

# Positronenspektroskopie an plastischen Zonen in Al-Legierungen und GaAs-Wafern

**Dissertation**

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

vorgelegt von

Christiane Zamponi

aus

Troisdorf

Bonn Mai 2002



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

1. Referent: Prof. Dr. Karl Maier  
2. Referent: Prof. Dr. Ch. Weinheimer

Tag der Promotion:



*Nichts auf der Welt ist so gerecht verteilt wie der Verstand. Denn  
jedermann ist überzeugt, daß er genug davon habe.*

Rene Descartes

*Um ein tadelloses Mitglied einer Schafherde sein zu können,  
muß man vor allem ein Schaf sein*

Albert Einstein



# INHALTSVERZEICHNIS

<b>1</b>	<b><u>EINLEITUNG</u></b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b><u>FEHLSTELLEN UND PLASTISCHE VERFORMUNG IN FESTKÖRPERN</u></b>	<b>5</b>
<b>2.1</b>	<b>FEHLSTELLEN IN KRISTALLEN</b>	<b>5</b>
2.1.1	PUNKTDEFEKTE	5
2.1.2	LINIENDEFEKTE	6
2.1.3	FLÄCHENDEFEKTE	11
2.1.4	VOLUMENDEFEKTE	13
<b>2.2</b>	<b>MECHANISCHE DEFORMATION</b>	<b>14</b>
2.2.1	ZUG- UND WECHSELVERFORMUNG	14
2.2.2	BRUCHMECHANIK	16
2.2.3	PLASTISCHE VERFORMUNG DURCH SCHLEIFEN	21
<b>3</b>	<b><u>UMWANDLUNG VON WERKSTOFFEN</u></b>	<b>23</b>
<b>3.1</b>	<b>HÄRTE</b>	<b>23</b>
<b>3.2</b>	<b>AUSSCHIEDUNGSHÄRTUNG</b>	<b>23</b>
3.2.1	DIFFUSION IM FESTKÖRPER	24
3.2.2	KEIMBILDUNGSVORGÄNGE IM KRISTALLINEN ZUSTAND	26
3.2.3	GUINIER-PRESTON-ZONEN (GP-ZONE)	29
<b>4</b>	<b><u>POSITRONEN ALS FEHLSTELLENSONDEN</u></b>	<b>33</b>
<b>4.1</b>	<b>POSITRONENQUELLEN</b>	<b>33</b>
<b>4.2</b>	<b>POSITRONEN IM FESTKÖRPER</b>	<b>34</b>
4.2.1	THERMALISIERUNG	34
4.2.2	EINDRINGTIEFE	34
4.2.3	POSITRONENDIFFUSION	36
4.2.4	WECHSELWIRKUNG MIT FEHLSTELLEN	37
4.2.5	WECHSELWIRKUNG MIT AUSSCHIEDUNGEN	38
<b>4.3</b>	<b>POSITRON-ELEKTRON-ZERSTRAHLUNG</b>	<b>39</b>
4.3.1	MESSUNG DER DOPPLERVERBREITUNG	42
4.3.2	LEBENSDAUER-MESSUNGEN	43
<b>4.4</b>	<b>AUSWERTUNG</b>	<b>43</b>
4.4.1	UNTERGRUND	43
4.4.2	HOCHIMPULSANTEIL DER ZERSTRAHLUNGSLINIE	44

<b>5</b>	<b><u>MESSAPPARATUREN</u></b>	<b>47</b>
<b>5.1</b>	<b>POSITRONENMIKROSONDE</b>	<b>47</b>
5.1.1	MODERATION VON POSITRONEN	47
5.1.2	AUFBAU UND FUNKTIONSWEISE	48
5.1.3	IN-SITU TEMPERATURMESSUNGEN	50
<b>5.2</b>	<b>„POSITRONEN-TOPF“</b>	<b>50</b>
<b>6</b>	<b><u>ALUMINIUMLEGIERUNGEN IM FLUGZEUGBAU</u></b>	<b>51</b>
<b>6.1</b>	<b>EIGENSCHAFTEN DER ALUMINIUMLEGIERUNGEN</b>	<b>51</b>
6.1.1	DIE LEGIERUNG 2024	53
6.1.2	DIE LEGIERUNG 6013	54
6.1.3	ALUMINIUMLEGIERUNGEN UNTER KORROSIVEN BEDINGUNGEN	56
<b>7</b>	<b><u>UNTERSUCHUNGEN DER LEGIERUNGEN 2024 UND 6013</u></b>	<b>61</b>
<b>7.1</b>	<b>CHEMISCHE UMGEBUNG IN AL-LEGIERUNGEN</b>	<b>61</b>
<b>7.2</b>	<b>HERSTELLEN EINES PROBENSTANDARDS</b>	<b>64</b>
7.2.1	ERGEBNISSE PROBENSTANDARD	65
<b>7.3</b>	<b>ZUGVERSUCHE AN 2024 UND 6013</b>	<b>72</b>
7.3.1	ERGEBNISSE DER ZUGVERSUCHE MIT 2024	72
7.3.2	ERGEBNISSE DER ZUGVERSUCHE MIT 6013	74
<b>7.4</b>	<b>RISSEERZEUGUNG AN COMPACT-TENSION (CT) PROBEN</b>	<b>76</b>
7.4.1	GEOMETRIE DER CT-PROBE	77
7.4.2	ERMÜDUNGSRISSE IN AA2024 UND AA6013 AN LUFT	79
7.4.3	ERMÜDUNGSRISSE AA2024 UND AA6013 UNTER KORROSIVEN BEDINGUNGEN	81
<b>8</b>	<b><u>EINKORNKRATZVERSUCHE AN GALLIUMARSENID</u></b>	<b>89</b>
<b>8.1</b>	<b>GALLIUMARSENID</b>	<b>89</b>
<b>8.2</b>	<b>UNTERSUCHUNG VON KRATZERN AUF GAAS</b>	<b>92</b>
8.2.1	EINFLUSS DER KRATZRICHTUNG	94
8.2.2	CHEMISCHE UMGEBUNG IN GAAS	96
<b>8.3</b>	<b>„AUSGRABEN“ EINES KRATZERS DURCH IONENSTRAHLÄTZEN (SPUTTERN)</b>	<b>99</b>
<b>9</b>	<b><u>ZUSAMMENFASSUNG</u></b>	<b>103</b>
<b>10</b>	<b><u>LITERATURVERZEICHNIS</u></b>	<b>105</b>



# 1 EINLEITUNG

Viele Eigenschaften von Festkörpern werden durch Fehler im geordneten kristallinen Aufbau beeinflusst. So ist zum Beispiel die mechanische Festigkeit von Metallen, der elektrische Widerstand der Halbleiter und die Lichtdurchlässigkeit von Isolatoren im wesentlichen durch Kristallbaufehler bestimmt.

Während ihres Herstellungsprozesses und ihrer späteren Anwendung sind moderne Werkstoffe oft einer nicht unerheblichen Strahlenschädigung ausgesetzt (Ionenimplantation im HL sowie Höhenstrahlung beim Langstreckenflug). Zusätzlich unterliegen Werkstoffe mechanischen und korrosiven Belastungen.

Zur Präparation gehören Schneid- und Polierprozesse, welche Schädigungen (Defekte) ins Material einbringen. Diese Defekte sind meistens nicht erwünscht, da sie die Materialeigenschaften unkontrolliert ändern, so dass Schädigungen nach Möglichkeit vermieden werden sollen. Um dies zu erreichen, muss zunächst die Art und das Ausmaß der Schädigung festgestellt werden.

Die Bonner Positronenmikrosonde bietet die Möglichkeit, Defekte in Festkörpern wie Leerstellen, Versetzungen und Leerstellenagglomerate orts aufgelöst und zerstörungsfrei zu untersuchen. Bei mechanischer Deformation werden typischerweise Versetzungen und Leerstellen erzeugt. Die Positronen als Fehlstellensonden im Festkörper besitzen eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Defekten. In Metallen und Halbleitern sind kleinste Leerstellenkonzentrationen von  $10^{-6}$ /Atom mit Positronen nachweisbar.

Werkstoffe, die eine Wechselverformung erfahren, können im Laufe ihrer Einsatzdauer ermüden, es kommt dann zur Rissbildung und letztendlich zum Bruch. Im Verlauf der Ermüdung entstehen im Material eine Vielzahl von Fehlstellen wie Leerstellen und Versetzungen. Das Ermüdungsverhalten bzw. die Rissausbreitung in Werkstoffen wird durch den plastisch verformten Bereich vor der Risspitze bestimmt. Ausdehnung und Verfestigung dieser sogenannten *plastischen Zone* sind für die Schadenstoleranz eines Werkstoffes verantwortlich. Während spröde Materialien (Keramiken, Halbleiter) keine plastische Zone besitzen, ist sie bei duktilen Materialien (Metalle) sehr ausgeprägt. Die räumliche Ausdehnung der plastischen Zone kann mit der Methode der orts aufgelösten Positronenannihilation bestimmt werden.

Der Rumpf z.B. eines Flugzeuges erfährt während jedes Start- und Landevorganges bedingt durch den Druckunterschied einen Verformungszyklus, wodurch eine Ermüdung oder Rissbildung an besonders belasteten Bereichen begünstigt wird. Bei Flugzeugen ist durch diese dynamische Belastung die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Rissen für die Abschätzung der Restlebensdauer von besonderem Interesse.

Seit ca. 40 Jahren wird im Flugzeugbau die Al-Cu-Mg-Legierung 2024 im Rumpf- und Flügelbereich verwendet. Sie wird im kaltausgehärteten Zustand in Niet- bzw. Klebbauweise eingesetzt. Aufgrund dieses „Konservativen“ Werkstoffeinsatzes gibt es

viel Erfahrung für das Ermüden auch unter widrigen Bedingungen. Fatale Unfälle durch Werkstoffversagen gibt es daher heute nur noch äußerst selten.

Zur Gewichts- und Kostenreduzierung wurde im letzten Jahrzehnt das Laserschweißen als alternative Verbindungstechnik entwickelt. Die Legierung 2024 lässt sich aber nur unzureichend schweißen. Für die neue Fertigungstechnik sind daher weniger gut untersuchte neuere Al-Mg-Si-Cu-Legierungen, wie z.B. die AA6013, erforderlich. Die mechanischen Eigenschaften, wie Streckgrenze, Härte und Zugfestigkeit der Legierung 6013 im warmausgehärteten Zustand sind mit denen der nicht schweißbaren Legierung 2024 im kaltausgelagerten Zustand vergleichbar. Entscheidend für den zukünftigen sicheren Einsatz der schweißbaren Legierung 6013 ist jedoch ein fundiertes Verständnis über ihr Ermüdungsverhalten.

In der Praxis wird die mechanische Belastung von einer korrosiven Beanspruchung überlagert. Eine Lebensdauervoraussage der Bauteile ist unter diesen Bedingungen schwierig, da mehrere Parameter, wie Werkstoffzusammensetzung, Gefüge und verschiedene Korrosionsmechanismen zusammenwirken können.

In Zukunft sollen die Aussenhautbleche des Flugzeugherstellers Airbus Deutschland<sup>1</sup> unter Verwendung der Legierung 6013 geschweißt werden. In diesem Zusammenhang wurden in Zusammenarbeit mit Airbus an der Bonner Positronenmikrosonde die Bereiche vor Ermüdungsrissen in den Legierungen 2024 und 6013 untersucht.

Eine weitere Problematik dieser Arbeit ist die Untersuchung von mechanisch beanspruchten Halbleitern mit der Positronenmikrosonde. Bei der industriellen Fertigung von Galliumarsenid-Wafern entstehen nicht zu vernachlässigende Materialverluste durch Säge- und Polier-Prozesse. Beim Sägen der Einkristalle in Scheiben wird die oberflächennahe Schicht geschädigt. Da dies die Halbleitereigenschaften unerwünscht verändert, muss der geschädigte Bereich durch Schleifen und Polieren entfernt werden. Um die Ausdehnung der Schädigung zu minimieren, wird die Entstehung von Defekten bei Säge- und Schleif-Prozessen erforscht. Für die industrielle Produktion der Wafer ist insbesondere die Schädigungstiefe entscheidend.

Zur Bestimmung der Schädigung durch mechanische Polierprozesse wurden Einkornkratzversuche mit Diamanten durchgeführt. In Zusammenarbeit mit der Firma Freiburger Compound Materials<sup>2</sup> wurden die Mikrokratzer auf den Galliumarsenid-Wafern ortsaufgelöst an der Positronenmikrosonde untersucht. Bevor das Material ausbricht zeigen die Mikrokratzer plastische Deformationen. Zur Klassifizierung der erzeugten Defekte wurde die Impulsverteilung der Annihilationslinie betrachtet. Im Vordergrund stand die Abhängigkeit der Kratzrichtung auf der (100)-Oberfläche relativ zur [110]-Richtung. Gibt es eine Richtung, bei der die Schädigung kleiner ist, so lassen sich Poliertechniken entwickeln, die diese Richtungsabhängigkeit berücksichtigen.

Da die Positronenmikrosonde mit monoenergetischen Positronen von maximal 30 keV arbeitet, ist die Eindringtiefe der e<sup>+</sup>-Sonden auf 4 µm limitiert. Um Aussagen über die reale Schädigungstiefe machen zu können, wurde das herkömmliche Ionenstrahlätzen

---

<sup>1</sup> Airbus Deutschland, Hünefeldstrasse 1-5, 28199 Bremen

<sup>2</sup> Freiburger Compound Materials GmbH, Am Junger Löwe Schacht 5, 09599 Freiberg

(*Sputtern*) mit Argon so modifiziert, dass die Waferoberfläche mikrometerweise ohne zusätzliche Fehler abgetragen wird.

In der folgenden Arbeit dienen die ersten vier Kapitel die Grundlagen zu beschreiben, die zum Verständnis der Ergebnisse notwendig sind. Im fünften Kapitel wird die Positronenmikrosonde dargestellt. Die Eigenschaften der Aluminiumlegierungen und die Ergebnisse der Positronenuntersuchungen der Ermüdungsrisse sind in den Kapiteln sechs und sieben beschrieben. Im achten Kapitel werden die Ergebnisse der Messungen an den Mikrokratzern in Galliumarsenid dargestellt.



## 2 FEHLSTELLEN UND PLASTISCHE VERFORMUNG IN FESTKÖRPERN

### 2.1 Fehlstellen in Kristallen

In der Praxis existieren keine *idealen* fehlerfreien Festkörper, sondern ausschließlich *reale* Festkörper, die eine Vielzahl verschiedener Störungen aufweisen. Alle Abweichungen von einem geometrisch strengen, dreidimensional periodischen Gitterbau sind Fehler bzw. Fehlstellen. Viele Eigenschaften von Festkörpern, insbesondere die mechanischen und elektrischen, werden wesentlich durch Fehler und Abweichungen von der Realstruktur beeinflusst. Sie lassen sich durch die Dimension ihrer Ausdehnung klassifizieren. Ihr Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften wird in diesem Kapitel beschrieben.

#### 2.1.1 Punktdefekte

Zu den nulldimensionalen oder Punktdefekten in einer kristallinen Struktur zählen neben Fremdatomen, atomare Leerstellen und Zwischengitteratome (Schottky-Defekt, Frenkel-Defekt). Sie können auf verschiedene Arten ins Gitter eingebracht werden: beispielsweise durch Verformungsprozesse oder Teilchenbeschuss. Sie werden aber auch bei hohen Temperaturen im thermischen Gleichgewicht gebildet.

In Festkörpern (wie z.B. den Metallen) kann ein Nachbaratom relativ leicht den Platz mit einer Leerstelle tauschen, so dass diese hauptsächlich für atomare Platzwechsel- bzw. Diffusionsprozesse in Festkörpern verantwortlich sind.

Bei hohen Temperaturen bilden sich in Festkörpern thermisch aktiviert atomare Eigenfehlstellen (Gl. 2.1). Zum Konzentrationsausgleich können Fremdatome durch den Austausch mit ihrer Umgebung eingebaut werden. Durch den Einbau von Fehlern erhöht sich die Zahl der Anordnungsmöglichkeiten der Atome, womit eine Entropieerhöhung im defekthaltigen Kristall verbunden ist.

Für die Temperaturabhängigkeit der Konzentration von Einfachleerstellen gilt

$$c_{1V}(T) = \exp\left(-\frac{G_{1V}^F}{k_B T}\right) \quad \text{mit} \quad G_{1V}^F = H_{1V}^F - S_{1V}^F \cdot T \quad (2.1)$$

$k_B$ : Boltzmannkonstante

T: absolute Temperatur

Gleichung (2.1) lässt sich ableiten durch eine Minimierung der freien Enthalpie. Der thermodynamische Grundzustand eines Festkörpers ist daher bei endlichen Temperaturen immer ein Kristall mit einer endlichen Fehlerzahl. Die Gibbssche freie Energie  $G_{1V}^F$  für die Leerstellenbildung ist gegeben durch die Leerstellenbildungsenthalpie  $H_{1V}^F$  und die Leerstellenbildungsentropie  $S_{1V}^F$ . Für viele Metalle ist die Leerstellenbildungsenthalpie u.a. aus Positronen-Annihilationsmessungen bekannt, während für die Entropie  $S_{1V}^F$  theoretische Überlegungen nötig sind [SCH81][SCH87].

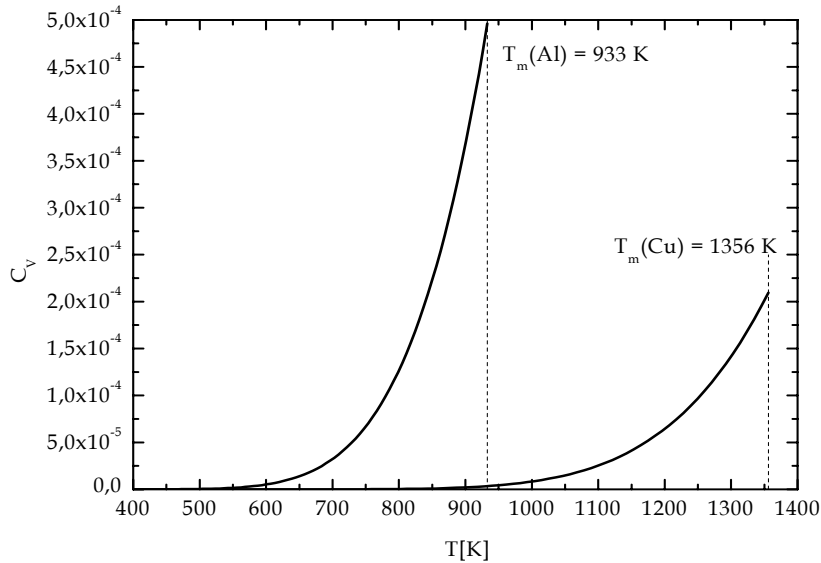


Abb. 2.1: Die Konzentration  $C_{1V}(T)$  der thermischen Leerstellen in Aluminium und Kupfer als Funktion der Temperatur bis zum Schmelzpunkt  $T_m$ . Die Leerstellenbildungsenthalpie  $H_{1V}^F$  beträgt in Aluminium 0,66 eV und in Kupfer 1,06 eV, während für beide eine Leerstellenbildungsentropie von  $S_{1V}^F = 0,6 k_B$  angegeben wird [SCH81].

## 2.1.2 Liniendefekte

Versetzungen sind eindimensionale, linienförmig gestörte Gitterbereiche. Die Versetzungslinie wird durch den in Richtung der Linie liegenden Linienvektor  $\vec{v}$  gekennzeichnet. Topologisch lässt sich eine Versetzung folgendermaßen erzeugen: Ein Kristall wird entlang einer Fläche ein Stück weit eingeschnitten, anschließend werden die beiden Kristallteile gegeneinander um einen Vektor  $\vec{b}$  verschoben und wieder verbunden. Falls  $\vec{b}$  ein Translationsvektor des Gitters ist, so ist die ursprüngliche Gitterstruktur wiederhergestellt. Charakterisiert werden Versetzungen durch den Burgersvektor  $\vec{b}$ . Es gibt zwei Grenzfälle von Versetzungen (Abb. 2.2). Im einen Fall steht der Burgersvektor  $\vec{b}$  senkrecht auf der Versetzungslinie  $\vec{v}$  und man spricht von einer reinen Stufenversetzung. Zeigt der Burgersvektor  $\vec{b}$  dagegen in Richtung der Versetzungslinie  $\vec{v}$ , so handelt es sich um eine reine Schraubenversetzung.

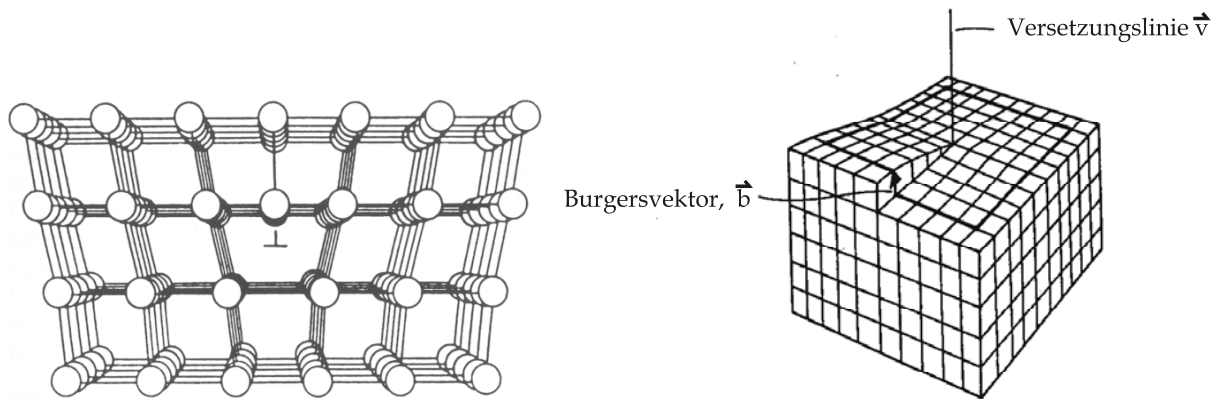


Abb. 2.2: (links) Anordnung der Atome um eine Stufenversetzung mit  $\vec{b} \perp \vec{v}$ . Die Versetzungslinie steht senkrecht auf der Bildebene. (rechts) Anordnung der Atome um eine Schraubenversetzung  $\vec{b} // \vec{v}$

Hauptsächlich befinden sich allerdings Kombinationen beider Grenzfälle im Festkörper, deren Burgersvektor dann die Summe der Burgersvektoren aus Stufen- und Schraubenanteil ist.

Anders lassen sich Stufenversetzungen in erster Näherung als eingeschobener oder fehlender Netzebenenanteil beschreiben. An der Stelle, an der diese eingeschobene Ebene bzw. der Schnitt im Kristall endet, befindet sich ein stark gestörter Gitterbereich, der Versetzungskern. Der gestörte Strukturbereich erstreckt sich entlang einer Versetzungslinie  $\vec{v}$  (Abb. 2.2 und Abb. 2.3). Aus den dadurch entstandenen Verzerrungen im Gitter resultieren mechanische Spannungsfelder, über die Versetzungen miteinander wechselwirken können. Das Spannungsfeld einer Versetzung fällt mit  $1/r$  ab, wobei  $r$  der Abstand von der Versetzungslinie ist. Versetzungslinien können nicht im Kristallinnern enden. Sie bilden mit anderen Versetzungen entweder geschlossene Ringe bzw. Knoten, oder sie enden an Oberflächen (Abb. 2.3).

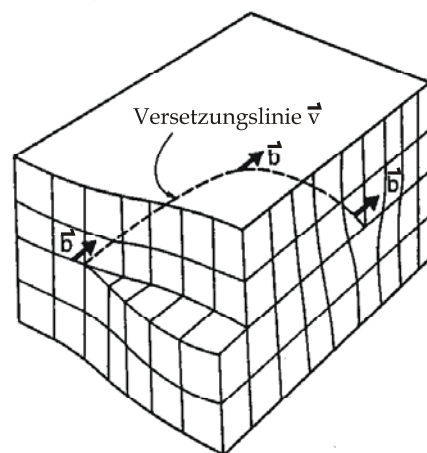


Abb. 2.3: Versetzungslinie mit ortsabhängigem Versetzungscharakter von Schrauben- nach Stufenversetzung. Während die Versetzung beim Austritt aus dem Kristall (links) einen Schraubencharakter besitzt, tritt sie beim Austritt rechts als Stufenversetzung aus dem Kristall. Im Kristallinnern setzt die Versetzung sich aus einer Kombination beider Versetzungstypen zusammen.

Das Maß für die in einem Kristall enthaltenen Versetzungen ist die Versetzungsdichte, die durch die Länge der Versetzungen pro Volumen gegeben ist. Sie hat die Dimension einer reziproken Fläche und reicht von  $10^0 \text{ m}^{-2}$  in Si-Einkristallen bis zu  $> 10^{15} \text{ m}^{-2}$  in stark deformierten Metallen [KLE90].

### Versetzungsmultiplikation und Verfestigung

Durch die Bewegung von Versetzungen werden plastische Verformungsvorgänge bei den experimentell beobachteten Schubspannungen ermöglicht. Die Versetzungen bewegen sich hierbei auf *Gleitebenen*. Das Verformungsverhalten hängt somit wesentlich von der Versetzungsbeweglichkeit ab.

Bewegt sich eine Versetzung auf einer ihrer Gleitebenen durch den Kristall, so erfährt sie eine periodische Änderung ihrer potentiellen Energie. Das zugehörige Potential wird als *Peierls-Potential* bezeichnet, und die Gleichgewichtslagen der Versetzungslinie entlang der Gittergeraden heißen *Peierls-Täler* [SCH92]. Die Bewegung von Versetzungen im Peierls-Potential wird *Versetzungsgleiten* genannt. Die Bewegung findet auf einer dichtest gepackten kristallographischen Ebene, der Gleitebene, statt. Die kristallographische Orientierung des Kristalls bleibt bei einer Gleitung, von kleineren Störungen abgesehen, erhalten. In kubisch flächenzentrierten Kristallen findet die Abgleitung über die {111}-Ebenen statt. Die Gleitebene einer Stufenversetzung wird von ihrer Versetzungslinie  $\vec{v}$  und dem Burgersvektor  $\vec{b}$  aufgespannt. Schraubenversetzungen besitzen keine ausgezeichnete Gleitebene, da  $\vec{v}$  und  $\vec{b}$  parallel verlaufen. Eine Gleitebene bildet zusammen mit einer Gleitrichtung ein *Gleitsystem*. Bei höhersymmetrischen Kristallklassen kommen zu einem bestimmten Gleitsystem meist noch eine Reihe symmetrieäquivalenter Gleitsysteme hinzu. Welches der Gleitsysteme aktiv wird, hängt davon ab, bei welcher der Gleitebenen bezüglich ihrer Orientierung die höchste Schubspannung  $\tau$  anliegt. Aus geometrischen Zusammenhängen ergibt sich für die im Gleitsystem wirksame Schubspannung  $\tau$  der folgende Zusammenhang:

$$\tau = \sigma \cos \varphi \cos \lambda = \sigma \mu, \quad (2.2)$$

wobei  $\sigma$  die angelegte mechanische Spannung,  $\varphi$  der Winkel zwischen Verformungsrichtung und Normalen der Gleitebene und  $\lambda$  der Winkel zwischen Verformungsrichtung und Gleitrichtung ist. Der Orientierungsfaktor  $\mu$  fasst die Winkelabhängigkeiten  $\cos \varphi \cos \lambda$  zusammen.

Bei der plastischen Verformung unterscheidet man ausgehend von der Zahl der aktiven Gleitsysteme zwischen Einfach- und Mehrfachgleitung.

Versetzungen können sich zusätzlich zu der Bewegung innerhalb der Gleitebenen auch quer zu ihnen bewegen. Diese Prozesse werden *Klettern* und *Quergleitung* genannt [KLE90]. Beim Klettern wechseln Stufen- oder gemischte Versetzungen die Gleitebene. Dies ist nur durch die Erzeugung und Vernichtung von Punktdefekten (Leerstellen/Zwischengitteratomen) an der Versetzungslinie möglich. Schraubenversetzungen hingegen können durch Quergleitung die Gleitebene wechseln, da sie keine ausgezeichnete Gleitebene besitzen. Dies führt zur Bildung nicht-gleitfähiger



Sprünge (*Jogs*). Die Wechselwirkung der Versetzungen untereinander kann zu unbeweglichen Versetzungsanordnungen im Gitter führen, die eine weitere Verformung des Kristalls behindern und makroskopische Verfestigung verursachen [VOL89].

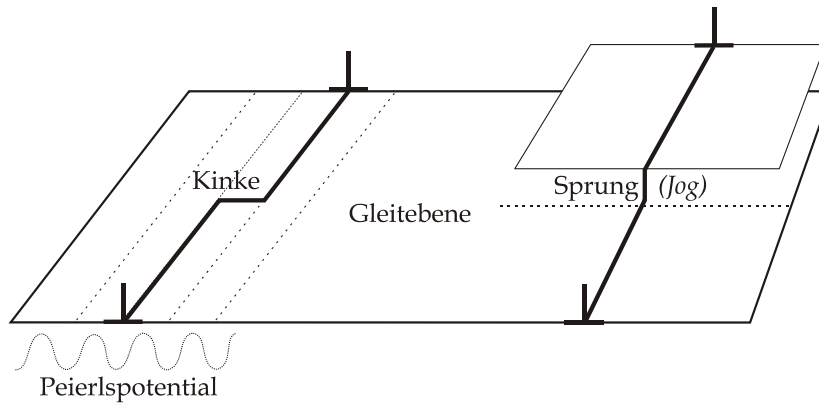


Abb. 2.4: Bewegungen von Versetzungen innerhalb einer Gleitebene. (Links) Quergleitung in Form einer Kinke (Knick in einer Versetzung). (rechts) Klettern mittels eines Sprungs (Jog)

Zwei antiparallele Stufenversetzungen können sich auslöschen, wenn sie auf derselben Gleitebene aufeinander treffen. Begegnen sie sich auf benachbarten Gleitebenen, können sie sich zu einem Dipol anordnen. Es entsteht ein unbewegliches Hindernis für alle anderen Versetzungen, die sich auf dieser Gleitebene befinden. Schneidprozesse, die zur Bildung von Sprüngen führen, schränken die Bewegungsmöglichkeiten der Versetzungen ebenfalls ein, da die Sprünge eine andere Gleitebene besitzen können. Versetzungen spalten sich in Teilversetzungen auf, um die elastische Energie des Verzerrungsfeldes zu minimieren. Zwischen den Teilversetzungen entsteht ein Stapelfehler. Ob eine Aufspaltung energetisch günstig ist und wie weit die Teilversetzungen auseinander liegen, entscheidet die Größe der Stapelfehlerenergie  $\gamma$  eines Materials. Die Aufspaltungsweite  $\omega$  lässt sich mit

$$\omega = \frac{Ga^2}{24\pi\gamma} \quad (2.3)$$

G: Schubmodul  
a: Gitterkonstanten  
 $\gamma$ : Stapelfehlerenergie

abschätzen [SLZ67].

Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt die Versetzungsdichte stark zu. Dies lässt sich nicht durch die Bewegung von Versetzungen erklären. Die Dichte der im undeformierten Kristall enthaltenen Versetzungen ist zu niedrig, um die beobachteten Versetzungsdichten zu erklären. Zusätzlich zur Versetzungsbewegung müssen bei der Verformung Prozesse stattfinden, die eine höhere Versetzungsdichte erzeugen. Es kommt zur *Versetzungsmultiplikation*. Für diese Multiplikation gibt es verschiedene Mechanismen, wie z.B. *Versetzungsquellen*.

Versetzungsanordnungen, wie die *Frank-Read-Quelle* (Abb. 2.5), emittieren Versetzungsringe unter Einwirkung einer Schubspannung  $\tau$  in der Gleitebene. Hierbei baucht sich ein im Kristall festgehaltenes (*gepinntes*) Versetzungsstück unter Wirkung der äußeren Spannung aus. Dadurch bildet sich ein Versetzungsring und ein Versetzungsstück, wie es zu Anfang des Prozesses vorlag (Abb. 2.5)[VOL89].

Stärkere Verformungen geschehen meist nach dem Mechanismus des mehrfachen Quergleitens (*multiple cross glide*) von Versetzungen. Stark verformte Kristalle können Versetzungsdichten von bis zu  $10^{15} \text{ m}^{-2}$  besitzen.

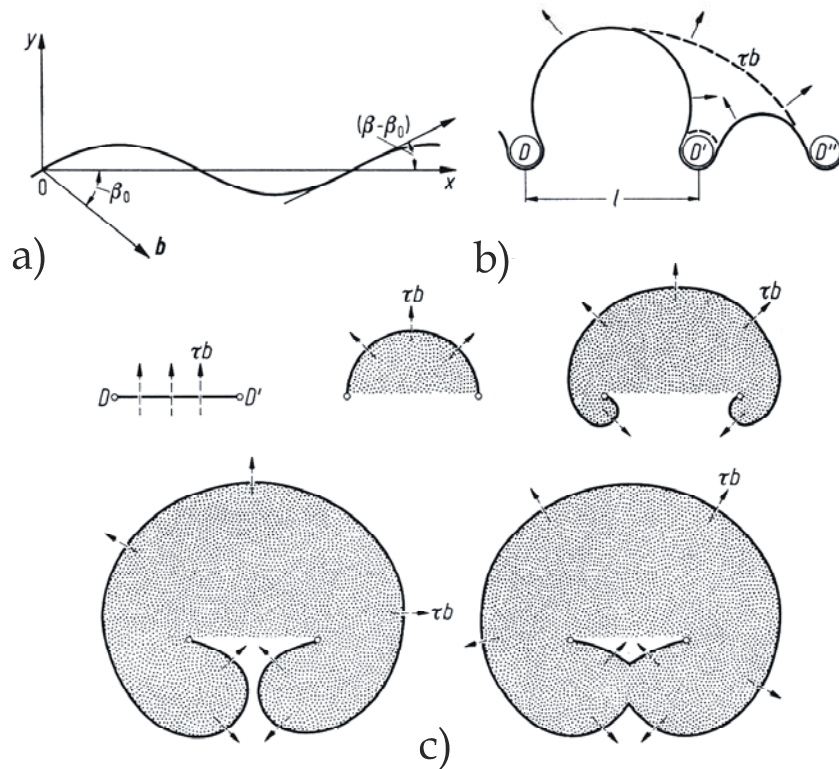


Abb. 2.5: a) gekrümmte Versetzungslinie; b) das Versetzungssegment  $\overline{DD'}$  wird unter der Kraft  $\tau b$  instabil und vereinigt sich mit  $\overline{D'D''}$  unter Zurücklassung eines Rings  $D'$ ; c) eine Frank-Read-Quelle der Länge  $l = DD'$  erzeugt einen Versetzungsring und reproduziert sich.

Um bei Verformung mit konstanter Dehnungsrate die Abgleitung aufrecht zu erhalten steigt die Schubspannung  $\tau$  an. Dieses Phänomen wird als *Verfestigung* bezeichnet. Den folgenden Zusammenhang zwischen der Schubspannung  $\tau$  und der Versetzungsdichte  $\rho$  stellte Taylor bereits 1934 auf [TAY34][SEV93]:

$$\rho = \left( \frac{\tau}{\alpha \cdot G \cdot b} \right)^2. \tag{2.4}$$

Gleichung 2.4 erlaubt es, die Versetzungsdichte durch den Schubmodul  $G$ , den Betrag des Burgersvektors  $b$  und eine geometrische Konstante  $\alpha$  abzuschätzen. Je nach Verfestigungsmechanismus liegt  $\alpha$  zwischen 0,3 und 0,5. Voraussetzung für Gleichung 2.4 ist eine homogene Versetzungsverteilung, die nur bei geringen Verformungsraten

vorhanden ist, so dass für den mittleren Abstand  $d$  zwischen den Versetzungen  $d = 1/\sqrt{\rho}$  gilt.

### Leerstellenbildung infolge plastischer Deformation

Bei der plastischen Verformung erhöht sich nicht nur die Versetzungsdichte, sondern es kommt auch zur Entstehung von Nichtgleichgewichtsleerstellen. Die thermische Erzeugung von Leerstellen ist in Aluminium bei Raumtemperatur praktisch ausgeschlossen. Kommt es jedoch infolge plastischer Deformation zur Annihilation von Stufenversetzungen und zu einem Hinterherziehen unbeweglicher Sprünge auf Schraubenversetzungen (*jog-dragging*), dann entstehen Leerstellen [SAA61].

Ein Sprung auf einer Schraubenversetzung entspricht einem Stück einer Stufenversetzung, das in der Gleitebene der Schraubenversetzung nicht gleitfähig ist. Der Sprung kann nur durch Klettern der Bewegung der Schraubenversetzung folgen, also durch Emission oder Absorption von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen. Die hierfür notwendige Energie zur Erzeugung der Leerstellen wird durch die mechanisch erbrachte Arbeit bei der Verformung zur Verfügung gestellt.

Bei der Absorption handelt es sich um einen thermisch aktivierten Prozess, der über die Diffusion der Leerstellen und Zwischengitteratome erfolgt.

Für schwache Verformungsgrade (d.h. geringe Versetzungsdichten) ist die Wahrscheinlichkeit, dass es zur Versetzungsannihilation kommt, geringer als bei stärkerer Verformung [SAA61].

### 2.1.3 Flächendefekte

Zwei-dimensionale Defektstrukturen sind *Korngrenzen* oder *Phasengrenzen* sowie *Stapelfehler*.

An einer Korngrenze stoßen zwei Kristallindividuen (Körner) aneinander. Über die gegenseitige Orientierung der aneinandergrenzenden Gitter lassen sich die Korngrenzen phänomenologisch kennzeichnen. Hierfür sind mindestens fünf Parameter erforderlich: drei Parameter zur Definition der Verkippungsachse und des Winkels und zwei Parameter zur Fixierung der Lage der Korngrenze zum Gitter.

Nach dem gegenseitigen Bezug zwischen den Gittern unterscheidet man *Kleinwinkelkorngrenzen*, *Großwinkelkorngrenzen* und *Zwillingsgrenzen*. Bei Kleinwinkelkorngrenzen ist der Orientierungsunterschied der Gitter der Kristallindividuen gering und liegt im Bereich von Winkelminuten bis zu  $\approx 4^\circ$  [KLE90]. Eine Anpassung der Subkörner findet über Stufenversetzungen, die im Gitter in Reihe übereinander angeordnet sind, statt (Abb. 2.6).

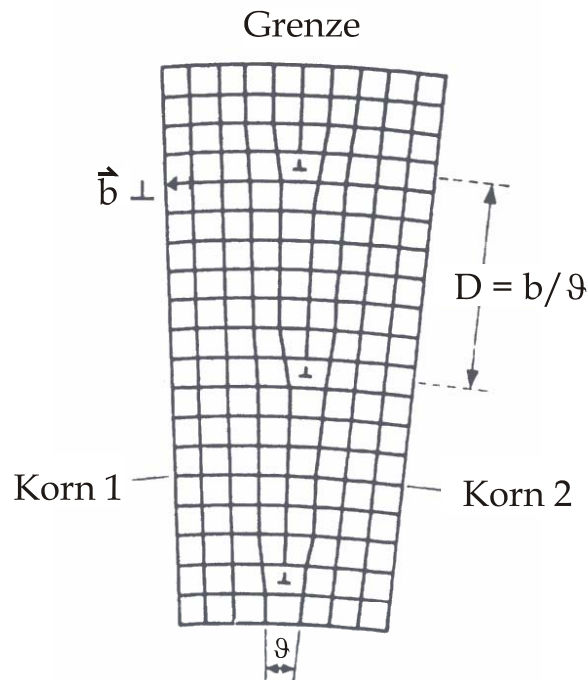


Abb. 2.6: Versetzungsstruktur einer symmetrischen  $\langle 100 \rangle$ -Kleinwinkelkorngrenze mit Kippwinkel  $\vartheta$  in einem einfachen kubischen Kristall.

Sei  $D$  der Abstand zwischen den Versetzungen und  $b$  der Betrag des Burgersvektors, so ergibt sich zwischen den Subkörnern ein Orientierungsunterschied  $\vartheta \approx b/D$ . Die Kleinwinkelkorngrenze verläuft hier symmetrisch durch das Gitter. Bei einem unsymmetrischen Verlauf der Kleinwinkelkorngrenzen treten Stufenversetzungen mit Burgersvektoren anderer Richtung hinzu. Liegt die Drehachse, über welche die Gitter ineinander zu überführen sind, parallel zur bzw. in der Subkorngrenze, spricht man von einer *Kippkorngrenze* (*tilt-Korngrenze*). Stehen die Achsen senkrecht auf der Subkorngrenze, bezeichnet man dies als *Drehkorngrenze* (*twist-Korngrenze*). Bei einer Drehkorngrenze handelt es sich um System von Schraubenversetzungen, die sich gegenseitig durchkreuzen. Im allgemeinen hat eine Kleinwinkelkorngrenze sowohl Kipp- als auch Drehanteile und verläuft mehr oder weniger unregelmäßig durch das Kristallvolumen.

Bei *Großwinkelkorngrenzen* übersteigt die Verschwenkung zwischen den Körnern  $4^\circ$ . Die Grenzflächenenergie solcher Korngrenzen bewegt sich in der Größenordnung von  $0,5 \text{ J/m}^2$ . Zur weiteren Beschreibung von Großwinkelkorngrenzen gibt es verschiedene Modelle, auf die hier nicht weiter eingegangen werden soll [KLE90].

*Zwillingsgrenzen* sind dadurch gekennzeichnet, dass die aneinandergrenzenden Kristallindividuen von vornherein eine dem betreffenden Zwillingsgesetz entsprechende, genau festgelegte Orientierung zueinander haben.

*Stapelfehler* sind eine weitere Art von flächenhaften Kristallbaufehlern. Der Aufbau einer Kristallstruktur lässt sich als eine Aufeinanderstapelung von einzelnen

Atomschichten in einer bestimmten Reihenfolge veranschaulichen. Wird diese Stapelordnung nicht eingehalten, resultiert ein flächenhaft ausgedehnter Defekt, ein Stapelfehler. Im Gegensatz zu Korngrenzen und Zwillingsgrenzen weisen die Kristallbereiche beiderseits eines Stapelfehlers keinen Unterschied in der Orientierung ihrer Gitter auf. Die beiden Gitter lassen sich über eine parallele Verschiebung um einen Translationsvektor, der auch Burgersvektor genannt wird, wieder in Deckung miteinander bringen. Stapelfehler sind meist eben und haben eine atomar perfekte Struktur sowie eine entsprechend geringe Energie. Die Stapelfehlerenergien bewegen sich zwischen einigen zehn  $\mu\text{J}/\text{cm}^2$  für Metalle (Aluminium  $17 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ ) bis zu sehr geringen Werten bei Schichtstrukturen mit geringen Bindungskräften zwischen den Schichten (Graphit  $0,05 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ ) [KLE90]. Im Unterschied zu Versetzungen ist hier der Burgersvektor kein Gittervektor. Bricht ein Stapelfehler innerhalb des Gitters ab, dann entsteht an seinem Rand eine versetzungsähnliche Struktur, bei welcher der Burgersvektor kein ganzer Gittervektor ist. Dies wird als *unvollständige* oder *Teilversetzung* bezeichnet. Stapelfehler werden immer durch solche Teilversetzungen begrenzt.

#### 2.1.4 Volumendefekte

Zu den 3-dimensionalen Defekten zählen z.B. *Leerstellencluster*, *Mikroporen* oder auch *Ausscheidungen*.

Wenn Punktdefekte bzw. Fremdatome oder Mischkristallkomponenten in einer höheren Konzentration vorliegen, als sie dem thermodynamischen Gleichgewicht entspricht, und außerdem hinreichend beweglich sind, können sie sich zusammenlagern.

Je nach Konzentration der Punktdefekte kann die Größe der Zusammenlagerung zwischen wenigen Ångström und einigen Nanometern variieren. Leerstellenagglomerate von 5 – 50 Atomen werden Leerstellencluster genannt. Besitzen diese Leerstellenagglomerate eine Größe von mindestens 1 nm, sind sie im TEM zu erkennen und werden als Mikroporen definiert.

Fremdatomagglomerate werden auch Cluster genannt, weisen Größen von einigen Atomen bis zu kolloidalen Abmessungen (10...100 nm) auf, und es gibt alle Übergänge bis zu mikroskopischen Ausscheidungen einer neuen Phase im Kristall (*Guinier-Preston-Zonen*) (siehe Kapitel 3.2.3). Solche Vorgänge sind die Ursache für ein Ansteigen der Härte und Sprödigkeit mancher Legierungen bei Temperaturbehandlungen oder auch beim Altern [KLE90].

## 2.2 Mechanische Deformation

Bei der Auswahl eines Werkstoffes für eine bestimmte Anwendung sind mechanische Eigenschaften ein entscheidender Faktor. Zur Charakterisierung von Festkörpern gibt es verschiedene Prüfverfahren, wie z.B. den *Zug-* bzw. *Druckversuch* sowie die *Wechselverformung*, die physikalisch definierte Größen liefern. Des Weiteren gibt es eine ganze Reihe technologischer Prüfverfahren, die weniger definierte Größen liefern, aber trotzdem zum Vergleich von Werkstoffen eine große Bedeutung haben. Dazu gehören z.B. die *Härte* (siehe Kapitel 3.1), d.h. der Widerstand, den ein Werkstoff dem Eindringen eines sehr viel härteren Körpers entgegensetzt. Weitere Größen sind *Kerbschlagzähigkeit*, *Tiefziehfähigkeit* oder auch die *Zerspanbarkeit* [KLE90].

