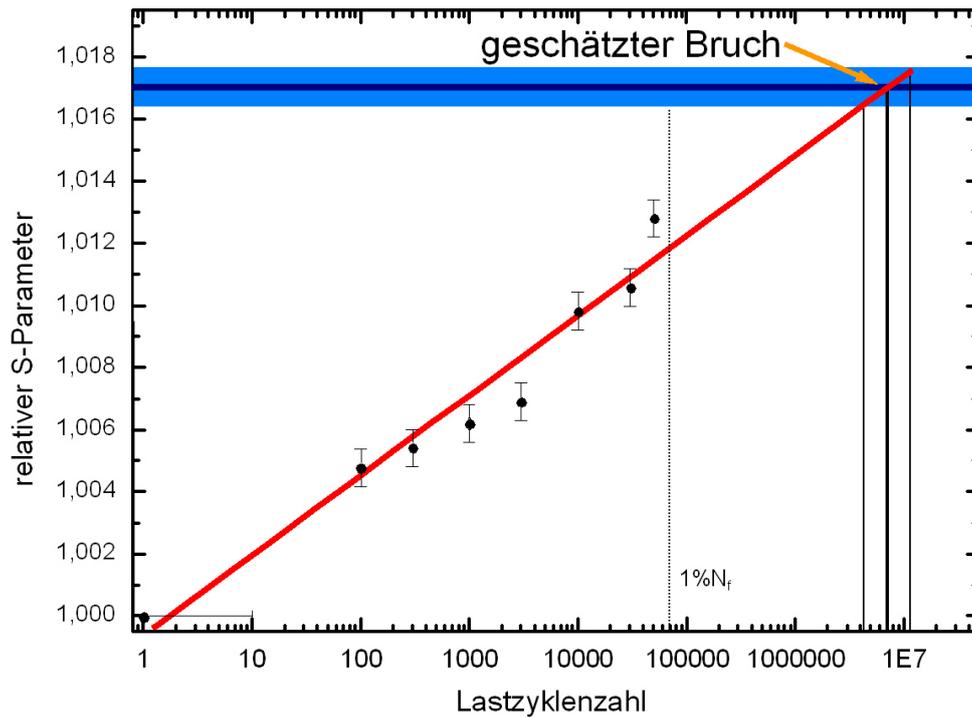


Abbildung 6.2: Linearer Zusammenhang zwischen dem relativen S-Parameter und der Lastzyklenzahl. Aus dem Schnittpunkt dieser Geraden (rot) und dem maximalen relativen S-Parameter ergibt sich die geschätzte Bruchzyklenzahl N_f . Die gestrichelte Linie markiert 1 % von N_f .

Kapitel 7

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die Entwicklungen der Fehlstellendichte in den technischen Aluminiumlegierungen AA2024, AA6013 und AA6082 im Verlauf eines Zugversuchs mit Hilfe der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) untersucht. Darüber hinaus wurde die Fehlstellendichte der Legierung AA6082, die unter Wechselbelastung entstand, ebenfalls mit Hilfe der PAS gemessen und die Ergebnisse zum Abschätzen der Bruchzyklenzahl genutzt.

Mittels der PAS ist es möglich, die Fehlstellenkonzentration in einem plastisch verformten Material zu bestimmen und mit der Bonner-Positronen-Mikrosonde (BPM) ist man sogar in der Lage, dies mit einer Ortsauflösung im Mikrometerbereich zu erreichen. Die Positronen dienen hierbei als Sondenteilchen, die sehr empfindlich auf Fehlstellen im sie umgebenden Kristallgitter reagieren.

Vor den jeweiligen Versuchen wurden alle Proben auf einen definierten Ausgangszustand gebracht. Zunächst wurde die Probenoberfläche an den zu untersuchenden Stellen poliert und anschließend in einem Ofen unter Edelgasatmosphäre ausgeheilt.

Für den Zugversuch wurde die in der Arbeitsgruppe vorhandene Zugprüfmaschine so umgebaut, dass es möglich war die Proben kontinuierlich zu verformen und gleichzeitig die Fehlstellendichte im Material bei unterschiedlichen Dehnungen zu messen. Aus den Messergebnissen ergaben sich für die verschiedenen Legierungen zum teil sehr unterschiedliche Zusammenhänge zwischen dem Grad der plastischen Verformung und der Fehlstellenkonzentration. Es konnte gezeigt werden, dass je nach Zusammensetzung und Temperaturbehandlung der Legierungen, der Anstieg der Fehlstellendichte entweder kontinuierlich war oder ab einem bestimmten Punkt von dynamischen Erholungsprozessen im Material überlagert wurde.

Neben dem Zugversuch wurde in dieser Arbeit an der Legierung AA6082 ein Wechselverformungsversuch durchgeführt. Die Probengeometrie wurde so gewählt, dass die Schädigung im Material stark lokalisiert auftrat. Dies machte es notwendig, die in diesem Bereich vorhandene Fehlstellendichte mit der BPM bei einer hohen Ortsauf-

lösung zu vermessen. Die Ergebnisse dieser Messungen konnten dann dazu verwendet werden einen Bruch der Probe unter einer externen Last von ca. 1100 N bei $7 \cdot 10^6$ Zyklen vorherzusagen. Diese Methode stellt damit eine effizientere Alternative zum WÖHLER-Versuch dar.

In dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass die PAS eine elegante Methode zur Bestimmung der Änderung von Fehlstellenkonzentrationen in Metallen ist. Diese Änderungen ermöglichen Rückschlüsse auf die mechanischen Eigenschaften und dynamische Prozesse während der plastischen Verformung. Darüber hinaus bietet die PAS eine zukunftsweisende Methode zur Vorhersage von Ermüdungsbrüchen, die nur eine Probe und gering Lastzyklenzahlen benötigt. Dies macht sie viel schneller und kostengünstiger als die bisher auf dem Gebiet der Schadensvorhersage verwendeten Verfahren.

Literaturverzeichnis

- [And33] C.D. Anderson, *Phys. Rev.*, 43 (1933) 1
- [Alc06] Alcan Singen GmbH, *Prüfbescheinigung* (2006)
- [ASM91a] *ASM Handbook Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials* (1991)
- [ASM91b] *ASM Handbook Volume 4: Heat Treating* (1991)
- [Bau86] J. Bauschinger, *Mittheilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der königlichen Hochschule in München*, 13 (1886) 1
- [Beh42] R. Behringer, C. Montgomery, *Phys. Rev.*, 61 (1942) 222
- [Ben02a] K. Bennewitz, *Positronenspektroskopie an zyklisch verformten Titan- und Eisenwerkstoffen*, Dissertation, Universität Bonn (2002)
- [Ben02b] K. Bennewitz, *Z. Metallkd.*, 93 (2002) 8
- [Ber70] M. Bertolaccini, A. Dupasquier, *Phys. Rev. B*, 1 (1972) 2896
- [Ber92] L. Bergmann, C. Schaefer, *Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 6, Festkörper*, Walter de Gruyter (1992)
- [Ber97] C. Berger, K. Kloos, *Werkstoffprüfung*, in [Dub97], E24
- [Bra68] W. Brandt, H. Waung, P. Levy, *Proc. Int. Symp. Color Centers in Alkali Halides* (1968) 48
- [Bra72] W. Brandt, R. Paulin, *Phys. Rev. B* 5 (1972) 2430
- [Con71] D. Connors, V. Crisp, R. West, *J. Phys. F, Met. Phys.*, 1 (1971) 355
- [Dau74] C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet, D. Seeger, *Appl. Phys.* 5 (1974) 117
- [Deb49] S. DeBenedetti, C. Cowan, W. Konneker, *Phys. Rev.*, 76 (1949) 440
- [Dek64] I. Dekthyar, D. Levina, V. Mikhalenkov, *Soviet Phys. Dokl.*, 9 (1964) 492

- [Dir30] P.A.M. Dirac, *On the annihilation of electrons and protons*, Proceedings of the Cambridge Philosophical Society 26 (1930) 361
- [Dub97] H. Dubbel, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, Springer (1997)
- [Eic06] P. Eich, *Ortsaufgelöste Bestimmung der Schädigung an ermüdetem Karbonstahl*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2006)
- [Eic07] P. Eich, *phys. stat. sol. c*, 4 (2007) 3465
- [Fra74] W. Frank, A. Seeger *Appl. Phys.* 3 (1974) 66
- [Got98] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer Verlag (1998)
- [Gre97] H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, M. Tongbhoyai, T. Wider, K. Maier, J. Bühr, B. Huber, *Appl. Phys. Lett.*, 15 (1997) 2115
- [Haa74] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*, Springer Verlag (1974)
- [Haa97] M. Haaks, *Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [Haa03] M. Haaks, *Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln*, Dissertation, Universität Bonn (2003)
- [Haa06] M. Haaks, *Phys. Stat. Sol. A*, 203 (2006) R31
- [Haa08] M. Haaks, *Adv. in Solid State Phys.*, 47 (2008) 289
- [Häk89] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1989) 809
- [Häk90] H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, *Europhys. Lett.*, 9 (1990) 12441
- [Hir82] J.P. Hirth, J. Lothe, *Theory of Dislocations*, Krieger Publishing Company 1982
- [Hor06] E. Hornbogen, *Werkstoffe*, Springer Verlag (2006)
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to Dislocations, 3rd ed.*, Butterworth & Heinemann (1984)
- [Joh92] V. John, *Introduction to Engineering Materials, 3rd ed.*, MacMillan Press (1992)
- [Kle90] I. Kleber, H. Bausch, J. Böhm, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag Technik (1990)
- [Klo07] B. Klobes, *Untersuchungen zu Frühstadien der Ausscheidungsbildung in AlMgSi-Legierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2007)