### 2.2.1 Zug- und Wechselverformung

Bei einem Zugversuch wird ein Festkörper einer Zugspannung<sup>1</sup>  $\sigma$  ausgesetzt (Abb. 2.7). Dabei erfährt das Material eine Längenänderung (*Dilatation*) von der Ausgangslänge  $l$  um  $\Delta l$ . Da in erster Näherung das Volumen der Probe konstant bleibt, tritt bei Zugbelastung eine Querschnittsverringering auf, die ebenfalls gemessen werden kann. Man kann die Kraft auf den Anfangsquerschnitt oder auf den jeweiligen Querschnitt beziehen, um die Spannung  $\sigma$  bzw. die wahre Spannung zu erhalten. Die Dehnung  $\epsilon_0$  (mit  $\epsilon_0 = \Delta l/l_0$ ) ist als *relative Längenänderung* definiert. Den typischen Verlauf einer *Spannungs-Dehnungskurve* mit konstanter Dehnungsrate  $\dot{\epsilon}$  zeigt Abb. 2.7. Bei kleinen Spannungen ist ein linearer Zusammenhang zu beobachten (Hookescher Bereich). Die Dehnung ist dort elastisch und der *Elastizitätsmodul*  $E$  bestimmt die Steigung der Geraden. Bei zunehmender Spannung biegt sich die Kurve, d.h. es treten in zunehmenden Maße plastische Beiträge zur Deformation in Erscheinung. Der Beginn der plastischen Deformation ist als *Elastizitätsgrenze*  $\sigma_{0,2\%}$  (0,2% bleibende Verformung nach Entlastung) definiert (siehe Abb. 2.7). Meistens setzt wenig oberhalb von  $\sigma_{0,2\%}$  eine stärkere plastische Deformation ein, wofür man die Bezeichnung *Streckgrenze* verwendet. Die maximale Spannung der Kurve wird als *Zugfestigkeit* bezeichnet. Erhöht sich die Spannung weiter, dann wird die Spannungserhöhung nicht mehr durch eine Verfestigung ausgeglichen. Die Probe dehnt sich nicht mehr gleichmäßig, sondern schnürt an einer Stelle ein, bis es zum Bruch kommt.

---

<sup>1</sup> Spannung  $\sigma = F/A$  ( $F =$  Kraft;  $A =$  Fläche)

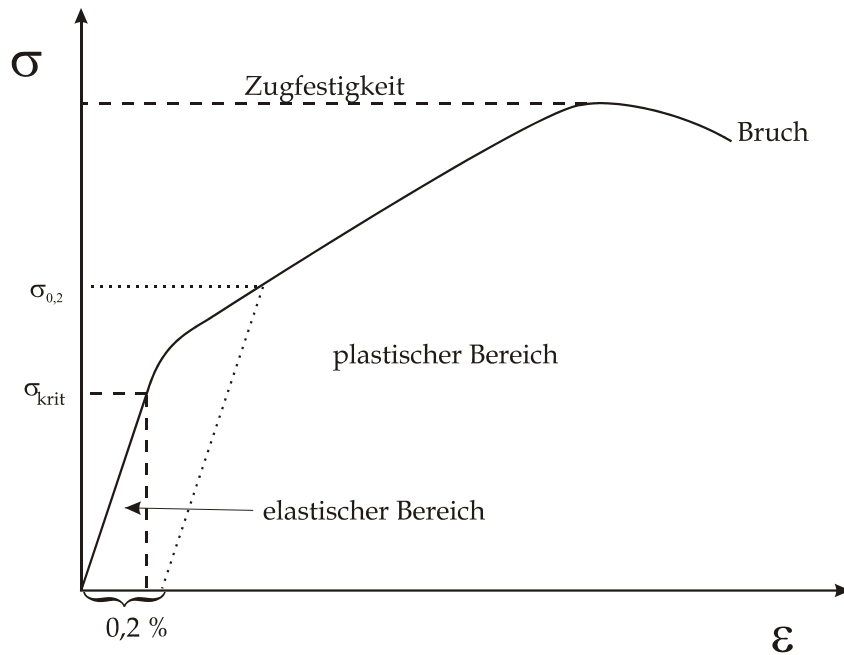


Abb. 2.7: Spannungs-Dehnungs-Kurve beim Zugversuch. Bis  $\sigma_{krit}$  verhält sich der Werkstoff elastisch (Hook'scher Bereich), anschließend folgt der plastische Bereich bis zum Bruch.

Die plastische Verformung erfolgt bei kristallinen Werkstoffen in Gleitebenen in bestimmten Gleitrichtungen. Entscheidend sind im wesentlichen der Winkel  $\varphi$  zwischen Gleitebenennormale und Zugrichtung und der Winkel  $\psi$  zwischen Gleitrichtung und Zugrichtung. Physikalisch interessant ist nicht so sehr die Spannungskomponente  $\sigma_0 = F/A$  in Zugrichtung, sondern die Spannungskomponente in der Gleitebene in Gleitrichtung.

Des Weiteren wird zwischen einem *dynamischen Zugversuch*, bei dem die Dehnungsgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  konstant gehalten wird, und einem *statischen Zugversuch*, bei dem  $\sigma$  konstant bleibt, unterschieden.

Bei der *Wechselverformung* wird der Festkörper mit einer bestimmten *Dehnungsamplitude* und Frequenz verformt, d.h. es wird abwechselnd Zug und Druck auf die Probe ausgeübt. Als Spannungs-Dehnungs-Kurve ergibt sich eine Hystereseschleife in der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Ebene, die auf irreversible Prozesse während der plastischen Deformation zurückzuführen ist. Auch hier erfolgt eine Verfestigung und die Spannung  $\sigma$ , die nötig ist, um die Dehnungsamplitude aufrecht zu erhalten, steigt mit der Zyklenzahl an. Dieser Vorgang wird als *zyklische Verfestigung* bezeichnet.

### Anelastisches Verhalten von Festkörpern

Das Verhalten eines Werkstoffes, d.h. die Größe des Elastizitäts-Moduls, hängt von der Belastungsgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  ab. Bei hochfrequenten Messungen misst man den unrelaxierten E-Modul. Nur wenn ein Werkstück genügend Zeit hat, sich auf den Spannungszustand einzustellen, lässt sich der relaxierte E-Modul messen. Die elastische Nachwirkung bzw. *Anelastizität* verursacht den Unterschied zwischen unrelaxiertem und relaxiertem E-Modul (Abb. 2.8).

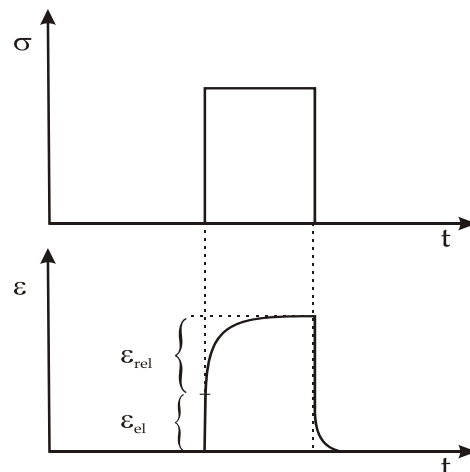


Abb. 2.8: Anelastisches Verhalten eines Werkstückes als Reaktion auf einen Spannungsimpuls  $\sigma$ .  $\epsilon_{el}$  : elastische Dehnung und  $\epsilon_{rel}$ : relaxierte Dehnung [VOL89].

Das anelastische Verhalten von Festkörpern kann unterschiedliche Ursachen haben. Eine der Hauptursachen für anelastische *Relaxation* und *mechanische Dämpfung* in Festkörpern ist die Diffusion. Bei Stahl erfolgt die Relaxation durch eine diffusionsgesteuerte Umordnung der Kohlenstoffatome. Die Kohlenstoffatome befinden sich auf Zwischengitterplätzen in den Oktaederlücken. Wird eine Spannung angelegt, ordnen sich die, im Eisen gelösten Kohlenstoffatome in den unter Zugspannung stehenden Bereichen an, in dem die atomaren Abstände der Fe-Atome durch die Dehnung größer sind. Dadurch wird die Verzerrungsenergie im Gitter herabgesetzt. Dieses Dämpfungsverhalten durch Kohlenstoffatome wird als *Snoek-Effekt* bezeichnet [SNO39]. Durch die Umordnung der Atome auf energetisch begünstigte Zwischengitterplätze kommt es makroskopisch zu einer zeitabhängigen (anelastischen) Zusatzdehnung (kurzreichweitige Diffusion).

In Systemen mit gelöstem Wasserstoff, der sich ebenfalls im Zwischengitter auf den Oktaederplätzen aufhält, kann die Relaxation über den *Gorsky-Effekt* [GOR35] erfolgen (langreichweitige Diffusion). Hierbei diffundiert der Wasserstoff von den unter Druck stehenden Bereichen in die zugbelasteten Bereiche und baut dort Spannungen ab. Dadurch wird analog zum Snoek-Effekt die Verzerrungsenergie im Gitter herabgesetzt.

Weitere Möglichkeiten zur Relaxation ist das *Korngrenzengleiten* [KÊ47][ZEN41], die *Vibration von Versetzungssegmenten* [DOB80] und das *Ausbauchen von Subkorngrenzen*. Auf diese Mechanismen soll an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden.

## 2.2.2 Bruchmechanik

Je nach Art der Belastung des Materials findet eine Unterscheidung in *Spröd-/Duktilbruch* (kurzzeitig Belastung), *Kriechbruch* (langzeitige Belastung bei hohen Temperaturen) und in *Dauer-/Ermüdungsbruch* (schwingende Belastung) statt.



Wird ein Werkstoff über die Zugfestigkeit hinaus belastet, kommt es zum Bruch, d.h. zu der makroskopischen Trennung eines Körpers infolge des Aufbrechens der verbliebenen atomaren Bindungen. Beim Sprödbbruch erfolgt die Trennung direkt nach der elastischen Verformung (Abb. 2.7), da kein plastischer Bereich existiert. Beim duktilen Bruch erfolgt die Trennung im Einschnürbereich, der stark plastisch verformt ist.

Bei Werkstoffbelastung unter erhöhter Temperatur kommt es zum Kriechbruch. Hierbei tritt eine Verformung unter konstanter Spannung auf (Kriechen). Die Dehnung wächst immer weiter, ohne einen Endwert zu erreichen.

Katastrophale Brüche treten dann auf, wenn Risse zu einem Bauteilversagen führen. Dies erfolgt, wenn kleine Defekte oder Risse, die zunächst von harmloser Größe sind (Mikrorisse), infolge des unterkritischen Risswachstums kritische Längen erreichen. Dies kann durch Ermüdungsrisswachstum oder durch Rissvergrößerung bei Spannungsrisskorrosion erfolgen. Ein Ermüdungsbruch entsteht bei Wechselbeanspruchung nach einer gewissen Anzahl von Lastwechseln. Die Spannungsamplituden sind in diesem Fall kleiner als die aus dem Zugversuch ermittelte Festigkeit des Materials. Die Bruchspannung ist umso kleiner, je länger die Belastung andauert. Die Darstellung der Bruchspannung als Funktion der Zahl der Lastwechsel wird als *Wöhler-Kurve* [WÖH58] bezeichnet. Die Spannungsamplitude  $\sigma_D$ , bei der kein Bruch mehr eintritt, wird als *Dauerfestigkeit* bezeichnet.

Oft lässt sich Bauteilversagen auf Risse zurückführen, die im Laufe der mechanischen Deformation an der Oberfläche beginnen und bei weiterer Verformung ins Material eindringen. Bei kleinen  $\varepsilon$  bzw.  $\dot{\varepsilon}$  wie sie beim Flugzeugrumpf auftreten, gilt der folgende Mechanismus der Rissbildung: Rissbildung und Rissausbreitung können an bestimmte Gitterebenen gekoppelt sein. Bei Brüchen, die durch Gleiten im Material hervorgerufen werden, verläuft die Bruchfläche oft unter einem Winkel von  $45^\circ$  gegenüber der Hauptbeanspruchungsrichtung, da dies die Ebene maximaler Schubspannung bei Zug- und Druckbelastung ist. Zur Rissbildung bei der Wechselverformung kommt es, wenn während der plastischen Deformation durch das Gleiten von Versetzungen Stufen an der Oberfläche entstehen. Das Zurückgleiten auf dieser Ebene ist aufgrund von Oberflächenoxidation und/oder Verfestigung nicht mehr möglich, so dass beim Stauchen des Werkstückes eine Abgleitung an einer parallelen Gleitebene stattfindet. Im Laufe einer zyklischen Verformung entstehen dann *Extrusionen* (herausgeschobene Versetzungen) und *Intrusionen* (ins Material geschobene Versetzungen) auf der Oberfläche, die bei weiteren zyklischen Verformungen zu Rissen wachsen können [BRO78].

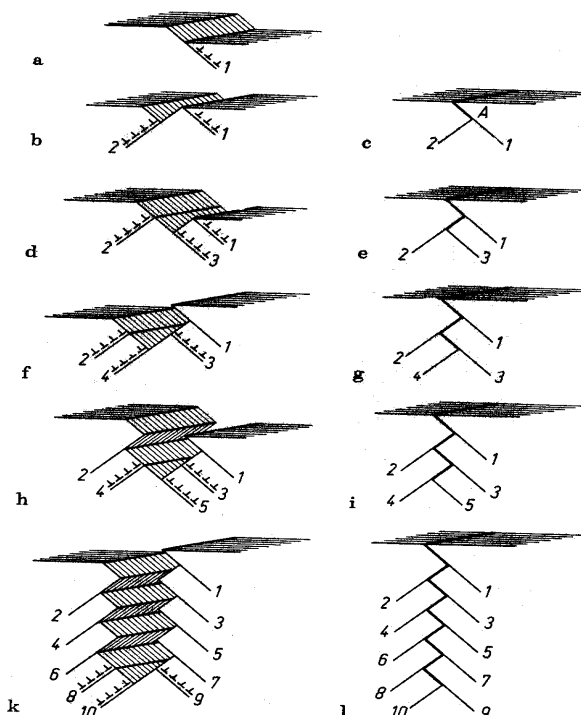


Abb. 2.9: Modell von P. Neumann [NEU69] für die Bildung eines Risskeimes an groben Oberflächenstufen bei symmetrischen Zug-Druck-Wechseln. Zugphasen links, Entlastung rechts

Entscheidend bei der Rissausbreitung ist die Spannungsvergrößerung an der Risspitze. Durch die hohe Spannungskonzentration an der Risspitze werden laufend Versetzungen erzeugt, so dass sich eine *plastische Zone* vor der Risspitze ausbildet (Abb. 2.13). Die Ausdehnung der plastischen Zone wird bestimmt durch das Gleichgewicht zwischen lokaler Spannung  $\sigma(\bar{x})$  und kritischer Schubspannung  $\sigma_{\text{krit}}$ . In einem vereinfachten Modell wird an einem spaltförmigen Riss der Länge  $2a$  in einer Platte mit unendlicher Ausdehnung, eine Zugspannung  $\sigma$  senkrecht zum Riss ausgeübt (Abb. 2.10).

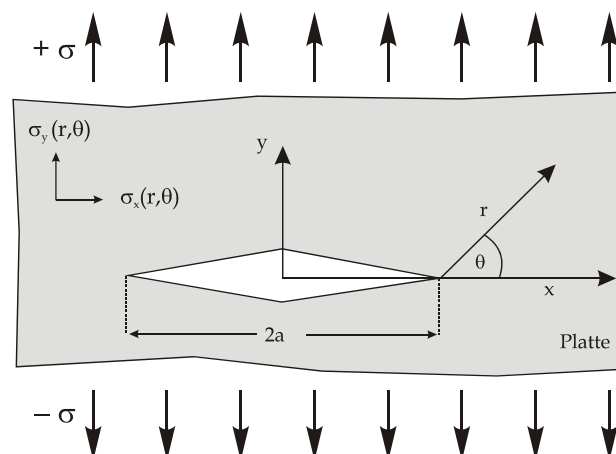


Abb. 2.10: Vereinfachtes Modell an einem spaltförmigen Riss der Länge  $2a$ , in einer Platte mit unendlicher Ausdehnung. Im Unendlichen wird die Spannung  $\sigma$  angelegt.  $\sigma_{ij}(r, \theta)$  sind die Komponenten des lokalen Spannungstensors in Abhängigkeit vom Abstand zur Risspitze und dem Winkel zur Achse

Mithilfe der Bruchmechanik ist es möglich  $\sigma_{ij}(\bar{x})$  in erster Näherung zu berechnen. In Polarkoordinaten ergibt sich

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{r2\pi}} f_{ij}(\theta) \quad . \quad (2.5)$$

Die Winkelabhängigkeiten und damit die Probengeometrie werden durch die Funktion  $f_{ij}(\theta)$  beschrieben. Bei  $K_I$  handelt es sich um den *Spannungsintensitätsfaktor*

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi \cdot a} \quad , \quad (2.6)$$

mit der SI-Einheit von  $N/m^2 \cdot \sqrt{m} = Nm^{-3/2} = MPa\sqrt{m}$ . Es hat sich gezeigt, dass der Spannungsintensitätsfaktor an einem Riss die wichtigste Größe ist, welche die Rissausbreitungsgeschwindigkeit beeinflusst. Die Rissverlängerung pro Lastwechsel  $da/dN$  wird oft in Abhängigkeit der Wechselspannungsintensitätsfaktoren  $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$  dargestellt (Abb. 6.4). Der Wechselspannungsintensitätsfaktor  $\Delta K$  wird durch die Amplitude  $\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$  der Wechselbeanspruchung bestimmt [HAH76]. Für einen Riss der Länge  $2a$  folgt daher

$$\Delta K_I = \Delta\sigma \sqrt{\pi \cdot a} \quad (2.7)$$

Für die maximale Spannung an einem Riss gilt der Zusammenhang

$$\sigma_{\max} = \sigma \left(1 + 2\sqrt{a/\rho}\right) \approx 2\sigma \sqrt{a/\rho} \quad \text{für } a \gg \rho \quad (2.8)$$

a: halbe Risslänge

$\rho$ : Krümmungsradius an der Risspitze.

Der Krümmungsradius  $\rho$  kann nicht unter die Grenze von einigen Atomabständen sinken, so dass für Risse der Zusammenhang

$$\sigma_{\max} = f\left(\sigma \cdot \sqrt{\text{Risslänge}}\right) = f(K_I) \quad (2.9)$$

gilt. Hierbei ist  $f(K_I)$  eine schwer zu ermittelnde numerische Funktion, für einige Geometrien ist  $f(K_I)$  allerdings normiert.

Für die Ausbreitung eines Risses ist die Spannungskonzentration an der Risspitze bei Belastung entscheidend. Diesen Zustand beschreibt der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_c$ . Der Wert  $K_c$  ist ein Materialkennwert, der von vielen Faktoren, wie z.B. der Geometrie des Werkstoffes und auch der Rissöffnungsart abhängt. Es werden prinzipiell drei Arten von Rissöffnungen unterschieden: I. Spaltriss, II. Längsscherriss und III. Querscherriss (Abb. 2.11).

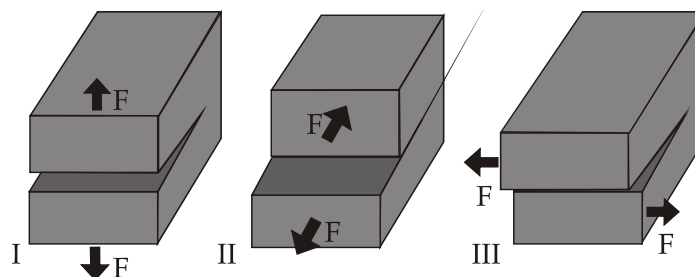


Abb. 2.11: Die drei Rissöffnungsarten Spaltriss I, Längsscherriss II und Querscherriss III

Experimentell wird  $K_c$  an speziell genormten Proben bestimmt, für die der Einfluss der Geometrie bekannt ist. Ein Beispiel für eine genormte Probengeometrie ist die *Compact-Tension-Probe* (CT-Probe) (Kapitel 7.4.1).

Für eine unendlich ausgedehnte Platte gilt Gl.2.5. Für den abstandsabhängigen Anteil ergibt sich

$$\sigma_{ij}(r) = \sigma \sqrt{a/2r} . \quad (2.10)$$

Bei  $r = 0$  hat das Spannungsfeld eine Singularität. Die Abb. 2.12 zeigt, dass die nötige Spannung für die Versetzungsmultiplikation bei  $r < r'_{pl}$  überschritten wird. Die radiale Ausdehnung der plastischen Zone entspricht demnach  $r'_{pl}$ .

$$r'_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_{krit}^2} = \frac{\sigma^2 a}{2\sigma_{krit}^2} \quad (2.11)$$

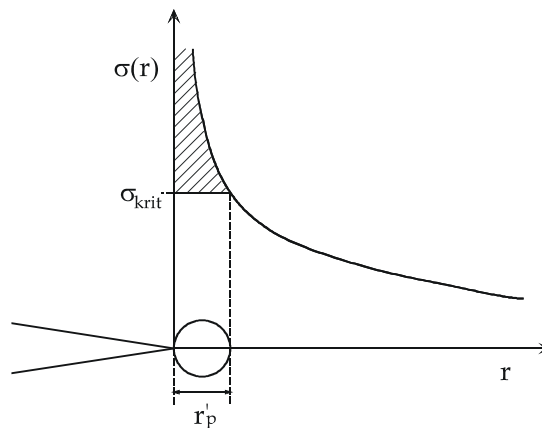


Abb. 2.12: Dargestellt ist das elastische Spannungsfeld  $\sigma(r)$  über den Abstand  $r$  von der Risspitze in Rissausbreitungsrichtung. In erster Näherung gilt: geht  $r \Rightarrow 0$ , übersteigt  $\sigma$  die kritische Spannung  $\sigma_{krit}$  und man erhält die radiale Ausdehnung der plastischen Zone.

Von der Risspitze ausgehend ist in Folge der plastischen Verformung das Metall entlang der Länge  $\delta$  verfestigt. Diesen Zusammenhang berücksichtigt ein genaueres Modell [IRW58]:

$$r_{pl} \approx \frac{\sigma^2(a + \delta)}{2\sigma_{krit}^2} . \quad (2.12)$$

Daraus folgt [BRO78]

$$r_{pl} = 2r'_{pl} . \quad (2.13)$$

Diese Modelle beziehen sich alle auf eine isosymmetrische Form der plastischen Zone. Unter Berücksichtigung der Winkelabhängigkeit von  $\sigma(\theta) = \sigma_{krit}$ , erhält man die in Abb. 2.13 dargestellte, typische Form der plastischen Zone [DUG60].

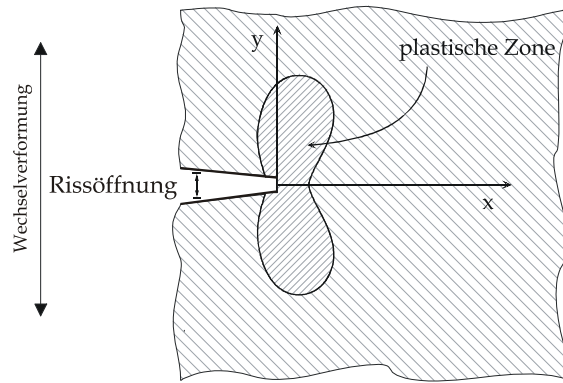


Abb. 2.13: Typische gerechnete Form der plastischen Zone vor einem Spaltriss (Typ I).

Eine unterkritische Rissvergrößerung, die zum Bruch führen kann, ist auch durch das Zusammenwirken mechanischer Beanspruchung und korrodierender Medien, die das Material angreifen, möglich. Diese Erscheinungen werden unter dem Begriff *Spannungsrisskorrosion* zusammengefasst. Die Bruchmechanik liefert hier ebenfalls Möglichkeiten zu einer quantitativen und praktisch verwertbaren Erfassung dieser Vorgänge. Stehen vorhandene Risse unter der Einwirkung einer aggressiven Umgebung, ist der Spannungsintensitätsfaktor ebenfalls eine maßgebende Größe für die Rissausbreitung. Der kritische  $K_{IC}$ -Wert nimmt dabei mit der Dauer der korrodierenden Einwirkung ab.

### 2.2.3 Plastische Verformung durch Schleifen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Untersuchungen zur Defekterzeugung durch Schleifen mit einem einzigen Diamantkorn durchgeführt. Daher wird hier auf die beim Schleifen auftretenden Prozesse kurz eingegangen [DUB97].

Beim Schleifen handelt es sich um einen Spanprozess mit geometrisch unbestimmten Schneiden. Das abzutragende Material des Werkstoffes wird beim Schleifen durch unregelmäßig geformte Hartstoffkörner, die beispielsweise in einer Schleifscheibe gebunden sind, mechanisch abgetragen. Die Körner bilden meistens mehrere Schneiden, die nur einige Mikrometer oder noch weniger ins Material eindringen. Es kommt daher nicht nur zu einer Spanabnahme, sondern vorher auch zu einer elastischen und plastischen Verformung. Als Schneidstoffe werden sprödharte Materialien wie Diamant, kubisches Bornitrid, Siliziumkarbid, Korund und andere benutzt.

Der Spanbildungsmechanismus ist in Abb. 2.14 dargestellt: Aufgrund des oftmals stark negativen Spanwinkels am Einzelkorn kommt es zu elastischen Verformungen des Werkstoffes (1). Anschließend erfolgt die plastische Verformung (2), bis es zur eigentlichen Spanabnahme (3) kommt.

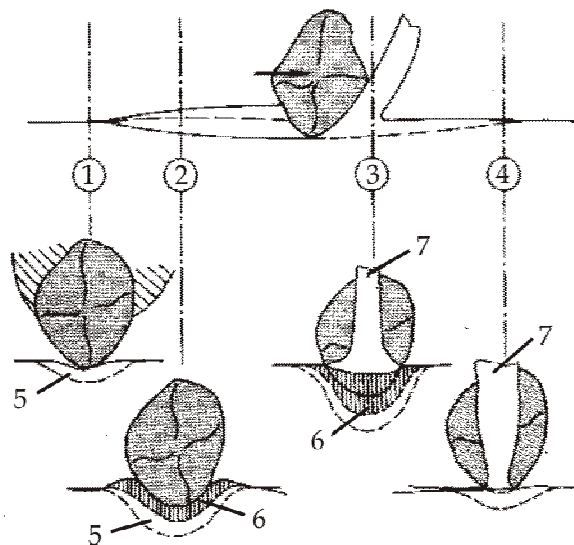


Abb. 2.14: Phasen der Spanbildung: 1 elastische Verformung, 2 plastische Verformung, 3 und 4 Spanabnahme, 5 Zone elastischer Verformung, 6 Zone plastischer Verformung, 7 Span. Es tritt ein negativer Spanwinkel auf [DUB97]. Oberes Bild: Schleifrichtung in der Zeichenebene, unteres Bild: Schleifrichtung senkrecht zur Zeichenebene.

Die hierbei auftretende Energieumsetzung ist in Abb. 2.15 verdeutlicht: Ein großer Teil der zugeführten mechanischen Energie wird in Wärme umgesetzt. Ins Werkstück fließt der größte Teil der entstandenen Wärmemenge, kleinere Teile in das Korn, die Bindung und die Umgebung (Kühlschmiermittel, Luft). Die Verwendung von Kühlschmiermitteln führt zu einer Senkung der Temperatur des Werkstückes und die thermische Randzonenschädigung wird gemindert.

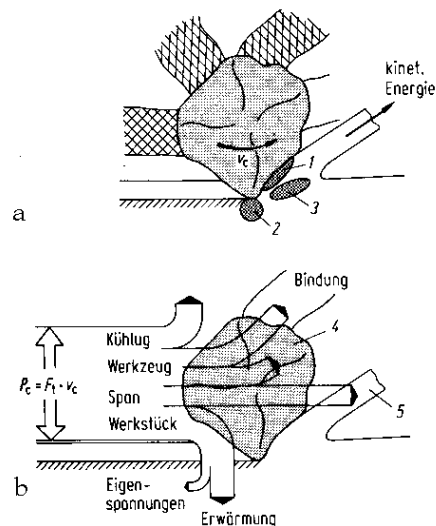


Abb. 2.15: Energieumsetzung bei Spanbildung. Oben: Effekte der Energieumsetzung, unten: Energieflüsse. 1 Reibung, 2 Trennung, 3 Scherung, 4 Korn, 5 Span [DUB97]

## 3 UMWANDLUNG VON WERKSTOFFEN

Die Umwandlung von Festkörpern lässt sich in zwei Gruppen einteilen: Änderung des Aggregatzustandes (fest-flüssig) und Änderung innerhalb eines Aggregatzustandes (fest-fest).

Durch Druck- und Temperaturänderung können Festkörper ihren Aggregatzustand verändern. Beim *Schmelzen* wandelt sich der Werkstoff in eine Flüssigkeit um. Unter bestimmten Bedingungen kann ein Festkörper direkt in eine gasförmige Phase übergehen. Dieser Vorgang wird *Sublimation* genannt.

In Festkörpern können Umwandlungen stattfinden, bei denen der Aggregatzustand erhalten bleibt. Neben Umwandlungen, bei denen die Zusammensetzung unverändert bleibt, aber die Struktur geändert wird, gibt es solche, bei denen die Struktur unverändert bleibt und nur die Zusammensetzung sich ändert. Dies sind z.B. Entmischungsvorgänge in übersättigten Mischkristallen.

### 3.1 Härte

Die Härte gehört zu den wichtigsten Eigenschaften von Werkstoffen. Sie ist jedoch theoretisch und experimentell schwierig zu erfassen. Allgemein kommt in der *Härte* der Widerstand zum Ausdruck, den ein Material mechanischen Belastungen entgegensetzt. Hierbei wirken verschiedene anisotrope Eigenschaften wie *Elastizität*, *Plastizität*, *Bruchfestigkeit* oder *Spaltbarkeit* in komplexer Weise zusammen. Je nach Versuchsanordnung werden verschiedene Härtearten unterschieden. Ein bekanntes Beispiel ist die von *Mohs* (1810) zusammengestellte Skala zur qualitativen Bestimmung der *Ritzhärte*. Die *Schleifhärte* wiederum gibt den Widerstand eines Kristalls gegen das Abschleifen, den Schleifverlust, an. Die *Bohrhärte* beschreibt die Anzahl Umdrehungen einer Diamantschneide, die benötigt wird, um in einem Material ein Loch einer bestimmten Tiefe auszubohren.

In der Werkstoffprüfung spielen Eindrückhärten eine wichtige Rolle. Hierbei werden Eindringkörper, die aus sehr harten Material bestehen, in den Werkstoff gedrückt. Diese Körper besitzen verschiedene Formen. Sie können die Form einer Kugel (*Brinell-Härte*), eines Kegels (*Rockwell-Härte*) oder auch einer Pyramide (*Vickers-Härte*) haben.

### 3.2 Ausscheidungshärtung

Zur Steigerung der Härte wird bei Werkstoffen neben *Verfestigung* (*Workhardening*), *Mischkristallhärtung* oder *Dispersionshärtung* u.a. die Phasenumwandlung im festen Zustand genutzt. Die *Ausscheidungshärtung* (Mischkristall- bzw. Dispersionshärtung) spielt besonders im Bereich der Leichtmetalle eine große Rolle. Zusammengefasst lassen

sich die letzteren Härtungsarten mit dem Begriff der *Teilchenhärtung* bezeichnen. Die Härtung eines Werkstoffes erfolgt bei allen genannten Methoden durch den Mechanismus des *Versetzungspinnens*, d.h. bei Verformung wird den Versetzungen das Abgleiten im Festkörper erschwert. Das Vorhandensein von Fremdatomen in bestimmten Konzentrationen kann die Versetzungsbewegung direkt behindern. Die Wirksamkeit ist aber durch zwei Tatsachen begrenzt: Versetzungen sind entweder in der Lage, Fremdatomagglomerate zu schneiden (*Mott-Naborro-Mechanismus*), oder sie können sich bis zu einem kritischen Radius durchbiegen (*Orowan-Mechanismus*). Für kleine kohärente Teilchen dominiert der Schneidmechanismus. Hierbei dringt die Versetzung in das Teilchen ein und erzeugt dort eine *Antiphasengrenze*. Bei größeren Teilchen dominiert der Umgehungsmechanismus. Das Durchbiegen ist einfacher, wenn die Ausscheidungen weit von einander entfernt sind.

Im Jahre 1906 entdeckte Alfred Wilm [WIL11] per Zufall die Teilchenhärtung von Aluminiumlegierungen durch Kaltauslagerung. Wilm nannte seine Leichtmetalllegierung *Duraluminium*.

Den Zusammenhang zwischen Steigerung der Härte und der Ausscheidungsbildung im Werkstoff fand zuerst Merica [MER32]. Die Erklärung auf atomarer Basis für diese Zufallsentdeckung lieferten dann Ende der 30er Jahre unabhängig voneinander Preston [PRE38] und Guinier [GUI39].

Beispiele für Werkstoffe mit Ausscheidungshärtung sind Al-Cu-Mg-Legierungen, die im Fahrzeug- und Flugzeugbau eingesetzt werden, sowie hochwarmfeste Nickellegierungen mit Aluminium und Titan-Zusätzen zur Bildung der  $\gamma$ -Phase, die als Turbinenwerkstoffe eingesetzt werden [ZSC96].

### 3.2.1 Diffusion im Festkörper

Vorgänge im Festkörper, bei denen Atome umverteilt werden, sind Diffusionsvorgänge. Als eine Folge vieler atomarer Platzwechsel führen Leerstellen Zufallswege aus, wodurch der Transport von Atomen stattfindet. Die Diffusion spielt eine entscheidende Rolle bei der Homogenisierung, der Ordnungseinstellung oder Ausscheidungsbildung in Legierungen, sowie bei der Dotierung von Halbleitern. Ebenso ist sie eine wichtige Größe bei der Ausheilung von Überschussfehlstellen nach Kaltverformung oder nach Abschrecken, Bestrahlen und Ionenimplantation. Zum Aufwachsen von Oberflächenschutzschichten wird die Diffusion ebenfalls bewusst eingesetzt.

Das *erste Ficksche Gesetz* beschreibt allgemein den Diffusionsprozess und die daraus folgende Umverteilung der Konzentrationen. Für ein isotropes Medium oder einen kubischen Kristall ergibt sich [MEH91]

$$\vec{j} = -D \cdot \vec{\nabla} c \quad . \quad (3.1)$$



Hierbei ist  $\vec{j}$  der Fluss von Partikeln einer bestimmten Sorte und  $c$  die Konzentration dieser Partikel. Das negative Vorzeichen beschreibt die entgegengesetzte Richtung des Flusses im Vergleich zum Konzentrationsgradienten. Der Proportionalitätsfaktor  $D$  wird *Diffusionskoeffizient* genannt.

Der Diffusionskoeffizient ist eine materialspezifische und temperaturabhängige Größe, deren Temperaturabhängigkeit in Festkörpern durch ein Arrhenius Gesetz beschrieben wird:

$$D = D^0 \exp(-Q/kT) \tag{3.2}$$

- $D^0$ : Vorfaktor
- $Q$ : Aktivierungsenthalpie
- $k$ : Boltzmann Konstante
- $T$ : absolute Temperatur.

In Festkörpern wie den dichtest gepackten Metallen (fcc, hcp) erfolgt die Diffusion so gut wie ausschließlich über einen Leerstellenmechanismus. Dies bedeutet, dass Atome durch Platzwechselmechanismen mittels Leerstellen durch das Gitter wandern können. Diffusion über einen Zwischengittermechanismus kann in dichtest gepackten Metallen wegen der hohen Bildungsenthalpie für Zwischengitteratome vernachlässigt werden. Substitutionelle Fremdatome diffundieren in diesen Materialien ebenfalls über einen Leerstellenmechanismus.

Die Aktivierungsenthalpie  $Q$  für die Diffusion über einen Leerstellenmechanismus setzt sich deshalb aus der *Leerstellenbildungsenthalpie*  $H_V^F$  und der *Leerstellenwanderungsenthalpie*  $H_V^M$  zusammen:

$$Q = H_V^F + H_V^M . \tag{3.3}$$

Typische Werte für  $D^0$  in Metallen und Legierungen liegen im Bereich von  $10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \leq D^0 \leq 10^{-3} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ . Die Aktivierungsenthalpien liegen im Bereich von  $0,5 \text{ eV} \leq Q \leq 6,2 \text{ eV}$  für nieder- bzw. hochschmelzende Metalle.

In der folgende Tabelle sind die Vorfaktoren und die Aktivierungsenergien der Diffusion von Aluminium, Kupfer, Magnesium und Silizium in einer Aluminiummatrix angegeben.

*Tabelle 3.1: Aktivierungsenthalpien  $Q$  und Vorfaktoren  $D^0$  für die Diffusion verschiedener Elemente in einer Aluminiummatrix. Berechnet wurden die Diffusionskoeffizienten  $D$  für zwei ausgewählte Temperaturen [NEU91].*

<i>Element</i>	$D^0[10^{-4}\text{m}^2\text{s}^{-1}]$	$Q \text{ [eV]}$	$D(20^\circ\text{C})$ [ $\text{m}^2\text{s}^{-1}$ ]	$D(200^\circ\text{C})$ [ $\text{m}^2\text{s}^{-1}$ ]
Aluminium	0,14	1,28	$1,32 \cdot 10^{-26}$	$3,15 \cdot 10^{-18}$
Kupfer	0,65	1,40	$0,0536 \cdot 10^{-26}$	$0,782 \cdot 10^{-18}$
Magnesium	1,2	1,35	$0,744 \cdot 10^{-26}$	$5,11 \cdot 10^{-18}$
Silizium	0,35	1,28	$3,36 \cdot 10^{-26}$	$8,04 \cdot 10^{-18}$

### 3.2.2 Keimbildungsvorgänge im kristallinen Zustand

In einem System mit Teilchenhärtung durch Ausscheidungsbildung finden Umwandlungen im festen Zustand statt. Hierbei wird zwischen *Keimbildung* und *spinodaler Entmischung* unterschieden.

Im ersten Fall bildet sich ein Keim mit einer Gleichgewichtszusammensetzung ( $c_\beta$ ), der dann mit dieser Zusammensetzung weiter wächst. Im anderen Fall findet eine spontane Entmischung (spinodale Entmischung) statt, bei der sich die Gleichgewichtszusammensetzung ( $c_\beta$ ) erst im Laufe der Zeit einstellt. Abb. 3.1 zeigt schematisch den Unterschied zwischen spinodaler Entmischung (unten) und regulärer Keimbildung (oben) [HAA74].

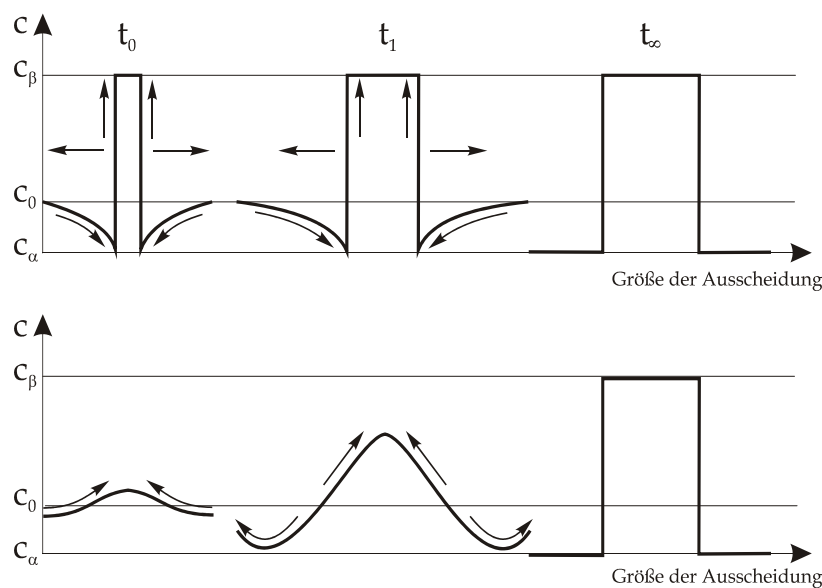


Abb. 3.1: Zwei mögliche Abläufe einer Entmischung ( $t_0$ ,  $t_1$ ,  $t_\infty$ ) (oben) mittels Keimbildung und Wachstum („Bergabdiffusion“) und (unten) spinodal („Bergaufdiffusion“).  $c_\beta$  und  $c_\alpha$  sind die Gleichgewichtskonzentrationen der Endphasen. Der Abstand gibt die Dimension der Ausscheidung an [GOT98].

Die Entstehung von Ausscheidungen durch Keimbildung (Nucleation) beginnt immer an einzelnen Punkten im Ausgangsgitter mit der Bildung von Keimen (Nuclei), welche eine Zusammensetzung  $c_\beta$  entsprechend der auszuscheidenden  $\beta$ -Phase besitzen. Analog zur Keimbildung in der Schmelze muss auch im Festkörper eine kritische Keimgröße  $r_K^*$  überschritten werden, damit der Keim stabil weiter wachsen kann (Abb. 3.2) [WIL88].

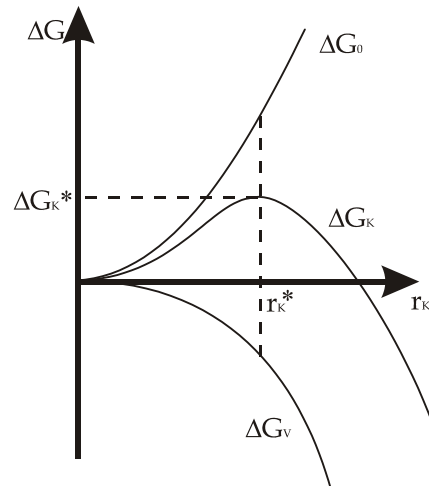


Abb. 3.2: Änderung der freien Enthalpie  $\Delta G_K$  als Funktion des Keimradius  $r_K$ , wobei  $\Delta G_V$  den Volumenteil,  $\Delta G_0$  den Oberflächenanteil der Keimbildung,  $\Delta G_K^*$  die kritische Keimbildungsenergie und  $r_K^*$  die kritische Keimgröße darstellen.

Bei der spinodalen Entmischung ist die Bildung eines kritischen Keimes  $r_K^*$  nicht notwendig, da sie spontan erfolgt. Die Gleichgewichtskonzentration stellt sich allerdings nicht sofort, sondern erst durch weitere Entmischung ein. Der Endzustand ist physikalisch der gleiche wie bei der Keimbildung, wobei die Morphologie der gebildeten Phase völlig verschieden ist.

In den Frühstadien der spinodalen Entmischung bildet sich ein periodisches Muster in Form von Lamellen. Bei der Keimbildung hingegen bestimmen die Grenzflächenenergie und die elastische Verzerrungsenergie die Morphologie der ausgeschiedenen Phase.

Da die gebildeten Ausscheidungskeime ein anderes Molvolumen besitzen als die Matrix, kann es zu elastischen Verzerrungen kommen, wobei die elastische Energie  $E_{el}$  mit steigendem Keimvolumen  $V$  zunimmt:  $E_{el} = \epsilon_{el} \cdot V$  ( $\epsilon_{el}$ -Verzerrungsenergie pro Volumeneinheit). Bei der Bildung eines kugelförmigen Keims mit dem Radius  $r$  ergibt sich für die freie Enthalpieerhöhung der Zusammenhang:

$$\Delta G(r) = (-\Delta g_u + \epsilon_{el}) \cdot \frac{4}{3} \pi r^3 + \gamma \cdot 4 \pi r^2 \quad (3.4)$$

wobei  $\gamma$  die spezifische Energie der  $\alpha$ - $\beta$ -Phasengrenzfläche und  $\Delta g_u$  die freie Umwandlungsenthalpie pro Volumeneinheit ist. Der erste Term beschreibt den Volumenanteil und der zweite den Oberflächenanteil. Der kritische Keimradius ist entsprechend durch das Maximum der Kurve  $\Delta G(r)$  gegeben:

$$\text{mit } \frac{\partial \Delta G(r)}{\partial r} = 0 \quad \text{folgt} \quad r_K^* = \frac{2\gamma}{\Delta g_u - \epsilon_{el}} \quad (3.5)$$

Die Energie der Phasengrenzfläche und die elastische Verzerrungsenergie sind also entscheidende Größen bei der Keimbildung im Festkörper.

Die Keimbildungsgeschwindigkeit  $\dot{N}$  ist durch

$$\dot{N} \approx \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{RT}\right) \quad \text{mit} \quad \Delta G_0 = \Delta G(r_c) = \frac{16}{3}\pi \frac{\gamma^3}{(\Delta g_u - \varepsilon_{el})^2} \quad (3.6)$$

gegeben. Die Keimbildungsgeschwindigkeit  $\dot{N}$  hängt sehr stark von der Grenzflächenenergie  $\gamma$  ab.

Die morphologische Gestalt der Ausscheidung beeinflusst die Verzerrungsenergie insofern, da sie für eine Kugel am größten ist. Andererseits ist für die Kugel bei festen Volumen die Oberfläche am kleinsten. Die Gestalt der Ausscheidung ist daher ein Kompromiss zwischen Minimierung von Verzerrungsenergie und Oberflächenenergie. Je nach den Unterschieden im Gitterparameter der Matrix zur Ausscheidung ergeben sich die optimierten Morphologien der Ausscheidungen in der Matrix. Umgekehrt wird die Energie einer Phasengrenzfläche ganz entscheidend von ihrer Struktur bestimmt. Es lassen sich prinzipiell drei Grenzflächentypen unterscheiden, die kohärente (links), die teilkohärente (mitte) und die inkohärente (rechts) Phasengrenzfläche (Abb. 3.3).

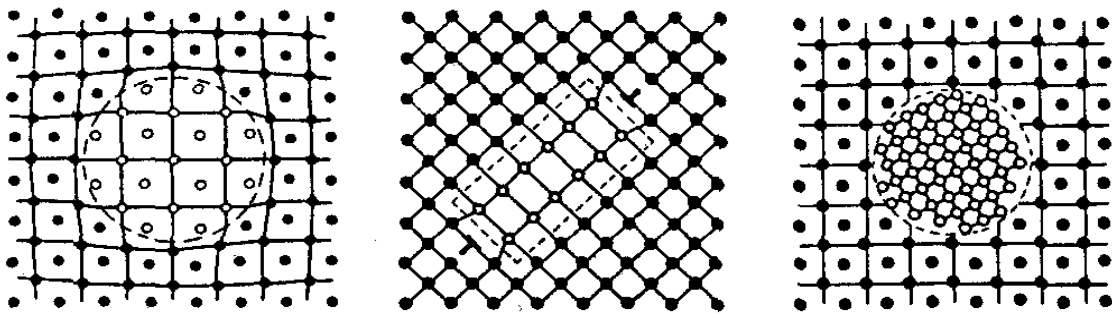


Abb. 3.3: Struktur von Phasengrenzflächen (links) kohärent, (mitte) teilkohärent, (rechts) inkohärent.

Bei kohärenten Ausscheidungen setzen sich die Gitterebenen der Matrix stetig in der Ausscheidung fort, wobei leichte elastische Verzerrungen unvermeidlich sind (Abb. 3.3 links). Ist der Gitterparameter-Unterschied sehr groß, können Stufenversetzungen zur Kompensation der elastischen Verzerrungen in die Grenzfläche eingebaut werden. Es bildet sich eine teilkohärente Grenzfläche (Abb. 3.3 mitte). Hierbei setzen sich die meisten Gitterebenen in der Ausscheidung stetig fort und enden an der Grenzfläche. Ist die Kristallstruktur beider Phasen, oder bei gleicher Struktur die Orientierung von Matrix und Ausscheidung verschieden, so erhält man eine inkohärente Grenzfläche. Die Energie einer kohärenten Grenzfläche ist meistens sehr klein gegenüber der Energie einer inkohärenten Grenzfläche (Abb. 3.3 rechts). Im Allgemeinen besitzen Ausscheidungen eine andere Kristallstruktur als die Matrix und ihre Phasengrenzflächen sind deshalb inkohärent. Dies bedingt eine hohe Grenzflächenenergie und damit eine große aufzubringende Keimbildungsarbeit, wodurch die Keimbildung, insbesondere bei tiefen Temperaturen, stark erschwert wird.

Durch die Bildung metastabiler Phasen können sich auch bei tieferen Temperaturen Ausscheidungen bilden. Hierbei handelt es sich um Phasen, die instabil sind, d.h. sie besitzen eine höhere freie Enthalpie als ihre Gleichgewichtsphase  $\gamma$ . Sie bilden niederenergetische, kohärente oder teilkohärente Phasengrenzflächen, wodurch hohe

Keimbildungsgeschwindigkeiten erreicht werden. Bis zum Erreichen der Gleichgewichtsphase werden oft mehrere metastabile Phasen durchlaufen, die zu einer sukzessiven Absenkung der freien Enthalpie führen. Die ersten sich bildenden kohärenten Phasen sind in der Regel entmischte Zonen in der Größe einer oder weniger Atomlagen. Diese entmischten kohärenten Bereiche werden in Aluminiumlegierungen als Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen) bezeichnet (Abb. 3.6).

Da die Temperaturbewegung der Bildung solcher Entmischungszonen entgegenwirkt, nimmt die Zahl der GP-Zonen mit steigender Auslagerungstemperatur ab, bis sich oberhalb einer kritischen Temperatur gar keine Entmischungszonen mehr bilden, sondern nur noch inkohärente Phasen auftreten. Bei zu tiefen Temperaturen bilden sich ebenfalls keine Entmischungen, da die Diffusion stark eingeschränkt ist. Daraus resultiert ein Temperaturbereich zur Wärmebehandlung aushärtbarer Legierungen. Je nach Legierung und Auslagerungstemperatur lassen sich verschiedene Auslagerungszustände und somit Härten einstellen.

Bei allen Reaktionen im festen Körper werden Übergangszustände durchlaufen, die eine erhöhte freie Enthalpie  $G$  (Schwellenenergie, Aktivierungsenergie) besitzen. Ihr Betrag kann für Elementarereignisse in einzelnen Fällen gittertheoretisch berechnet, in anderen halbempirisch abgeschätzt werden [SEE55]. Obgleich während der Gesamtreaktion entsprechend des zweiten Hauptsatzes die freie Enthalpie dauernd abnimmt, ist der Reaktionsablauf und damit die Reaktionsgeschwindigkeit daran geknüpft, dass örtliche statistische Schwankungen stattfinden, bei denen die freie Enthalpie zunimmt.

Technologische Untersuchungen des Duraluminiums haben gezeigt, dass zwei verschiedenartige Härtezustände bestehen, die man als Kalt- und Warmaushärtung bezeichnet. Der eine Zustand stellt sich bei Raumtemperatur ein, während der andere sich erst bei Temperaturen  $\gg RT$ , d.h. längerem Erhitzen auf mehr als  $150^\circ\text{C}$  einstellt (Kapitel 3.2.3).

### 3.2.3 Guinier-Preston-Zonen (GP-Zone)

In aushärtbaren magnesiumhaltigen Kupfer-Aluminium Legierungen bilden sich im übersättigten Mischkristall geordnete Gefügebereiche, die so genannten *Guinier-Preston-Zonen* (GP-Zonen), welche die Versetzungsbewegung behindern [GUI39][PRE38].

Die maximale Löslichkeit von Cu in Al beträgt 5,65 Gew. % bei  $548^\circ\text{C}$  [GOT98] (Abb. 3.4). Unterhalb von  $300^\circ\text{C}$  beträgt die Löslichkeit weniger als 1%.

Zur Steigerung der Härte durch Ausscheidungsbildung wird eine Zusammensetzung verwendet, die bei hohen Temperaturen als Mischkristall in der  $\alpha$ -Phase vorliegt und bei niedrigeren Temperaturen aus einem Phasengemisch  $\alpha + \theta$  besteht, wobei  $\theta$  die intermetallische Phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$  bezeichnet. Diese Phase besitzt im Gegensatz zum Al-Cu-Mischkristall (fcc) eine tetragonale Kristallstruktur. Während des Lösungsglühens liegt

ein homogener Mischkristall vor, der nach dem Abschrecken auf Raumtemperatur übersättigt ist.

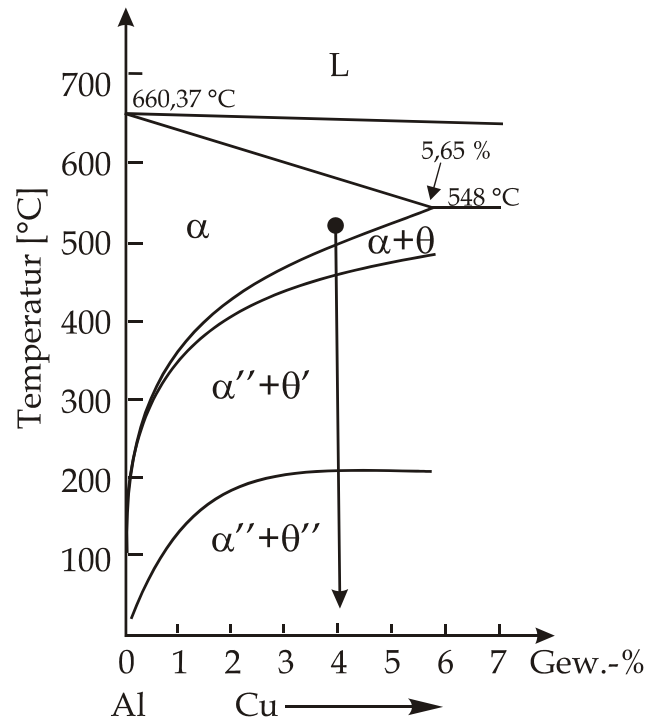


Abb. 3.4: Ausschnitt aus dem Zustandsdiagramm Al-Cu. Der Punkt bei ca. 4 Gew. % und  $500^\circ\text{C}$  zeigt den Zustand beim Lösungsglühen. Der Pfeil nach unten deutet auf den Gleichgewichtszustand bei RT hin.

Wird dieser bei höheren Temperaturen ausgelagert (getempert), steigt die Festigkeit beträchtlich an (Abb. 3.5). Je nach Auslagerungstemperatur werden unterschiedliche Härtestufen erreicht. So steigt bei niedrigen Temperaturen bis ca.  $100^\circ\text{C}$  die Härte langsam aber stetig bis zu einem Plateauwert an. Bei etwas höheren Temperaturen wird zusätzlich zum Erreichen des Plateauwertes noch ein weiterer Härteanstieg, der ein Maximum (2. Härtestufe) durchläuft, beobachtet. Bei noch höheren Temperaturen werden Plateauwert und Maximum schneller erreicht, aber der Plateauwert nimmt ab. Ab  $300^\circ\text{C}$  wird kein Plateau mehr durchlaufen, sondern direkt die 2. Härtestufe erreicht (Abb. 3.5).

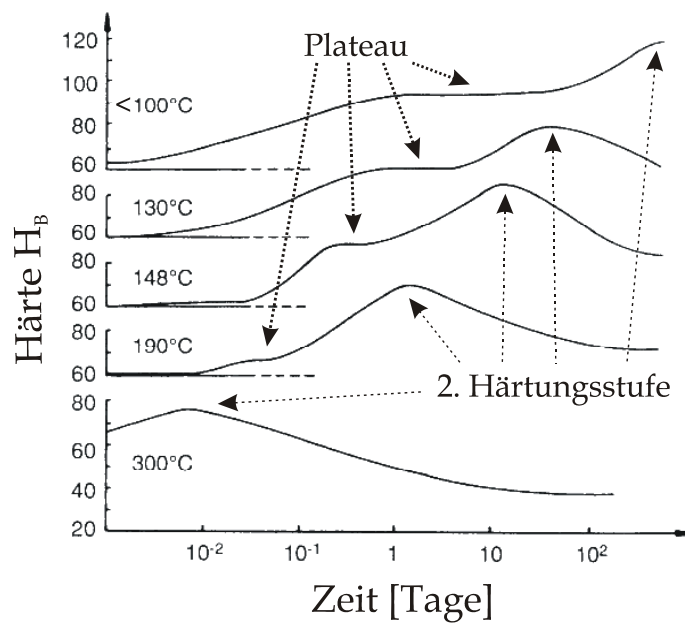


Abb. 3.5: Aushärtungskurven von Al-4%Cu-1%Mg [SIL60]

Dieses Materialverhalten lässt sich mit der Phasenumwandlung  $\alpha \rightarrow \alpha + \theta$  beschreiben. Zunächst bildet sich nicht die inkohärente Gleichgewichtsphase  $\theta$ , sondern kohärente und später teilkohärente metastabile Guinier-Preston-Zonen I und II (erste Härtungsstufe). Bei den GP I-Zonen handelt es sich um einschichtige 2-dimensionale Atomlagen von Cu auf  $\{100\}$ -Ebenen der Al-Matrix (Abb. 3.6).

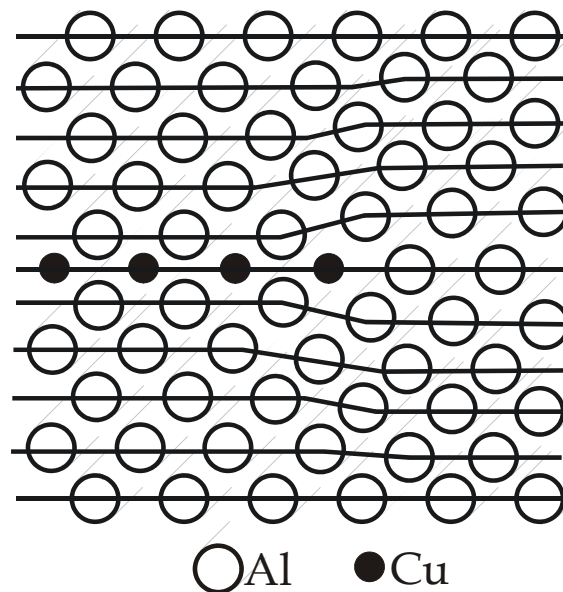


Abb. 3.6: Schnitt durch eine GP I-Zone in Al-Cu [HAA74]

GP II-Zonen (auch  $\theta''$ ) sind 3-dimensionale Anhäufungen von parallelen Cu-Schichten längs  $\{100\}$ -Ebenen. Diese führen zu einer tetragonalen Verzerrung. Die Gleich-

gewichtsphase  $\theta$  wird schließlich über eine weitere Zwischenphase  $\theta'$  erreicht. Die  $\theta'$ -Phase kristallisiert im  $\text{CaF}_2$ -Gitter und liegt kohärent in der Matrix.

Bleibt aufgrund von niedrigen Temperaturen die Aushärtung auf die erste Stufe beschränkt, so spricht man von Kaltaushärtung. Erst bei höheren Anlasstemperaturen wird die zweite Härtestufe erreicht und man spricht von Warmaushärtung. Im wesentlichen werden dann  $\theta'$ -Phasen gebildet. Ein Festigkeitsmaximum des Werkstoffes wird dann erreicht, wenn die sich bildenden Teilchen so groß werden, dass ein Umgehen der Teilchen von Versetzungen ebenso stark behindert wird wie ein Schneiden durch Versetzungen.

Bei zu langen Glühzeiten vergrößern die Ausscheidungen, die Teilchenabstände werden größer und die Festigkeit nimmt ab, da die Teilchen von Versetzungen mit dem Orowan-Mechanismus<sup>1</sup> [ORW34] leichter umgangen werden können. Diese unerwünschte Festigkeitsabnahme bezeichnet man als *Überalterung*. Die Gleichgewichtsphase  $\theta$  bildet sich erst bei fortgeschrittener Überalterung.

Neben Al-Cu (meist Al-4%Cu-1%Mg) haben sich auch noch Al-Mg-Si (Al-1%Mg-1%Si, Gleichgewichtsphase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ) und Al-Mg-Zn (Al-4,5%Zn-1,5%Mg, Gleichgewichtsphase  $\text{MgZn}_2$ ) in der technischen Anwendung durchgesetzt.

---

<sup>1</sup> Orowan-Mechanismus: Die Versetzungslinien werden bei der Verformung zwischen den Teilchen hindurchgedrückt und bilden dabei um die Ausscheidungen Versetzungsringe.



## 4 POSITRONEN ALS FEHLSTELLENSONDEN

Positronen, die Antiteilchen der Elektronen, besitzen eine identische Masse wie die Elektronen aber entgegengesetzte Ladung. Ihre Existenz wurde zunächst nur theoretisch vorhergesagt und erst später experimentell bestätigt [DIR30][AND33].

Im Vakuum ist ein Positron stabil ( $\tau_{1/2} > 2 \times 10^{21}$  Jahre [SCH88]). Im Festkörper hingegen zerstrahlt es innerhalb von  $10^{-10}$  bis  $10^{-9}$  s mit einem Elektron. Bei der Positronenspektroskopie zerstrahlt ein ins Material eingebrachtes Positron mit einem Elektron zu  $\gamma$ -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/Atom und sind zerstörungsfrei [HAU79].

### 4.1 Positronenquellen

Positronen entstehen beim radioaktiven Zerfall neutronenarmer Kerne, beim Zerfall der Myonen in der Höhenstrahlung  $\mu^+ \rightarrow e^+ + \bar{\nu}_\mu + \nu_e$  oder über Paarproduktion. Für den Einsatz als Fehlstellensonden in der Materialforschung werden vor allem Positronen aus neutronenarmen Atomkernen genutzt.

Beim  $\beta^+$ -Zerfall wandeln sich in diesen Kernen ein Proton in ein Neutron unter Emission eines Positrons und eines Elektronenneutrinos um:  $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$ .

Aufgrund des 3-Teilchen-Prozesses haben die emittierten Teilchen ein kontinuierliches Energiespektrum mit einer maximalen kinetischen Energie. Eine häufig genutzte Quelle für Positronenmessungen ist das Isotop  $^{22}\text{Na}$  mit  $\tau_{1/2} = 2,6$  a (Abb. 4.1). Es besitzt eine hohe Positronenausbeute von 90%, ein zeitgleich mit den Positronen entstehendes  $\gamma$ -Quant mit  $E_\gamma = 1275$ keV, welches für Positronenlebensdauermessungen genutzt werden kann. Eine weitere Quelle ist das  $^{68}\text{Ge}$  (Abb. 4.1). Die Halbwertszeit beträgt 270 Tage. Diese Quelle besitzt kein promptes  $\gamma$ -Quant. Andere mögliche Quellen sind  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{58}\text{Co}$  und  $^{18}\text{F}$ .

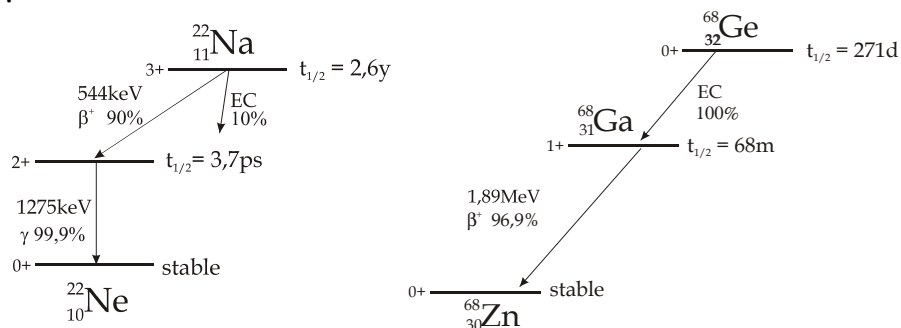


Abb. 4.1: Zerfallsschemata von  $^{22}\text{Na}$  und  $^{68}\text{Ge}$ . Die maximale Energie von  $^{22}\text{Na}$  liegt bei 544keV und die von  $^{68}\text{Ge}$  bei 1,89MeV

## 4.2 Positronen im Festkörper

### 4.2.1 Thermalisierung

Positronen, die mit einer kinetischen Energie zwischen einigen keV und wenigen MeV in einen Festkörper eindringen, werden innerhalb weniger Pikosekunden auf thermische Energien abgebremst. Die Energiedissipation erfolgt im Wesentlichen durch Ionisation, Anregung von Rumpf- und Valenzelektronen, Anregung von Exzitonen und schließlich, bei niedrigen Energien (<10eV) über Plasmonen- und Phononenanregung [SCH88][PUS94]. Die hiernach vorliegenden Positronen sind mit ihrer Umgebung im thermischen Gleichgewicht ( $E_{\text{kin}} = 3/2 kT \approx 0,04\text{eV}$  bei Raumtemperatur). Obwohl Positronen Fermionen sind, ist dies möglich, denn während ihrer Lebensdauer ist im Mittel immer nur ein Positron in der Probe und dieses kann trotz des Pauli-Verbots den energetisch niedrigsten Zustand einnehmen. In Metallen und Halbleitern dauert diese *Thermalisierung* ca. 3ps, dies ist wesentlich kürzer als die mittlere Lebensdauer von 100-300 ps [WES73]. Die Zerstrahlung bei RT aus nichtthermischen Zuständen wird somit unbedeutend.

### 4.2.2 Eindringtiefe

Die Eindringtiefe der Positronen in ein Material hängt von ihrer kinetischen Energie und der Massendichte  $\rho$  der Substanz ab. Die Positronenintensität  $I(z)$  nimmt mit der Tiefe  $z$  wie folgt ab [BRA77]:

$$I(z) = I_0 \exp(-\alpha_+ z). \quad (4.1)$$

Für Positronen aus einem radioaktiven Präparat mit einer maximalen Energie  $E_{\text{max}}$  lässt sich eine charakteristische Eindringtiefe  $1/\alpha_+$  angeben. Empirisch wurde der Ausdruck

$$\alpha_+ \approx 17 \frac{\rho}{E_{\text{max}}^{1,43}} \quad (4.2)$$

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

Für Positronen aus einer  $^{22}\text{Na}$ -Quelle mit einer Energie  $E_{\text{max}} = 544 \text{ keV}$ , sowie einer  $^{68}\text{Ge}$ -Quelle mit  $E_{\text{max}} = 1,89 \text{ MeV}$  ergeben sich die folgenden mittleren Eindringtiefen in Aluminium.

Tabelle 4.1: mittlere Eindringtiefen der Positronen aus dem  $\beta^+$ -Spektrum mit  $E_{\text{max}}$  von 544 keV und 1,89 MeV in Aluminium

	$\rho$ [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	$1/\alpha_+$ [ $\mu\text{m}$ ] bei 544 keV	$1/\alpha_+$ [ $\mu\text{m}$ ] bei 1,89 MeV
Aluminium	2,7	90	540

Da die laterale Aufstreuung, d.h. die Aufstreuung senkrecht zur Einfallrichtung, in der gleichen Größenordnung wie die Eindringtiefe [VAL84] liegt, erhält man bei Messungen mit einer Quelle einer bestimmten Größe immer eine Integration über ein größeres Volumen.

Das Implantationsprofil von langsamen monoenergetischen Positronen in Materie kann mit der von Makhov 1961 für Elektronen angegebenen Funktion beschrieben werden [MAK61].

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} \exp\left(-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m\right) \quad \text{mit} \quad z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma((1/m)+1)} \quad (4.3)$$

Bei  $\bar{z}$  handelt es sich um die mittlere Eindringtiefe, bei  $m$  um einen dimensionslosen Parameter und bei  $\Gamma(x)$  um die Gamma-Funktion. Für die Eindringtiefe  $\bar{z}$  gibt es einen einfachen Zusammenhang. Hierbei sind die entscheidenden Größen die Energie der Positronen  $E$  und die Dichte  $\rho$  des Materials. Des Weiteren gibt es noch materialabhängige Fitparameter  $A$  und  $n$ , die für viele Materialien bestimmt und tabelliert wurden [PUS94][GHO95].

$$\bar{z} = \frac{A}{\rho} E^n \quad (4.4)$$

Die folgende Abbildung (Abb. 4.2) zeigt die nach Ghosh berechneten mittleren Eindringtiefen für Aluminium, Kupfer und Silizium [PUS94], sowie für Galliumarsenid [BOE98].

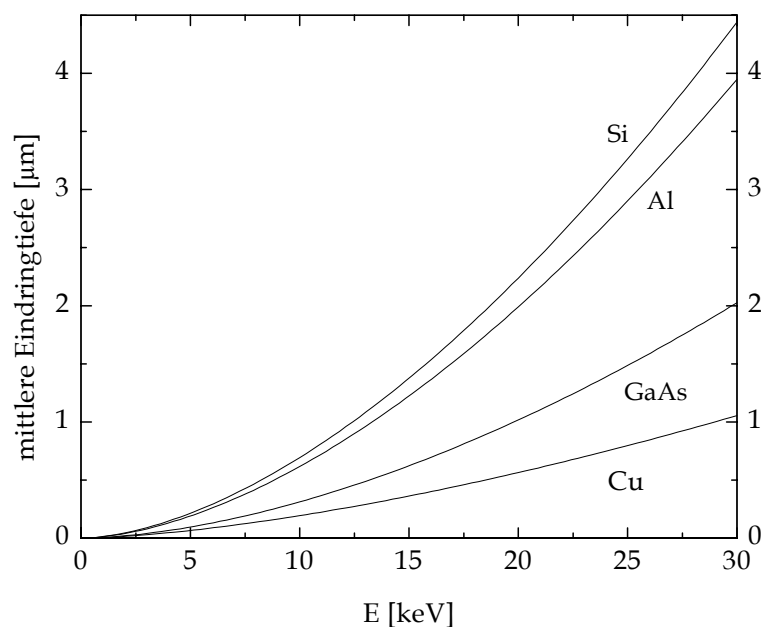


Abb. 4.2: Mittlere Positroneneindringtiefen in verschiedenen Materialien nach [GHO95] und [BOE98] für langsame monoenergetische Positronen.

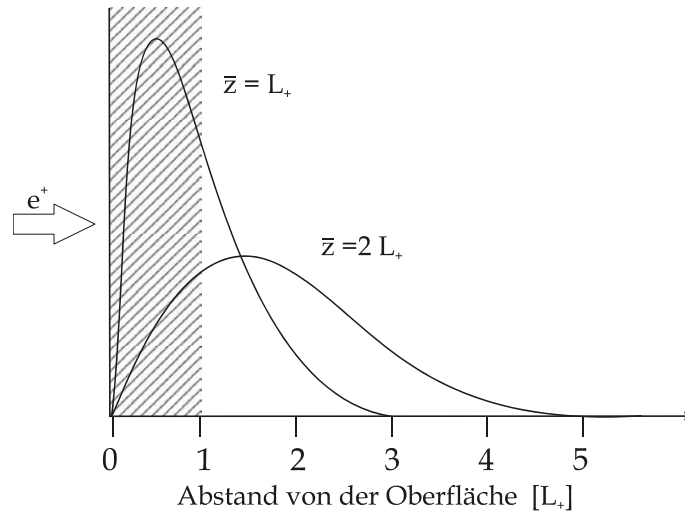


Abb. 4.3: Die Stoppverteilung der Positronen wird mit zunehmender mittlerer Eindringtiefe  $\bar{z}$  breiter. Positronen, die innerhalb ihrer Diffusionslänge  $L_+$  thermalisieren (schraffierter Bereich), können an die Oberfläche zurück diffundieren.

### 4.2.3 Positronendiffusion

Als freies Teilchen kann das Positron im Gitter diffundieren (Abb. 4.4). Beschrieben wird dies durch die Diffusionsgleichung. Der *Positronendiffusionskoeffizient* liegt bei  $D_+ \approx 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$  [LEO87], woraus sich mit einer effektiven Lebensdauer der Positronen von  $\tau_{\text{eff}} \approx 160 \text{ ps}$  (defektfreies Al) eine Diffusionslänge  $L_+$  im Bereich von  $0,2\text{-}0,4 \mu\text{m}$  ergibt ( $L_+ = \sqrt{6D\tau_{\text{eff}}}$ ) [SCH88].

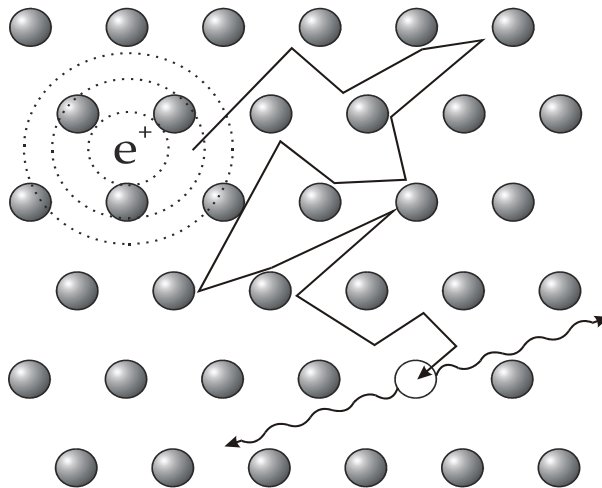


Abb. 4.4: Ein thermalisiertes Positron diffundiert im Festkörper, wird in der Leerstelle eingefangen und zerstrahlt dort.

Aufgrund ihrer hohen Beweglichkeit und ihrer Wechselwirkung mit Fehlstellen sind Positronen aktive Sonden, die sehr empfindlich auf geringste Leerstellenkonzentrationen (ab  $10^{-7}$  –  $10^{-6}$  pro Atom) sind.

#### 4.2.4 Wechselwirkung mit Fehlstellen

Das Einfang- oder *Trappingmodell* beschreibt phänomenologisch das zeitliche Verhalten beim Übergang zwischen verschiedenen Positronenzuständen [BRA74][SEE74]. Es dient der quantitativen Interpretation von Positronenannihilationsmessungen. Bei dem konventionellen Trappingmodell (standard trapping model) werden folgende Annahmen gemacht: a) Zum Zeitpunkt  $t = 0$  nach der Thermalisation befinden sich alle Positronen im defektfreien Volumen, d.h. es gibt keinen Einfang in Defekte während der Thermalisation. b) Es findet keine Wechselwirkung der Positronen untereinander statt. c) Die Defekte sind homogen verteilt und die Einfangrate  $\kappa$  ist proportional zur Defektdichte. Die Rate  $\kappa$ , mit der die Positronen pro Zeiteinheit in einen bestimmten Haftstellentyp eingefangen werden, ergibt sich nach:  $\kappa = \mu \cdot C$  aus der spezifischen Einfangrate  $\mu$ , die den Defekttyp beschreibt, und der Konzentration  $C$  des Defekttyps. Die spezifische Einfangrate oder *Trappingkoeffizient* der atomaren Leerstellen in Metallen liegen im Bereich von  $\nu \approx 10^{14} \text{ s}^{-1}$  bis  $\nu = 10^{15} \text{ s}^{-1}$ , woraus sich eine Nachweisgrenze für diesen Defekttyp von ca.  $10^{-6}/\text{Atom}$  ergibt.

In defektfreiem Material befindet sich das Positron in einem delokalisierten Bloch-Zustand [PUS94]. Wegen der Coulomb-Abstoßung durch die positiven Atomkerne hat das Positron eine maximale Aufenthaltswahrscheinlichkeit im Zwischengitter. In Defekten mit offenen Volumen (Leerstellen) können Positronen dagegen lokalisiert werden. Das attraktive Potential kann näherungsweise durch einen dreidimensionalen Potentialtopf beschrieben werden (Abb. 4.5).

Eine Einfachleerstelle besitzt aufgrund der fehlenden Kernladung ein Potentialminimum von ca. 1eV Tiefe. Mit seiner geringen thermischen Energie von ungefähr 0,04 eV kann das Positron diese Potentialmulde bei Raumtemperatur nicht mehr verlassen. Es ist in einer solchen tiefen Haftstelle gefangen (Abb. 4.5) und zerstrahlt mit einem Elektron der Umgebung. Positronen können auch im attraktiven Potential eines negativ geladenen Ions im Festkörper gebunden werden. Dann liegt die Bindungsenergie  $E_B$  jedoch in der Größenordnung von nur 0,01-0,1 eV. Solche rydbergartigen Zustände werden als flach bezeichnet, da Positronen daraus durch thermische Anregung bei Raumtemperatur entweichen können.

Je höher die Haftstellenkonzentration im Material ist, um so mehr Positronen werden eingefangen. Dies zeigt sich deutlich in den gemessenen Zerstrahlungsparametern.

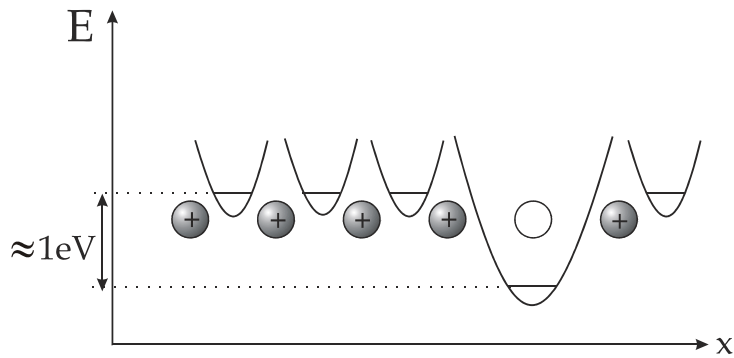


Abb. 4.5: Potentialverlauf in der Nähe einer Leerstelle. Der Positroneneinfang ist mit einer Einfangrate von  $\approx 10^{15} \text{s}^{-1}$  sehr effizient.

Versetzungen sind im Gegensatz zu Einfachleerstellen flache Positronenhaftstellen mit einer Bindungsenergie  $E_B \leq 100 \text{ meV}$  [HÄK90][HID92][HAS93][PET96]. Die Positronenlebensdauern, die mit Versetzungen verbunden werden, sind jedoch nur geringfügig kürzer als die der Einfachleerstellen [MCK74][DAU74][DOY79]. Diese Beobachtung führte zu der Annahme, dass die Versetzungslinie eine Art Übergangszustand für Positronen bildet, bevor diese in tiefere Haftstellen eingefangen werden, die mit der Versetzung assoziiert sind. Geeignete Kandidaten als tiefe Haftstellen sind die Sprünge auf der Versetzungslinie, sowie Leerstellen, die durch das Spannungsfeld um die Versetzungslinie an sie gebunden sind [HID92][HID88][HAS94]. Die Anwesenheit der Versetzungslinie erhöht demnach die Einfangrate in die assoziierten Defekte.

In Metallen sind neben atomaren Leerstellen und Versetzungen viele andere Haftstellentypen bekannt. Korn- und Phasengrenzen bilden ebenso wie Leerstellencluster und Ausscheidungen attraktive Potentiale für Positronen.

#### 4.2.5 Wechselwirkung mit Ausscheidungen

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 wie in reinen Metallen. Damit sind diese Strukturdefekte mit Positronen nachweisbar. Das gleiche gilt für Korngrenzen, Grenzflächen und innere Oberflächen bei Korngrößen kleiner  $10 \mu\text{m}$  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, von denen vier Arten mit Positronen unterschieden werden können. Ihre Struktur ist in der Abb. 4.6 dargestellt.

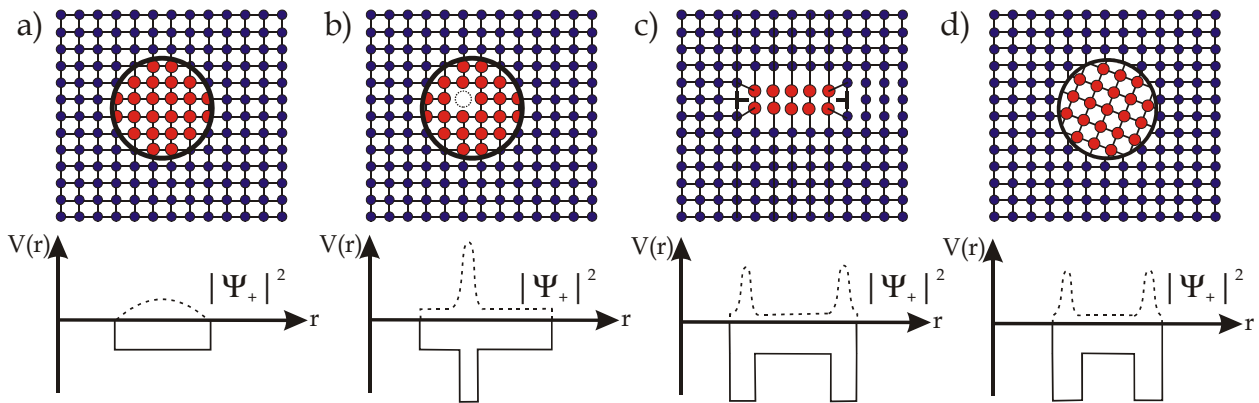


Abb. 4.6: Positronen-Haftstellen in entmischten Legierungen.  $V(r)$  ist das Potential,  $|\Psi_+|^2$  ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des lokalisierten Positrons. a) kohärente GP-Zone ohne Leerstelle, b) kohärente GP-Zone mit Leerstelle im Innern, c) semikohärente Ausscheidung und d) inkohärente Ausscheidung [DLU86].

Legierungsatomcluster sowie GP-Zonen oder Teilchen, welche vollständig kohärent und auch frei von Leerstellen sind, können Positronen aufgrund einer elektrochemischen Wechselwirkung (Positronen-Affinität  $A$  zu einer Atomsorte der Legierung) einfangen.

Falls die Zonen in der Grenzfläche oder im Innern Leerstellen enthalten, wird das Positron zunächst durch das flache Potential der Haftstelle und danach durch das tiefere Potential der Leerstelle lokalisiert.

### 4.3 Positron-Elektron-Zerstrahlung

Bei der Zerstrahlung werden die Massen eines Elektrons und eines Positrons in elektromagnetische Strahlung umgewandelt. In Materie wird diese Energie fast immer in Form von zwei entgegengesetzt emittierten  $\gamma$ -Quanten von je 511 keV frei, wobei die Energie der Gesamt Ruhemasse des Systems  $2m_0c^2 = 1022\text{keV}$  symmetrisch auf beide aufgeteilt wird. Eine Zerstrahlung in 3- $\gamma$ -Quanten wird um einen Faktor der Größe  $\alpha$  (Feinstrukturkonstante  $\alpha = 1/137$ ) unterdrückt. Für die Zerstrahlungsrate  $\lambda$  in zwei  $\gamma$ -Quanten [WES73] gilt der folgende Zusammenhang:

$$\lambda = \sigma_{(2)} v n_e = r_0^2 c n_e \pi \tag{4.5}$$

$\lambda$ : Zerstrahlungsrate

$\sigma_{(2)}$ : Wirkungsquerschnitt für die 2- $\gamma$ -Zerstrahlung

$c$ : Lichtgeschwindigkeit

$v$ : Positronengeschwindigkeit

$n_e$ : Elektronendichte

$r_0$ : Elektronenradius  $\Rightarrow r_0 = e^2/m_0c^2$

Die Lebensdauer  $\tau$  eines Positrons im Material ist im unpolarisierten Zustand ausschließlich abhängig von der Elektronendichte am Positronenort. Die

Zerstrahlungsrate  $\lambda = \sigma v n_e$  wird daher durch die Elektronendichte  $n_e$  bestimmt und die Positronenlebensdauer  $\tau_{e^+}$  ist gleich dem Kehrwert der Zerstrahlungsrate  $\tau_{e^+} \equiv 1/\lambda$ .

Eine Veränderung des Gitters in Form von Gitterdefekten mit „offenen Volumen“ (z.B. Einfachleerstelle) verursacht lokal eine negative Ladung durch den fehlenden Atomrumpf, sowie eine verringerte Elektronendichte, durch die sich in das offene Volumen hinein ausdehnenden Valenzorbitale der umgebenden Atome. Dies stellt ein attraktives Potential für Positronen dar. Die verringerte Elektronendichte bestimmt die defektspezifische Lebensdauer der Positronen (Kapitel 7.3) [KRA99].

Typische Lebensdauern in defektfreien dichtest gepackten Metallen liegen zwischen 100 und 160 ps [PUS94], während sich die Lebensdauer im gestörten Gitter erhöht.

Zusätzlich zur Lebensdauer können weitere Charakteristika der Zerstrahlung genutzt werden, um Aussagen über den Zustand des Elektron-Positron-Paares zum Zeitpunkt der Zerstrahlung zu erhalten. Über die gestörte Winkelkorrelation der beiden  $\gamma$ -Quanten zueinander und ihre Energien lassen sich Rückschlüsse auf den Gesamtimpuls des Annihilations-Paares machen.

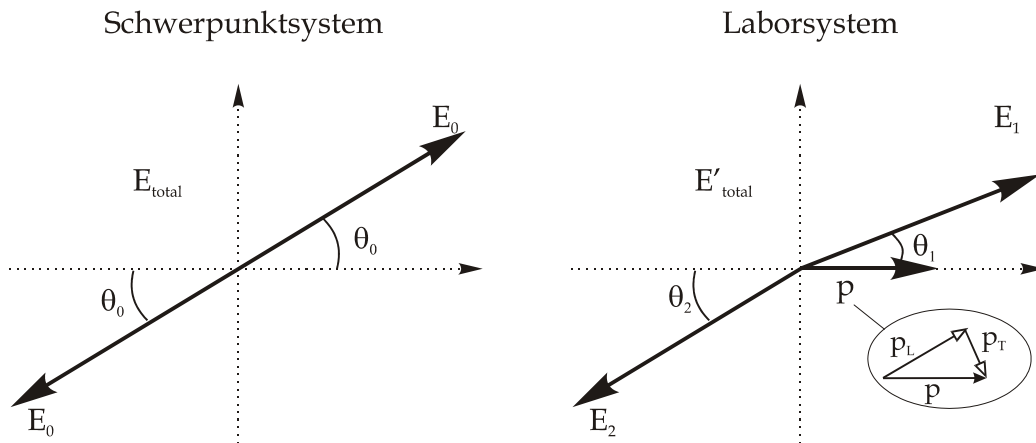


Abb. 4.7: Bei der Annihilation werden im Schwerpunktsystem (links) beide Photonen antiparallel emittiert ( $E_0 = m_0c^2$ ). Im Laborsystem (rechts) dagegen, kommt es aufgrund des Impulses  $p$  des Elektron-Positron-Paares zu einer Abweichung von der Antiparallelität und einer Energieänderung der Annihilationsquanten (Dopplereffekt).

Im Schwerpunktsystem (Abb. 4.7 links) werden die beiden Photonen antiparallel zueinander emittiert, mit jeweils der halben Gesamtenergie  $E_{\text{total}}$  des Systems,  $E_0 = E_{\text{total}}/2$ , mit  $E_{\text{total}} = 2m_0c^2 + E_b$ . Die Bindungsenergie  $E_b$  des Elektrons und des Positrons an den Festkörper verringert die Energie der Annihilationsquanten. Die Übertragung in das Laborsystem führt zu einer geringen Abweichung der Antiparallelität der  $\gamma$ -Quanten. Diese wird durch die transversale Impulskomponente  $p_T$  des Elektron-Positron-Paares verursacht (Winkelkorrelation):

$$\delta\theta = \theta_1 - \theta_2 \approx \frac{p_T}{m_0c}. \quad (4.6)$$

Das Verfahren der Winkelkorrelation nutzt diesen Effekt zur Messung der Impulsverteilung der Elektronen in Materie.



Der longitudinale Anteil des Paarimpulses  $p_L$  trägt im Laborsystem aufgrund des Dopplereffektes zur Energie  $E_{1,2}$  der  $\gamma$ -Quanten entsprechend

$$E_{1,2} = \frac{1}{2} E'_{total} \left( 1 \pm \frac{p_L}{2m_0c} \right) \tag{4.7}$$

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

Die Annihilationslinie ist um  $E'_{total}$  symmetrisch. Änderungen in  $E'_{total}$  führen zu einer Verschiebung der Annihilationslinie, die in den meisten Fällen jedoch vernachlässigbar klein ist. Für ein ruhendes Positron (thermalisiert) und ein Elektron mit einer kinetischen Energie von 10 eV ( $p_L = 6,3 \cdot 10^{-3} m_0c$ ) ergibt sich aufgrund des Impulses  $p_L$  eine  $\gamma$ -Quantenenergie von etwa 1,6 keV. Germaniumdetektoren mit Energieauflösungen von 1,18 – 1,25 keV bei 478 keV können diese Verbreiterung gut nachweisen.

### Energie der Annihilationsquanten

Zerstrahlt ein Positron, nachdem es an einer Leerstelle lokalisiert wurde, dann kommt der Zerstrahlungspartner mit großer Wahrscheinlichkeit aus dem Leitungsband oder Valenzband und hat im Mittel einen geringeren Impuls als bei einer Zerstrahlung auf einem Zwischengitterplatz mit einem Valenz- oder Rumpfelektron. Eine hohe Defektkonzentration führt daher zu einer geringeren Dopplerverbreiterung als eine niedrige.

Die Form der Zerstrahlungslinie setzt sich also aus zwei Anteilen zusammen: aus der Zerstrahlung im ungestörten Gitter und aus der Zerstrahlung in Haftstellen.

Die Summe aus beiden Teilen ist mit der apparativen Auflösung gefaltet.

Da die Halbwertsbreite auf diese Veränderungen unsensitiv ist, wird die Linienform durch den sogenannten S-Parameter (shape) und den W-Parameter (wing) quantifiziert. Der S-Parameter ist definiert als der Quotient der Fläche des mittleren Bereiches symmetrisch um 511 keV unterhalb der Linie dividiert durch die gesamte Fläche  $A$  unter der Linie (Abb. 4.8).

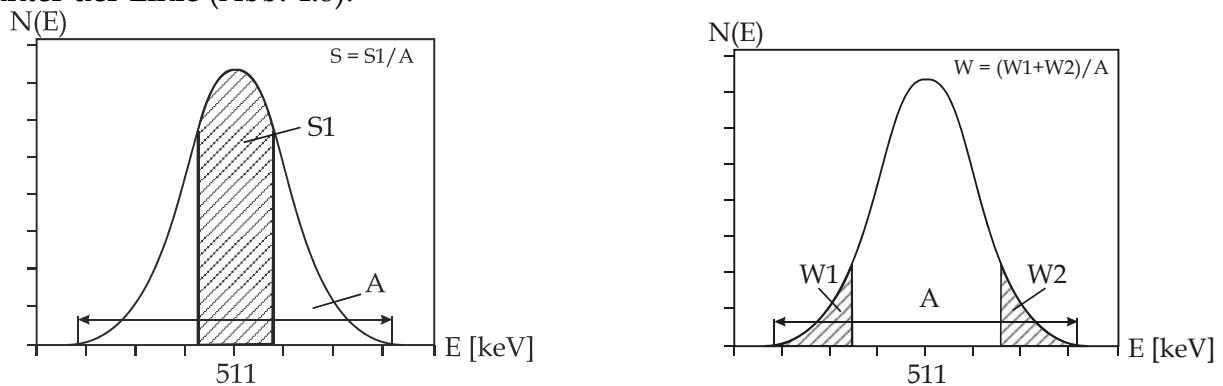


Abb. 4.8: Der Quotient aus der schraffierten Flächen und der Gesamtfläche  $A$  ergibt den S-Parameter (links) bzw. den W-Parameter (rechts).

Beide Parameter sind sowohl von der willkürlichen Wahl der Fenster als auch von der apparativen Auflösung stark abhängig. Die Fenster werden in der Regel so gewählt, dass der S-Parameter etwa 0,5 beträgt. Um Messungen an verschiedenen Apparaturen miteinander vergleichen zu können, ist es nötig die Messergebnisse zu normieren. Normiert werden kann auf den Bulkwert desselben Werkstoffes oder auch auf eine andere Referenz.

Analog ist der W-Parameter über den Quotienten der Summe zweier Flächen  $W_1$  und  $W_2$  unter den Flanken der Linie mit der Gesamtfläche definiert. Die Auswertung beider Parameter kann bei Halbleitern genauere Erkenntnisse über die Art der vorliegenden Defekte liefern. Wird der S-Parameter in Abhängigkeit vom W-Parameter aufgetragen, so ergibt sich für einen Defekttyp mit unterschiedlicher Konzentration eine Gerade. Für verschiedene Defekttypen haben die Geraden auch verschiedene Steigungen. Alle Werte auf einer Geraden resultieren aus der Zerstrahlung von Positronen im gleichen Defekttyp [KRA99].

### 4.3.1 Messung der Dopplerverbreitung

Damit die exakte Form der Annihilationslinie detektiert werden kann, ist es erforderlich hochauflösende Germanium-Detektoren mit einer Energieauflösung von 1,18-1,25 keV bei 478 keV zu verwenden. Deren Signale werden nach entsprechender Verstärkung in einen Analog-Digital-Wandler (ADC) weitergeleitet und per Vielkanalanalysator (MCA, Multi-Channel-Analyser) mit einem Computer ausgewertet. Parallel zum eigentlichen Zerstrahlungsspektrum wird die  $\gamma$ -Linie einer Quelle (hier  ${}^7\text{Be}$  mit 478 keV) (Abb. 4.10) gleichzeitig gemessen. Diese dient als Energierferenz und zum Stabilisieren der Elektronik.

Eine Stabilisierung ist notwendig, da geringste Schwankungen in der Verstärkung den Messeffekt verfälschen können. Die nachfolgende Abbildung (Abb. 4.9) zeigt den prinzipiellen Aufbau bei der Benutzung eines Positronenstrahls.

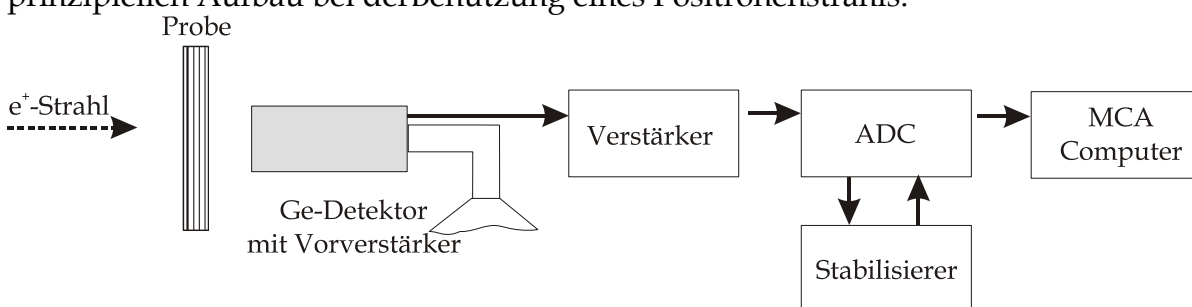


Abb. 4.9: Schematischer Messaufbau zur Aufnahme eines Energiespektrums. Der Positronenstrahl trifft auf die Probe und die Zerstrahlungsquanten werden vom Detektor gemessen. Das Signal wird dann elektronisch aufbereitet und vom Computer aufgezeichnet.