- [Kra99] R. Krause-Rehberg, H.S. Leipner, *Positron Annihilation in Semiconductors*, (1999)
- [LB91] Landoldt-Börnstein, New Series, ed.: P. Ehrhart, P. Jung, H. Schultz, H. Ullmaier, *Atomic Defects in Metals III/25* (1991)
- [Leo93] W.R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Elements*, 2nd revisited ed., Springer New York (1993)
- [Lis94] L. Liskay, C. Corbel, L. Baroux, P. Hautojärvi, A. Declémy, M. Bayhan, A.W. Brinkmann, S. Tatarenko, *Appl. Phys. Lett.*, 64 11 (1994) 1380
- [Liu97] A. Liu, *Summary of Stress-Intensity Factors*, in: N.D. DiMatteo, S.R. Lampman (eds.) *ASM Handbook Vol. 19, Fracture and Fatigue*, 1997, pp981
- [Loe08] T.W. Loewenhoff, *Mechanische Relaxation der plastischen Zone vor Risspitzen in technischen Al-Legierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2008)
- [Mac67] I. MacDonald, P. Kaufmann, B. Mckee, *Phys. Rev. Lett.*, 19 (1967) 946
- [Nie80] R.M. Nieminen, J. Oliva, *Phys. Rev. B*, 22 (1980) 2226
- [Ost07] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, Springer (2007)
- [Per70] A. Perkins, J. Carbotte, *Phys. Rev. B*, 1 (1970) 101
- [Rit59] R. Ritchi, *Phys. Rev.*, 114 (1959) 644
- [Sch81] H. Schäfer, Habilitation Universität Stuttgart (1981)
- [Son02] S. Sonneberger, *Verformungsverhalten von technischen Aluminiumlegierungen*, Diplomarbeit, Universität Bonn (2002)
- [Vol89] F. Vollertsen, S. Vogler, *Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur*, Carl Hanser Verlag (1989)
- [Wes73] R. West, *Adv. Phys.*, 22 (1973) 263
- [Wid97] T. Wider, *In situ Positronenspektroskopie an ermüdetem Kupfer*, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [Wid98] T. Wider, *Phys. Rev. B*, 57 (1998) 5126
- [Wid99] T. Wider, *Der Einfluß von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung*, Dissertation, Universität Bonn (1999)
- [Wil11] A. Wilm, *Metallurgie*, 8 (1911) 225

- [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] C. Zamponi, *Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern*, Dissertation, Universität Bonn (2002)

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich für die Unterstützung, die mir im vergangenen Jahr zuteil wurde, bedanken.

Zuallererst gilt mein besonderer Dank Herrn Prof. Dr. Karl Maier. Als sein Diplomand durfte ich an dem ausgesprochen guten Arbeitsklima in seiner Arbeitsgruppe teilhaben. Er hatte immer ein offenes Ohr für meine Fragen und konnte mir stets mit seinem unerschöpflichen Schatz an Ratschlägen, Ideen und Tipps weiterhelfen. Außerdem möchte ich ihm für die Hilfe bei dem ein oder anderen mechanischen Problem in der Studentenwerkstatt danken.

Herrn PD Dr. Reiner Vianden danke ich für die Übernahme des Korreferats und die Möglichkeit an der ERASMUS summer school 2008 teilzunehmen.

Bei Dr. Matz Haaks möchte ich mich dafür bedanken, dass er mich, trotz der räumlichen Entfernung, mit nützlichen Anregungen und Tipps zu dieser Arbeit unterstützt hat.

Allen Mitgliedern und Ehemaligen der Arbeitsgruppe möchte ich dafür danken, dass sie mich so herzlich aufgenommen haben und ich mit ihnen ein abwechslungsreiches und produktives Jahr verbringen durfte. Darüber hinaus möchte ich ihnen für die farbenfrohe Ergänzung meiner Garderobe danken.

Mein besondere Dank gilt Patrick Eich für die geduldige Einweisung in den Umgang mit der Mikrosonde; Benedikt Klobes für die vielen energischen Unterhaltungen und das bereitwillige Weitergeben seines Wissens über Aluminiumlegierungen; Sven-Martin Hühne für die nachhaltige Einweisung in die Rechte und Pflichten des jüngsten Diplomanden; Christian Lenk für die Tipps und Hinweise im Bezug auf die Probenpräparation; Thorsten Loewenhoff für die Zeit die er sich genommen hat mir die Rupfe näher zu bringen; Judith Fingerhuth für die gute Schreibtischnachbarschaft; Lena Jentjens für die farbenfrohe Ausgestaltung meines Diplomkolloquiums und schließlich bei allen Korrekturlesern dieser Arbeit.

Mein Dank gilt Berthold Kann für das Befüllen des Ge-Detektors und die Unterstützung an der Mikrosonde.

Bedanken möchte ich mich auch bei den Mitarbeitern der Feinmechanischen Werk-

statt und der E-Werkstatt für die schnelle Bearbeitung aller großen und kleinen Aufträge.

Dank gilt meiner Familie und ganz besonders meinen Eltern, die mich in jeder Hinsicht unterstützt und in den Jahren meines Studiums mit großer Hingabe begleitet haben. Ohne euch wäre mir das Physikstudium und diese Arbeit in dieser Form nicht möglich gewesen. Dafür danke ich euch von ganzem Herzen.

Zum Schluss möchte ich meiner Freundin Aline Jaritz für ihr Verständnis, ihre Geduld und Liebe nicht nur im vergangenen Jahr danken.