In der Abb. 4.10 sind beispielhaft Zerstrahlungsspektren einer deformierten und einer undeformierten Aluminium Probe dargestellt.

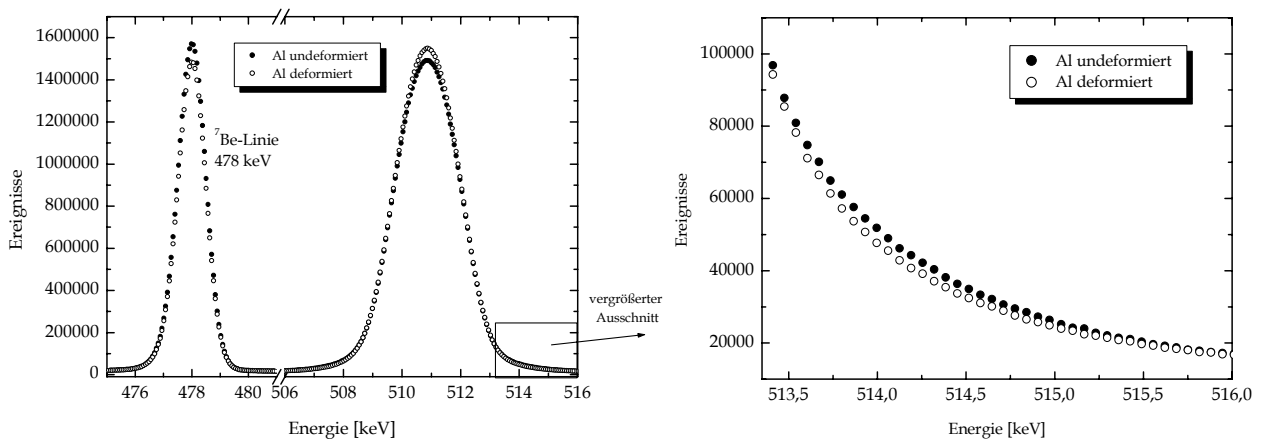


Abb. 4.10: (Links) normierte Energiespektren der Zerstrahlungslinien von deformierten und undeformierten Aluminium, sowie die dazugehörigen Monitorlinien des  ${}^7\text{Be}$  bei 478 keV. (Rechts) Vergrößerter Ausschnitt des höherenergetischen Bereiches.

### 4.3.2 Lebensdauer-Messungen

Bei der Messung der Lebensdauer eines Positrons in einem Material wird meistens das Isotop  ${}^{22}\text{Na}$  verwendet. Es emittiert nahezu gleichzeitig mit dem Positron ein 1275 keV  $\gamma$ -Quant. Dieses  $\gamma$ -Quant wird als Start-Signal zur Markierung des Positroneneintritts ins Material genutzt. Das Stopp-Signal liefert das 511 keV  $\gamma$ -Quant. Mittels einer Koinzidenz zwischen 511 keV und 1275 keV werden die Zeitsignale herausgefiltert und über einen Zeit zu Impulshöhenwandler (TAC) gemessen [KRA99].

## 4.4 Auswertung

In dieser Arbeit wurden ausschließlich Dopplerspektren gemessen und ausgewertet. Aus diesem Grund wird an hier genauer auf die Details der Auswertung eingegangen.

### 4.4.1 Untergrund

Bei einer Messung mit  ${}^{22}\text{Na}$  wird der Untergrund durch die Compton-Streuung der 1275 keV Quanten und durch 511 keV Quanten von Positronen, die nicht in der Probe zerstrahlt sind, sowie Rauschen des Germaniumdetektors beeinflusst.

An der Bonner Positronenmikrosonde ist der Untergrund sehr gering, da es sich um moderierte Positronen handelt und die Quelle deshalb von Probe und Detektor räumlich getrennt ist [GRE96][GRE97][TON97]. Dadurch ist es möglich, die 1275 keV und vor allem die 511 keV  $\gamma$ -Quanten aus anderweitiger Zerstrahlung von Positronen sehr effektiv abzuschirmen.

Um den S- oder auch den W-Parameter zu errechnen, muss der Untergrund von den Linien subtrahiert werden. Aus diesem Grund wird jeweils links und rechts vom 511 keV-Peak der Untergrund ermittelt und zwischen diesen beiden Werten eine Gerade gelegt. Diese wird als Untergrund von den Ereignissen in den Kanälen abgezogen. Zur Ermittlung des relativen S-Parameters ist diese Methode hinreichend.

Um eine Aussage über die charakteristische elektronische Struktur der Fehlstellen zu machen, ist diese Methode zu ungenau. In solchen Fällen ist es nötig, die Kleinwinkelstreuung an der 511 keV-Linie mit der Geräteauflösung zu falten und dann erst zu subtrahieren. Der Untergrund wird durch eine Stufenfunktion, die mit der Detektorauflösung gefaltet wurde, beschrieben.

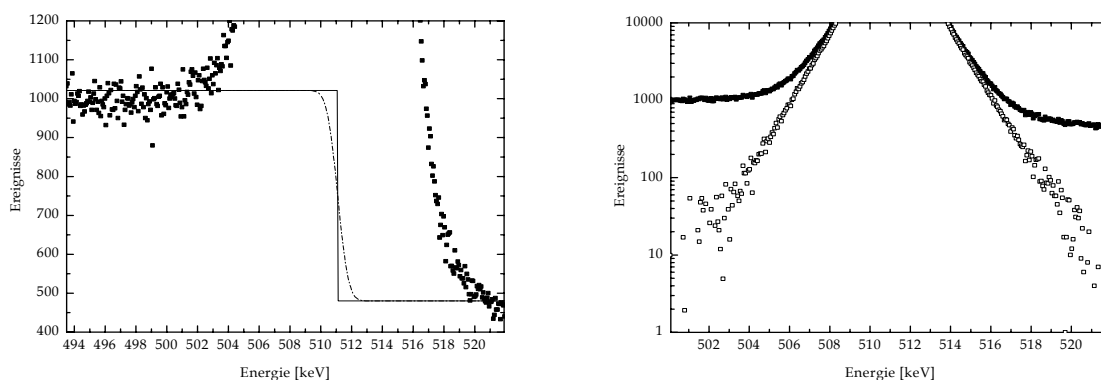


Abb. 4.11: (links) Stufenfunktion gefaltet mit der Detektorauflösung zur Untergrundberechnung; (rechts) logarithmische Darstellung des Spektrums nach Abzug des Untergrund

Die Messungen mit  $^{68}\text{Ge}$  im „Positronen-Topf“ sind untergrundarm, da  $^{68}\text{Ge}$  keine höherenergetischen  $\gamma$ -Quanten besitzt. Die fehlende Compton-Streuung belastet den Germaniumdetektor nicht mit zusätzlichen störenden Ereignissen. Infolge dessen verbessert sich die Energieauflösung des Detektors.

#### 4.4.2 Hochimpulsanteil der Zerstrahlungslinie

Die Impulsverteilung der Positronenannihilation bei hohen Impulsen, d.h. großer Dopplerverschiebung  $\Delta E$ , 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 Positronenwellenfunktion 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].

Spektren mit einem sehr geringen Untergrund sind eine Voraussetzung für die Auswertung des Hochimpulsteils.

Zur Analyse des Hochimpulsteils wird zunächst der Untergrund durch eine Faltung der Kleinwinkelstreuung mit der Geräteauflösung berechnet und von den Spektren subtrahiert. 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 durch das Integral des betrachteten Bereiches um die 511 keV dividiert werden.

Um Aussagen über Defektypen oder auch Legierungselemente machen zu können, wird die Impulsverteilung auf eine Referenzprobe bezogen. In dieser Arbeit werden die Impulsverteilungen auf undeformiertes Aluminium (99,999 %, Al5N) bzw. auf undeformiertes Galliumarsenid bezogen.



## 5 MESSAPPARATUREN

### 5.1 Positronenmikrosonde

In Zusammenarbeit mit der Firma LEO Elektronenmikroskopie GmbH<sup>1</sup> wurde die Bonner Positronenmikrosonde am Institut für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn im Rahmen eines BMBF Projektes entwickelt. Die ersten Messungen wurden 1996 durchgeführt [GRE97].

Erstmals erlaubt dieses Gerät Messungen mit einem langsamen Positronenstrahl im Mikrometerbereich. Die Dopplerverbreiterung der Annihilationsstrahlung kann orts aufgelöst gemessen werden.

Für tiefenabhängige Messungen können Positronenenergien von 5 bis 30 keV variabel eingestellt werden. Bei 130 bis 550 counts/sec im Photopeak liegt der Untergrund bei 0,7 bis 3 counts/sec.

#### 5.1.1 Moderation von Positronen

Eine Strahlführung von Positronen erfordert Teilchen mit identischer Energie, da Richtungsänderungen über magnetische bzw. elektrische Felder erzeugt werden. Um dies zu gewährleisten bietet es sich an, bei der Benutzung einer radioaktiven Quelle, die ein kontinuierliches Energiespektrum besitzt, einen Moderator zu verwenden. Diese speziellen Materialien sind in der Lage, die Intensität der Positronen einer bestimmten Energie im Vergleich zum gefilterten Energiespektrum um bis zu sechs Größenordnungen zu erhöhen.

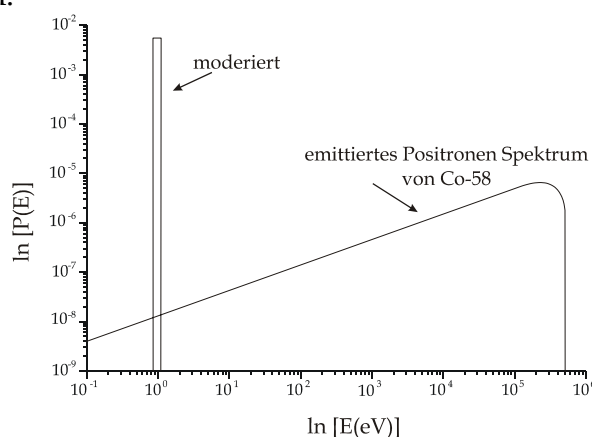


Abb. 5.1: Vergleich von moderierten und unmoderierten Positronen eines  $\beta^+$ -Spektrum von  $\text{Co}^{58}$  [MAR77][SCH88].

<sup>1</sup> LEO Elektronenmikroskopie GmbH, Carl Zeiss Str. 56, D-73446 Oberkochen

Bei der Moderation macht man sich die negative Austrittsarbeit  $\phi_+$  der Positronen an der Oberfläche zu Nutzen. Analog zur Elektronen-Austrittsarbeit  $\phi_-$  setzt sich  $\phi_+$  aus dem Anteil des Festkörperinneren, dem Chemischen Potential ( $\mu_+$  bzw.  $\mu_-$ ) und dem Oberflächenanteil, der Dipolbarriere  $D$ , zusammen [SCH88]:

$$\begin{aligned}\phi_+ &= -D - \mu_+ \\ \phi_- &= -D - \mu_- \quad .\end{aligned}$$

Die Abstoßung bzw. Anziehung durch Atomkerne und Elektronenhüllen wird durch das Chemische Potential beschrieben. Die Dipolbarriere berücksichtigt hauptsächlich die Erweiterung der Elektronenverteilung ins Vakuum. Aufgrund der entgegengesetzten Ladung wirkt  $D$  für Elektronen anziehend und für Positronen abstoßend. Für die meisten Materialien folgt daraus ein  $\phi_+$  nahe Null und für einige ein kleiner Null. Die Positronen, die zur Oberfläche diffundieren, erfahren alle diese nach außen gerichtete Kraft der Dipolbarriere und werden nahezu mit derselben Energie von wenigen eV, je nach Material, senkrecht aus der Oberfläche emittiert. Anschließend können sie dann mit elektrischen und magnetischen Feldern abgesaugt, gebündelt und auf die gewünschte Bahn beschleunigt werden.

Die wolframmoderierten Positronen besitzen beispielsweise eine Energie von 2,6 eV mit einer geringen Unschärfe von 75 meV [FIS86].

### 5.1.2 Aufbau und Funktionsweise

Die Positronenmikrosonde ist eine Kombination eines Raster-Elektronenmikroskops (REM)<sup>1</sup> mit einer Positronenquelle sowie einem Moderator (Abb. 5.2). Betragsmäßig besitzen Positronen und Elektronen die gleiche spezifische Ladung und Masse, unterscheiden sich aber im Vorzeichen der Ladung. Im selben Magnetfeld werden sie deshalb um denselben Betrag, aber in verschiedene Richtungen abgelenkt. Die Elektronenkanone befindet sich mit der dazugehörigen Beschleunigungsspannung und der „Absaugelektrode“ auf der rechten Seite. Ihr gegenüber wurde eine <sup>22</sup>Na-Quelle mit einem speziell geformten Wolfram-Moderator aufgebaut. Mittels eines elektromagnetischen Prismas wird sowohl der Elektronen- als auch der Positronenstrahl auf die optische Achse der REM-Säule fokussiert. In diesem Modus sind REM-Abbildungen bis zu einer Auflösung von 12 nm möglich. Theoretisch ist derselbe Strahldurchmesser auch für die Positronen erreichbar. In der Praxis setzt die mit der besseren Fokussierung kleiner werdende Strahlintensität eine Grenze. Diese Grenze liegt momentan bei 5  $\mu\text{m}$ . Wegen der Diffusionslänge der Positronen in Materie von einigen 100 nm und der Streuung der Strahlpositronen in der Probe ist es nicht sinnvoll, einen  $e^+$ -Strahldurchmesser von kleiner als 1  $\mu\text{m}$  zu wählen.

<sup>1</sup> Typ EM 960 A der Firma LEO



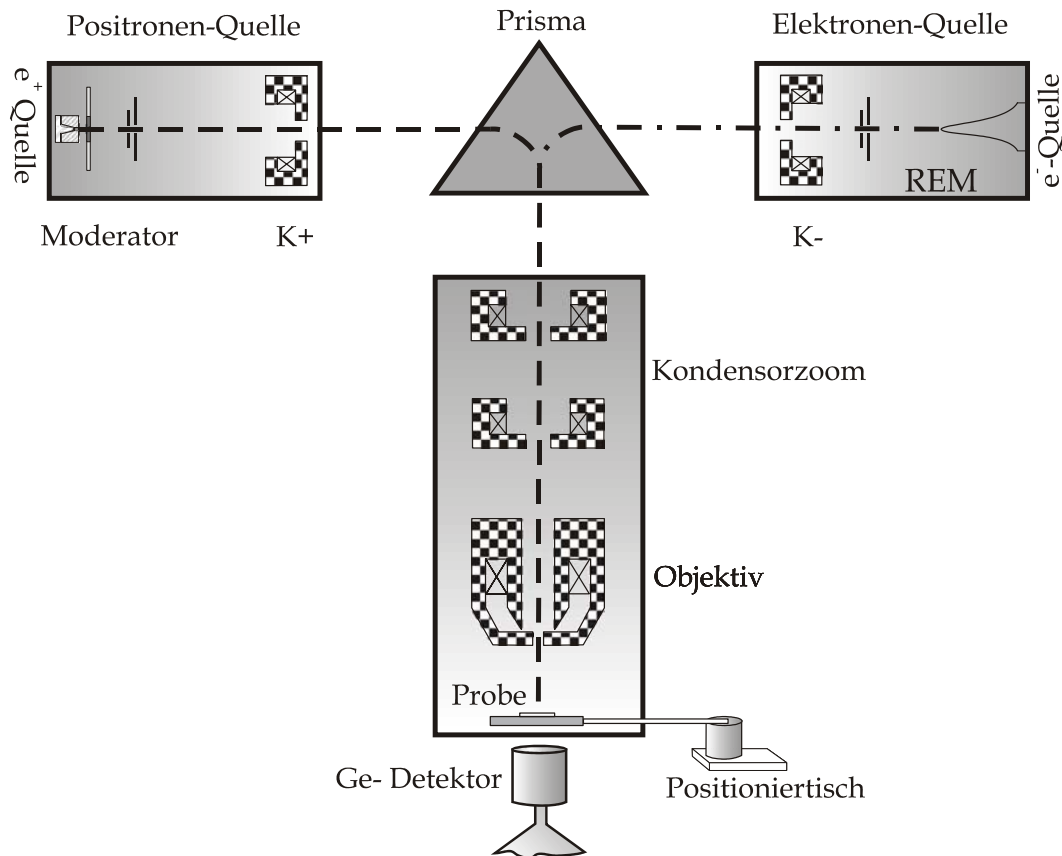


Abb. 5.2: Schematischer Aufbau der Bonner Positronenmikrosonde: Von links kommt der Positronenstrahl und von rechts der Elektronenstrahl des Raster-Elektronenmikroskops (REM). Mit Hilfe der jeweiligen Kondensoren ( $K^+$  für Positronen,  $K^-$  für Elektronen) und Strahljustiersystemen werden die Strahlen auf das elektromagnetische Prisma justiert und dort auf denselben Strahlengang in der Säule abgelenkt. Ein KondensorzooM und ein Objektiv fokussieren den jeweiligen Strahl auf die Probe. Mittels des Positioniertisches ist eine Abrasterung der Probe mit Positronen möglich.

Die  $^{22}\text{Na}$ -Quelle und der Wolfram-Moderator liegen auf positiver Hochspannung. Die mit wenigen eV Energie austretenden Positronen werden mittels einer Ziehspannung abgesaugt und dann auf Erdpotential hin beschleunigt. Mit Hilfe von Strahljustiersystemen (nicht abgebildet) und einem Kondensor  $K^+$  wird der Positronenstrahl geformt, bis zu 4fach verkleinert und auf die Eingangsebene des Prismas justiert, so dass er auf die REM-Achse abgebildet werden kann.

Durch den KondensorzooM in der Säule findet eine weitere Verkleinerung des Strahls statt. Die Objektivlinse fokussiert den Strahl schließlich auf die Probe.

Auf Grund der Geometrie von Quelle und Moderator kann erstmals ein Strahldurchmesser im Mikrometerbereich erzeugt werden, ohne dass am Probenort ein zusätzliches Magnetfeld herrscht.

Während im Elektronenmodus der Elektronenstrahl über einen ausgewählten Bereich rastert und so ein Bild erzeugt, wird der Positronenstrahl immer in der Strahlen-

gangmitte gehalten. Mittels eines mikrometergenauen x-/y-Tisches kann jeder beliebige Ort auf der Probe in den Strahl gefahren werden. Die Zerstrahlungsquanten werden dann mit einem direkt unter der Probe befindlichen Germanium-Detektor (Auflösung: ca. 1,28 keV bei 478 keV,  $^7\text{Be}$ ) gemessen.

Für eingehendere Beschreibungen des Aufbaus sei hier auf [GRE96], [TON97], [GRE97], [HAA97] und [MAE00] verwiesen.

### 5.1.3 In-situ Temperaturmessungen

Ein von M. Haaks gebauter Heizhalter ermöglicht die Messung mit Positronen in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis ca. 300°C. Höhere Temperaturen sind problematisch, da je nach Probe eine Verschmutzung des Objektivs durch Abdampfung möglich ist.

Der Heizhalter besteht aus einer Kupferplatte, die über einen Heizwiderstandsdraht aufgeheizt wird. Über ein NiCr-Ni-Thermoelement in der Kupferplatte wird die Temperatur gemessen und über eine Temperaturregelung gesteuert. Die Temperaturgenauigkeit beträgt  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ .

## 5.2 „Positronen-Topf“

Messungen mit langsamen, moderierten Positronen haben den Vorteil der Ortsauflösung, allerdings den Nachteil, dass die Eindringtiefen gering sind und evtl. überwiegend Oberflächeneffekte gemessen werden. Zur besseren Interpretation der Messergebnisse ist es sinnvoll, Referenzmessungen mit unmoderierten, höher energetischen Positronen zu machen. Diese Positronen höherer Energie dringen so weit in die Probe ein, dass die Rückdiffusion an die Oberfläche vernachlässigt werden kann. Die Quellmessung liefert somit Informationen aus dem Probeninneren.

Um solche Messungen durchzuführen, wurde ein sogenannter „Positronen-Topf“ aufgebaut, bei dem es sich um einen Vakuumrezipienten mit einem Durchmesser von 40 cm und einer Höhe von 25 cm handelt. In dem Topf werden die Proben in der Mitte des Bodens platziert. Die Positronenquelle kann direkt auf die Probe gelegt oder an einem Hubsystem befestigt werden. Die in den unteren Halbraum emittierten Positronen gelangen vollständig in die Probe. Die Zerstrahlungsquanten werden dann mit einem Germaniumdetektor registriert, der fast die Hälfte des Raumwinkels erfasst. Die in den oberen Halbraum emittierten Positronen zerstrahlen in der Wand oder dem Deckel des Topfes. Der Raumwinkelanteil des Detektors liegt für die hier entstehenden Gammaquanten unter 2%. Der durch diese Quanten entstehende Fehler kann daher vernachlässigt werden. Genauere Details zum Aufbau des Positronen-Topfes sind in [BOM00] beschrieben.

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*).

## 6 ALUMINIUMLEGIERUNGEN IM FLUGZEUGBAU

Nachdem Alfred Wilm [WIL11] 1906 die „Aluminiumhärtung“ im System Aluminium-Kupfer entdeckt hatte, wurde das so genannte *Duraluminium* oder *Dural* (Latein: *durus* = hart) zunächst im Schiffbau eingesetzt. Erst um 1919 wurde das erste serienmäßig hergestellte Ganzmetallflugzeug der Welt, der freitragende Tiefdecker F13 von Junkers, aus *Duraluminium* gefertigt. Des Weiteren ermöglichte der neue Aluminiumwerkstoff, von der Gerüstbauweise, bei der Holz- und später Metallteile zu Kastengerüsten verleimt und verschraubt wurden, zur gewichtsparenden Schalenbauweise überzugehen. Diese Bauweise wurde Ende der 30er Jahre von Boeing und Douglas eingeführt und ist heute Standard im Fahrzeug- und Flugzeugbau. Anfang des Jahrhunderts wurde diese Schalenbauweise, bei der wie bei Hummerscheren eine feste Außenverkleidung ein inneres Gerüst überflüssig macht, schon diskutiert. Damals scheiterten die Versuche, die Rumpfschalen umzusetzen, am Werkstoff. Holz eignet sich nicht unbedingt dazu, Schalen in Serie zu fertigen. Stahlblech wäre verfügbar gewesen, hat aber ein zu hohes spezifisches Gewicht, während Aluminium in seiner ungehärteten Form eine zu geringe Festigkeit besitzt. So stellte die Erfindung des *Duraluminiums* eine Revolution im Leichtbau dar [ZSC96].

In dieser Arbeit steht die Rissbildung und Ausbreitung durch Wechselverformung an Luft sowie unter korrosivem Medium (NaCl-Lösung) im Vordergrund.

Aufgrund des niedrigeren Luftdruckes in Flughöhe kommt es während des Startvorganges zu einer Ausdehnung des Flugzeugrumpfes. Pro Flug erfährt das Flugzeug damit einen Verformungszyklus. Diese Wechselverformung ist ein nicht zu vernachlässigbarer Parameter bei der Lebensdauer eines Flugzeuges ( $N_{\text{Flug}} \geq 10^4$ ).

### 6.1 Eigenschaften der Aluminiumlegierungen

Die spezielle Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen ermöglicht ein Maßschneidern von Werkstoffeigenschaften, entsprechend der spezifischen Problemstellung. Diese Tatsache wird insbesondere bei den aushärtbaren Aluminiumlegierungen, die für Strukturbauteile in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt werden, gezielt ausgenutzt. Die spezifischen mechanischen und korrosiven Eigenschaften lassen sich durch die chemische Zusammensetzung sowie eine definierte thermomechanische Behandlung einstellen.

Der Ausscheidungszustand hat in metallischen Werkstoffen einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften [HOR91][ALT94]. Für Aluminiumlegierungen ist es schwierig, die minimale Streckgrenze mit Hilfe des aus einem Zugversuch ermittelten Spannungs-Dehnungs-Diagramms zu bestimmen, da der Übergang von der elastischen zur plastischen Verformung fast immer stetig erfolgt.

Aus diesem Grund wird die Spannung, die zu einer kleinen, aber gut messbaren plastischen Dehnung führt, bestimmt. Diese wird als Dehngrenze  $R_p$  bezeichnet. Die vereinbarte plastische Bezugsdehnung, oft 0,2 %, wird der Bezeichnung zusätzlich angefügt, z.B.  $R_{p0.2}$ .

Die 0,2 %-Dehngrenze bei Raumtemperatur setzt sich bei Aluminiumlegierungen aus mehreren Anteilen qualitativ zusammen: der Spannung  $\sigma_0$ , die notwendig ist, um Versetzungen im perfekten Kristallgitter zu bewegen, sowie den Beiträgen  $\Delta\sigma_i$  einzelner Härtungsmechanismen:

$$R_{p0.2} = \sigma_0 + \Delta\sigma_M + \Delta\sigma_V + \Delta\sigma_G + \Delta\sigma_T. \quad (6.1)$$

Die Indizes M, V, G und T stehen für Mischkristall-, Versetzungs-, Feinkorn- und Teilchenhärtung. Bei den meisten Aluminiumlegierungen liefert  $\Delta\sigma_T$  den größten Beitrag.

Damit es in Aluminiumlegierungen zur Teilchenhärtung kommen kann, muss das System eine zwei- oder mehrkomponentige Legierung mit intermetallischer Phasenbildung sein. Mit sinkender Temperatur muss für mindestens eine Legierungskomponente die Löslichkeit im festen Zustand abnehmen.

Diese Voraussetzungen sind in den Legierungssystemen, Al-Cu, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg, Al-Li-Cu, Al-Li-Mg und Al-Sc erfüllt und werden auch in diesen Systemen technisch genutzt.

### **Fahrzeug- und Flugzeugbau**

In der zivilen Luftfahrt werden neue Fertigungsverfahren zur Kostenreduzierung und Leistungssteigerung durch Gewichtseinsparung entwickelt. Insbesondere gilt dies für die Leichtmetall-Schalenbauweise. Bei der heutigen Bauweise der tragenden Rumpfstruktur wird die Aluminiumaußenhaut<sup>1</sup> durch genietete oder geklebte Stringer versteift. Diese Art des Bauens nennt sich auch Differentialbauweise. Sie basiert auf Montagetechniken, die von der Holzgerüstbauweise adaptiert worden sind. Da dieses Verfahren hinsichtlich der Kostensenkung nahezu ausgeschöpft ist, wird versucht, durch die Einführung der Integralbauweise Kosten- und Gewichtsvorteile bei der Rumpfstrukturfertigung zu erzielen. Der Ersatz des Nietens und Klebens durch neue Fertigungsverfahren, wie z.B. Schweißen oder Hartlöten, in Teilbereichen der tragenden Rumpfstruktur hätte große technologische und wirtschaftliche Bedeutung.

### **Laserstrahlschweißen**

Die thermische Beeinflussung des Grundwerkstoffes in der Wärmeeinflusszone stellt beim Schmelzschweißen aushärtbarer Aluminiumlegierungen ein Problem dar [KOU87].

Das Laserstrahlschweißen zeichnet sich daher durch eine geringe Wärmezufuhr, schmale Schweißnähte, hohe Schweißgeschwindigkeit (maximal 10 m/min) und ein hohes Automatisierungspotential aus. Das Laserschweißen bietet sich somit für das

---

<sup>1</sup> Aussenhautbleche: Aluminiumlegierung 2024 T3 (Al Mg 1,6 Cu 4,4)

Fügen von Hautblech-Stringer-Verbindungen sowie von Hautblechen an. Um die großtechnische Einführung des Laserschweißens im Regional- und Großflugzeugbau zu realisieren, ist es nötig, zum einen ein neues Fertigungsverfahren und zum anderen neue, schweißbare Aluminiumwerkstoffe mit ähnlichen mechanischen Eigenschaften wie die Legierung 2024 zu entwickeln. Potentielle Alternativen zur Al-Cu-Mg-Legierung 2024 sind Legierungen aus den Systemen Al-Mg-Si-Cu, Al-Li-Mg und Al-Mg-Sc. Diese Legierungen besitzen eine geringere Dichte als 2024 und Al-Mg-Sc hat zusätzlich eine exzellente Korrosionsbeständigkeit.

### 6.1.1 Die Legierung 2024

Bei den 2XXX Werkstoffen handelt es sich um Al-Cu-Mg-Legierungen mit einem Kupfer-Gehalt von ca. 4 Gew. % (Abb. 3.4). Die weiteren X beschreiben die Konzentrationen und die Art der weiteren Legierungselementen. Bei der 2024 sind der Aluminiummatrix 4,4 Gew. % (1,99 at. %) Kupfer sowie 1,6 Gew. % (1,8 at. %) Magnesium zulegiert. Im kaltausgelagerten Zustand T3 hat diese Legierung eine mittlere Festigkeit und sehr gute Schadenstoleranz-Eigenschaften bei Ermüdung, Rissfortschritt und Bruchzähigkeit. Die minimale Streckgrenze dieser Legierung liegt bei 300 MPa quer zur Walzrichtung bzw. 315 MPa längs der Walzrichtung. Die minimale Zugfestigkeit quer zur Walzrichtung beträgt 420 MPa, bzw. 430 MPa längs zur Walzrichtung. Die maximale Dehnung beträgt 17 % bzw. 20 % [TEM01].

Der Zustand T3 lässt sich in dieser Legierung durch Lösungsglühen bei 490 °C und anschließendes Abschrecken auf Raumtemperatur erreichen (Abb. 3.4). Das Lösungsglühen dauert so lange, bis ein homogener Mischkristall entstanden ist. Nach dem Abschrecken befindet sich die Legierung im metastabilen Zustand, d.h. es liegt ein übersättigter Mischkristall (super saturated solution; sss) vor. Da die Gleichgewichtslöslichkeit von Cu in Al bei Raumtemperatur nur 0,1 Gew. % beträgt, enthält der abgeschreckte Mischkristall bei der Legierung 2024 das 40fache der Gleichgewichtslöslichkeit an Kupfer. Die Ausscheidung des Kupfers findet schon bei Raumtemperatur statt. Nach vier Tagen Auslagern bei Raumtemperatur lässt sich keine weitere Härtesteigerung feststellen und der Zustand T3 ist erreicht.

In ternären Al-Cu-Mg-Legierungen läuft sowohl der für binäre Al-Cu-Legierungen (Kapitel 3.2.3) typische mehrstufige Ausscheidungsprozess ab, als auch die Bildung von *Guinier-Preston-Bagaryatsky-Zonen* [BAG52] (*GPB-Zonen*) mit erhöhtem Cu- und Mg-Gehalt, aus denen sich im Verlaufe der Auslagerung metastabile  $S'$ (Al<sub>2</sub>CuMg)- und stabile S-Ausscheidungen (Al<sub>2</sub>CuMg) bilden. Die kohärenten GPB-Zonen und semikohärenten  $S'$ -Ausscheidungen sind stäbchenförmig, auf {210}-Ebenen und in <100>-Richtung orientiert. In den kohärenten Teilchen ist ein hoher Grad an atomarer Ordnung vorhanden. Die Auslagerungskinetik ist in einem Flussdiagramm in Abb. 6.1 dargestellt. Durch die im Vergleich zum Aluminium kleineren Cu- und größeren Mg-Atome werden Gitterverzerrungen in der angrenzenden Al-Matrix reduziert. Bei Al-Cu-Mg-Legierungen besitzen die Leerstellen eine hohe Affinität zu den im Aluminium-Wirtsgitter gelösten Mg- und Cu-Atomen. Diese Leerstellen erhöhen die Diffusion

gelöster Legierungsatome bei Raumtemperatur signifikant, so dass eine markante Härtung infolge Kaltauslagerung stattfindet.

Die Legierung 2024 wird im Flugzeug- und Fahrzeugbau für solche Bauteile eingesetzt, bei denen die Ermüdungsbeanspruchung im Zugbereich dominiert, z.B. für die Beplankung von Rumpf und Flügel-Unterseite. Die 1,6 mm dünnen 2024-Außenhautbleche für den Flugzeugrumpf werden mit Reinaluminium walzplattiert, da die Korrosionsbeständigkeit dieser Legierung für die Anwendung im Flugzeugbau nicht ausreicht.

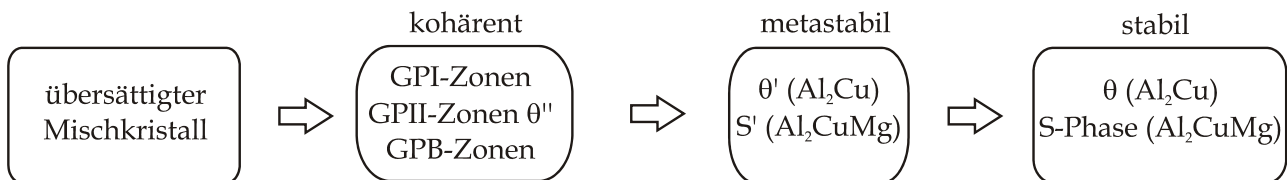


Abb. 6.1: Flussdiagramm der Ausscheidungskinetik der Al-Mg-Cu-Legierung 2024

### 6.1.2 Die Legierung 6013

Der Werkstoff 6013 wurde ursprünglich in den 80er Jahren für den Automobil- und Motorradbau entwickelt. Diese Al-Mg-Si-Cu-Legierung lässt sich ausgezeichnet schweißen und besitzt zudem günstige Strangpress-Eigenschaften. Des Weiteren weist dieser Werkstoff eine im Vergleich zu 2024 um 3 % geringere Dichte auf. Aus diesen Gründen eignet er sich als Alternative für modernere Fertigungsprozesse im Flugzeugbau. Im Vergleich zur 2024 wird diese Legierung im Zustand höchster Festigkeit T6 verarbeitet. Die Härten der beiden Werkstoffe sind dann ungefähr gleich. Die minimale Streckgrenze quer zur Walzrichtung liegt bei 340 MPa, bzw. 360 MPa längs zur Walzrichtung. Die minimale Zugfestigkeiten betragen 395 MPa (quer) und 400 MPa (längs) [TEM01].

Durch das Einbringen zweier Legierungsmetalle in geeigneter Kombination kann die Löslichkeitslinie deutlich anders verlaufen als beim Einbringen eines der beiden Metalle allein. Bei der Legierung 6013 ist zum Aluminium 1 Gew. % (1,11 at %) Magnesium, 0,8 Gew. % (0,77 at %) Silizium und 0,9 Gew. % (0,38 at %) Kupfer zulegiert.

Werden zur Aluminiummatrix Mg-Atome und Si-Atome im Atomverhältnis Mg:Si = 2:1 zulegiert, bildet sich die intermetallische Verbindung Mg<sub>2</sub>Si. Die Löslichkeit des Magnesiums im Aluminium ist in dieser Form stark verringert, da die Mg-Atome dazu neigen, sich in Form von Mg<sub>2</sub>Si auszuschcheiden. Der quasibinäre Schnitt Al-Mg<sub>2</sub>Si im ternären System Al-Mg-Si (Abb. 6.2) zeigt, dass auf der aluminiumreichen Seite die Löslichkeit für Mg<sub>2</sub>Si im α-Mischkristall abnimmt. In diesem Bereich kommt es, im Gegensatz zu den binären Systemen Al-Mg und Al-Si, bei geeigneter Wärmebehandlung zu einer ausgeprägten Teilchenhärtung.

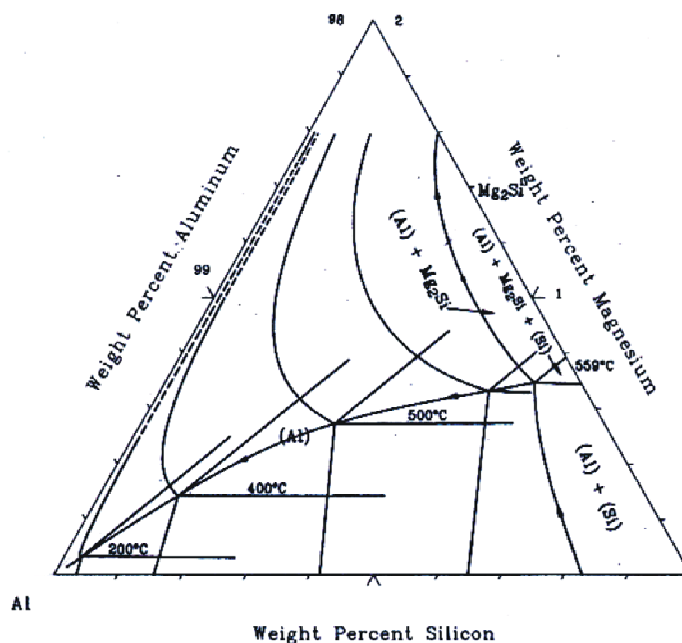


Abb. 6.2: Ausschnitt des Ternäres Phasendiagramm. Dargestellt sind die Solvus-Linien. Unten links steht das reine Aluminium. Die Elemente Silizium (unten rechts) und Magnesium (oben) sind nur bis zu 2 Gew. % dargestellt. An der rechten Achse ist die Lage der intermetallischen Phase  $Mg_2Si$  angegeben [ASM98].

Der Zustand maximaler Festigkeit T6 für den Werkstoff 6013 wird durch Lösungsglühen bei 560 °C, Abschrecken und anschließende Warmauslagerung (4 h bei 190 °C) eingestellt [TEM01].

Die Ausscheidungskinetik in Al-Mg-Si-Legierungen (6XXX-Werkstoffen) lässt sich folgendermaßen beschreiben: Aus dem übersättigten Mischkristall bilden sich bei der Auslagerung zunächst nadelförmige GP-Zonen ( $\beta''$ -Phase) in  $\langle 100 \rangle$ -Richtung der Matrix, die kohärent zum Aluminium-Wirtsgitter sind. Im weiteren Verlauf entstehen metastabile, stäbchenförmige  $\beta'$ -Ausscheidungen, die ebenfalls in  $\langle 100 \rangle$ -Richtung orientiert sind, und schließlich die thermodynamisch stabilen  $\beta$ -Ausscheidungen ( $Mg_2Si$ ) [SAG94]. Die  $\beta$ -Phase ist die stabile Phase im Al-Mg-Si System. Die Form der Ausscheidungen ist rechteckig und plattenförmig bei einer Größe von mehreren 100 nm. Die Dicke der Plättchen beträgt mindestens 10 nm. Die intermetallische Verbindung kristallisiert in der kubischen  $CaF_2$ -Struktur mit einer Gitterkonstanten von  $a = 0,642$  nm. Während die  $\beta'$ -Ausscheidungen semikohärent zum Al-Gitter sind, sind die  $\beta$ -Ausscheidungen inkohärent. Der etwas höhere Cu-Gehalt (im Vergleich zu anderen 6XXX-Legierungen) führt zur Bildung der so genannten  $Q$ -Phase mit der Zusammensetzung  $Al_4Cu-Mg_5Si_4$  [THA94]. Durch die Zugabe von Kupfer können sich geringe Mengen an  $\theta'$ - und  $\theta$ -Ausscheidungen bilden.  $Q$ - und  $\theta$ -Teilchen an den Korngrenzen sind wahrscheinlich für die Tendenz zu interkristalliner Korrosion verantwortlich [ZSC96].

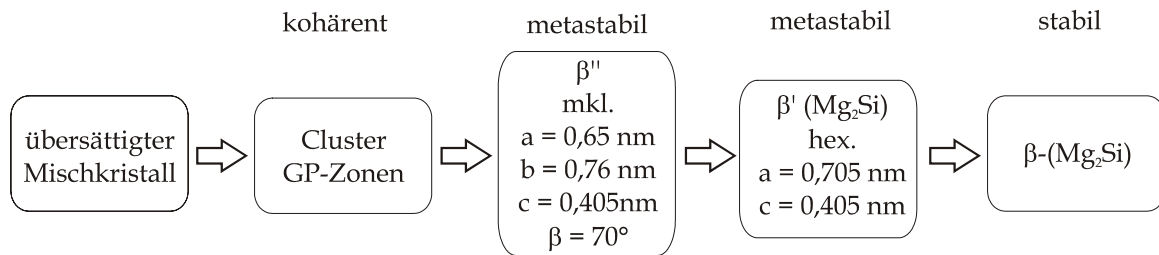


Abb. 6.3: Flussdiagramm der Ausscheidungskinetik der Al-Mg-Si-Legierung 6013.

### 6.1.3 Aluminiumlegierungen unter korrosiven Bedingungen

Bei reinem Aluminium bildet sich auf einer frisch erzeugten Fläche mit dem Sauerstoff der Luft sofort Aluminiumoxid. Diese Passivierung ist chemisch sehr resistent, und erschwert daher die Korrosion. Bei Aluminiumlegierungen kann diese Passivierung wegen der Ausscheidungen nicht über die gesamte Fläche erfolgen, da die an die Oberfläche grenzenden Ausscheidungen keine Passivierungsschicht besitzen. Sie bieten korrosiven Prozessen eine gute Angriffsfläche.

In simulierter Meerwasserlösung (3,5 % ige NaCl-Lösung) zeigen sich bei der Ermüdung große Unterschiede in der Rissausbreitung (Abb. 6.5). Bei der Legierung 6013 stellte sich zum einen eine vermehrte Bildung von Nebenrisen und zum anderen eine Abhängigkeit der Rissausbreitungsgeschwindigkeit von der Frequenz der zyklischen Belastung und dem  $\Delta K$ -Werten heraus (Abb. 6.4)[NOC00].

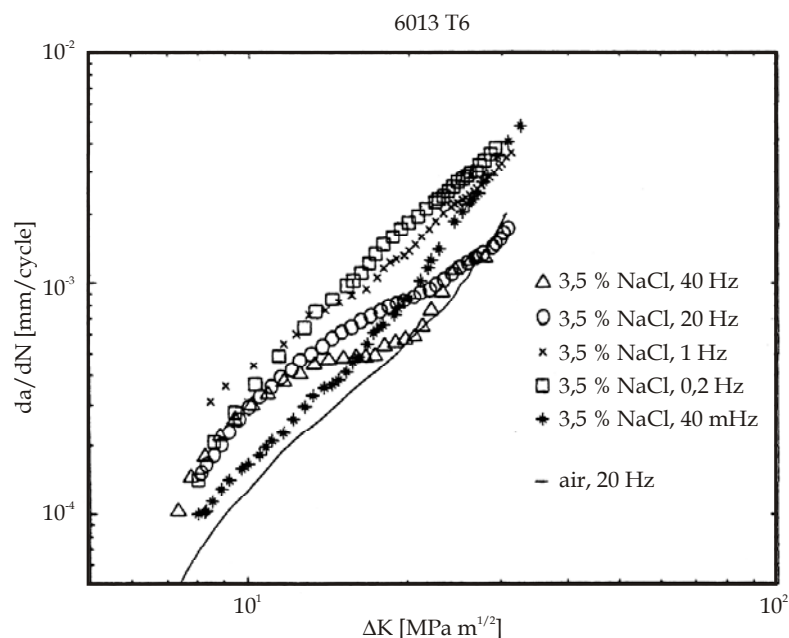


Abb. 6.4: Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit von der Frequenz an Luft und unter korrosiven Bedingungen [NOC00]



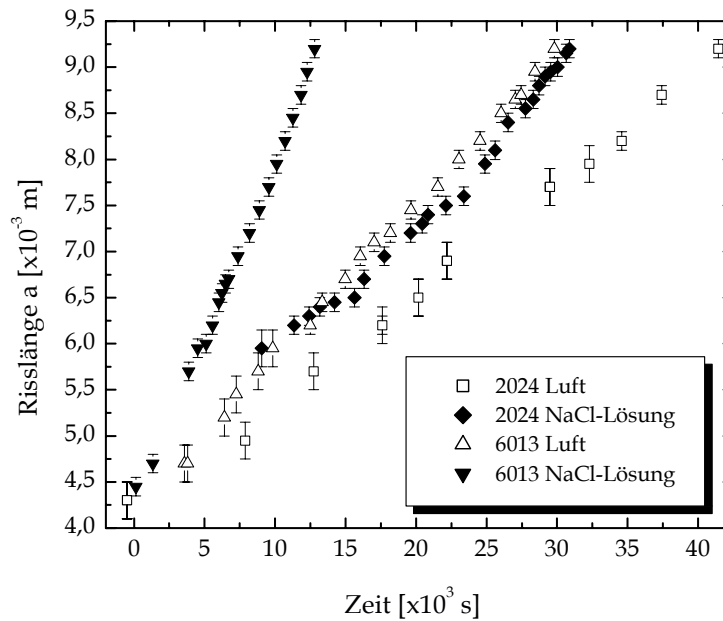


Abb. 6.5: Rissgeschwindigkeiten in den Legierungen 2024 und 6013. Die Ermüdungsrisse wurden an Luft und unter korrosiven Bedingungen im Rahmen eines Zug-Schwell-Versuches erzeugt. Die max. Kraft lag bei 500 N, die min. Kraft bei 50 N. Es wurde mit einer Frequenz von 1 Hz ermüdet [SON02].

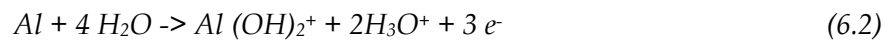
Tabelle 6.1: Rissfortschrittsgeschwindigkeiten der Legierungen 2024 und 6013 an Luft sowie unter korrosiven Medium [SON02].

Legierung	Luft in $\times 10^{-8}$ m/s	Natriumchlorid in $\times 10^{-8}$ m/s
2024	$1,18 \pm 0,02$	$1,57 \pm 0,04$
6013	$1,66 \pm 0,02$	$3,76 \pm 0,06$

Von Haase et al. gemessene Härteänderungen im Risspitzengebiet werden von ihnen als Wasserstoffversprödung interpretiert. Die von ihnen beobachtete Wasserstoffaufnahme im Risspitzenbereich ist frequenzabhängig. Wasserstoffversprödung in Verbindung mit einer anodischen Auflösung kontrolliert das Ermüdungsverhalten der Legierung 6013 in chloridhaltiger Umgebung. Es wurden sowohl Auflösungserscheinungen infolge Korrosionselementbildung an der Legierung 6013 T6 am Matrixmaterial entlang von Gleitbändern als auch an der Risspitze und in der Umgebung inkohärenter Ausscheidungen festgestellt [HAA01]. Bei der Rissausbreitung in korrosiven Medium (3,5 %ige NaCl-Lösung; pH-Wert  $\sim 6$ ) finden verschiedene chemische Reaktionen statt:

Wenn Wasserstoff bei einer chemischen Reaktion in atomarer Form entsteht, kann er durch Absorption und Diffusion in die plastische Zone vor der Risspitze transportiert werden. Bei der zyklischen Beanspruchung der Legierung 6013 T6 kommt es bei jedem mechanischen Zyklus zur Bildung einer neuen aktiven metallischen Oberfläche. Die Reaktion des Elektrolyten mit dieser Fläche hat eine anodischen Auflösung des

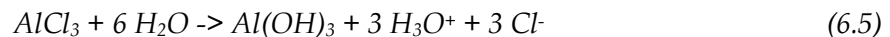
Aluminiums im Risspitzenbereich zur Folge. Unter dem Einfluss von Chloridionen resultiert aus dieser Reaktion eine Freisetzung von Wasserstoff. Gleichzeitig finden an der restlichen Rissoberfläche anodische Reaktionen statt, die zur Hydroxidbildung, einer Passivierung der Oberfläche und der daran gekoppelten Wasserstoffentstehung führen. Nur der an der frisch erzeugten Oberfläche auftretende Wasserstoff kann während der zyklischen Belastung ins Material transportiert werden, und dort eine Veränderung verursachen. Durch diesen Mechanismus wird auch die Frequenzabhängigkeit der Ermüdung in chloridhaltiger Umgebung plausibel [HAA01]. In sauren Elektrolytlösungen folgt die Aluminiumauflösung den bekannten Gleichungen:



In chloridhaltigen Medien ist in stark sauren Lösungen eine Auflösung nach



möglich. Das Korrosionsprodukt  $AlCl_3$  wird aufgrund seiner leichten Löslichkeit unter Bildung von  $Al(OH)_3$  umgesetzt.

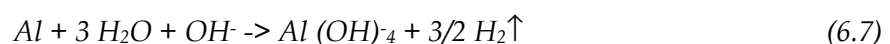


Die entstehenden Wasserstoffionen stehen in direktem Kontakt mit dem Metall und erhalten von ihm die Elektronen für die Bildung von atomarem Wasserstoff.



Die Chloridionen stellen bei diesem Prozess die „Brücken“ zum Wasserstoffeintritt in die Aluminiumlegierung dar.

Diese Reaktionen wiederholen sich während des Rissfortschrittes laufend, so dass es an den Rissflanken zu einer Alkalisierung kommt, bei der sich die Aluminiumlegierung 6013 entsprechend der Bruttogleichung



auföst. Die beiden beschriebenen Reaktionen werden zusätzlich überlagert von der örtlichen Durchbrechung der Passivschicht – vorrangig an den Ausscheidungen der Legierung. Je nach Charakter der vorhandenen Ausscheidung können diese entweder edler oder unedler als die Matrix sein. Im Falle edlerer Ausscheidungen bilden diese die Kathoden eines Korrosionselementes, und es löst sich die benachbarte Aluminiummatrix auf. Dieser Prozess schreitet solange fort, bis die edleren Teilchen aus der Oberfläche herausfallen. Solange diese Teilchen mit der Matrix leitend verbunden sind, können an ihrer Oberfläche zusätzlich kathodische Prozesse ablaufen, z.B. die Reduktion des im Elektrolyten gelösten Sauerstoffs nach



Durch diese Reaktion wird ein zusätzlicher Beitrag zur pH-Wert-Änderung der Risspitze im Sinne der Spaltkorrosion geleistet. Da die elektrochemischen Korrosionsreaktionen an der Risspitze vom pH-Wert der Elektrolytlösung abhängig

sind, ergibt sich eine Diffusions- und damit Zeitabhängigkeit für die Wasserstoffaufnahme in die Aluminiumlegierung.

Bei sehr niedrigen Belastungsfrequenzen von ca. 0,1 Hz dominiert die Auflösung des Aluminiums unter Bildung von vorrangig Aluminiumhydroxid (Alkalisierung des Elektrolyten). Unter diesen Bedingungen stellt sich eine Auflösung entsprechend Gleichung 6.7 ein, wobei molekularer Wasserstoff entsteht. Da in solch einem Fall die Verfestigung vor der Rissspitze klein ist [HAA01], dringt anscheinend nur wenig oder kein Wasserstoff in den Werkstoff ein.

Nimmt die Frequenz Werte um 1 Hz an, ist der Elektrolyt-Austausch nicht mehr gegeben. Der pH-Wert des Elektrolyten vor der Rissspitze wird kleiner und es entsteht atomarer Wasserstoff, der in Zonen erhöhter Versetzungsdichte in den Werkstoff diffundieren kann.



## 7 UNTERSUCHUNGEN DER LEGIERUNGEN 2024 UND 6013

Die Methode der Dopplerverbreitungsspektroskopie liefert materialspezifische Werte. Um einen Vergleich der beiden Legierungen miteinander zu vereinfachen, werden sowohl die Werte der Legierung 2024 als auch der Legierung 6013 auf einen Referenzwert bezogen. In dieser Arbeit dient reines Aluminium 99,999 % (Al5N) als Referenz. Um einen Vergleich von Messungen an verschiedene Detektoren und Messanordnungen, wie z.B. der Positronenmikrosonde und dem „Topf“ zu ermöglichen, wurde die Kanalbreite und die Energiekalibrierung des MCA aneinander angepasst.

### 7.1 Chemische Umgebung in Al-Legierungen

Die *chemische Umgebung* des Zerstrahlungsortes wird durch die Überlagerung der Wellenfunktion der Positronen mit den Rumpfelektronen am Annihilationsort bestimmt (Kapitel 4.4.2).

Aufgrund der unterschiedlichen Legierungselemente besitzen die beiden untersuchten Aluminiumlegierungen im Bulk sehr unterschiedliche S-Parameter. Ist die Positronen-Affinität  $A$  der Ausscheidungen größer als die der umgebenden Al-Matrix, so können Positronen innerhalb einer kohärenten Ausscheidung eingefangen werden [BIS96]. Die zulegierten Elemente besitzen alle eine signifikant größere Positronen-Affinität  $A$  als das reine Aluminium [PUS89]. Die Ausscheidungen stellen somit ein attraktives Potential für die Positronen dar. Als Beispiel sei  $A_{Mg} - A_{Al} = -1,77$  eV und  $A_{Cu} - A_{Al} = -0,40$  eV [STA00] genannt.

Falls die Ausscheidungen in der Al-Matrix so fein verteilt sind, dass die Abstände zwischen ihnen kleiner als die Diffusionslänge der Positronen ( $a_+$ ) sind, findet ein kompletter Einfang der Positronen an und in den Ausscheidungen statt [DLU79][DLU81].

Liegen alle Ausscheidungen vollkohärent vor, wie z.B. in Al-Zn-Legierungen [DLU81][KRA85], so liegt die Elektronendichte zwischen der der Al-Matrix und derjenigen des zulegierten Elementes. ( $\tau_{Al} = 158$  ps;  $\tau_{Zn} = 137$  ps;  $\Rightarrow \tau_{Al-Zn} = 153$  ps)

In teil- und inkohärenten Ausscheidungen wurden hingegen Positronenlebensdauern wie für Leerstellen in der Aluminiummatrix von  $\tau_{VAl} = 240$  ps gefunden [KRA85] [DLU85].

Der S-Parameter einer Legierung wird durch die Fremdatome bestimmt. Der Aluminium-Bulkwert wird von den Annihilationssignalen der Legierungsatome überlagert. Aus dem Hochimpulsteil der Annihilationsspektren lässt sich die chemische

Umgebung des Annihilationsortes (trapping center) ableiten. Deshalb ist es sinnvoll die S-Parameter bzw. die Impulsverteilung der reinen Legierungselemente zu betrachten. Hierdurch lässt sich qualitativ der S-Parameter der unverformten AA2024 und AA6013 im Vergleich zu unverformtem Aluminium erklären. Die Form der relativen Impulsverteilungskurve liefert Information über den Einfluss der Legierungselemente Kupfer, Magnesium, Silizium und Aluminium sowie über die Deformation.

Die Spektren wurden mit 1,89 MeV Positronen ( $^{68}\text{Ge}$ -Quelle) im „Positronen-Topf“ aufgenommen. Jedes Spektrum hat im 511 keV-Peak 63 Mio. Ereignisse. Die hohe Statistik ermöglicht eine Untersuchung bis zu höheren Energien im Bereich von 518 keV bzw. bis zu höheren Impulsen von  $35 \times 10^{-3} m_0c$ .

Tabelle 7.1 zeigt die auf reines Aluminium bezogenen S-Parameterwerte der Legierungen AA2024 und AA6013 im Zustand („ab Werk“), sowie die S-Parameter der einzelnen Legierungselemente.

*Tabelle 7.1: S-Parameter der Legierungen AA2024 und AA6013 im unverformten Zustand, sowie die S-Parameter der unverformten Legierungselemente. Gemessen mit  $^{68}\text{Ge}$  im „Positronen-Topf“*

	<i>Al-Referenz</i>	<i>Cu-Referenz</i>	<i>Mg-Referenz</i>	<i>Si-Referenz</i>	<i>AA2024</i>	<i>AA6013</i>
$S/S_{\text{Al}}$	1	0,821	1,094	1,007	1,001	1,025

Zunächst zeigt sich, dass der S-Parameter der Legierung 6013 im Vergleich zur Legierung 2024 durch die unterschiedlichen Legierungselemente um ca. 2,5 % höher ist. Ein Vergleich mit den S-Parameterwerten der Legierungselemente gibt zunächst nur eine tendenzielle Abschätzung ihres Einflusses. In der Legierung 2024 sind ca. 4,4 Gew. % (1,99 at. %) Kupfer und ca. 1,6 Gew. % (1,8 at. %) Magnesium zulegiert. Kupfer besitzt einen S-Parameter von 0,82 und Magnesium von 1,09. Der S-Parameter der Legierung liegt bei ca. 1. Da durch die Ausscheidungen (teilkohärent/kohärent) das Gitter der Aluminiummatrix gestört ist, sollte der S-Parameter höher liegen, als der des undeformierten reinen Aluminiums. Durch den hohen Kupferanteil in dieser Legierung liegt der S-Parameterwert jedoch tiefer als erwartet.

Die Legierungselemente in 6013 sind Magnesium mit ca. 1 Gew. % (1,11 at. %), Silizium mit ca. 0,8 Gew. % (0,77 at. %) und Kupfer mit ca. 0,9 Gew. % (0,38 at. %). Der leicht höhere S-Parameter Wert der Legierung von ca. 1,025 lässt sich durch den Einfluss von Magnesium und Silizium erklären.

Die folgenden Spektren zeigen die normierten Impulsverteilungen der Legierungen 2024 (Abb. 7.1) bzw. 6013 (Abb. 7.2) im Vergleich zu ihren jeweiligen Legierungskomponenten.

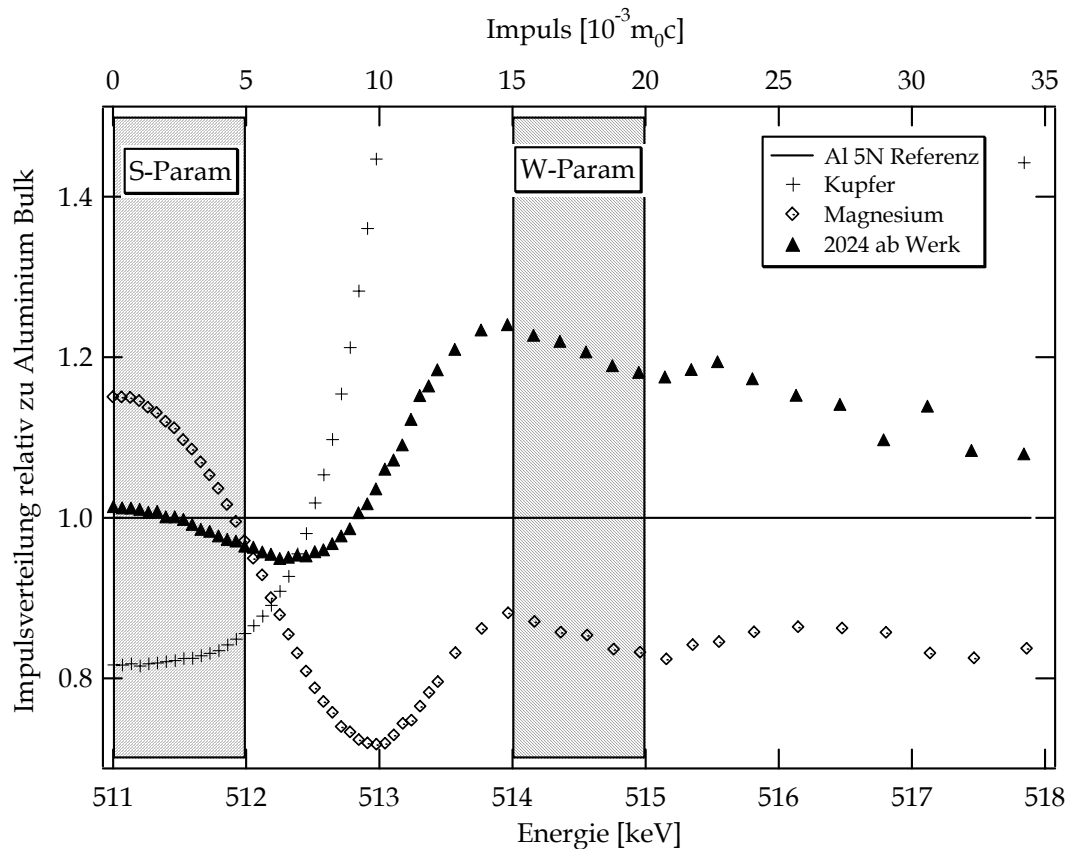


Abb. 7.1: Impulsverteilung der Legierung 2024 bezogen auf reines undeformiertes Aluminium; Dargestellt ist die Impulsverteilung der Legierung 2024, von Kupfer (die Kurve hat ein Maximum bei ca.  $y = 3$ ) und von Magnesium. Die schraffierten Fenster zeigen die Bereiche, die den S- bzw. W-Parameter bestimmen.

Kupfer liefert durch seine vorhandenen d-Elektronen einen höheren Beitrag im Impulsbereich von  $8$  bis  $30 \times 10^{-3} m_0c$ . Die Impulsverteilung von Kupfer weicht somit stark von den Impulsverteilungen der anderen Elementen ab [BIA01].

Durch Einbringen von Defekten mit offenen Volumen steigt der S-Parameter an während der W-Parameter sinkt (Kapitel 4.3). Der relativ hohe Anteil Kupfer in der Legierung 2024 bewirkt einen Anstieg im W-Parameter bzw. die relative Impulsverteilung zu höheren Energien liegt im positiven Bereich. Es zeigt sich deutlich der Einfluss des Kupfers. Die lokalen Minima bei ca.  $512,5$  keV und ca.  $515$  keV können auf den Einfluss des Magnesiums zurückzuführen sein (Abb. 7.1).

Bei der Legierung 6013 ist dagegen der Einfluss des Kupfers wesentlich geringer (Abb. 7.2). Der Kupferanteil in dieser Legierung liegt bei  $0,9$  Gew. % ( $0,38$  at. %). Anders als bei der Impulsverteilung von 2024 zeigt sich hier ein stärkerer Einfluss des Magnesiums.

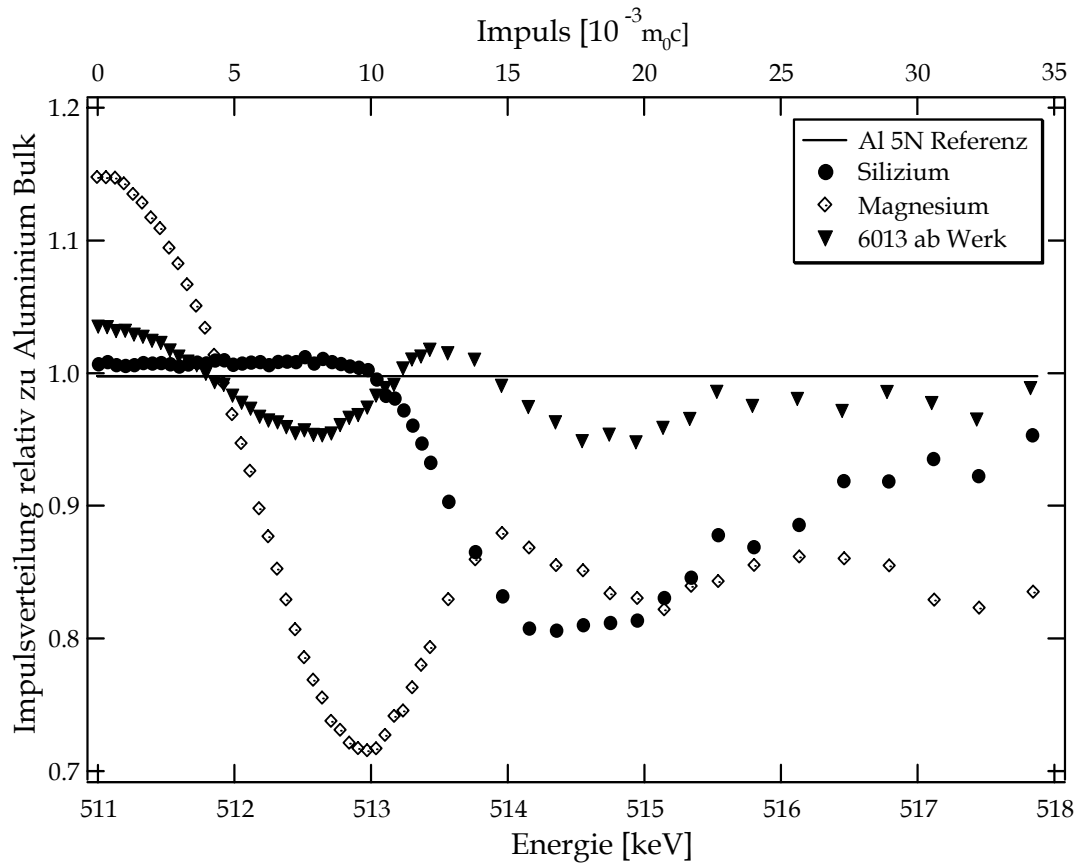


Abb. 7.2: Impulsverteilung der Legierung 6013: Dargestellt ist die Impulsverteilung der Legierung 6013, sowie die von Silizium und Magnesium. Gemessen wurde mit dem Isotop  $^{68}\text{Ge}$  im „Positronen-Topf“.

Ein Einfluss des Siliziums in der ausgelagerten Legierung 6013 (T6) wird durch die leichte Verschiebung des Minimums von 515,16 keV nach 514,5 keV angedeutet.

## 7.2 Herstellen eines Probenstandards

Die Flugzeugbleche werden während des Herstellungsprozesses zunächst gewalzt, dann, wie oben schon beschrieben, lösungsgeglüht und anschließend abgeschreckt. Um die Unebenheiten, die beim Abschrecken entstanden sind, zu beseitigen, werden die Bleche im noch nicht ausgehärteten Zustand gereckt ( $\epsilon < 1,5\%$ ). Nach mindestens 4 Tagen (AA2024) bzw. nach 4 h bei  $190\text{ }^\circ\text{C}$  (AA6013) haben sie schließlich den Verarbeitungszustand erreicht. Dieser ist durch den Härtegrad definiert.

Da Messungen von Fehlern durch das Recken überlagert werden, ist ein möglichst fehlerfreier Materialzustand nötig, um einen Einfluss durch die plastische Deformation auszuschließen. Aus diesem Grund wurden die gewalzten Bleche nach dem Fräsen und Polieren der Proben erneut lösungsgeglüht, abgeschreckt und ausgelagert.

Das Lösungsglühen fand in einem vertikal gestellten einzonigen Rohrofen unter  $\text{Ar } 98\% / \text{H}_2 2\%$  Atmosphäre statt. Die Proben wurden mit Hilfe eines Magneten von



außen in der heißen Zone des Ofens gehalten. Um möglichst schnell abzuschrecken, wird der Magnet entfernt und die Probe fällt in ein Gefäß mit Wasser, welches während des Heizvorganges als Waschflasche fungiert. Durch diese Behandlung wurde ein definierter und reproduzierbarer Probenstandard mit bekannter Verformung hergestellt.

### 7.2.1 Ergebnisse Probenstandard

Der S-Parameter der Dopplerverbreiterung der Aluminiumlegierungen 2024 sowie 6013 wurde vor dem Lösungsglühen und anschließend während des Auslagerns gemessen. Hierfür wurde der Positrontopf mit der  $^{68}\text{Ge}$ -Quelle sowie die Positronenmikrosonde mit Heiztisch verwendet. Die Eindringtiefen der Positronen sind sehr unterschiedlich (Abb. 4.2).

Die Härte wurde zusätzlich mit einem Mikrohärteprüfer der Firma Shimazu (Modell HMV-M3) gemessen. Als Eindringkörper dient eine Vickerspyramide, die mit einem Gewicht von 300 g, d.h. mit 2,94 N auf der Probe aufliegt (HV0,3).

#### Legierung 2024

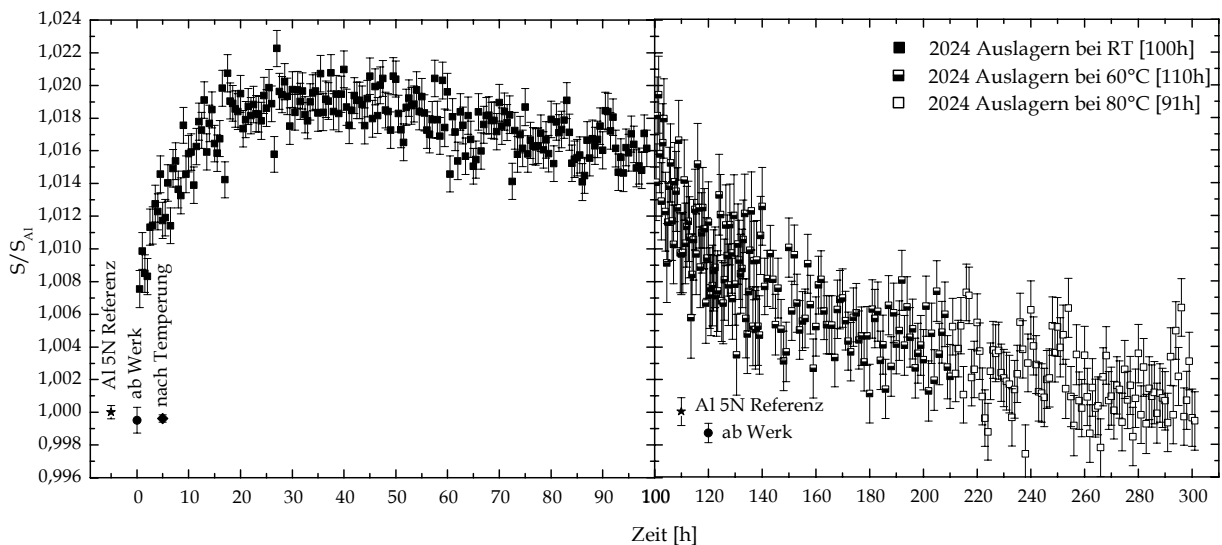


Abb. 7.3: Auslagerung der Legierung 2024: die Probe wurde bei 490°C 15 min lösungsgelöst und anschließend in einem Wasserbad auf RT abgeschreckt. Während der Auslagerungszeit wurde die Veränderung des S-Parameters gemessen. Links: mit  $^{68}\text{Ge}$  im „Topf“ bei RT. Rechts: mit 30keV Positronen in der Positronenmikrosonde, in-situ zunächst bei 60°C und anschließend bei 80°C

Anhand von Abb. 7.3 zeigt sich, dass der S-Parameter nach dem Lösungsglühen zunächst einmal ansteigt, um dann wieder auf den Ausgangswert („ab Werk“) zu sinken. Die Temperung bei 60°C sowie bei 80°C beschleunigt den Auslagerungs-

vorgang, während die Mikrostruktur, d.h. Verteilung und Größe der Ausscheidungen nicht beeinflusst wird (Kapitel 3.2.3).

Während des Lösungsglühens ist die Legierung im thermischen Gleichgewicht und entsprechend Gleichung (2.1) befinden sich ca.  $7,5 \times 10^{-5}/\text{at}$  thermische Leerstellen in der Aluminiummatrix. Direkt nach dem Abschrecken befindet sich das System nicht mehr im thermischen Gleichgewicht und die überschüssigen Leerstellen (ca.  $1 \times 10^{-5}/\text{at}$ ) sind in der Aluminiummatrix instabil. Im reinen Aluminium lassen sich die Leerstellen aufgrund ihrer schnellen Diffusion bei RT nicht mehr beobachten. In der Legierung hingegen bilden sich Leerstellen-Fremdatom-Komplexe mit Kupfer, Magnesium oder Silizium. Diese führen zu einem leichten Anstieg des S-Parameters direkt nach dem Abschrecken [SOM99]. Durch die „eingefangenen“ Leerstellen ist die nötige Diffusion der Legierungselemente für den Ausscheidungsprozess auch bei RT gewährleistet. Leerstellen in der Aluminiummatrix besitzen eine Wanderungsenthalpie von  $E_V^M \approx 0,6 \text{ eV}$  und sind schon bei  $\approx 200\text{K}$  beweglich [FLU78][HAN84].

Messungen der Positronen Lebensdauer während der Auslagerung dieser Legierung zeigen ausschließlich einen exponentiellen Abfall [DUP98][SOM99], der die Abnahme des offenen Volumens während der Ausscheidungsbildung zeigt. Dieses gegensätzliche Verhalten der mittleren Positronenlebensdauer  $\bar{\tau}$  und des S-Parameters in Al-Cu-Legierungen ist nicht ungewöhnlich [GLÄ92]. Dupasquier beschreibt diesen Abfall als diffusionskontrolliertes Wachstum, bei dem sich die Legierungselement-Leerstellen Komplexe durch Diffusionsprozesse zunächst zu vielen kleinen kohärenten einlagigen Kupferschichten in der Aluminiummatrix zusammen lagern.

Diese Cu-Cluster wachsen im Verlauf der Aushärtung zunächst zu mehrlagigen kohärenten Schichten weiter. Später bilden sich teilkohärente  $\theta'$ -Phasen. Die Ausscheidungen in der Legierung 2024 besitzen eine Größe von 2 - 3 nm [TEM01].

Im Gegensatz dazu zeigt sich bei den Positronen Dopplermessungen in den ersten 20 Stunden nach dem Abschrecken zunächst ein Anstieg des S-Parameters auf ein Maximum von 1,020 und erst anschließend beginnt der exponentielle Abfall (Abb. 7.3) (Abb. 7.5). Dieser Unterschied lässt sich durch den Einfluss der chemischen Umgebung erklären. Die Betrachtung der Impulsverteilung während der Auslagerung bei RT zeigt, dass nach 7 h sowie nach 40 h Auslagerung der Einfluss des Magnesiums zunächst zunimmt und erst nach längerer Auslagerung die Signatur des Kupfers dominanter wird (Abb. 7.4). Nach dem Abschrecken bilden sich überwiegend Mg-Leerstellen-Komplexe [SOM99]. Diese verursachen einen Anstieg des S-Parameters, während Leerstellen am Kupfer einen niedrigeren S-Parameter verursachen würden (Tabelle 7.1)(Abb. 7.2). Im weiteren Verlauf der Auslagerung nimmt der Einfluss des zulegierten Kupfers zu, d.h. im Hochimpulsteil steigt der Ratio-to-Bulk Wert auf über 1,2 an. Der S-Parameter geht dabei auf den Wert „ab Werk“ zurück.

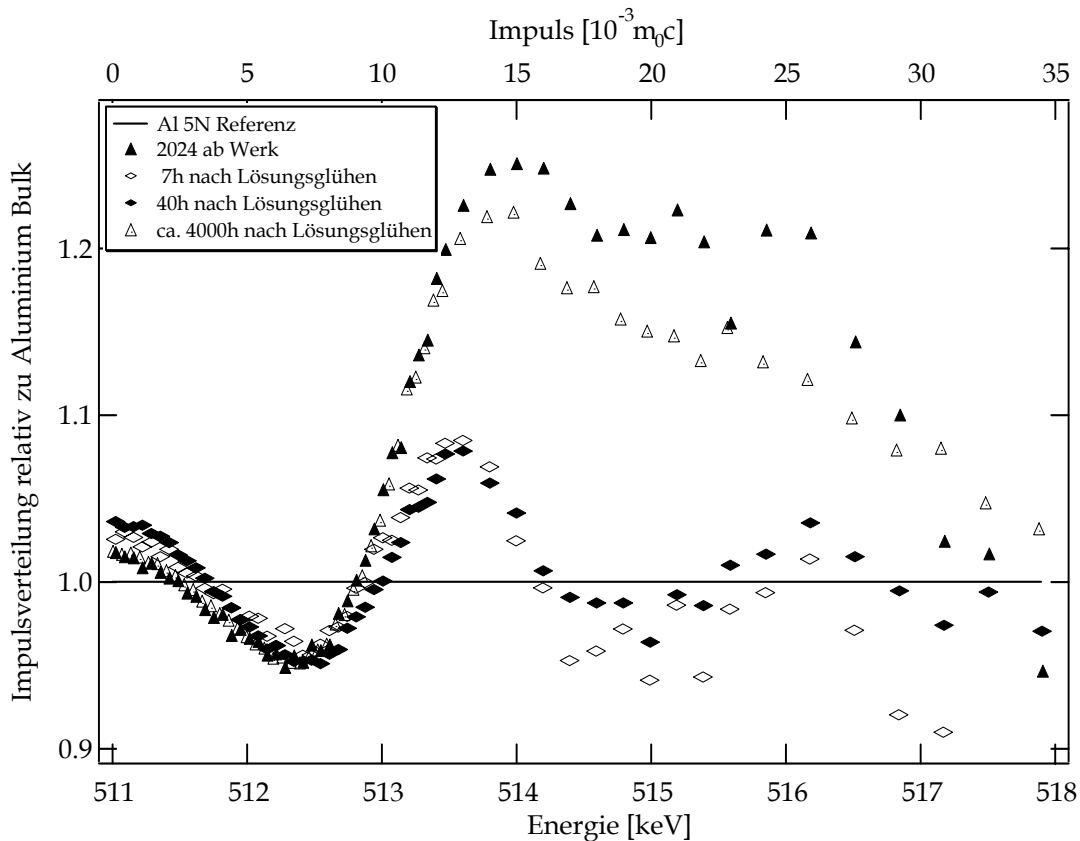


Abb. 7.4: Impulsverteilung der Legierung 2024: ab Werk, 7 h bzw. 40 h nach dem Abschrecken und nach ca. 4000 h Auslagerung.

Gegenläufige Tendenzen von S-Parameter und der mittleren Lebensdauer wurden in der Legierung 2024 schon von Dlubek [DLU86] gefunden und sind auf die Sensitivität der Positronen Dopplermessung auf die chemische Umgebung zurückzuführen.

Die nachfolgende Abb. 7.5 zeigt den Anstieg der Festigkeit im Verlauf des Aushärtungsprozesses. Analog zum Anstieg des S-Parameters findet innerhalb der ersten 20 h auch die größte Steigerung der Härte statt. Im weiteren Verlauf der Auslagerung steigt die Vickershärte nur noch gering an. Nach der angegebenen Auslagerungszeit von ca. 96 h besitzt die Probe eine Härte von ca. 130 HV<sub>0,3</sub>. Die in der Literatur angegebene Brinellhärte für die Legierung 2024 liegt bei 120 HB (500 kg Last; 10 mm Kugel) [ASM98], was ungefähr einer Vickershärte von ca. 130 HV entspricht [BOS99]. Der Zustand T3 ist nach 4 Tagen erreicht. Nach ca. 3000 h bei RT ist der S-Parameter auf 1,010 abgefallen, während die Härte leicht auf 135 HV<sub>0,3</sub> angestiegen ist. Es zeigt sich, dass die Proben „ab Werk“ längere Zeit gelagert wurden, denn erst nach mindestens viermonatiger Lagerung der Probe ist der Wert des S-Parameter identisch mit dem der Probe „ab Werk“.

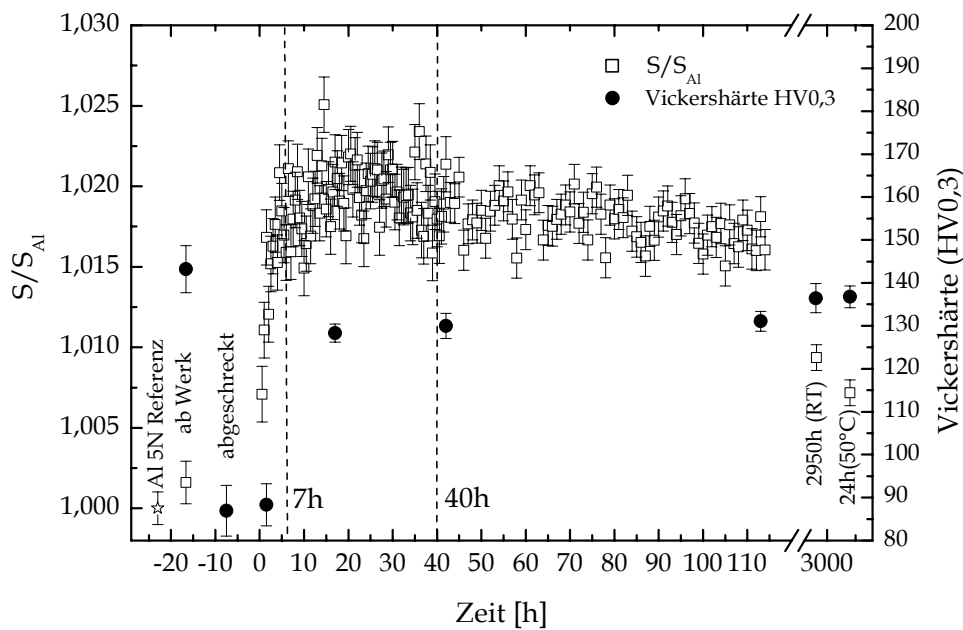


Abb. 7.5: Ausscheidungshärtung der Legierung 2024 bei Raumtemperatur. Der S-Parameter wurde direkt nach dem Abschrecken von 490 °C auf RT mit  $^{68}\text{Ge}$  (linke Ordinate) in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Analog wurde die Vickershärte während des Auslagerungsprozesses überprüft (rechte Ordinate). Linien bei 7 h und 40 h nach dem Abschrecken zeigen den Zustand des S-Parameters bei der Analyse der Impulsverteilung (Abb. 7.4)

### Legierung 6013

Die Legierung 6013 wird warm ausgelagert, um den Zustand maximaler Festigkeit T6 zu erreichen. Diese Auslagerung wurde mittels des Heiztisches mit der Positronenmikrosonde in-situ untersucht. Die Ausscheidungen in der Legierung 6013 T6 besitzen eine Größe von 20 - 30 nm [TEM01]. Auch hier bilden sich zunächst kohärente und später teilkohärente Ausscheidungen.

Der Verlauf des S-Parameters während der Auslagerung zeigt Ähnlichkeiten zur Auslagerung der Legierung 2024. Ein zunächst kleinerer Anstieg und ein anschließender Abfall ist in der Abb. 7.6 zu erkennen. Die Ansprechschwelle der Positronen für thermisch gebildete Leerstellen in reinem Aluminium liegt bei ca. 200 °C [WID99]. Bei einer Messtemperatur von 190 °C ist also ein Einfluss thermischer Leerstellen nicht auszuschließen.

Nach 250 Minuten bei 190 °C steigt der S-Parameter wieder leicht an. Nachdem die Probe wieder auf 20 °C abgekühlt ist, sinkt der S-Parameterwert auf den Wert des Ausgangszustandes und der Zustand T6 der Legierung 6013 ist eingestellt. Der Anstieg zu längeren Auslagerungszeiten deutet auf einen Temperatureffekt hin. Aufgrund der Temperatur von 190 °C können sich thermische Leerstellen gebildet haben, die den S-Parameter erhöhen. Eine weitere Ursache für diesen Effekt sind flache Potentiale bzw. Haftstellen.

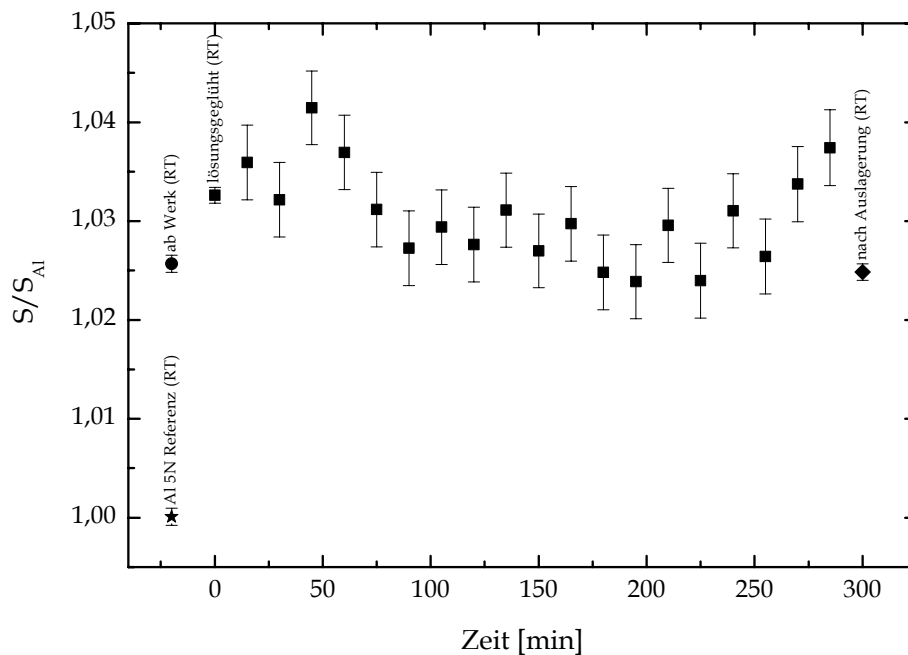


Abb. 7.6: Auslagerungsprozess der Legierung 6013 in-situ bei 190 °C: Die Probe wurde nach dem Lösungsglühen bei 560 °C, auf RT abgeschreckt und in der Positronenmikrosonde vor der Auslagerung gemessen. Anschließend wurde bei einer Messtemperatur von 190 °C, 300 min der S-Parameter gemessen. Nachdem die Probe wieder auf RT abgekühlt war, wurde erneut der S-Parameter bei RT bestimmt.

Die während der Auslagerung gebildeten kohärenten Ausscheidungen fungieren als flache Haftstellen für die Positronen (Abb. 4.6), so dass bei 190 °C im thermischen Gleichgewicht befindliche Positronen ( $E_{\text{kin}} \approx 62 \text{ meV}$ ) mit geringerer Wahrscheinlichkeit in diesen flachen Haftstellen zerstrahlen. Nach 250 Minuten haben sich teilkohärente Ausscheidungen gebildet. Diese besitzen ein tieferes Einfangpotential, so dass die Positronen ( $E_{\text{kin}} \approx 62 \text{ meV}$ ) mit größerer Wahrscheinlichkeit dort eingefangen werden und zerstrahlen. Daraus ergibt sich ein leicht erhöhter S-Parameter.

In der folgenden Abb. 7.7 ist zusätzlich zum S-Parameter der Verlauf der Härtesteigerung in Form der Vickershärte (HV<sub>0,3</sub>) dargestellt. Die Probe wurde nach jeweils einer Stunde bei 190 °C abgeschreckt. Die einzelnen Auslagerungsstufen wurden bei 20 °C mit <sup>68</sup>Ge gemessen. Nach einer Stunde bei 190 °C steigt die Härte von 50 HV<sub>0,3</sub> auf ca. 120 HV<sub>0,3</sub> und nach insgesamt zwei Stunden weiter auf ca. 130 HV<sub>0,3</sub>. Der S-Parameter zeigt einen ähnlichen Verlauf wie bei der in-situ Messung mit dem Unterschied, dass hier kein direkter thermischer Einfluss gemessen wird.

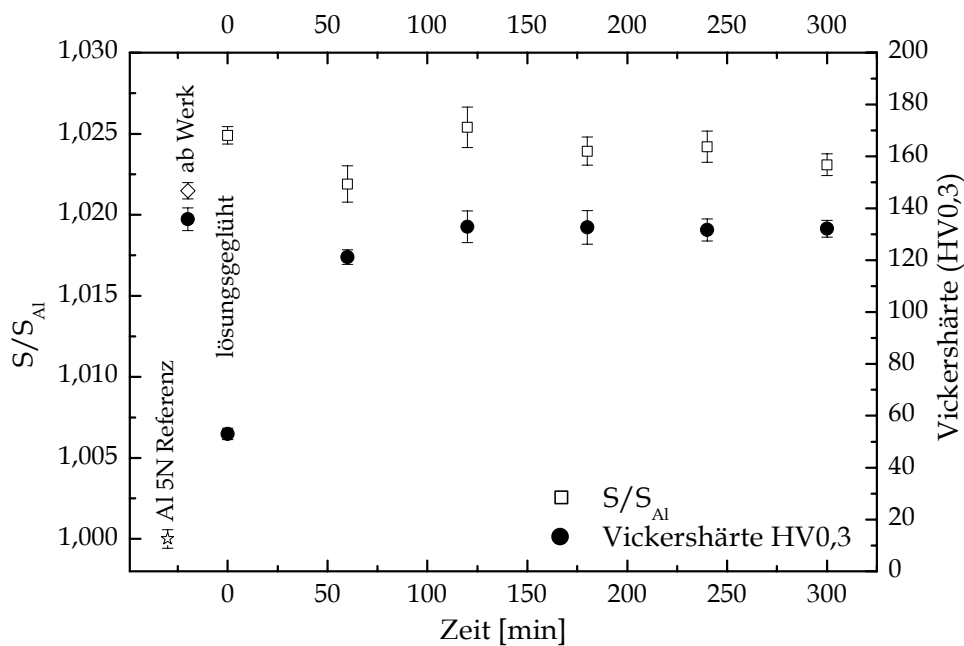


Abb. 7.7: Auslagerung der Legierung 6013: Diese Probe wurde schrittweise ausgelagert. Nach dem Lösungsglühen und Abschrecken wurde jeweils eine Stunde bei 190 °C getempert und anschließend abgeschreckt. Nach jedem Heizschritt wurde sowohl der S-Parameter als auch die Vickershärte bei RT gemessen.

Bei der Betrachtung der Impulsverteilung (Abb. 7.8) zu verschiedenen Stadien der Auslagerung zeigt sich ein signifikanter Einfluss des Siliziums nach dem Abschrecken. Bei der lösungsgeglühten Probe erfolgt nach dem Durchlaufen des Maximum bei 513,6 keV ein steilerer Abfall als bei den ausgelagerten Proben. Das ebenfalls tiefer liegende Minimum bei 514,79 keV könnte darauf hindeuten, dass die thermischen Leerstellen nach dem Abschrecken an Siliziumatomen (Minimum bei ca. 514,36 keV) gebunden sind. Theoretische Berechnungen von Silizium und Magnesium in Aluminium haben ergeben, dass überschüssige Leerstellen bevorzugt eine stabile Verbindung mit den Silizium- und Magnesiumatomen in der Aluminiummatrix eingehen [ALA02]. Die Berechnungen zeigen, dass Si-Si-Verbindungen sowie Mg-Mg-Verbindungen energetisch ungünstig sind, da sie jeweils substitutionel, d.h. auf Gitterplätzen in der Al-Matrix eingebaut werden. Somit sind kohärente Ausscheidungen ohne assoziierte Leerstellen nicht möglich.

Die Begründung folgt aus den Diffusionsdaten der Fremdatome in der Aluminiummatrix. Diese in Tabelle 3.1 angegebenen Werte gelten im thermischen Gleichgewicht. Die Aktivierungsenthalpien für die Diffusion von Aluminium und von Silizium in Aluminium sind nahezu identisch, wohingegen die Enthalpien von Kupfer und Magnesium jeweils größer sind. Ist die Diffusion eines Atoms in der Matrix bevorzugt, so bedeutet dies, dass die Aufenthaltswahrscheinlichkeit von thermischen Leerstellen um dieses Atom größer ist. Wird das System durch Abschrecken eingefroren, erhöht sich demnach die Wahrscheinlichkeit der Bildung von Leerstellen-Fremdatom Komplexen mit diesen Fremdatomen [SOM99].

In der Legierung 2024 lässt sich dies ebenfalls beobachten. Dort besitzt Magnesium eine niedrigere Aktivierungsenthalpie für die Diffusion in der Al-Matrix als Kupfer. Aus diesem Grund zeigt sich zu Beginn der Auslagerung eine stärkere Magnesium Signatur (Abb. 7.4).

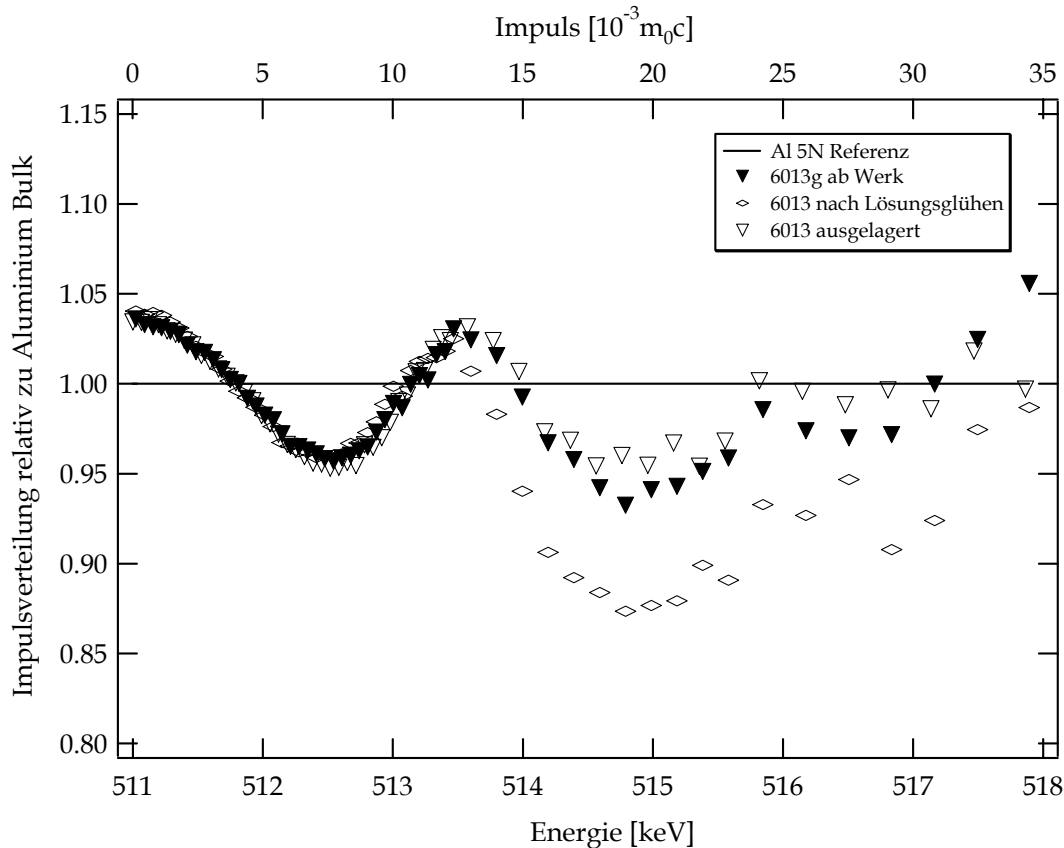


Abb. 7.8: Impulsverteilung der Legierung 6013: „ab Werk“, im lösungsgeglühten Zustand und ausgelagert.

Durch das Abschrecken der lösungsgeglühten Legierungen auf  $20\text{ °C}$  werden die Überschussleerstellen mit größerer Wahrscheinlichkeit an Fremdatome mit den größeren Diffusionskoeffizienten bzw. der geringsten Aktivierungsenthalpie gebunden.

Es zeigt sich, dass durch das Recken der Bleche direkt nach dem Lösungsglühen keine mit Positronen nachzuweisende Schädigung erfolgt, da in den erneut ausgelagerten Legierungen kein Unterschied zum S-Parameter „ab Werk“ beobachtet werden kann. Der Reckgrad ist so gering, dass die Ansprechschwelle der Positronen nicht erreicht wird. Die Ansprechschwelle der Positronen auf Deformationen in reinem Aluminium (Al5N) liegt bei  $\tau_{\text{threshold}} = 4 \pm 1 \text{ MPa}$ , was einer Dehnung von  $\varepsilon = 0,75 \%$  entspricht [WID99]. Bei Aluminiumlegierungen steigt die Ansprechschwelle durch konkurrierenden Einfang der Positronen an den Ausscheidungen an.

Die Untersuchung des Hochimpulsteils zeigt ebenso (Abb. 7.4) keinen konkurrierender Einfang der Positronen zwischen Versetzungen und Ausscheidungen. Es findet kompletter Einfang an den Ausscheidungen statt (Abb. 7.10 Abb. 7.12).

## 7.3 Zugversuche an 2024 und 6013

Um später Aussagen über einen Mikroriss machen zu können, ist es sinnvoll, zunächst einfache Zugversuche durchzuführen. Die Zugversuche wurden an Proben durchgeführt, bei der die Walzrichtung der Bleche parallel zur Zugrichtung lag.

### 7.3.1 Ergebnisse der Zugversuche mit 2024

Die Abb. 7.9 zeigt bis zu einer Dehnung von 15 % einen Anstieg des S-Parameters auf ca. 1,014. Bei weiterer Dehnung steigt der S-Parameter nicht weiter an. Die Probe ist bei 30 % Dehnung gerissen. Die angegebene minimale Bruchdehnung dieser Legierung liegt bei 20 % [TEM01]. Der Verlauf des S-Parameters ist vergleichbar mit dem Verlauf einer Spannungs-Dehnungs-Kurve (Abb. 2.7).

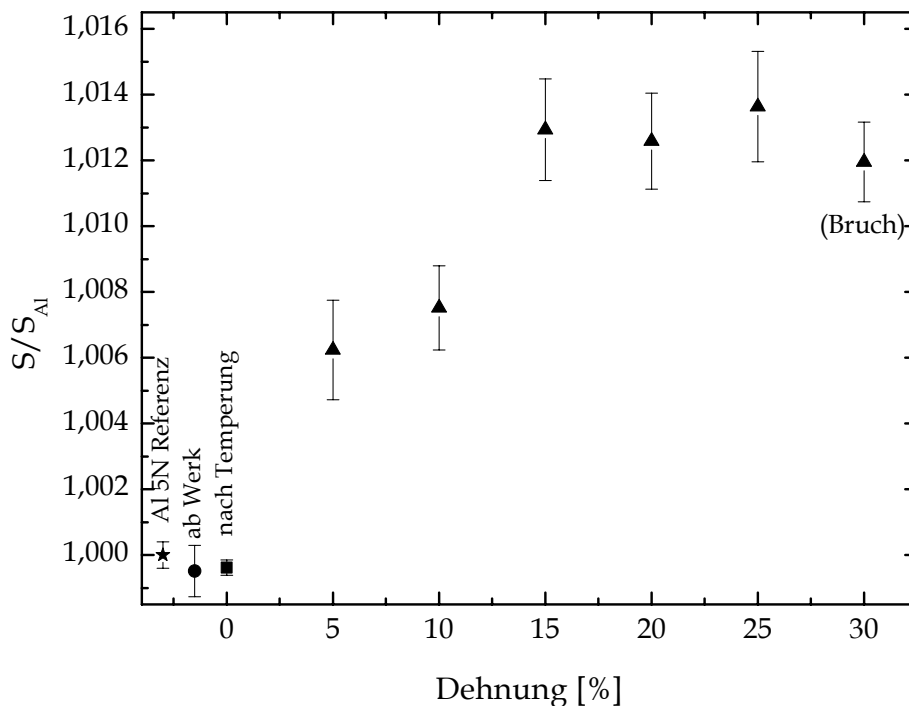


Abb. 7.9: Zugversuch an der Legierung 2024: Die Probe wurde schrittweise jeweils um ca. 5 % gezogen. Aufgetragen ist der auf Aluminium normierte S-Parameter gegen die Dehnung in Prozent. Bei einer Dehnung von 30 % ist die Probe im eingeschnürten Bereich gerissen.

Die angegebene minimale Zugfestigkeitsgrenze der Legierung 2024 im Auslagerungszustand T3 liegt bei 420 MPa, die minimale Streckgrenze bei 310 MPa [ASM98].

Die Betrachtung des Hochimpulsteils einer um ca. 25 % gedehnten Probe soll Information über die Art der „Trapping Center“ geben. Abb. 7.10 zeigt das Verhältnis



der Impulsverteilung relativ zu undeformiertem Aluminium (AL5N). Diese Probe wurde auf 50% der ursprünglichen Dicke herunter gewalzt. Messungen der mittleren Positronenlebensdauer ergeben nur einen 40-60 %igen Einfang der Positronen in gewalztem Aluminium [STA02].

Für einen Defekttypen ergibt sich aus dem Trapping-Modell vereinfacht der folgende Zusammenhang [KRA99].

$$\kappa_d = \frac{I_d}{I_1} (\lambda_b - \lambda_d) = \frac{I_d}{I_1} \left( \frac{1}{\tau_b} - \frac{1}{\tau_d} \right) \quad (7.1)$$

Hierbei ist  $\kappa$  die Einfangrate,  $I_d$  die Intensität der Defektlebensdauer im verformten Aluminium,  $I_1$  die Intensität der Zerstrahlung im unverformten Bulk,  $\tau_b$  und  $\tau_d$  sind die Lebensdauern im Bulk und in den Defekten. Reines unverformtes Aluminium (99,999 %) besitzt eine Positronenlebensdauer von  $\tau_b = 158$  ps. Die Defektlebensdauer für gewalztes (80 % dickenreduziert) Aluminium liegt bei  $\tau_d = 240$  ps [FLU78][STA96][STA00]. Für die Intensität der Defektlebensdauer wurde ein Wert von  $I_d = 0,7$  gefunden ( $I_d + I_1 = 1$ ). Daraus folgt  $\kappa_d \approx 5 \cdot 10^9 \text{ s}^{-1}$ . Über die Beziehungen:

$$\eta_b = \frac{1}{1 + \tau_b \kappa_d} = 1 - \eta_d \quad \text{und} \quad \eta_d = \frac{\kappa_d \cdot \tau_b}{1 + \tau_b \kappa_d} \quad (7.2)$$

ergeben sich für den Anteil der im Bulk zerstrahlten Positronen einen Wert von  $\eta_b = 0,56$  mit einem entsprechenden Wert von  $\eta_d = 0,44$  für den Einfang der Positronen in Defekten. Das Trapping-Modell liefert für den S-Parameter den Zusammenhang:

$$S = (1 - \eta_d) S_b + \eta_d S_d \quad \Leftrightarrow \quad S_d = \frac{S}{\eta_d} - \frac{\eta_b}{\eta_d} S_b \quad (7.3)$$

Mit Hilfe dieser Beziehung lässt sich der S-Parameter bzw. die gesamte Kurve des deformierten Aluminiums auf kompletten Einfang skalieren (Abb. 7.10).

Im Vergleich zur undeformierten 2024 Probe bleibt die Linienform im Prinzip erhalten. Die Ratio-to-Bulk Werte der verformten Legierung (hohlen Dreiecke) liegen immer zwischen den Werten der undeformierten Legierung und denen des verformten Aluminium. Der Anteil der Zerstrahlung an den Ausscheidungen nimmt ab. Die Impulsverteilung zeigt einen konkurrierenden Einfang der Positronen an den erzeugten Versetzungen in der Aluminiummatrix und an den Ausscheidungen.

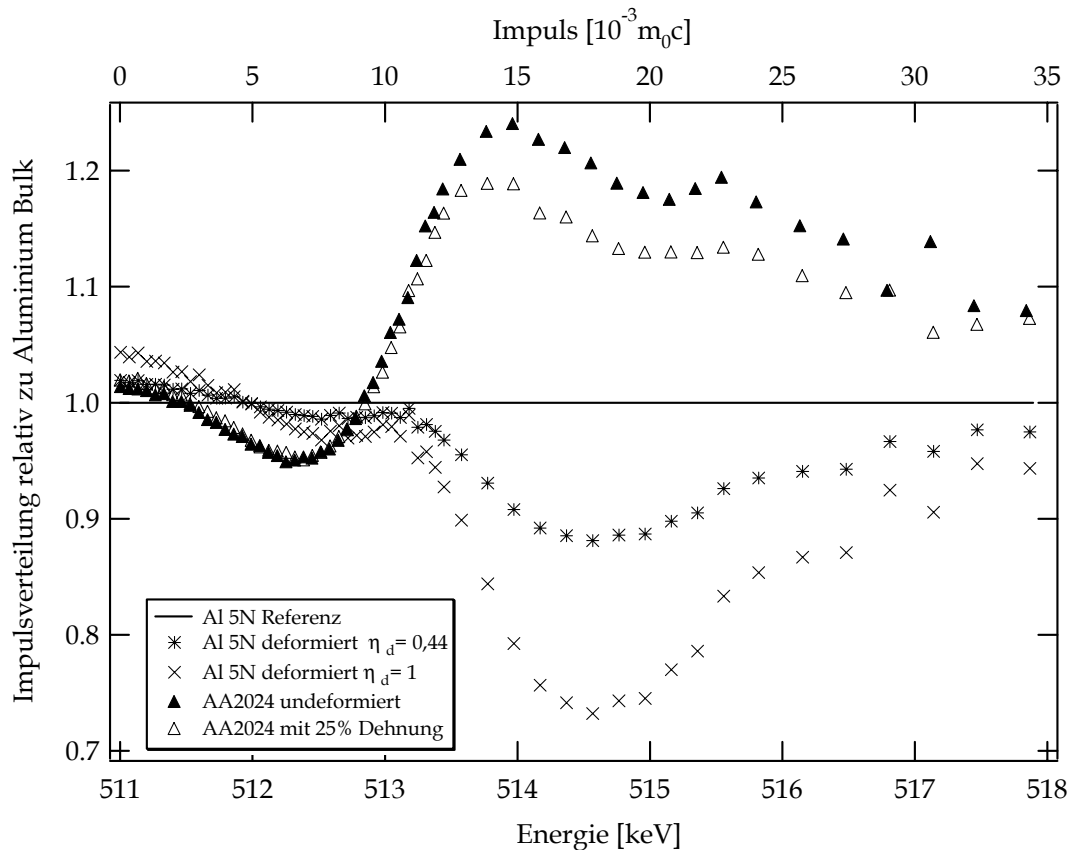


Abb. 7.10: Impulsverteilung der Legierung 2024, undeformiert und nach 25%iger Zugverformung. Die Verteilung des deformierten Aluminium ( $\eta_d = 0,44$ ) wurde auf kompletten Einfang in den Leerstellen skaliert ( $\eta_d = 1$ ).

### 7.3.2 Ergebnisse der Zugversuche mit 6013

Die Abb. 7.11 zeigt einen analogen Zugversuch an der Legierung 6013. Nach 5 % Dehnung ist der S-Parameter auf einen Wert von 1,04 angestiegen, während der Wert nach dem Aushärten bei 1,023 liegt. Bei weiterer Dehnung von 15 % steigt der S-Parameter auf ein Maximum von 1,043. Die Probe ist bei einer Dehnung von 17 % gerissen. Nach dem Reißen relaxiert das Material etwas und der S-Parameter fällt leicht ab. Die angegebene minimale Bruchdehnung dieser Legierung liegt bei 15 % [TEM01]. Die Legierung 6013 im Zustand T6 besitzt eine minimale Zugfestigkeitsgrenze von 400 MPa und eine minimale Streckgrenze von 360 MPa.

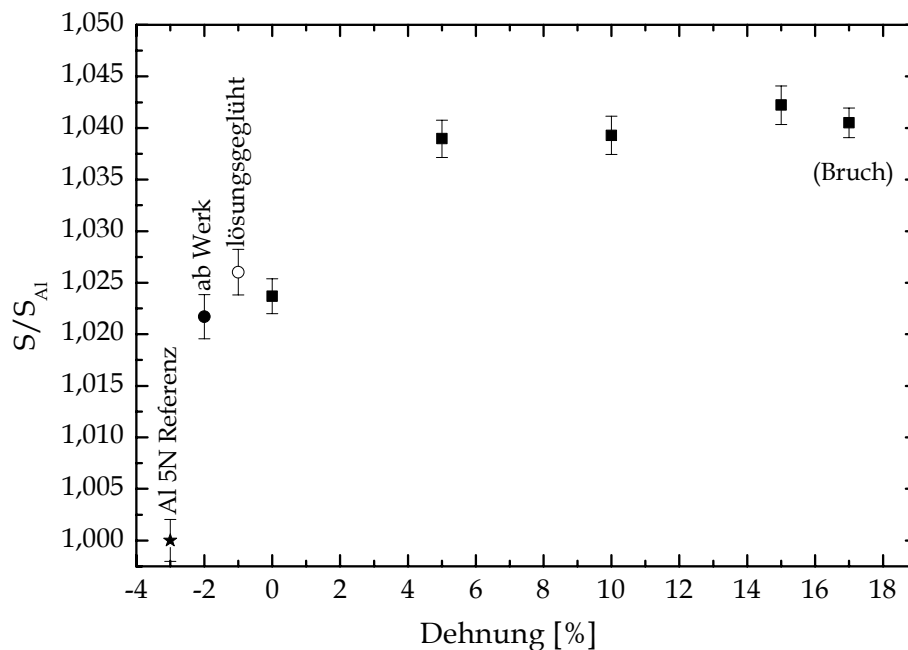


Abb. 7.11: Zugversuch an der Legierung 6013: Es wurde schrittweise jeweils um ca. 5 % gezogen. Aufgetragen ist der auf Aluminium normierte S-Parameter gegen die Dehnung in Prozent. Bei einer Dehnung von 17 % ist die Probe an der entstandenen Einschnürung gerissen.

Die Impulsverteilung relativ zum Aluminium-Bulk der verformten Legierung 6013 zeigt, dass sich die Erhöhung des S-Parameters nicht allein durch einen konkurrierenden Einfang der Positronen an Versetzungen in der Aluminiummatrix erklären lässt. Zusätzlich zu den Versetzungen ist ein größerer Einfluss des Magnesiums zu beobachten, der die Ratio-to-Bulk Werte der verformten Legierung zusätzlich verschiebt (Abb. 7.12).

Verschiedene Mechanismen der plastischen Verformung könnten diesen erhöhten S-Parameter Wert erklären. Die Versetzungsdichte im Material wird bei plastischer Verformung erhöht. Durch den Mechanismus des Jog-Dragging werden Leerstellen freigesetzt. In der Legierung 6013 bilden diese mit den Mg-Atomen und Si-Atomen, die sich noch in der Matrix befinden Leerstellen-Legierungselement Komplexe (Kapitel 7.1). Die Positronen werden vermehrt in Mg-Leerstellen Komplexen eingefangen und zerstrahlen dort. Der erhöhte S-Parameter (Impuls  $\approx 0$   $m_0c$ ), und die negative Impulsverteilung bei Impulsen  $> 5 \times 10^{-3}$   $m_0c$  lassen sich dadurch erklären.

Versetzungen können als schnelle Diffusionswege der Positronen zu den Ausscheidungen dienen. Hierbei bleiben die Versetzungen während des Gleitvorgangs an den Ausscheidungen hängen. Dort fungieren sie als flache Haftstellen und die Positronen werden zu den tieferen Haftstellen in Form der Ausscheidungen geleitet. Die Impulsverteilung zeigt auch dann ein erhöhtes Zerstrahlungssignal der Legierungsatome (Mg, Si).

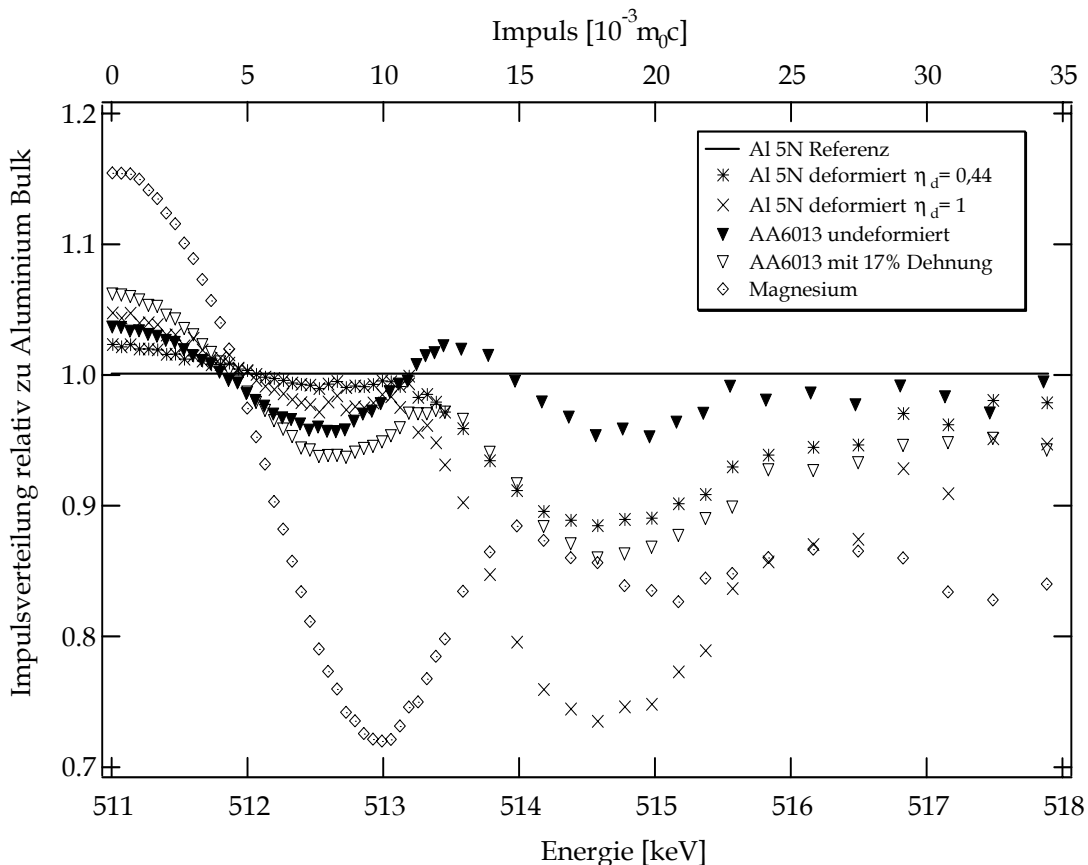


Abb. 7.12: Impulsverteilung der verformten Legierung 6013: Die Dreiecke zeigen den Verlauf der unverformten Legierung 6013, die offenen Dreiecke den der um 17 % gezogenen Probe. Die Sterne und Kreuze zeigen deformierte Aluminium Referenzen mit unterschiedlichen Einfangraten von  $\eta_d = 0,44$  und  $\eta_d = 1$ .

Der maximale Anstieg im S-Parameter bezogen auf den unverformten Wert, bei den Legierungen liegt im gleichen Bereich von 0,02. Der Verlauf dieser Kurven ist vergleichbar mit einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm.

In beiden Legierungen werden durch die Deformation Versetzungen in der Al-Matrix erzeugt, so dass konkurrierender Einfang der Positronen zwischen den Ausscheidungen und den Versetzungen herrscht. Bei der Legierung 2024 ist kein weiterer den S-Parameter steigernder Anteil zu erkennen. Bei der Legierung 6013 reicht die alleinige Erzeugung von Versetzungen in der Al-Matrix zur Erklärung des erhöhten S-Parameters nicht aus. Hier deutet die Analyse der chemischen Umgebung auf einen erhöhten Anteil der Magnesium-Rumpfelektronen bei der Zerstrahlung der Positronen hin.

## 7.4 Risserzeugung an Compact-Tension (CT) Proben

Auffällig im Rissverhalten der Legierung 6013 ist das Auftreten von Nebenrisen entlang des Hauptrissweges. Sie treten sowohl bei der Prüfung an normaler

Atmosphäre als auch in simulierter Meerwasserlösung auf. Bei der Legierung 2024 treten diese Nebenrisse nicht auf. Es zeigt sich mikroskopisch ein unterschiedliches Rissverhalten der beiden Legierungen.

Mit der Positronenmikrosonde besteht die Möglichkeit den Bereich direkt vor und neben der Rissspitze zu untersuchen, um genauere Aussagen über die Rissausbreitung und die plastische Zone vor der Rissspitze machen zu können.

#### 7.4.1 Geometrie der CT-Probe

Aufgrund von geometrischen Randbedingungen wurde die CT-Geometrie auf kleinere Dimensionen skaliert [TEM01]. Die Probendicke wurden auf 1,6 mm verkleinert.

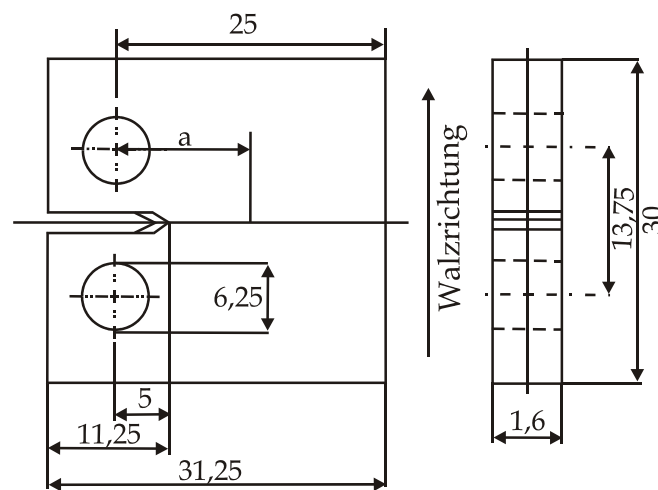


Abb. 7.13: CT-Probengeometrie: Die Angaben sind in Millimeter. Der Spalt ist max. 1,56 mm breit und die Einkerbungswinkel betragen  $\leq 60^\circ$  und  $\leq 120^\circ$ .

Die Risse wurden mittels eines Zug-Schwell-Versuches mit einer Oberlast von 500 N und einer Unterlast von 50 N erzeugt. Die Prüffrequenz betrug 1 Hz. Zunächst wurden Ermüdungsrisse mit einer Spannungsintensität von  $\Delta K = 15 \text{ MPa} \sqrt{m}$  an Luft erzeugt. Für diesen Spannungsintensitätsfaktor ( $\Delta K$ ) muss  $a = 10,5 \text{ mm}$  (Abb. 7.13) lang sein.

Von besonderem Interesse ist die Untersuchung von Rissen, die unter korrosiven Bedingungen ins Material eingebracht werden. Aus diesem Grund wurden zusätzlich CT-Proben während der Risserzeugung in 3,5 %iger Natriumchloridlösung ausgesetzt. Wichtig hierbei ist, dass kein elektrisches Spannungspotential an der Probe anliegt, d.h. die Aluminiumlegierung muss elektrisch gegen die Spannbacken isoliert sein. Die Isolation wurde durch Halterungsstifte aus Glas realisiert. Zusätzlich wurde zur Vermeidung eines Lokalelementes zwischen den Spannbacken und der Probe, die Spannbacken ebenfalls aus Aluminium angefertigt.

Später sollen Proben mit  $\Delta K = 22,5 \text{ MPa} \sqrt{m}$ , wobei  $a = 13,8 \text{ mm}$  ist, hergestellt und untersucht werden.

Die Ermüdungsrisse wurden mittels einer Verformungsapparatur, die sowohl Zug- und Druckversuche, als auch Wechselverformungsversuche durchführen kann, erzeugt. Mittels eines Piezostellelementes ermöglicht diese Maschine einen Stellweg von bis zu 200  $\mu\text{m}$  mit einer maximalen Kraft von 12000 N. Der Aufbau ist in der Diplomarbeit von T. Wider [WID96] ausführlich dargestellt.

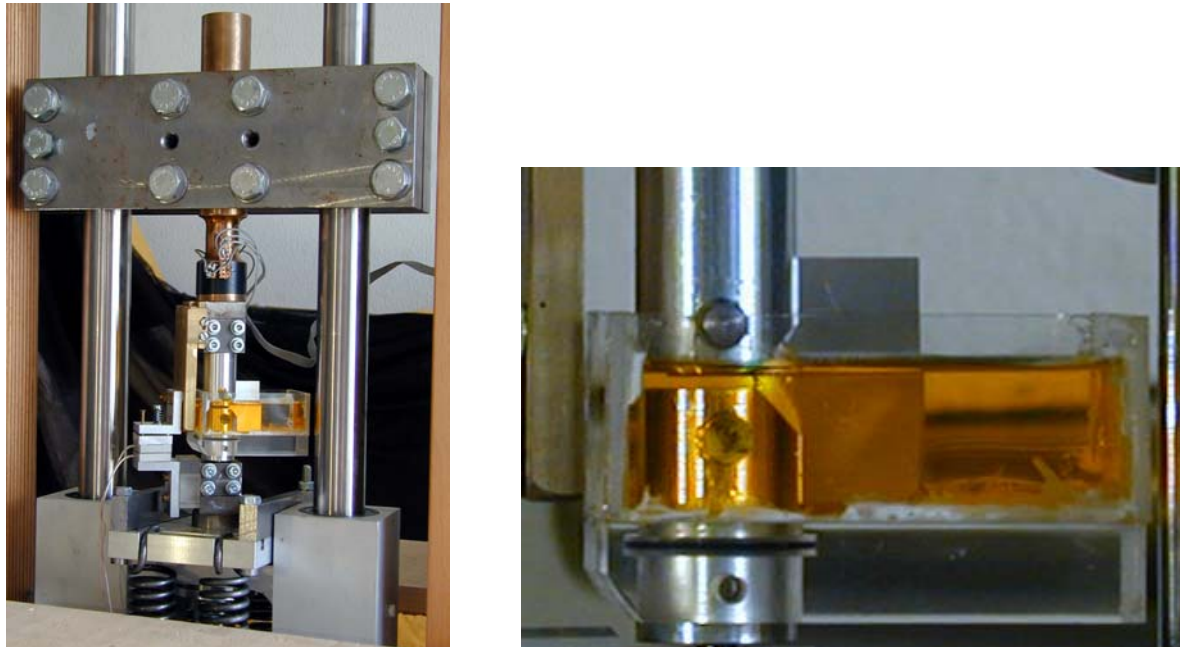


Abb. 7.14: (Links) Wechselverformungsmaschine: Das obere Joch ist während der Verformung unbeweglich. Die untere Plattform wird von einem Piezostellelement nach oben gedrückt, wobei die Edelstahlfedern als rückstellende Kraft fungieren. Zu erkennen ist eine CT-Probe, die unter korrosiven Bedingungen ermüdet wird. Der Behälter mit der NaCl-Lösung umschließt die untere Spannbacke und folgt somit der Bewegung. Dadurch wird eine Benetzung der Probe, mit der Lösung während der Ermüdung gewährleistet. (Rechts) Vergrößertes Foto der CT-Probe in NaCl-Lösung.

## 7.4.2 Ermüdungsrisse in AA2024 und AA6013 an Luft

Der erzeugte Riss wurde anschließend in der Positronenmikrosonde untersucht. Die Eindringtiefen der auf 30 keV beschleunigten Positronen liegen bei maximal 4  $\mu\text{m}$ . Bei allen untersuchten CT-Proben der beiden Legierungen laufen die Risse transgranular bzw. transkristallin durch das Material.

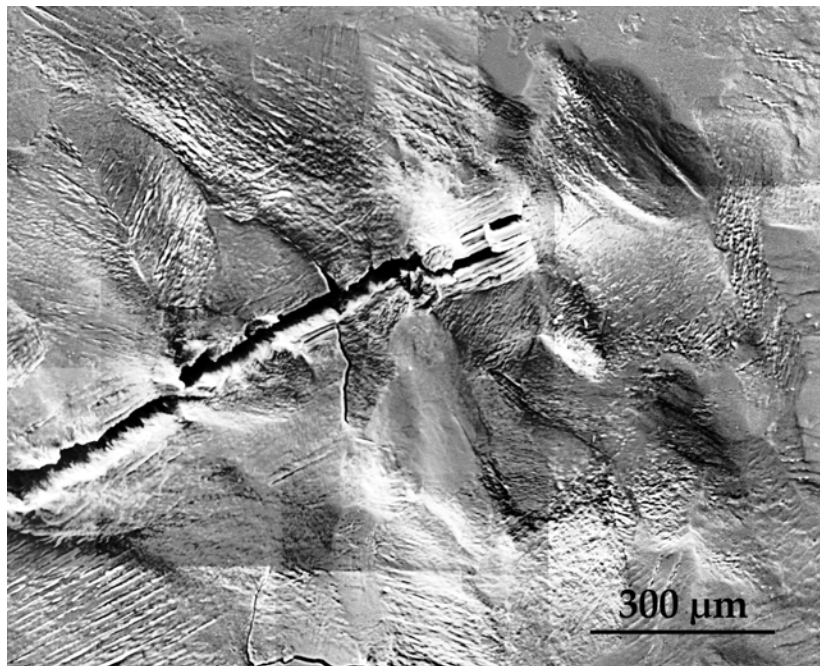


Abb. 7.15: Risspitze eines Ermüdungsrisses in einer reinen Aluminium (Al5N) CT-Probe. Die deformierten Bereiche mit den Gleitlinien entlang und vor dem Riss sind sehr gut zu erkennen.

### Legierung 2024

Die nachfolgende Abbildung des Bereiches vor der Risspitze (Abb. 7.16) zeigt die Fehlstellendichten in einer Falschfarbendarstellung einer an Luft ermüdeten 2024-CT-Probe. Die Risspitze befindet sich bei  $x = y = 0 \mu\text{m}$ . Die Linie in Abb. 7.16 links bei  $x = 50 \mu\text{m}$  entspricht dem Querscan in Abb. 7.16 rechts. Dieser einzelne Scan zeigt beispielhaft die Größe der Messfehler.

Vor der Risspitze ist eine erhöhte Fehlstellendichte (plastische Zone) zu erkennen, die sich in x-Richtung bis zu 150  $\mu\text{m}$  und in y-Richtung bis zu 200  $\mu\text{m}$  ( $\pm 100 \mu\text{m}$  von der Spitze aus) erstreckt. Der Maximale S-Parameter liegt bei 1,018.

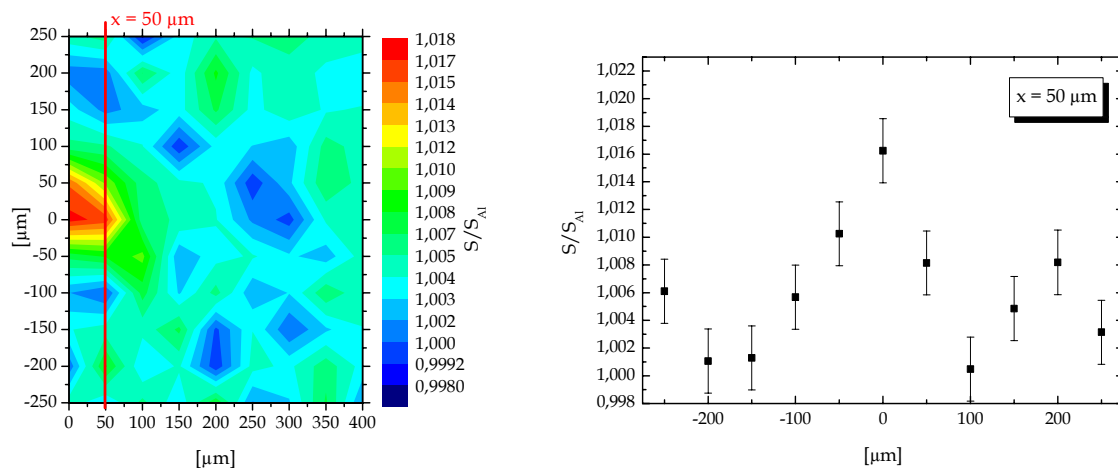


Abb. 7.16: Ermüdungsriss in der CT-Probe der Legierung 2024: (Links) Falschfarbendarstellung des S-Parameters. Die Rissspitze befindet sich bei  $x = y = 0$ .  $\Delta K = 15 \text{ MPa } \sqrt{m}$ . (Rechts) Scan bei  $x = 50 \mu\text{m}$ . Der S-Parameter der Legierung „ab Werk“ beträgt 1,001.

### Legierung 6013

Bei der schweißbaren Legierung 6013 zeigen sich in der unmittelbaren Umgebung entlang des Risses viele vereinzelte Nebenrisse und Mikrorisse. Nach der Wechselverformung sind auf der polierten Oberfläche Gleitbänder zu erkennen. Die Oberfläche erscheint uneben bzw. „wellig“. Auf der Bruchfläche sind ebenfalls Gleitbänder zu erkennen.

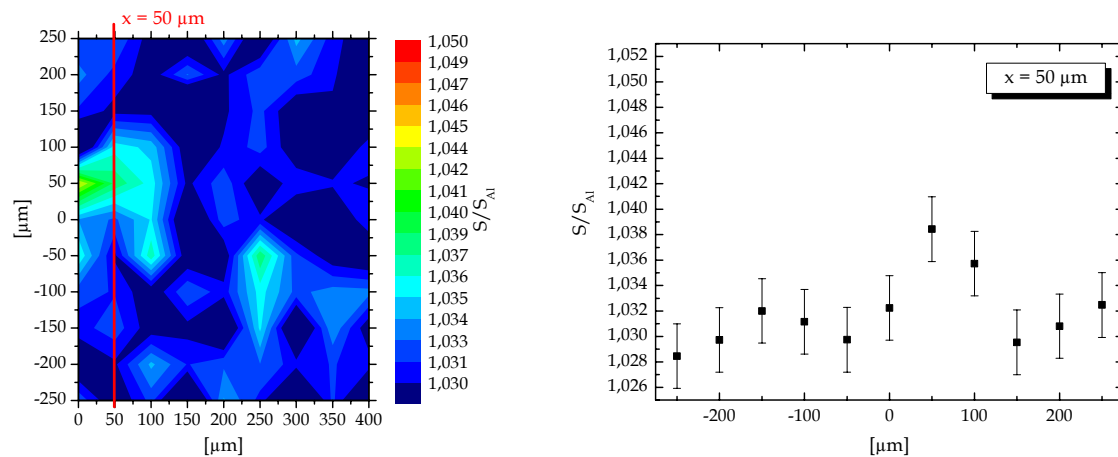


Abb. 7.17: Ermüdungsriss in der CT-Probe der Legierung 6013: (Links) Falschfarbendarstellung des S-Parameters. Die Rissspitze liegt bei den Koordinaten  $x = 0$ ,  $y = 50 \mu\text{m}$ .  $\Delta K = 15 \text{ MPa } \sqrt{m}$ . (Rechts) Querscan bei  $x = 50 \mu\text{m}$ .

Abb. 7.17 zeigt den Bereich vor der Rissspitze einer an Luft ermüdeten Legierung 6013. Die Rissspitze liegt bei den Koordinaten  $x = 0 \mu\text{m}$  und  $y = 50 \mu\text{m}$ . Die plastische Zone vor der Rissspitze erstreckt sich ca.  $100 \mu\text{m}$  entlang der Abszisse und ca.  $\pm 50 \mu\text{m}$  entlang der Ordinate. Der S-Parameter der Legierung vor der Risserzeugung,



„ab Werk“, beträgt 1,025. Im Vergleich zur Legierung 2024 ist die plastische Zone beinahe nur halb so groß. Die geringere Ausdehnung der plastischen Zone, erklärt das plötzliche Auftreten von Nebenrissen, sowie die größere Rissgeschwindigkeit (Kapitel 2.2.2 und Kapitel 6.1.3). Je kleiner die plastische Zone in einem Material ist, desto „spröder“ bricht es. Die plastische Zone in der an Luft ermüdeten Legierung 2024 ist doppelt so groß und die Bildung von Nebenrissen daher unwahrscheinlicher.

### 7.4.3 Ermüdungsrisse AA2024 und AA6013 unter korrosiven Bedingungen

Während des Ermüdungsvorganges wurde der Riss, bzw. der eingekerbte Bereich immer von der korrosiven 3,5 %igen NaCl-Lösung benetzt. Zusätzlich befinden sich in der NaCl-Lösung noch Natriumchromate als Korrosionsinhibitoren.

#### Legierung 2024

Bei der Ermüdung der Legierung 2024 unter korrosiven Bedingungen zeigte sich zunächst ein leichter Anstieg der Rissfortschrittsgeschwindigkeit (Abb. 6.5).

In Abb. 7.18 zeigt sich, dass bei der Ermüdung unter korrosiven Bedingungen die plastische Zone (bzw. Zone erhöhter Defektdichte) mehr als doppelt so groß wird. Der maximale Wert des S-Parameters steigt dagegen nicht weiter an.

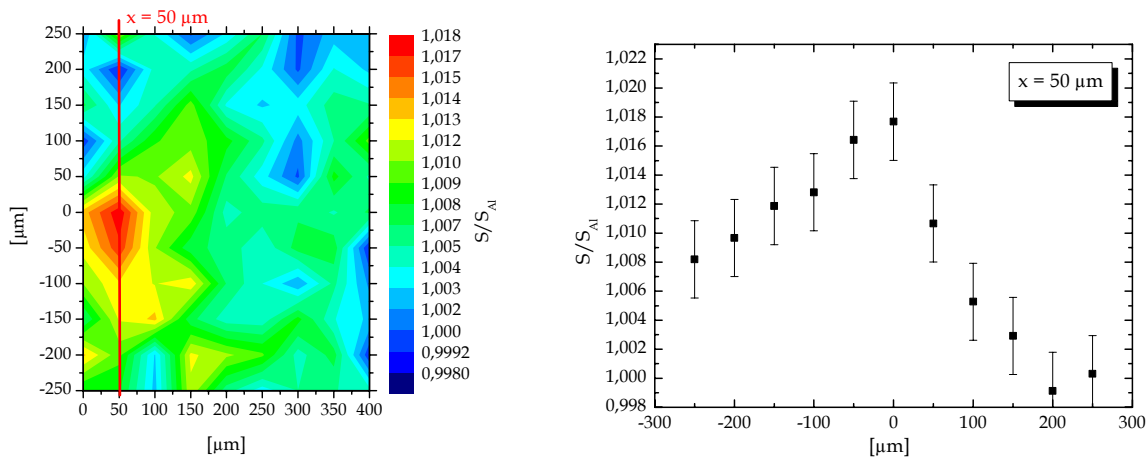


Abb. 7.18: CT-Probe der Legierung 2024: unter 3,5 %iger NaCl-Lösung ermüdet. (Links) Falschfarbendarstellung des S-Parameters. Die Rissspitze liegt bei den Koordinaten  $x = y = 0 \mu\text{m}$ .  $\Delta K = 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ . (Rechts) Querscan bei  $x = 50 \mu\text{m}$ .

Bei späteren Messungen der gleichen Probe im zeitlichen Abstand von einer Woche und 4 Wochen zeigt sich eine Verkleinerung der Zone erhöhter Defektdichte. 4 Wochen nach der Risserzeugung unter korrosiven Medium erstreckt sich diese Zone über einen Bereich von  $\pm 50 \mu\text{m}$  neben, und ca.  $100 \mu\text{m}$  vor der Risspitze. Die plastische Zone ist kleiner als in einer an Luft ermüdetet AA2024 Probe.

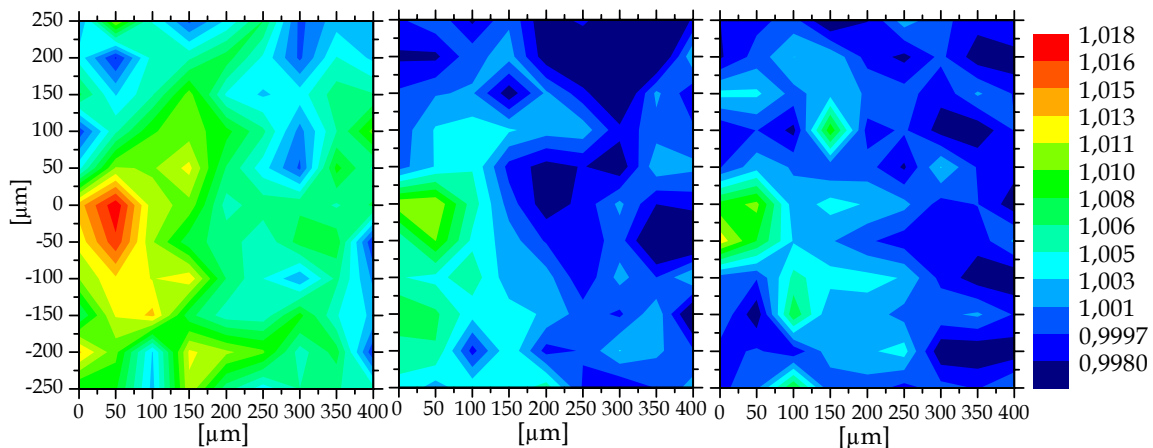


Abb. 7.19: Risspitzenbereich einer AA2024 CT-Probe unter 3,5 %iger NaCl-Lösung ermüdet: Falschfarbendarstellung des S-Parameters der gleichen Probe zu verschiedenen Zeitpunkten nach dem Ermüden. Die Risspitze liegt bei den Koordinaten  $x = y = 0 \mu\text{m}$ . Der Riss wurde direkt nach der Ermüdung (links) und im zeitlichen Abstand von 1 Woche (mitte) bzw. 4 Wochen (rechts) vermessen. Zu erkennen ist eine Abnahme des S-Parameters, sowie eine Verkleinerung der plastischen Zone.

### Legierung 6013

Beim Erzeugen des Ermüdungsrisses in der Legierung 6013 unter korrosiven Bedingungen wurde ein signifikanter Anstieg der Rissfortschrittsgeschwindigkeit beobachtet (Abb. 6.5). Die plastische Zone ist, wie in Abb. 7.20 zu sehen, wesentlich ausgedehnter, als in der an Luft ermüdeten Probe. Der maximale S-Parameter steigt von 1,018 an Luft auf 1,020 in korrosiven Medium an.

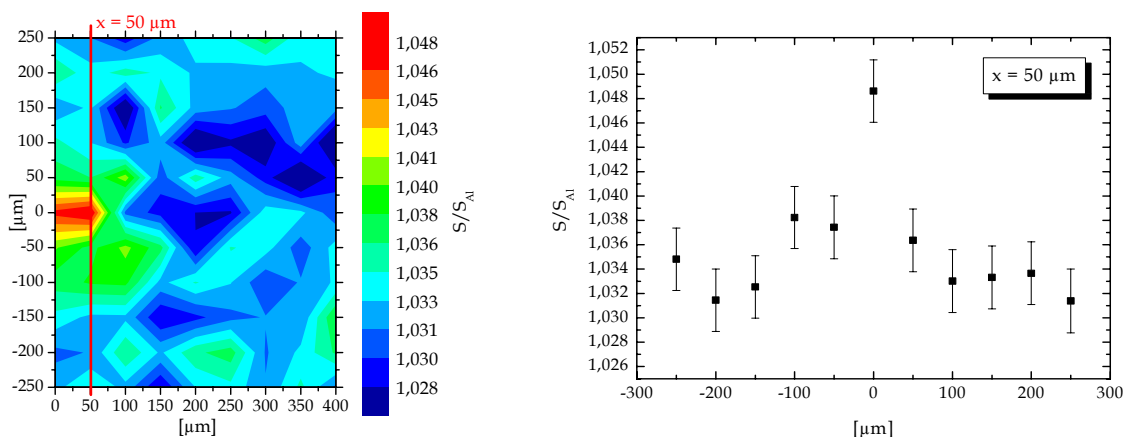


Abb. 7.20: CT-Probe der Legierung 6013 in 3,5 %iger NaCl-Lösung ermüdet: (Links) Falschfarbendarstellung des S-Parameters. Die Risspitze liegt bei den Koordinaten  $x = 50 \mu\text{m}$ ,  $y = 0 \mu\text{m}$ .  $\Delta K = 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ . (Rechts) Querscan bei  $x = 50 \mu\text{m}$ .

Der Bereich vor der Risspitze wurde im zeitlichen Abstand von 3, bzw. 9 Wochen nach der Risserschaffung erneut auf Fehlstellen untersucht. Bei dieser Legierung (6013) zeigt sich ebenfalls eine Verkleinerung der Zone erhöhter Defektdichte, während sich der

maximale S-Parameterwert in der Nähe der Rissspitze hingegen nicht verändert. Nach 9 Wochen sind die gemessenen Fehlstellendichten vor dem Riss vergleichbar mit einer an Luft ermüdeten Probe.

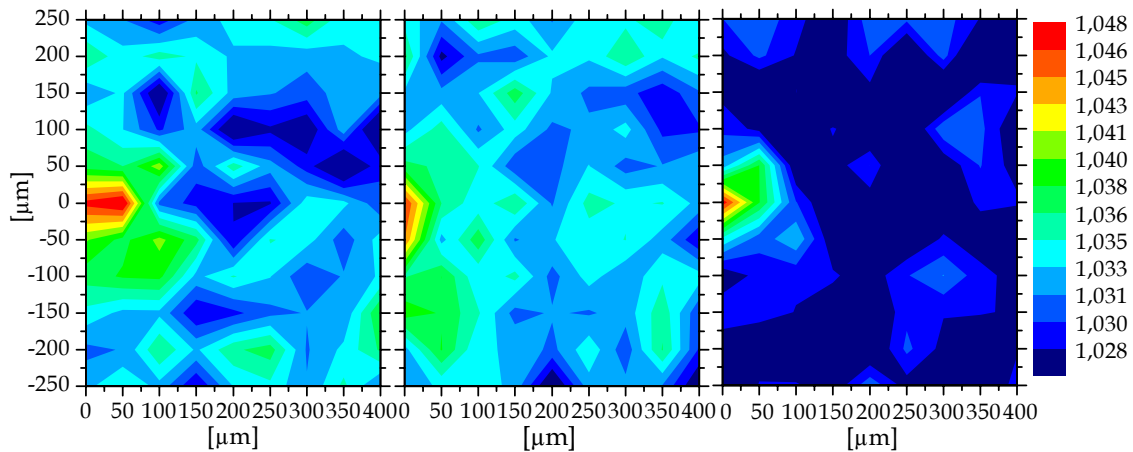


Abb. 7.21: Rissspitzenbereich einer AA6013 CT-Probe unter 3,5 %iger NaCl-Lösung ermüdet: Falschfarbendarstellung des S-Parameters der gleichen Probe zu verschiedenen Zeitpunkten nach dem Ermüden. Die Rissspitze liegt bei den Koordinaten  $x = y = 0 \mu\text{m}$ . Die Probe wurde direkt dem (links), 3 (mitte) bzw. 9 Wochen (rechts) nach dem Ermüden auf Fehlstellen untersucht. Der Bereich, in dem ein Einfang der Positronen in Fehlstellen stattfindet, nimmt im zeitlichen Verlauf ab; d.h. die plastische Zone wird kleiner.

Bei der Risserzeugung unter korrosiven Bedingungen entstehen an der Rissspitze neue Oberflächen, die keine Passivierungsschicht besitzen. An diesen Stellen kann der im korrosiven Medium entstehende Wasserstoff in den Werkstoff hinein diffundieren (Kapitel 6.1.3). Dort befindet sich der Wasserstoff im Zwischengitter. Die Frequenz von 1 Hz, mit denen die CT-Proben wechselverformt wurden, ist so gewählt, dass der entstandene Wasserstoff ausreichend Zeit zur Diffusion in die Proben hinein hat (Abb. 6.4). Der Wasserstoff gibt im Metall sein Elektron ab und kann als Proton an den gleichen Haftstellen wie das Positron lokalisiert werden. Dies bedeutet, dass der Wasserstoff an Leerstellen, Versetzungen, Korngrenzen und auch Phasengrenzen eingefangen werden kann.

In beiden Legierungen zeigt sich bei der Risserzeugung unter korrosivem Medium ein Einfluss auf die Zone erhöhter Defektdichte. Sowohl in der Legierung 2024 als auch in der Legierung 6013 verdoppelt sich die Größe der Zone. Bei der Legierung 6013 steigt zusätzlich der maximale S-Parameter auf 1,020 bei der Verformung in NaCl-Lösung.

Im zeitlichen Verlauf von bis zu 9 Wochen verringert sich bei beiden Legierungen die Zone erhöhter Defektdichte. Diese Zeitabhängigkeit deutet auf einen Diffusionsprozess hin. Bei RT können in diesem System Leerstellen, aber auch Wasserstoff (Bindungsenergie: Leerstelle - H  $\approx 1\text{eV}$ ), aufgrund ihrer niedrigen Wanderungsenthalpien von 0,62 eV [SCH81][EHR90] und 0,42 eV (bei 100 K) [SCH73], diffundieren. Ein Ausheilen von Versetzungen bei RT kann dagegen nicht stattfinden. Die Gleichgewichtskonzentration von Wasserstoff in reinem Aluminium ohne Defekte beträgt bei Raumtemperatur  $c_{\text{H}} \approx 10^{-12}/\text{at}$  [FRO76].

Mitte der 80er Jahre fanden viele Implantations- und Ausheilexperimente an reinem Aluminium statt. Hierbei wurde unter anderem reines Aluminium (99,999 %) bei tiefen Temperaturen von 20 K mit 7,0 MeV Protonen bestrahlt [HAN84][LIN86]. Anschließend wurden zwischen 20 und 500 K verschiedene Ausheilstadien mit Positronenlebensdauer Spektroskopie untersucht. Bei einer Temperatur von 40 K heilt ein Teil der strahlungsinduzierten Leerstellen durch freibewegliche Zwischengitteratome aus (*Erholungsstufe I*). Die Änderungen in der mittleren Positronenlebensdauer bei den Temperaturen zwischen von 50 und 130 K lassen sich auf die *Erholungsstufe II* oder durch den Einfang von dissoziierten Wasserstoff und Zwischengitteratomen in den Leerstellen zurückführen.

Die *Erholungsstufe III*, die über den Beginn der Beweglichkeit von Einzelleerstellen definiert ist, wird in Aluminium ohne Wasserstoff bei 240 K beobachtet [LIN86]. Mit Wasserstoff dekorierte Leerstellen sind bis zu einer Temperatur von 295 K stabil [LIN86]. Bei dieser Temperatur werden Leerstellen und Wasserstoff durch ihre Dissoziation freibeweglich. Bei einer Temperatur von 500 K sind alle mit Positronen detektierbare Defekte ausgeheilt.

Der implantierte Wasserstoff bewirkt, dass Aluminiumleerstellen unbeweglicher werden und verschiebt somit die Erholungsstufe III zu höheren Temperaturen [LIN86]. Der Wasserstoff auf den Zwischengitterplätzen ist schon bei 100 K beweglich ( $E_M = 0,42$  eV). Er kann aus der Probe nicht heraus diffundieren, da er an Leerstellen eingefangen und gebunden wird. Die Leerstellen und der Wasserstoff werden erst bei 295 K, infolge der Abgabe des festgehaltenen Wasserstoffes wieder beweglich. Einer Temperatur von  $295 \pm 10$  K entspricht eine Dissoziationsenergie des Wasserstoff-Leerstellen-Komplexes von  $E_D = 0,95 \pm 0,03$  eV. Mit einer Wanderungsenergie des Wasserstoffes auf Zwischengitterplätzen von  $E_M = 0,42$  eV ergibt sich eine Bindungsenergie von  $E_B = E_D - E_M = 0,53 \pm 0,03$  eV [LIN86]. Wird der Wasserstoff an Versetzungen eingefangen ist die Dissoziationsenergie  $E_D$  für den Wasserstoff größer.

Die experimentelle Positronenlebensdauer in einem defektfreien Aluminiumkristall liegt bei  $\tau_{\text{Bexp.}} = 158$  ps [STA00]. Werden Defekte insbesondere Leerstellen eingebracht wird eine defektspezifische Positronenlebensdauer von  $\tau_{\text{Vexp.}} = 240$  ps nachgewiesen [FLU78]. Positronen, die in Leerstellenclustern zerstrahlen besitzen eine Lebensdauer  $\tau_{\text{c,theo.}}$  von 300 - 500 ps [PUS94]. Sitzt Wasserstoff in Leerstellen oder in anderen Fehlstellen, verändert sich die elektronische Struktur dieser Fehlstelle und damit die Positronenlebensdauer sowie die charakteristische Einfangrate für einen Defekttyp. Theoretische Berechnungen von Hansen et al. [HAN84] haben gezeigt, dass die gerechnete Positronenlebensdauer von Leerstellen in Aluminium, in denen sich ein Wasserstoff aufhält, um 7 ps kürzer sind. Bei Leerstellen, die von sechs Wasserstoffen besetzt sind, reduziert sich die Positronenlebensdauer um 60 ps. Dies bedeutet, dass der Wasserstoff zwar in den Leerstellen sitzt, diese aber für die Positronen nicht völlig maskiert (Abb. 7.22).

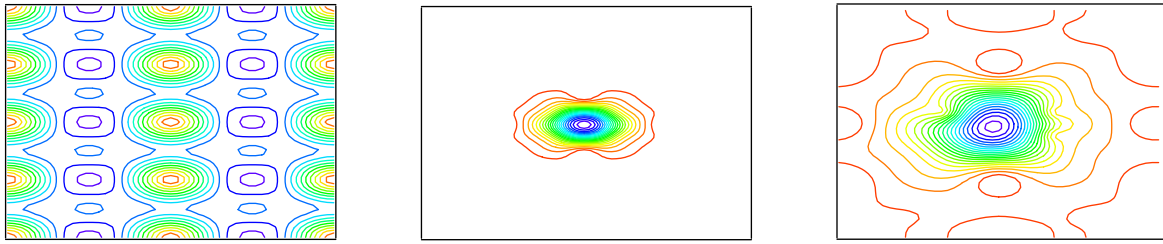


Abb. 7.22: Gerechnete Wellenfunktion der Positronen in Aluminium. Blaue Linien bedeuten hohe Aufenthaltswahrscheinlichkeit. Dargestellt ist ein Schnitt entlang der  $(1\bar{1}0)$ -Ebene mit acht Atomen. (Links) ungestörtes Al-Gitter, (mitte) Leerstelle: im Zentrum wurde ein Al-Atom entfernt, (rechts) in der Leerstelle befinden sich drei Wasserstoffatome [RÖB02].

Ab einer bestimmten Konzentration von Wasserstoff im Metall, können sich Leerstellencluster, stabilisiert durch Wasserstoffagglomerate (*bubbles*), von bis zu 10 Leerstellen bilden. Diese Blasen befinden sich in einem stabilen Zustand und lösen sich bei RT nicht auf. Sie lassen sich im REM gut beobachten [BUC01]. Aufgrund des dadurch erhöhten freien Volumens bzw. der deutlich geringeren Elektronendichte, sollten Positronenlebensdauer und S-Parameter signifikant ansteigen [HAN84] [LIN86]. In den Legierungen 2024 und 6013 unter NaCl-Lösung steigt jedoch der maximale S-Parameterwert nicht an. Da sich zusätzlich die plastische Zone in beiden Legierungen verkleinert, ist die Bildung von stabilen Wasserstoffagglomeraten unwahrscheinlich. Die Konzentrationen sowohl von Wasserstoff als auch von Leerstellen in den Legierungen 2024 und 6013 ist anscheinend für die Bildung solcher „Bubbles“ zu gering. Eine Agglomeration bei RT ist aus kinetischen Gründen nicht möglich.

Bei der Deformation der Legierungen werden neben Versetzungen auch Leerstellen in der Aluminiummatrix erzeugt (Kapitel 2.1.2). Bei der Risserzeugung an Luft, d.h. ohne Wasserstoff, heilen diese Leerstellen sofort aus, oder sie bilden mit den gelösten Fremdatomen Komplexe. Beim Ermüden in korrosiven Medium verhindert der in den Werkstoff diffundierte und von den Leerstellen eingefangene Wasserstoff zunächst das Ausheilen der Leerstellen. Durch die zusätzliche Dissoziationsenergie ( $E_B = 0,53$  eV) verschiebt sich die Stufe III Ausheilung der Leerstellen zu  $T \approx 295$  K.

In den Messungen direkt nach der Ermüdung werden die Positronen in diesen Leerstellen-Wasserstoff Komplexen eingefangen und zerstrahlen dort. Die Zone erhöhter Defektdichte verkleinert sich dadurch, dass die Wasserstoff-Leerstellen Komplexe sich bei RT auflösen und sowohl der Wasserstoff als auch die Leerstellen diffundieren bzw. ausheilen können. Nach 9 Wochen bei RT bleiben somit nur Haftstellen für die Positronen im Material übrig, die bei RT unbeweglich sind, wie z.B. Versetzungen. Während die plastische Zone in der Legierung 6013 nach dem Ausheilprozess die gleiche Größe besitzt wie ein an Luft ermüdeter Riss (Abb. 7.21), verkleinert sich die plastische Zone in der Legierung 2024 soweit, dass sie nur noch halb so groß ist wie die in einer an Luft ermüdeten Probe (Abb. 7.19).

## Vickershärte

Um eine mögliche Verfestigung im Rissspitzenbereich festzustellen, wurde die Vickershärte bestimmt. Untersucht wurden in beiden Legierungen die an Luft sowie unter korrosiven Medium erzeugten Rissspitzen. An den jeweiligen Proben wurden mehrere Millimeter von der Rissspitze entfernt Referenzhärten bestimmt. Die Vickershärten an den unter korrosiven Medium erzeugten Rissspitzen erfolgte im „ausgeheilten“ Zustand, d.h. mehrer Wochen nach der Risserzeugung.

Bei der optischen Betrachtung im Differenzenkontrastmodus zeigten sich deutliche Unterschiede an den Probenoberflächen, wobei die polierten Oberflächen keine Korrosionsspuren aufweisen. Bei der unter Natriumchlorid ermüdeten Legierung 2024 erscheint die Oberfläche unebener bzw. „welliger“. Dies ist ein Anzeichen für ein vergleichsweise stärkeres plastisches Verhalten.

Die an Luft ermüdete Legierung 6013 zeigt ebenfalls eine welligere Oberfläche. In der Nähe des Risses sind Gleitlinien zu erkennen. In diesem Gleitlinienbereich ist die Versetzungsdichte integral zu klein, so dass der S-Parameter nicht erhöht ist.

In der unter korrosiven Medium ermüdeten Legierung 6013 lassen sich keine Gleitlinien auf der Oberfläche erkennen. Die Rissfortschrittsgeschwindigkeit verdoppelt sich in NaCl-Lösung (Abb. 6.5), so dass weniger Lastwechsel pro Millimeter Riss nötig sind. D.h. die Probe wurde weniger stark verformt und die Ausbildung von Gleitlinien ist möglicherweise unterdrückt.

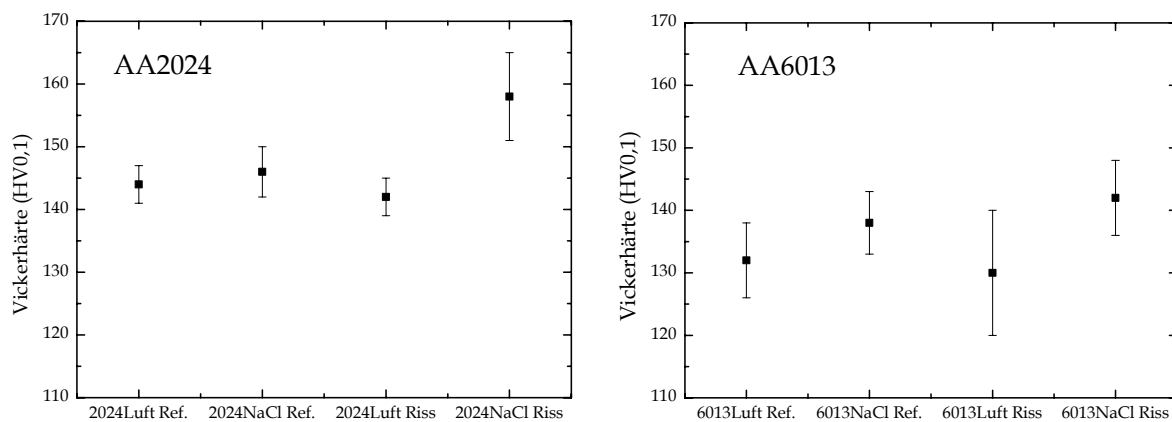


Abb. 7.23: Vickershärten im Rissspitzenbereich und Referenzen weit von der plastischen Zone entfernt. Die Größe der Fehlerbalken spiegelt die Qualität der Oberfläche wider. Große Fehlerbalken resultieren aus Vickers-Eindrücken, die auf einer unebenen bzw. welligeren Oberfläche erzeugt wurden.

Die Vickershärten der Referenzen und der an Luft erzeugten Rissspitzen beider Legierungen bleiben im Rahmen der Fehler konstant. Während die Härte an der unter NaCl erzeugten Rissspitze in der Legierung 6013 nur schwach ansteigt, erfolgt bei der Legierung 2024 ein signifikanter Anstieg von ca. 144 HV<sub>0,1</sub> auf 158 HV<sub>0,1</sub>. Dies bedeutet, dass dort während der Verformung eine messbare Verfestigung stattgefunden hat. Unter korrosiven Medium ist die Zonen erhöhter Defektdichte in

beiden Legierungen ausgedehnter. Während die Haftstellen für die Positronen diffusionsbedingt verschwinden, bleiben die erzeugten Versetzungen erhalten.

### Spannungsrelaxation

Die oben beschriebene Wechselverformungsmaschine (Kapitel 7.4.1) ermöglicht eine sehr genaue Bestimmung der resultierenden Dehnung bei angelegter Kraft. Deshalb wurden Spannungsrelaxationsversuche direkt an den CT-Proben durchgeführt. Nachdem  $\Delta K$ -Werte von  $15 \text{ MPa} \sqrt{m}$  in den CT-Proben erreicht waren, wurde das anelastische Verhalten der Legierung 2024 und 6013 an Luft und unter NaCl-Lösung (Wasserstoff im Werkstück) untersucht. Alle vier Rissproben zeigten ein anelastisches Verhalten.

Bei der Legierung 2024 zeigte sich eine Beschleunigung der Relaxation unter Einwirkung eines korrosiven Mediums. Dies deutet auf einen Einfluss des Wasserstoffes hin. Ab einer bestimmten Wasserstoffkonzentration besteht die Möglichkeit, dass durch den Gorsky- oder Snoek-Effekt (Kapitel 2.2.1) Spannungen abgebaut werden [GOR35][SNO39]. Beim Gorsky-Effekt diffundiert der Wasserstoff bei anliegender Spannung in die unter Zugspannung stehenden Bereiche und baut dort lokal Spannungen ab. Defekte mit offenem Volumen stellen in dieser Legierung Versetzungen und auch Ausscheidungen dar. Der Wasserstoff könnte die Verzerrungsfelder (ausgehend durch Versetzungen etc.) verkleinern und ein Gleiten von Versetzungen bevorzugen. Die welligere Oberfläche und der Anstieg in der Vickershärte ließe sich somit erklären.

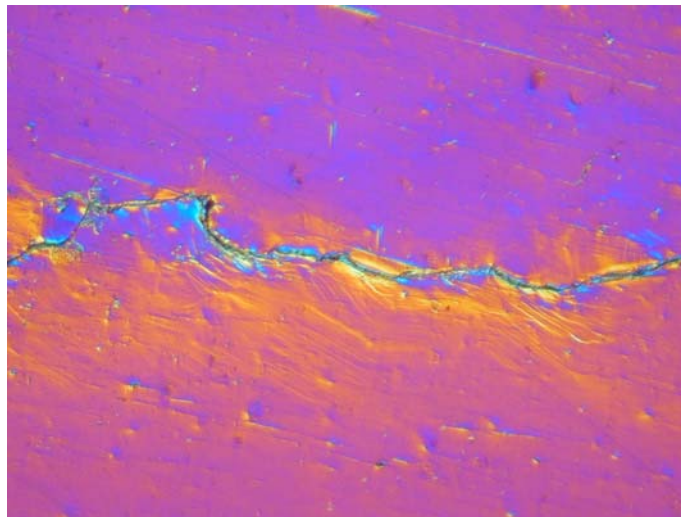


Abb. 7.24: Riss in Al-Legierung 6013 in Natriumchloridlösung ermüdet. Durch den Differenzenkontrast sind Gleitlinien und die „welligere“ Oberfläche gut zu erkennen.

Die Relaxation in der Legierung 6013 an Luft erfolgt im Vergleich zu 2024 signifikant schneller. Allerdings ist kein Unterschied zwischen 6013 an Luft und 6013 in NaCl-Lösung festzustellen. Die Anwesenheit von Wasserstoff in dieser Legierung beschleunigt die Spannungsrelaxation nicht. Die Relaxation in der Legierung 6013 lässt sich somit nicht auf den Gorsky- bzw. Snoek-Effekt zurückführen. Weitere Möglichkeiten zur Relaxation sind Korngrenzgleiten oder auch das Ausbauchen von

Subkorn Grenzen. Das unterschiedliche Relaxationsverhalten der beiden Legierungen lässt sich möglicherweise auf ihre Mikrostruktur zurückführen. Die chemische Zusammensetzung aber vor allem die Größe der Ausscheidungen (2024: 2-3 nm, 6013: 20-30 nm) kann einen signifikanten Einfluss auf die Relaxation haben.

### **Rissgeschwindigkeiten**

Die Rissgeschwindigkeiten in beiden Legierungen steigen unter korrosiven Bedingungen an (Abb. 6.5). Die Geschwindigkeit steigt bei der Legierung 2024 von  $1,18 \times 10^{-8}$  m/s an Luft auf  $1,57 \times 10^{-8}$  m/s in NaCl-Lösung. In der Legierung 6013 erfolgt ein Anstieg von  $1,66 \times 10^{-8}$  m/s an Luft auf  $3,76 \times 10^{-8}$  m/s in NaCl-Lösung (Tabelle 6.1).

Bei einem optischen Vergleich der Bruchflächen an Luft und unter Natriumchlorid Einwirkung zeigt sich, dass die Bruchflächen durch die Einwirkung des korrosiven Mediums angegriffen bzw. korrodiert sind. Ein Gradient entlang der Bruchfläche zum Riss hin, bedingt durch die unterschiedlichen Verweilzeiten in dem korrosiven Medium, ist keiner der beiden Legierungen zu erkennen. Bei der Legierung 2024 ist die Bruchfläche durch Natriumchlorid kaum korrodiert.

Obwohl die Bruchfläche der Legierung 6013 kürzer der NaCl-Lösung ausgesetzt war (hohe Rissgeschwindigkeit), zeigt sie eine sehr starke Korrosion.

Eine eindeutige Aussage über die Ursache der erhöhten Rissgeschwindigkeit in der Legierung 6013 unter korrosiven Medium ist schwer zu treffen.

Die beiden Legierungen unterscheiden sich vereinfacht in zwei Punkten:

- chemischen Zusammensetzung der Ausscheidungen und
- Größe der Ausscheidungen in der Aluminiummatrix => Mikrostruktur

Während die Mikrostruktur die Deformation und damit die mechanischen Eigenschaften maßgebend beeinflusst, scheint die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen (Redoxpotentialdifferenzen) die Stärke der Korrosion zu bestimmen.

Eine beschleunigte Rissgeschwindigkeit lässt sich daher auf die stärkere Korrosion und die größeren Ausscheidungen in der Legierung 6013 zurückführen.

Der geringere Einfluss des korrosiven Mediums auf die Rissfortschrittsgeschwindigkeit der Legierung 2024 lässt sich nach den Messungen in dieser Arbeit auf drei Beobachtungen zurückführen. Die größere verfestigte plastische Zone vor der Risspitze bremst den Rissfortschritt. Der gemessene Einfluss des anelastischen Verhaltens unter NaCl-Lösung bei der Legierung 2024 führt zusätzlich zu einer Verringerung des Rissgeschwindigkeit.

Durch die drei oben genannten Beobachtungen in der Legierung 2024 im Vergleich zu 6013, wie *größere plastische Zone*, *Verfestigung* und *anelastische Verhalten* lässt sich bei gleichem direkten Einfluss des korrosiven Mediums der schnellere Rissfortschritt in der Legierung 6013, verstehen.



## 8 EINKORNKRATZVERSUCHE AN GALLIUMARSENID

Galliumarsenid wird als Halbleiter in speziellen elektronischen Anwendungen eingesetzt, wie z.B. im Mobilfunk- und Satellitenbereich. Es eignet sich insbesondere für Hochfrequenz-Anwendungen. Daraus folgt ein großes industrielles Interesse an Galliumarsenid. Die elektronischen Eigenschaften lassen sich durch Dotierungen einstellen. Beim Herstellungsprozess werden aus einem zylindrischen Einkristall Wafer herausgesägt, wodurch unerwünschte Defekte in den Kristall eingebracht werden. Die geschädigte Oberfläche muss abgetragen werden, was einen nicht unerheblichen Materialverlust verursacht. Die Schädigungstiefe bei mechanisch beanspruchtem Galliumarsenid sollte möglichst gering sein. In dieser Arbeit wurden deshalb Mikrokratzer unter unterschiedlichen Prozessbedingungen in Galliumarsenid ortsaufgelöst mit Positronen untersucht.

### 8.1 Galliumarsenid

Bei Galliumarsenid ( $\text{Ga}^{\text{III}} \text{As}^{\text{V}}$ ) handelt es sich um einen III-V-Verbindungshalbleiter. Es kristallisiert in der Zinkblendestruktur und ist somit kubisch flächenzentriert. Die Spaltbarkeit liegt parallel zu den  $\{110\}$ -Ebenen. Diese Ebenen werden von beiden Atomsorten aufgebaut. Somit kann an diesen unpolaren Ebenen eine Spaltung stattfinden (Abb. 8.1). GaAs ist bei RT ein sehr sprödes Material. Der Übergang zu duktilem Verhalten findet bei Normaldruck erst bei einer Temperatur von  $490\text{ }^{\circ}\text{C}$  statt [PAU93].

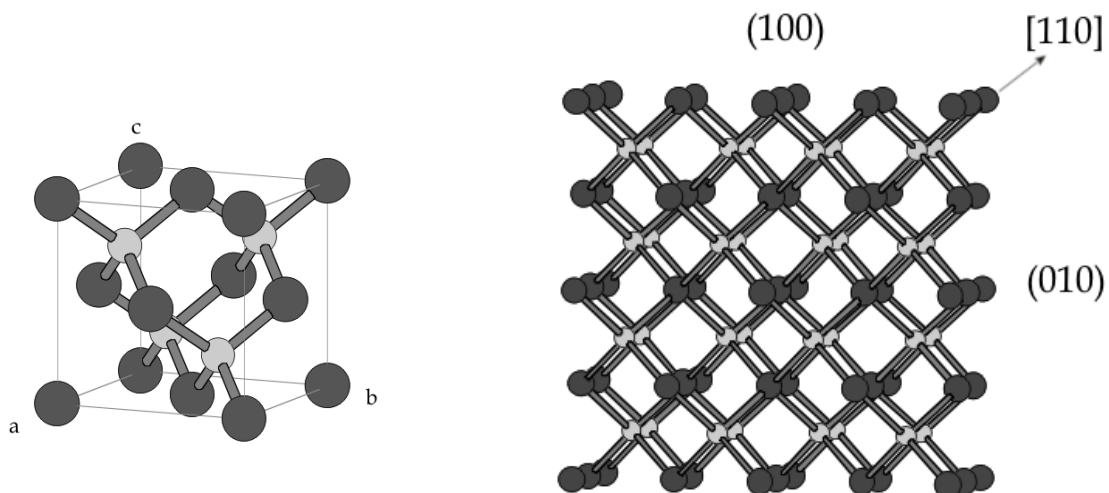


Abb. 8.1: (Links) Elementarzelle von GaAs. GaAs kristallisiert in der Zinkblendestruktur. (Rechts) Ausschnitt aus dem GaAs-Gitter. Die  $[110]$ -Richtung zeigt die Spaltbarkeit. Die „Schicht-Struktur“ entlang der  $[100]$ -Richtung ist gut zu erkennen.

In Kristallen mit Zinkblendestruktur besitzen perfekte, gleitfähige Versetzungen einen Burgersvektor  $\vec{b} = a/2\langle 110 \rangle$  ( $a$  ist die Gitterkonstante). Die Gleitebene ist vom Typ  $\{111\}$  [LEI01]. Aufgrund der zweiatomigen Basis ist die Lage der Gleitebene nicht eindeutig. Es gibt zwei mögliche Lagen für die Versetzungslinie. Sie kann an den dicht benachbarten oder an den weit auseinanderliegenden  $\{111\}$ -Ebenen liegen. Die Defekte werden *Glide-* bzw. *Shuffle-set*-Versetzung genannt. Der dominierende Versetzungstyp in der Zinkblendestruktur ist der *Glide-set* [LEI01]. Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) haben ergeben, dass gleitfähige Versetzungen in Partialversetzungen aufgespalten sind. Bei Verformung unter sehr hohen Spannungen kann die Separation so groß werden, dass von der Bewegung dekorrelierter Partialversetzungen gesprochen werden kann [LEI01]. Damit im Zusammenhang steht eine Änderung des Deformationsmechanismus, die sich in einer anderen Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung von der Temperatur äußert [LEI01].

In Deformationsexperimenten unter *isostatischen Druck* wurden verschiedene Bereiche der Abhängigkeit der kritischen Schubspannung  $\tau_c$  von der Temperatur  $T$  registriert. Die Abweichungen für  $T < 300$  K vom  $\tau_c(T)$ -Verlauf bei höheren Temperaturen wurde dabei mit dem Gleiten von nichtaufgespaltenen Schraubenversetzungen beschrieben. Unterhalb von 300 K deuten Gleitlinien auf eine Verformung durch das Abgleiten entlang  $\frac{1}{2}\langle 10\bar{1} \rangle\{111\}$ . Oberhalb von 300 K ist der Kristall so spröde, dass keine Gleitlinien beobachtet wurden und die kritische Schubspannung  $\tau_c$  fällt steil mit steigender Temperatur. Unterhalb 300 K besteht nur eine schwache Temperaturabhängigkeit von  $\tau_c$  [SUZ99].

Abb. 8.2 zeigt die Spannungs-Dehnungskurven von GaAs. Unterhalb 300 K verformt sich der Kristall relativ sanft ohne fortschreitende Risse [SUZ99].

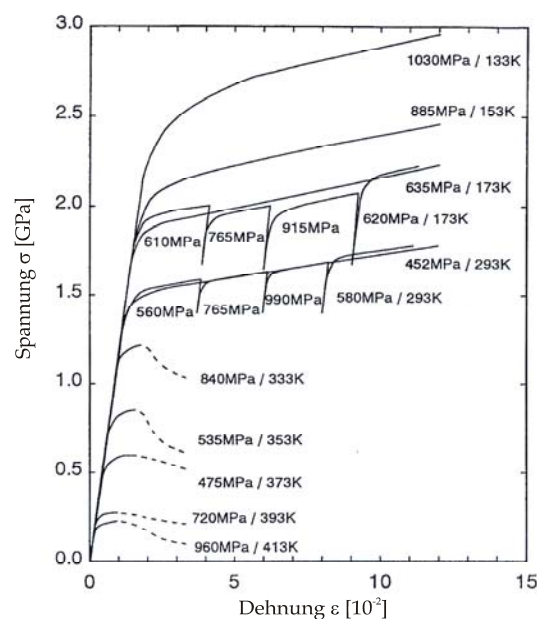


Abb. 8.2: Spannungs-Dehnungs-Kurve von GaAs:  $\dot{\varepsilon} = 5,6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Die vorherrschenden isostatischen Drücke und Temperaturen sind angegeben [SUZ99].

Bei niedrigen Temperaturen  $T < 300$  K erfolgt die Plastizität durch Gleiten von nichtaufgespalteten (perfekten) Schraubenversetzungen, die sich auf den Shuffle-set-Ebenen bewegen können. Oberhalb von 300 K erfolgt der Bruch schon nach geringen Dehnungen. Das Material verhält sich spröde.

Liegt das Fermi-Niveau eines Halbleiters genau zwischen Leitungs- und Valenzband wird dies als semiisolierend bezeichnet. Die Lage des Fermi-Niveaus lässt sich durch die Dotierung kontrollieren.

Bei der Herstellung von semiisolierendem GaAs müssen, um einen eindeutigen Gleichgewichtszustand festzulegen, zwei intensive thermodynamische Zustandsgrößen kontrolliert werden. Am praktikabelsten sind Temperatur und As-Dampfdruck einzustellen. Nach der Gibbsschen Phasenregel sind die Freiheitsgrade  $F$  eines Systems durch  $F = K + 2 - P$  gegeben, wobei  $P$  die Zahl der Phasen und  $K$  die Zahl der Komponenten ist. Bei Galliumarsenid (zwei komponentig Ga, As) müssen demnach zwei Freiheitsgrade bei zwei Phasen (GaAs und Dampf) berücksichtigt werden.

In GaAs kann es prinzipiell sechs einfache intrinsische<sup>1</sup> Punktdefekte geben: Leerstellen ( $V_{As}$ ,  $V_{Ga}$ ), Antistrukturdefekte ( $As_{Ga}$ ,  $Ga_{As}$ ) auf den beiden Untergittern und Zwischengitteratome der beiden Atomsorten ( $As_i$ ,  $Ga_i$ ). Aus Stöchiometrieabweichungen folgen prinzipiell Art und Konzentration der dominierenden Punktdefekte und damit die Lage des Fermi-Niveaus.

Defekte in GaAs können geladen sein, falls sie in vergleichbaren Dichten wie die Dotierungsatome vorkommen. Dadurch besitzen sie einen signifikanten Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften des Materials. Ein wichtiges Beispiel dafür ist der EL2-Defekt (Elektrischer Level 2), der in Konzentrationen von einigen  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$  die Eigenschaften des semiisolierenden Galliumarsenids bestimmt. Der EL2-Defekt pinnt das elektronische chemische Potential in der Bandmitte. Ein  $As_{Ga}$ -Antistrukturdefekt ist wesentlicher Bestandteil des EL2-Defektes [BRO96]. EL2-Defekte treten überwiegend in Arsen-reichem Galliumarsenid auf. Ihre Dichte steigt mit dem As-Gehalt in der Schmelze an [HOL82]. Semiisolierendes Galliumarsenid wird deshalb heute unter Arsen-reichen Bedingungen hergestellt [RUD99].

Die Positronen Lebensdauerannihilations-Spektroskopie eignet sich zur Bestimmung der Defektkonzentration und des Defekttyps in GaAs [GEB00][GEB01]. Eine eindeutige mikroskopische Identifizierung von Defekten in Halbleitern ist oft durch ihre komplexe Struktur, wie z.B. Leerstelle-Fremdatom Komplexe als einfachster Fall, schwierig. Hinzu kommt, dass die elektronische Struktur von Gallium und Arsen sehr ähnlich ist. Beide Atomsorten besitzen für Leerstellen auf den jeweiligen Untergittern eine ähnliche Positronenlebensdauer.

Zur Identifizierung der chemischen Umgebung einer Leerstelle und damit des Defekttyps eignet sich wiederum die Methode der Positronen Dopplerverbreiterung. Der hochenergetische Anteil der Zerstrahlungslinie gibt Information über den Impuls der Rumpfelektronen am Zerstrahlungsort der Positronen[KRA99].

---

<sup>1</sup> Defekte ohne Beteiligung von Fremdatomen

Mittels der Elektronen-Wellenfunktionen der freien Atome lässt sich mit einfachen Methoden die Annihilation mit kernnahen Elektronen berechnen. Solche Berechnungen ermöglichen eine eindeutige Identifikation der Leerstellenarten, da die Impulsverteilung verschiedener Defekttypen effizient gerechnet und mit den Experimenten verglichen werden kann [ALA95][GEB00][GEB01].

## 8.2 Untersuchung von Kratzern auf GaAs

Die Erforschung von Fehlstellen in Halbleitern liefert zum einen Informationen über die elektronische Struktur, d.h. über die elektrischen Eigenschaften und zum anderen über Schädigungen, die während des Produktionsvorganges erzeugt werden. Dadurch lassen sich bessere und kostenreduzierte Produktionsverfahren einsetzen.

Die Optimierung des Einkristallziehverfahrens aus der Schmelze sowie die Herstellung der Wafer durch Sägen [BOE98] und Polieren steht im Vordergrund bei der Entwicklung neuer Verfahren [GEB97].

Die zylindrisch nach dem Czochalski- oder auch Bridgman-Verfahren gewachsenen Einkristalle werden für ihre weitere Verwendung in Scheiben gesägt. Um den Materialverlust während des Sägevorgangs gering zu halten, wird eine Diamantdrahtsäge verwendet. Die gesägten Oberflächen sind stark mechanisch geschädigt und sehr uneben, was ein mechanisches Polieren notwendig macht [BOE98]. Anschließend muss die durch das Polieren geschädigte Oberfläche chemisch oder chemomechanisch abgetragen werden. Um die Materialverluste gering zu halten, muss das Polierverfahren untersucht und optimiert werden. Daher wurden Untersuchungen an gesägten Oberflächen mit langsamen Positronen durchgeführt, die oberflächennahe Defekte [BOE98] zeigen. Um die grundlegenden Prozesse der Defektentstehung und ihre Abhängigkeit von verschiedenen Produktionsparametern zu erforschen, wurden von der Firma FCM<sup>1</sup> und der TU Berlin<sup>2</sup> Untersuchungen an Einkornritzen durchgeführt. Ziel war die Optimierung des mechanischen Poliervorganges.

An der TU Berlin wurden in die GaAs-Wafer mit einem einzelnen Diamantkorn Kratzer im Mikrometerbereich eingebracht. Die Form des Diamantkorns war dachförmig, und es wurde mit der „Breitseite“ des Korns gekratzt. Die Kratzgeschwindigkeit betrug 60 bis 80 m/s. Im Rahmen weiterer geplanter Untersuchungen soll sowohl die Geschwindigkeit als auch die Kornform verändert werden.

Von Interesse ist der Zusammenhang zwischen der Form des kratzenden Korns auf der Polierscheibe und der Orientierung der GaAs-Wafer zum Korn einerseits und bezüglich der mechanischen Deformation bzw. Schädigung andererseits. Die Geschwindigkeit des Korns und die Eindringtiefe sind entscheidende Parameter, die zu einem möglichst schonenden Polierverfahren beitragen können.

---

<sup>1</sup> Freiburger Compound Materials GmbH, Am Junger Löwe Schacht 5, 09599 Freiberg

<sup>2</sup> Institut für Werkzeugmaschinen und Fabrikbetrieb, Technische Universität Berlin

In der Dissertation von U. Männig [MAE00] wurde gezeigt, dass die Positronenmikrosonde ein geeignetes Instrument für die Untersuchung solcher Mikrokratzer ist, da sie die erforderliche laterale Auflösung hat, und die Positronen eine hohe Empfindlichkeit auf die in Material eingebrachten Fehler besitzen.

Als Probenmaterial wurde von der Firma FCM<sup>1</sup> undotiertes, leicht fehlorientiertes semiisolierendes Galliumarsenid zur Verfügung gestellt, in das an der TU Berlin, wie oben beschrieben, Kratzer eingebracht wurden.

Beim Eintritt sowie beim Austritt des Diamantkorns treten Schleifspuren auf (Abb. 8.3). Bei ausreichender Eindringtiefe des Korns bricht das Material aus, um dann bei geringerer Eindringtiefe wieder Schleifspuren zu erzeugen [UHL99]. Im Bereich dieser Schleifspuren verhält sich das Material duktil. Das anormale Verhalten von GaAs bei Temperaturen von 300 K unter Druck ermöglicht diese plastische Verformung (Abb. 8.2).

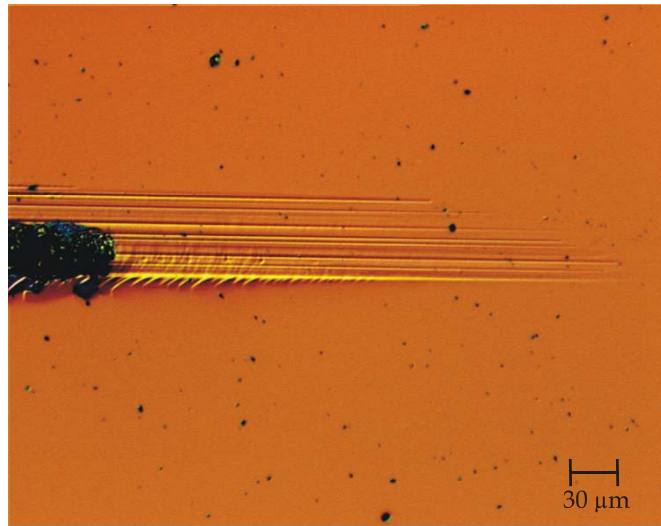


Abb. 8.3: Beispiel eines Kratzers auf semiisolierendem GaAs mit plastischen Schleifspuren. Lichtmikroskopisches Bild unter Differenzenkontrast. Das Diamantkorn ging von Rechts nach Links über den Wafer.

Bei den Oberflächen der Wafer handelte es sich um (100)-Ebenen. Die untersuchten Kratzer unterscheiden sich in der Kratzrichtung bezüglich der [110]-Richtung. Es wurden Proben mit einem Kratzwinkel von 0°, 45°, 90°, 135° und 180° untersucht. Die folgenden S-Parameter Messungen wurden mit 30 keV-Positronen und einem Strahldurchmesser von 20 μm durchgeführt. Die S-Parameterwerte wurden auf den Wert für undeformiertes Galliumarsenid normiert.

Abb. 8.4 zeigt einen Längsscan über einen Mikrokratzer, der unter einem Winkel von 0° zur [110]-Richtung in den Wafer eingebracht wurde. Der Kratzer hat eine Länge von 1200 μm und eine Breite von ca. 50 μm. Während die Länge auf den unterschiedlichen Proben variiert, bleibt die Breite, bedingt durch die Form und Eindringtiefe des Diamanten, immer gleich. Die Schleifspuren vor Beginn des Materialausbruches erstrecken sich über einen Bereich von 180 μm. Am Ende des Kratzers besitzen die Schleifspuren eine Länge von 200 μm.

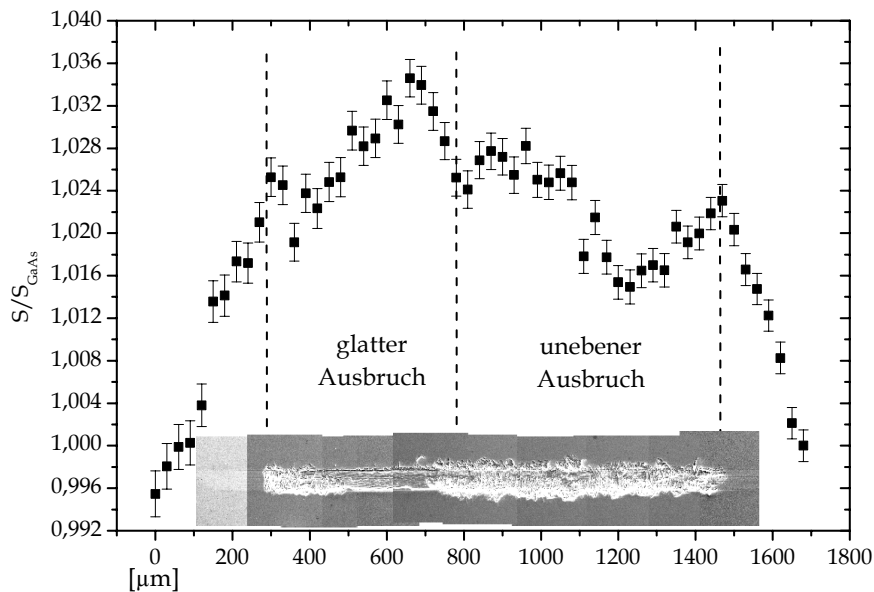


Abb. 8.4: Kratzer in GaAs: Längsscan und REM-Bild. Der Abbildungsmaßstab ist identisch. Dadurch wird eine Korrelation des S-Parameters zur „optischen“ Schädigung im Kratzer ermöglicht. Das Diamantkorn ging von Rechts nach Links über den Wafer.

Die Messung zeigt, dass eine Schädigung schon im Bereich vor dem Materialabtrag vorhanden ist. Die in der Abb. 8.3 gut zu erkennenden Schleifspuren fallen räumlich mit den erhöhten Werten von  $S/S_{\text{GaAs}}$  zusammen. Dieser Zusammenhang zeigt sich bei allen Messungen. Im Bereich der Schleifspuren steigt der S-Parameter linear mit steigendem Druck des Diamantkorns an und kann, je nach Probe, ein Maximum von 1,040 erreichen. Innerhalb des unregelmäßig spröde ausgebrochenen Bereiches fällt er ab auf ca. 1,020. Der charakteristische relative S-Parameter von Leerstellen auf dem Galliumuntergitter ( $V_{\text{Ga}}$ ) bei kompletten Einfang liegt bei 1,024 [GEB97]. Daraus folgt, dass in den Bereichen mit  $S/S_{\text{GaAs}} > 1,024$  noch andere Defekttypen vorhanden sein müssen, die ein größeres offenes Volumen als Galliumleerstellen ( $V_{\text{Ga}}$ ) besitzen.

### 8.2.1 Einfluss der Kratzrichtung

Aus Gründen der Weiterverarbeitung besitzen die GaAs-Wafer eine leichte Fehlorientierung. Eine der kristallographischen Achsen ist um ca.  $1^\circ$ - $3^\circ$  in Richtung der Spaltbarkeit [110] verkippt. Dadurch erhält die Oberfläche des Wafers, bedingt durch seine Symmetrie bzw. seine Spaltbarkeit eine atomare Stufenstruktur. Durch die Verkipfung der Symmetrieachse liegen die Richtungen  $0^\circ$  und  $180^\circ$  exakt parallel zur Spaltebene, während die Richtung  $90^\circ$  sich durch eine geringe Winkelverkipfung senkrecht zur Spaltebene auszeichnet.

Die eigentlich Symmetrie-Äquivalenten Richtungen  $0^\circ$ ,  $90^\circ$  und  $180^\circ$ , sowie  $45^\circ$  und  $135^\circ$  zeigen sowohl optisch als auch im relativen S-Parameter Unterschiede. Optisch zeigt sich ein signifikanter Einfluss der Spaltbarkeit parallel zur [110]. Die Lage der

Spaltebenen bezüglich der Kratzwinkel  $45^\circ$  und  $135^\circ$  ist identisch, so dass hier der S-Parameter in gleicher Weise ansteigt.

Bei einem Vergleich der Kratzwinkel  $0^\circ$ ,  $180^\circ$  und  $90^\circ$  zeigt sich optisch ein deutlicher Unterschied. Im Rasterelektronenmikroskop (Abb. 8.6) zeigt sich dieser Unterschied in der Art des ausgebrochenen Bereiches. Bei den Dopplermessungen über die Kratzer zeigt sich dieser Unterschied durch einen höheren relativen S-Parameter bei den Proben mit einem Winkel von  $0^\circ$  und  $180^\circ$  im Vergleich zu der Probe, die unter einem Winkel von  $90^\circ$  gekratzt wurde (Abb. 8.5).

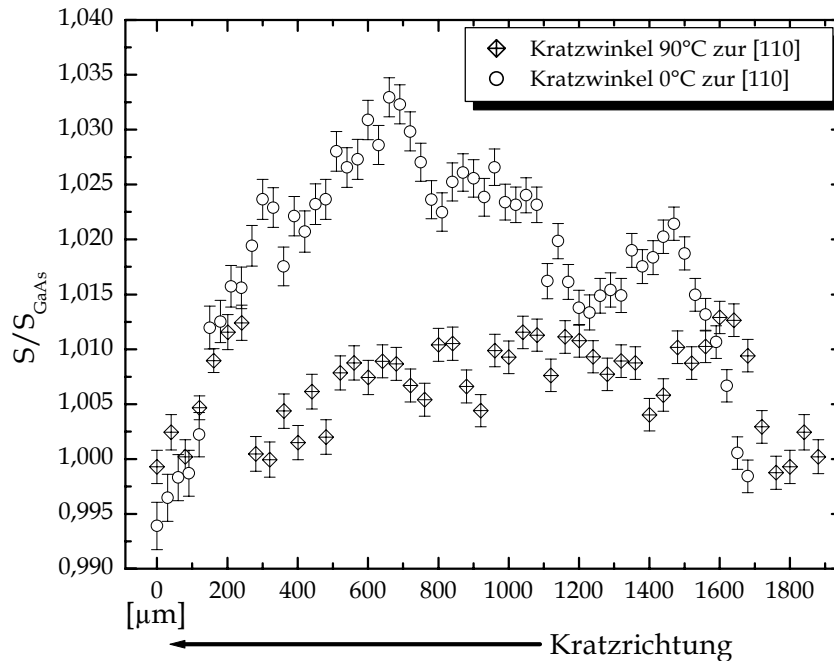


Abb. 8.5: Mikrokratzer auf GaAs: Das dachförmige Diamantkorn wurde unter einem Winkel von  $0^\circ$  bzw.  $90^\circ$  zur  $[110]$ -Richtung über die Probe gekratzt. Die Kornbewegung erfolgte von Rechts nach Links.

Die Länge der Kratzer sind nahezu gleich, so dass von identischen Kratzparametern auszugehen ist. Bei dem unter  $90^\circ$  eingebrachten Kratzer ist eine geringere Schädigung zu beobachten. Hier steigt der S-Parameter maximal auf 1,0125 an. Die höchsten Werte finden sich am Übergang der „Schleifspuren“ zum ausgebrochenen Bereich. Die Erklärung für diese Beobachtung liegt in der Verkippung der Symmetrieachse in Richtung  $[110]$ . Durch die Fehlorientierung kann bei der  $90^\circ$ -Probe das Material entlang der Spaltebene wegbrechen. Dies ist bei den Proben  $0^\circ$  und  $180^\circ$  nicht möglich. Das Material kann nicht spröde wegbrechen und drückt an manchen Stellen zusätzlich zum Diamantkorn in den Wafer. In diesen Bereichen liegt der S-Parameter oberhalb des Wertes für Einfachleerstellen (bei  $\eta = 1$ :  $S_{V_{Ga}} = 1,024$ ). Die Bildung von Leerstellenclustern ist wahrscheinlich eine Ursache für den höheren S-Parameter.

## 8.2.2 Chemische Umgebung in GaAs

Je nach Beschaffenheit der Kratzer lassen sich Unterschiede innerhalb des ausgebrochenen Bereiches vermuten, da an manchen Stellen der Ausbruch glatter erscheint. Dort steigt auch der S-Parameter an. Die folgende Abbildung (Abb. 8.6) zeigt die verschiedenen Bereiche und den Übergang.

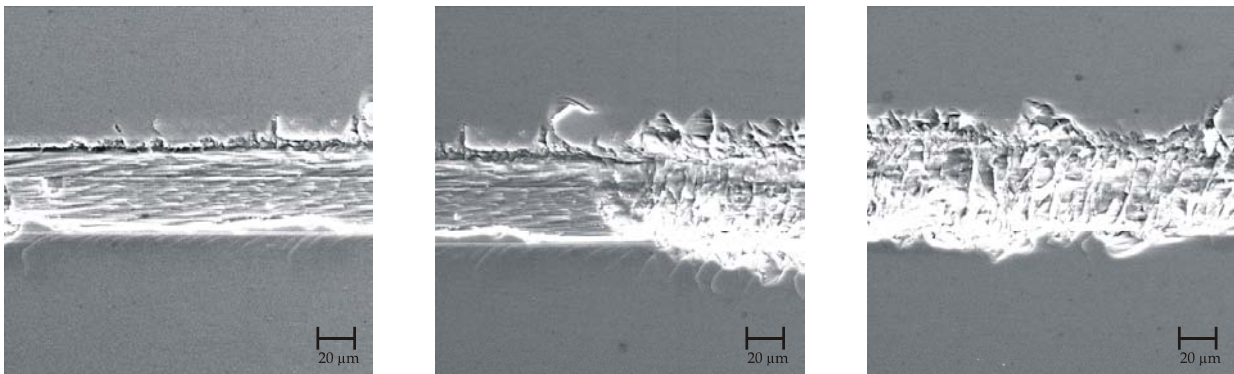


Abb. 8.6: Raster-Elektronenbilder eines Kratzers (Kratzwinkel  $0^\circ$ ), mit unterschiedlich ausgebrochenen Bereichen. Links ist der ausgebrochene Bereich eher glatt, rechts dagegen sind die Seiten unregelmäßig begrenzt. Das mittlere Bild zeigt den Übergang zwischen den Bereichen. Die Kratzrichtung erfolgte von rechts nach links.

Der erhöhte S-Parameter Wert innerhalb des glatt ausgebrochenen Bereiches deutet auf eine größere Schädigung hin. Dies kann verschiedene Ursachen haben. Bleibt ein Span am Schneidwerkzeug (Diamant) hängen, so wird dieser tiefer und mit größerer Kraft ins Material gedrückt. Eine weitere Möglichkeit kann eine lokale Erwärmung durch die Reibung des Diamantkorns während des Kratzprozesses sein, die zu einem Abdampfen des Arsens und damit zu Arsenleerstellen, führen könnte.

In Tabelle 8.1 sind die S-Parameter der verschiedenartigen Oberflächen aufgelistet. Der höchste Wert wurde im glatt ausgebrochenen Bereich gemessen (1,034). Wie in der Abb. 8.4 zu erkennen, steigt der S-Parameter im Bereich der Schleifspuren linear an, so dass hier ein Durchschnittswert in der Mitte der Schleifspur gemessen wurde, der einen S-Parameter von ca. 1,023 besitzt. Innerhalb des spröde ausgebrochenen Bereiches liegt der S-Parameter bei ca. 1,019.

Tabelle 8.1: Dopplermessung der verschiedenartig ausgebrochenen Bereichen eines Kratzers auf GaAs mit einem Kratzwinkel von  $180^\circ$ . „Plastisch“ wird hier der Bereich der Schleifspuren genannt. Unter „Spröde“ ist der Bereich mit unregelmäßigen Ausbruchskanten und „Glatt“ mit entsprechend glatten Kanten zu verstehen.

	GaAs-Referenz	plastischer Bereich	spröder Bereich	glatt ausgebrochener Bereich
$S/S_{\text{GaAs}}$	1	1,023	1,019	1,034

Um diese unterschiedlichen Werte interpretieren zu können, wurde die Form der Annihilationslinie des Dopplerspektrums im Hochimpulsbereich genauer analysiert.



Durch eine Normierung lassen sich Aussagen über die Art der Defekte machen [GEB01][GEB99].

Die folgende Abb. 8.8 zeigt die Impulsverteilungen in den unterschiedlichen Bereichen. Ein Vergleich der Kurvenform mit theoretischen Rechnungen von Impulsverteilungen für verschiedene Leerstellen und Leerstellenkomplexe in GaAs [GEB00][GEB99] (Abb. 8.7) zeigt, dass der Verlauf der Impulsverteilung am ehesten auf Ga-Leerstellen hindeutet. Einen Einfluss von Arsenleerstellen ist nicht zu erkennen. Die Rechnungen beziehen sich alle auf einen kompletten Einfang in den entsprechenden Defekttyp. Eine Skalierung auf vollständigen Einfang ist hier nicht möglich, da nicht nur ein Defekttyp vorhanden ist.

In semiisolierenden GaAs liegt das chemische Potential der Elektronen in der Bandmitte. Daraus folgt, dass As-Leerstellen positiv geladen sind und für Positronen nicht zu sehen sein sollten. Leerstellencluster, bestehend aus der gleichen Anzahl Ga- und As-Leerstellen, sind hingegen neutral und mit Positronen nachzuweisen.

Die Kurvenformen der normierten Impulsverteilungen der einzelnen Spektren sind nahezu identisch. Durch einen Vergleich mit den Rechnungen zeigt sich, dass es sich wahrscheinlich um Leerstellen auf dem Gallium-Untergitter handelt. Die Bereiche auf der Probe unterscheiden sich nur im S-Parameter. Der relative S-Parameter von Galliumleerstellen liegt bei 1,024 [GEB97]. Im glatt ausgebrochenen Bereich wird ein S-Parameter von ca. 1,0375 erreicht. Dies ist mit einfachen Galliumleerstellen nicht möglich. Der höherer S-Parameter kann jedoch durch die Zerstrahlung an Doppelleerstellen erklärt werden, die in früheren Arbeiten bei plastisch deformierten GaAs Doppelleerstellen gefunden wurden [HÜB98]. Es ist anzunehmen, dass durch die plastische Deformation eine Vielzahl von verschiedenen Defekttypen erzeugt wurde, die sich nicht voneinander trennen lassen. Es lässt sich nur eine Aussage über den vorherrschenden Defekttyp machen.

Arsenleerstellen, die durch Abdampfung des Arsens bei Erwärmung der Probe bei normaler Atmosphäre entstehen, können aufgrund ihrer positiven Ladung nicht beobachtet werden. Weiter ist ein Einfluss einer lokalen Erwärmung durch die hohen Kratzgeschwindigkeiten, aus thermodynamischen Überlegungen unwahrscheinlich.

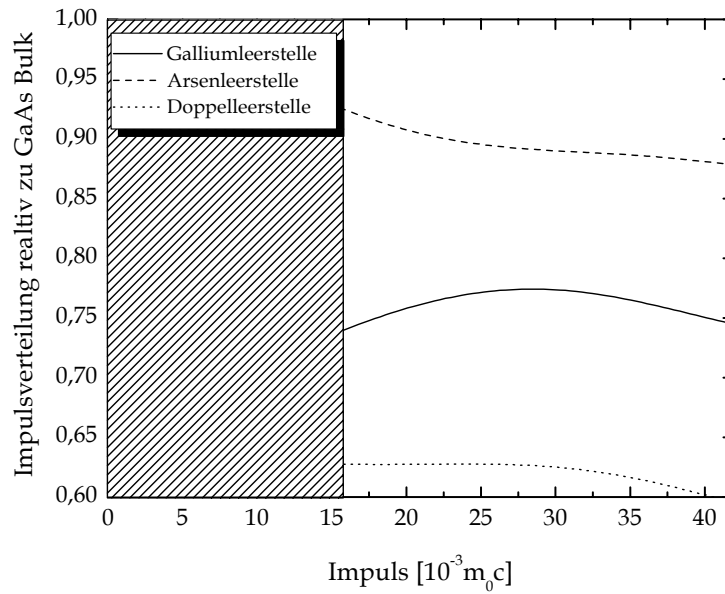


Abb. 8.7: Gerechnete Impulsverteilungen für Galliumleerstellen, Arsenleerstellen und Doppelleerstellen. Die Kurven simulieren den kompletten Einfang der Positronen (von T.E.M. Staab). Der schraffierte Impulsbereich ist für die Rechnungen nicht zu erfassen, da dort der Einfluss der Leitungselektronen zu groß wird.

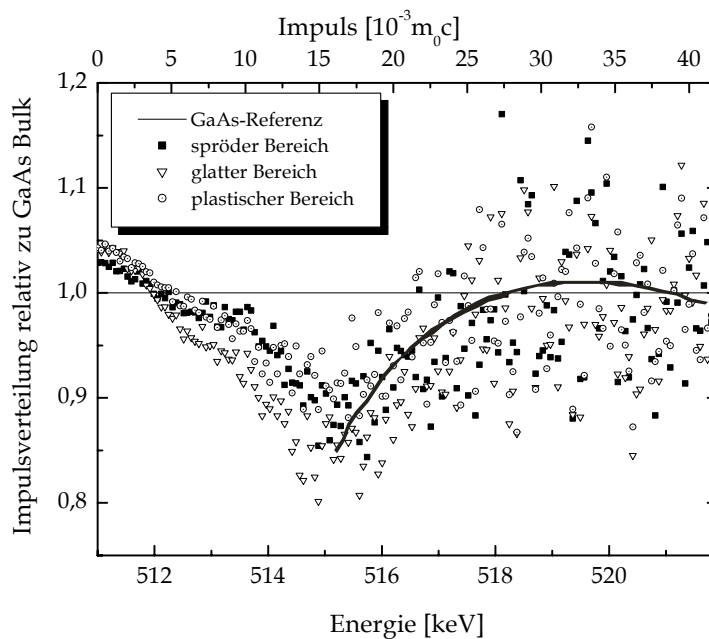


Abb. 8.8: Normierte Impulsverteilung der Annihilation mit Rumpfelektronen in deformiertem semiisolierenden GaAs. Aufgetragen sind die Spektren der unterschiedlich ausgebrochenen Bereiche einer gekratzten GaAs-Probe ( $\Delta 180^\circ$  zur  $[110]$ ). Die Linie ist kein Fit an die Daten, sondern dient lediglich als Hilfslinie.

### 8.3 „Ausgraben“ eines Kratzers durch Ionenstrahlätzen (Sputtern)

Da die Positronenmikrosonde die Positronen maximal auf eine Energie von 30 keV beschleunigen kann, ergibt sich eine maximale Eindringtiefe in Galliumarsenid von ca. 2  $\mu\text{m}$ . Um Informationen aus tiefer liegenden Bereichen zu erhalten, wurde der Kratzer mit Argonionen abgesputtert. Die Probe wurde hierfür mit einem niederenergetischen Argonstrahl (4 kV und 1 mA) unter einem Winkel von ca. 5° gesputtert. Hierbei wurde die Probe nicht gedreht, da der Kratzer nicht geebnet, sondern „ausgegraben“ werden sollte (Abb. 8.9). Zunächst wurden über eine Sputterdauer von 7 h ca. 10  $\mu\text{m}$  entfernt, um den Einfluss des Sputterprozesses zu untersuchen.

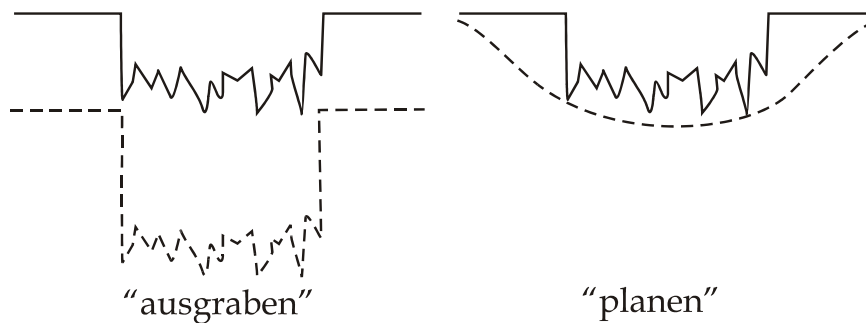


Abb. 8.9: Skizzen des Sputterprozesses eines Kratzers. Mit einer „Ionenmühle“ werden normalerweise Proben ausgedünnt oder atomare Unebenheiten geglättet. Hierbei dreht sich die Probe während des Sputtervorganges (rechts). Zum „Ausgraben“ bzw. Oberflächen Abtragen darf die Probe nicht gedreht werden (links).

Abb. 8.10 zeigt im oberen Bereich ein Falschfarbenbild des Kratzers. Das Bild zeigt farbig unterteilt den Verlauf des S-Parameters. Mit rot ist der höchste S-Parameterwert von ca. 1,033 gekennzeichnet. Darunter ist der Kratzer als Raster-Elektronen-Bild im gleichen Maßstab dargestellt. Zuunterst ist der mittlere Längsscan direkt über den Kratzer (Abb. 8.4) dargestellt.

Wie auf dem REM-Bild zu erkennen, besitzt dieser Kratzer keinen glatt ausgebrochenen Bereich, so dass der S-Parameter innerhalb des Kratzers bei ca. 1,0175 liegt. Der plastisch verformte Anfangsbereich erstreckt sich über 270  $\mu\text{m}$ , die Schleifspuren am Ende über 180  $\mu\text{m}$ . Der eigentliche Kratzer ist 550  $\mu\text{m}$  lang. Mittels lichtmikroskopischer Untersuchungen wurde die Tiefe des Kratzers auf max.  $8 \pm 2 \mu\text{m}$  bestimmt.

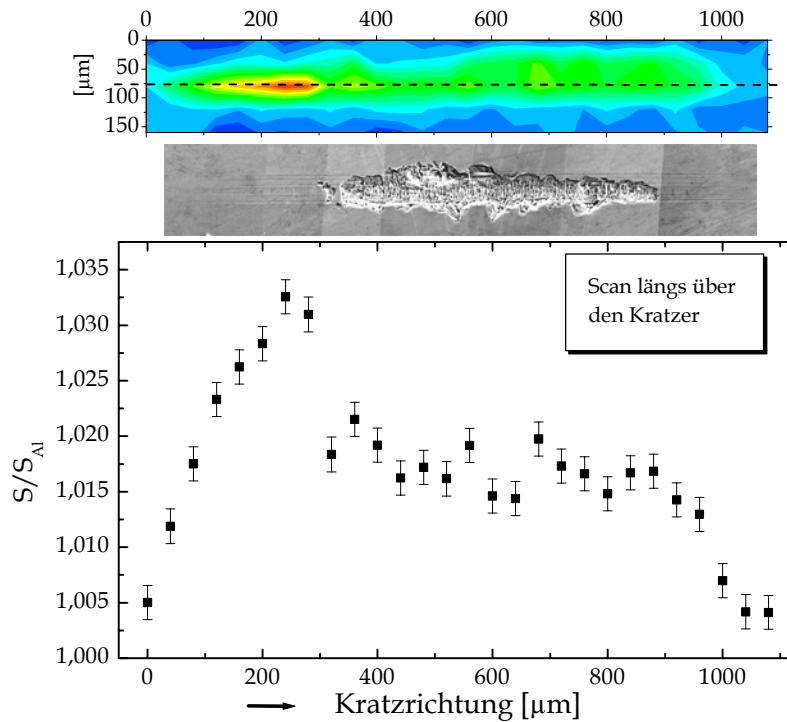


Abb. 8.10: Kratzer auf GaAs: (oben) Konturbild des relativen S-Parameters über den Kratzer, (mitte) REM-Bild mit dem gleichen Maßstab, (unten) Scan über den mittleren Bereich des Kratzers.

Abb. 8.11 zeigt die Messung des abgesputterten Kratzers. Die Messung des S-Parameters zeigt, dass nach dem Sputtern keine mit Positronen nachweisbaren Defekte in einer Tiefe bis 15  $\mu\text{m}$  mehr vorhanden sind. Der Kratzer ist nur noch als Oberflächenstruktur im REM-Bild zu erkennen.

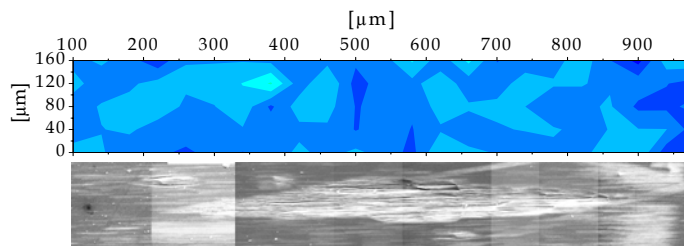


Abb. 8.11: Nach dem Ionenstrahlätzen: (oben) Falschfarbenbild des S-Parameters, (unten) REM-Bild des Kratzers im gleichen Maßstab.

Des Weiteren ist zu erkennen, dass durch das Sputtern keine mit Positronen nachweisbare Schädigung ins Material eingebracht wird. Der S-Parameter besitzt den gleichen Wert wie das unverformte Material.

Die Oberfläche der gesputterten Probe wurde mittels optischen Abstandssensoren, die mit einem Infrarot-Laser arbeiten, vermessen.

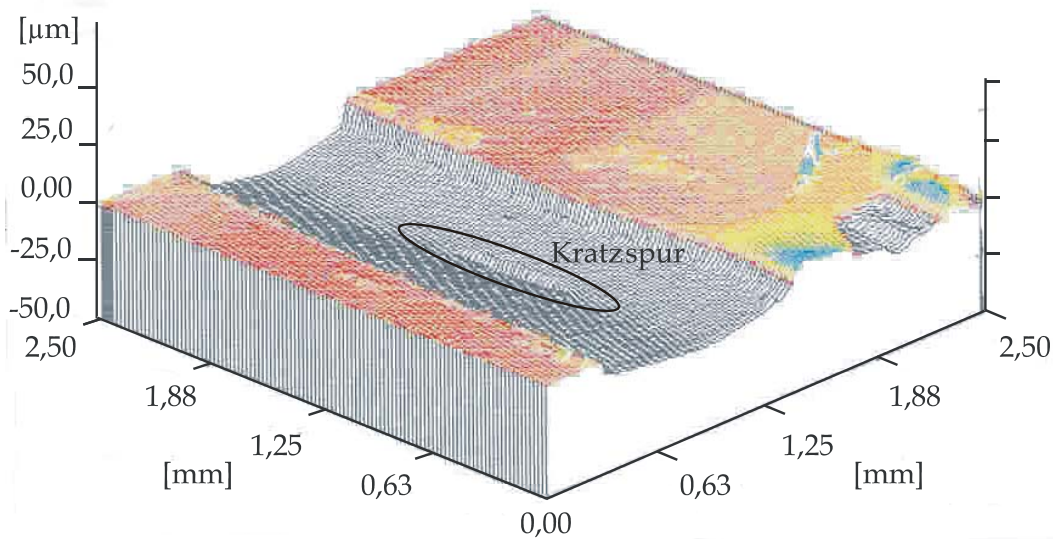


Abb. 8.12: Topographische Darstellung des abgesputterten Kratzers. Gelb umkreist ist der „Schatten“ des Kratzers zu erkennen.

Abb. 8.12 zeigt eine 3-dimensionale topographische Darstellung des Kratzers nach dem Sputtern. In den nachfolgenden Abbildungen sind Messungen quer über den Kratzer dargestellt. Die Tiefe des eigentlichen Kratzers, sowie der Abtrag durch den Sputterprozess lassen sich gut erkennen.

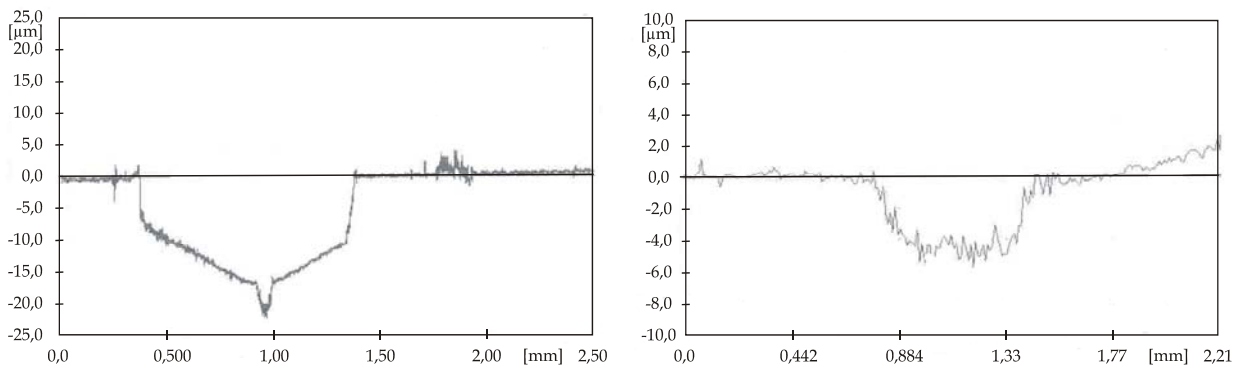


Abb. 8.13: (links) abgesputterter Bereich, die ungesputterte Oberfläche befindet sich auf dem 0-Niveau. Der ausgegrabene Kratzer befindet sich bei ca. 1 mm. (rechts) Zoom in den gesputterten Kratzer. Hier liegt die abgesputterte Oberfläche auf dem 0-Niveau.

Es wurden insgesamt  $15\ \mu\text{m}$  GaAs durch das Sputtern abgetragen. Die Tiefe des Kratzers lässt sich mit  $6\ \mu\text{m}$  bestimmen.

Es können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden: durch den Sputtervorgang wird zum einen keine mit Positronen messbare Schädigung ins Material eingebracht und zum anderen erhitzt sich die Probe nicht, da bei erhöhter Temperatur das Arsen

heraus diffundieren und sich somit der S-Parameter verändert würde. Es ist möglich einen Kratzer mikrometerweise abzutragen, und so ein Tiefenprofil eines Kratzers in Galliumarsenid zu erstellen.

## 9 ZUSAMMENFASSUNG

In dieser Arbeit wurden Defekte, die durch mechanische Deformation in Aluminiumlegierungen bzw. in GaAs-Wafern erzeugt wurden, mit der Methode der Positronenannihilations-Spektroskopie untersucht. Für diese Messungen stand unter anderem mit der Bonner Positronenmikrosonde ein langsamer Positronenstrahl mit einem Durchmesser von wenigen Mikrometern zur Verfügung. Ausgewertet wurde die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie.

Um einen definierten Probenzustand der Aluminiumlegierungen für spätere Deformationsexperimente zu erhalten, wurde die Auslagerungskinetik in-situ untersucht. Über die Impulsverteilung der Annihilationslinie (chemische Umgebung) wurden die Auslagerungsvorgänge in den Al-Legierungen 2024 (Al-Cu-Mg) und 6013 (Al-Si-Mg) analysiert. Nach dem Lösungsglühen und Abschrecken bilden die Überschussleerstellen im übersättigten Mischkristall mit den gelösten Legierungsatomen Komplexe. Die Diffusionskoeffizienten der zulegierten Elemente in der Matrix geben die Wahrscheinlichkeit zur Bildung solcher Komplexe an. Daher ist direkt nach dem Abschrecken ein signifikanter Einfluss von Magnesium zu erkennen.

Nach der Auslagerung zeigt sich die Impulsverteilung als eine Überlagerung der Legierungselemente in der Aluminiummatrix, wobei die Signatur des prozentual größten Legierungsanteils dominiert.

Um später Aussagen über den Verformungsgrad an der Rissspitze machen zu können, wurden dynamische Zugversuche mit den Legierungen 2024 und 6013 durchgeführt. Die Analyse der chemischen Umgebung des Annihilationsortes in verformten Proben zeigte, dass bei der Legierung 2024 die Positronen teilweise an den erzeugten Versetzungen in der Aluminiummatrix und teilweise an den Ausscheidungen eingefangen werden und dort zerstrahlen. Es findet ein konkurrierender Einfang der Positronen statt. Bei der Legierung 6013 wurde zusätzlich eine vermehrte Zerstrahlung der Positronen in Magnesium-Leerstellen Komplexen beobachtet.

Ein Schwerpunkt war die Untersuchung von Mikrorissen in der Aluminiumlegierung 2024 (AlMg<sub>1,6</sub>Cu<sub>4,4</sub>) und 6013 (AlMg<sub>1</sub>Si<sub>0,8</sub>Cu<sub>0,9</sub>). Zur Risserzeugung wurde die CT-Geometrie verwendet. Die Risse wurden sowohl unter normaler Atmosphäre als auch unter einem korrosiven Medium erzeugt. Es zeigten sich signifikante Unterschiede in den Dopplermessungen vor den Rissspitzen. Der Einfluss des korrosiven Mediums ist nicht zu vernachlässigen. Die Bildung von Wasserstoff im Rissbereich und seine anschließende Diffusion ins Material sind verantwortlich für dieses Verhalten. Die Rissgeschwindigkeit steigt an (Spannungsrissskorrosion) und der gestörte Bereich vor der Rissspitze dehnt sich um mehr als das Doppelte aus.

Die unterschiedliche Mikrostruktur (Ausscheidungsgröße und chemische Zusammensetzung) der beiden Legierungen ist ein entscheidender Faktor für ihr jeweiliges Rissverhalten an Luft sowie unter korrosiven Bedingungen.

Zur Optimierung von mechanischen Poliervorgängen von Galliumarsenid-Wafern wurden mit einem Diamantkorn erzeugte Mikrokratzer mit der Methode der Positronenannihilation an der Positronenmikrosonde orts aufgelöst untersucht. Hierbei wurde die Kratzrichtung bezüglich der [110]-Richtung variiert. Bedingt durch die Spaltbarkeit des Materials, zeigte sich eine richtungsabhängige Schädigung.

Des Weiteren wurden in diesem äußerst spröden Material plastisch deformierte Bereiche beobachtet, die sich über das Verhalten von GaAs unter erhöhtem Druck erklären lassen. Bei 300 K ist Galliumarsenid nur unter isostatischem Druck plastisch verformbar.

Die Betrachtung der Impulsverteilung der deformierten Bereiche zeigte, dass überwiegend Ga-Leerstellen erzeugt wurden. In den plastisch verformten Bereichen wurden S-Parameter Werte beobachtet, die auf Doppelleerstellen bzw. Leerstellencluster hindeuten.

Zur Bestimmung der Schädigungstiefe wurde die Methode des Ionenstrahlätzens modifiziert. Dadurch besteht die Möglichkeit, nur unter Schädigung der obersten Atomlagen, die Kratzoberfläche mikrometerweise abzutragen. Die Schädigungstiefe der Kratzer betrug maximal 10  $\mu\text{m}$ .



## 10 LITERATURVERZEICHNIS

- ALA02 M. Alatalo, noch zu veröffentlichen
- 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
- ALT94 D. Altenpohl, *Aluminium von Innen*, Aluminium-Verlag, Düsseldorf, 1994
- AND33 C.D. Anderson, *Phys. Rev.* **43** (1933) 491,
- ASM98 ASM International, Vol 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 29
- ASO96 P.Asoka-Kumae, M. Alatalo, V.J. Ghosh, A.C. Kruseman, B. Nielsen, K.G. Lynn, *Phys. Rev. Lett.* **77** (1996) 2097
- BAG52 Y.A. Bagaryatsky, *Dokl. Akad. Nauk SSSR* **87** (1952) 397
- BIA01 M. Biasini, G. Ferro, P. Folegati, G. Riontino, *Phys. Rev.* **B 63** (2001) 092202  
1
- BIS96 G. Bischof, V. Gröger, G. Krexner, R.M. Nieminen, *J. Phys.: Condens. Matter* **8** (1996) 7523
- BOE98 F. Börner, S. Eichler, A. Polity, R. Krause-Rehberg, R. Hammer, M. Jurisch, *J. Appl. Phys.* **84** (4) (1998) 2255
- BOM00 C. Bommas, Diplomarbeit Universität Bonn (2000)
- BOS99 Bosch, *Kraftfahrtechnisches Taschenbuch*, 23. Auflage, Vieweg, Braunschweig Wiesbaden, 1999
- BRA74 W. Brandt, *Appl. Phys.* **5** (1974) 1
- BRA77 W. Brandt, R. Paulin, *Phys. Rev.* **B 15** (1977) 2511
- BRO78 D. Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, Sijthoff & Noordhoff, Alphen aan de Rijn, (1978) 6-14, 48-58, 67-109, 277
- BRO96 M.R. Brozel, G.E. Stillmann, editors; *Properties of GaAs*, third edition, EMIS Datareview, The Institution of Electrical Engineers, London, 1996
- BUC01 C.E. Buckley, H.K. Birnbaum, J.S. Lin, S. Spooner, D. Bellmann, P. Staron, T.J. Udovic, E. Hollar, *Appl. Cryst.* **34** (2001) 119
- DAU74 C. Dauwe, M. Dorikens, L. Dorikens-Vanpraet, D. Seegers, *App. Phys.* **5** (1974) 117
- DIR30 P. A. M. Dirac, *Proc. Roy. Soc. A.* **126** (1930) 360
- DLU79 G. Dlubek, O. Kabisch, O. Brümmer, H. Löffler, *Phys Status Solidi a* **55** (1979) 509

- DLU81 G. Dlubek, O. Brümmer, J. Yli-Kaupilla, P. Hautojärvi, *J. Phys. F: Metal Phys.* **11** (1981) 2525
- DLU85 G. Dlubek, O. Brummer, R. Krause, in *Positron Annihilation* edited by P.C. Jain in World Scientific Publ. Co., Singapore (1985)
- DLU86 G. Dlubek, *Proc. Of the 4<sup>th</sup> Int. Conf. On Age-hardenable Aluminium Alloys*, Balatonfüred, Hungary, 1986
- DOB80 F. Dobes, *Scripta Met.* **14** (1980) 1091
- DOY79 M. Doyama, R.M. Cotterill, *Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on Positron Annihilation*, ed. By R.R. Hasiguti, F. Fujiwara (1979) 89
- DUB97 Dubbel, *Taschenbuch für Maschinenbau*, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 1997
- DUG60 D. S. Dugdale, *J. Mech. Phys. Soc.* **8** (1960) 100
- DUP98 A. Dupasquier, P. Folegati, N. de Diego, A. Somoza, *J. Conds. Matter* **10** (1998) 10409
- EHR90 P. Ehrhart in *Landolt-Börnstein, Atomic Defects in Metals, New Series III/26, Kap. 2.3.2.* (1990)
- FIS86 D.A. Fischer, K.G. Lynn, D.W. Gidley, *Phys. Rev.* **33** (1986) 4479
- FLU78 M.J. Fluss, L.C. Smedskjaer, M.K. Legnini, R.W. Siegel, *Phys. Rev. B* **17** (1978) 3444
- FRO76 E. Fromm, E. Gebhardt, *Gase und Kohlenstoff in Metallen*, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1976
- GEB00 J. Gebauer, F. Börner, R. Krause-Rehberg, T.E.M. Staab, W. Bauer-Kugelman, G. Kögel, W. Triftshäuser, P. Specht, R.C. Lutz, E.R. Weber, M. Luysberg, *J. Appl. Phys.* **87** (2000) 8368
- GEB01 J. Gebauer, R. Krause-Rehberg, C. Domke, P. Ebert, K. Urban, T.E.M. Staab, *Phys. Rev. B* **63** (2001) 045203
- GEB97 J. Gebauer, R. Krause-Rehberg, S. Eichler, M. Luysberg, H. Sohn, E.R. Weber, *Appl. Phys. Lett.* **71** (5) (1997) 638
- GEB99 J. Gebauer, M. Lausmann, T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, M. Hakala, M.J. Puska, *Phys. Rev. B* **60** (1999) 1464
- GHO95 V.J. Ghosh, *Appl. Surf. Sci.* **85** (1995) 187
- GLÄ92 U.H. Gläser, G. Dlubek, R. Krause, *Mater. Sci. Forum* **105-110** (1992) 1025
- GOR35 W.S. Gorsky, *Phys. Z., Sowjetunion*, **8** (1935) 457
- GOT98 G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- GRE96 H. Greif, *Dissertation Universität Bonn* (1996)
- GRE97 H. Greif, M. Haaks, U. Holzwarth, U. Männig, et al., *Appl. Phys. Lett.* **71** (1997) 2115
- GUI39 A. Guinier, *La diffraction des rayons X aux très petits angles : Application a l'étude de phénomènes ultramicroscopiques.* *Ann. Phys.* **12** (1939) 161
- HAA01 I. Haase, K. Nocke, H. Worch, G. Zouhar, G. Tempus, *Prakt. Metallogr.* **38** (2001) 3, 119
- HAA74 P. Haasen, *Physikalische Metallkunde* Springer Verlag Berlin Heidelberg,

- 1974, 196
- HAA97 M. Haaks, Diplomarbeit Universität Bonn (1997)
- HAH76 H.G. Hahn, Bruchmechanik: Einführung in die theoretischen Grundlagen, Teubner Verlag Stuttgart, 1976
- HÄK90 H. Häkkinen, S. Mäkinen, M. Manninen, Phys. Rev. **B 41** (1990) 12441
- HAN84 H.E. Hansen, R.M. Nieminen, M.J. Puska, J. Phys. F: Met. Phys. **14** (1984) 1299
- HAS93 E. Hashimoto, J. Phys. Soc. Japan **62** (1993) 552
- HAS94 E. Hashimoto, M. Iwami, Y. Ueda, J. Phys.: Condens. Matter **6** (1994) 1611
- HAU79 P. Hautojärvi, A. Vehanen, Topics in Current Physics, Band 12, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1979
- HID88 C. Hidalgo, S. Linderoth, J. Phys.: Metal Phys. **18** (1988) L263
- HID92 C. Hidalgo, G. González-Doncel, S. Linderoth, J. San Juan, Phys. Rev. **B 45** (1992) 7017
- HOL82 D.E. Holmes, R.T. Chen, K.R. Elliot, C.G. Kirkpatrick; Appl. Phys. Lett. **40** (1982) 46
- HOR91 E. Hornbogen, H. Warlimont, Metallkunde, Springer Verlag, Berlin, 1991
- HÜB95 Ch. Hübner, T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, Appl. Phys. **A 61** (1995) 202
- HÜB98 Ch. Hübner, Dissertation Universität Halle (1998)
- IRW58 G.R. Irwin, Fracture in Flügge (Hrsg.) Handbuch der Physik, Band 6, 551-590, Springer 1958
- KÊ47 T. Kê, Phys. Rev. **71** (1947) 533
- KLE90 I. Kleber, H.-J. Bautsch, J. Bohm, Einführung in die Kristallographie, Verlag Technik GmbH Berlin, 1990
- KOU87 S. Kou, Welding Metallurgy, John Wiley & Sons, New York, 1987
- KRA85 R. Krause, G. Dlubek, G. Wendrock, Cryst. Res. Technol. **20** (1985) 11
- KRA99 R. Krause-Rehberg, H.S. Leipner, Positron Annihilation in Semiconductors, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1999
- LAI96 T. Laine, K. Saarinen, J. Mäkinen, P. Hautojärvi, C. Corbel, L.N. Pfeiffer, P.H. Citrin, Phys. Rev. **B 54** (1996) R11050
- LEI01 H. Leipner, Habilitationsschrift, Universität Halle, 2001
- LEO87 W.R. Leo, Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1987
- LIN86 S. Linderoth, H. Rajainmäki, R.M. Nieminen, Phys. Rev. **B 35** (11) (1986) 5524
- MAE00 U. Männig, Dissertation Universität Bonn (2000)
- MAK61 A.F. Makhov, Sov. Phys. Sol. State **2** (1961) 1934
- MAR77 J. Marmier, Kernphysik I, vdf-Verlag, ETH Zürich, 1977
- MCK74 B.T.A. McKee, S. Saimoto, A.T. Stewart, M.J. Stott, Can. J. Phys. **52** (1974) 759
- MEH91 H. Mehrer in Landolt-Börnstein, Diffusion in Solid Metals, New Series III/26, Kap. 1 (1991)
- MER32 P.D. Merica, Trans. Amer. Inst. Min. Metallurg. Engr. **13** (1932) 99
- NEU69 P. Neumann, Acta Metall. **20** (1972) 887

- NEU91 G. Neumann in Landolt-Börnstein, Diffusion in Solid Metals, New Series III/26, Kap. 3.2. (1991)
- NOC00 K. Nocke, F. Bergner, H. Bersch, I. Haase, H. Worch, G. Tempus, E. Loechelt, *Materials and Corrosion* **51** (2000) 628
- ORW34 E. Orowan, *Zeitschrift für Physik* **89** (1934) 634
- PAU93 P. Paufler, G. Wagner, K. Grosse, *Cryst. Res. Technol.* **28** (1993) 3
- PET96 K. Petersen, I.A. Repin, G. Trumpy, *J. Phys.: Condens. Matter* **8** (1996) 2815
- PRE38 Preston, G.D., The Diffraction of X-rays by Age hardening Alloy of Aluminium and Copper. The Structure of an Intermediate Phase. *Phil. Mag.* **26** (1938) 855
- PUS89 M.J. Puska, P. Lanki, R.M. Nieminen, *J. Phys.: Condens. Matter* **1** (1989) 6081
- PUS94 M.J. Puska, R.M. Nieminen, *Rev. Mod. Phys.* **66** (1994) 841
- RÖB02 M. Röbel, Diplomarbeit Universität Bonn (2002) (in Arbeit)
- RUD99 P. Rudolph, M. Jurisch, *J. Cryst. Growth* **198/199** (1999) 325
- SAA61 G. Saada, *Acta Metall.* **9** (1961) 166, 965
- SAG94 L. Sagalowicz, et al., The 4<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys, (1994) 636
- SCH73 W. Schilling, K. Sonnenberg, *J. Phys. F* **3** (1973) 322
- SCH81 H.E. Schäfer, Habilitationsschrift Stuttgart (1981)
- SCH87 H.E. Schäfer, *phys. stat. sol. (a)* **102** (1987) 47 - 65
- 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, 1992
- SEE55 A. Seeger, Theorie der Gitterfehlstellen in Flügge (Hrsg.) *Handbuch der Physik*, Band 7/1, 1955
- SEE74 A. Seeger, *Appl. Phys.* **4** (1974) 183
- SEV93 J.G. Sevillano, *Materials Science and Technology*, Vol.6, Volume editor H. Mughrabi, eds.: R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer (VCH, Weinheim - New York-Basel-Cambridge) (1993) 19
- SIL60 J.M. Silcock, *J. Inst. Metals* **89** (1960) 203-210
- SLZ67 G.E.R. Schulze, *Metallphysik*, Akademie-Verlag Berlin, 1967
- SNO39 J.L. Snoek, *Physica (Utrecht)* **6** (1939) 591, **8** (1941) 711
- SOM99 A. Somoza, A. Dupasquier, I.J. Polmear, P. Folegati, R. Ferragut, *Phys. Rev. B* **61** (21) (1999), 14 454
- SON02 S. Sonneberger, Diplomarbeit Universität Bonn (2002) (in Arbeit)
- STA00 T.E.M. Staab, E. Zschech, R. Krause-Rehberg, *J. Mat. Sci.* **35** (2000) 4667
- STA02 T.E.M. Staab, persönliche Mitteilung
- 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
- SUZ99 T. Suzuki, T. Yasutomi, T. Tokuoka, I. Yonenaga, *Phil. Mag. A* **79** (1999)

- 11, 2637
- TAY34 G.I. Taylor, Proc. Roy. Soc. London **A 145** (1934) 362
- TEM01 G. Tempus, persönliche Mitteilung
- THA94 B. Thanaboonsombut, T.H. Sanders, The 4<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys (1994) 197
- TON97 M. Tongbhoyai, Dissertation Universität Bonn (1997)
- UHL99 E. Uhlmann, H. Engel, R. Hammer, C. Paesler, Berichte aus der Fertigungstechnik, Shaker Verlag, Aachen, 1999
- VAL84 S. Valkealahti, R.M. Nieminen, Appl. Phys. **A 35** (1984) 51
- VOL89 F. Vollertsen, S. Vogler; Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur, Carl Hanser Verlag München Wien, 1989
- WES73 R.N. West, Adv. Phys. **22** (1973) 263
- WID96 T. Wider, Diplomarbeit Universität Bonn, 1996
- WID99 T. Wider, Dissertation Universität Bonn, 1999
- WID99 T. Wider, K. Maier, U. Holzwarth, Phys. Rev. **B 60** (1999) 179
- WIL11 A. Wilm, Physikalisch-Metallurgische Untersuchungen über magnesiumhaltige Aluminiumlegierungen, Metallurgie 8 (1911) 225
- WIL88 K.-Th. Wilke, J. Bohm, Kristallzüchtung, Verlag Harri Deutsch, Thun, Frankfurt/Main, 1988
- WÖH58 A. Wöhler, Zeitschrift für Bauwesen **8** (1858) 642
- ZEN41 C. Zener, Phys. Rev. **60** (1941) 906
- ZSC96 E. Zschech, Metallkundliche Prozesse bei der Wärmebehandlung aushärtbarer Aluminiumlegierungen, HTM **51** (1996) 3 137



## DANKSAGUNG

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Karl Maier, der bereit war mich Mineralogin während meiner Doktorarbeit zu betreuen. Ich hoffe er hat es nicht bereut. Er hat sich immer die Zeit genommen bei der Lösung kniffliger Fragen zu helfen. Bei der „Chefin“ Frau Gerlinde Maier bedanke ich mich für die vielen freundlichen Einladungen, bei denen es immer reichlich zu Essen, zu Trinken und Unterhaltung gab.

Herrn Prof. Ch. Weinheimer danke ich für die Übernahme des Korreferates.

Bei allen „Maiers“ möchte ich mich für ein gutes und kollegiales Arbeitsklima danken:

- den „Magnetikern“: Carsten Bühner, Uli Grünewald, Markus Stumm, Moritz Beckmann und „der Herr Krechel“, die mir einige Lektionen in Badminton gegeben haben und Lucian „Dracula Esteban“ Isfan.
- den „Spinnern“: Jo Schüth, Thomas Schieder und Christoph Bommas, der immer bereit war mit mir „Bällchen zu klopfen“ und mir fachlich immer gute Tipps gegeben hat.

Ein besonderer Dank geht an die „Positronis“, die alle samt versucht haben, mir das mit den „Positronen und Elektronen im Festkörper“ beizubringen, und mit denen die Arbeit fast immer Spaß gemacht hat: Ulli Gröger (formerly known as Männig), die mit mir zusammen die Frauenquote aufrecht erhalten hat, Matz Haaks für die vielen manchmal frustrierenden Schrauberstunden und seinen Ideenreichtum beim Betrachten von Messergebnissen, Karsten Bennewitz, der mit mir zusammen „Neu“ bei den Maiers war, sich die „Schmutzarbeiten“ (Papier wegbringen, Detektor füllen, Polieren für Matz) mit mir geteilt hat und die topologischen Untersuchungen der GaAs-Wafer durchgeführt hat, Tobias Wider, der mit mir und Christoph den „Postopf“ aufgebaut hat, Ingo Müller, der versucht hat die Computer, wenn sie nicht parierten, vor mir zu retten (zwei Tastaturen und ein Netscape-Programm haben es nicht geschafft), Stefan Sonneberger für seine zusätzlich Rätsel aufgebenden Messungen und Michael Röbel für seine schönen bunten Rechnungen.

Ein besonderen Dank geht an Torsten Staab für seine Unterstützung bei der Auswertung der Messergebnisse und seine Geduld bei meiner permanenten Fragerei. Er hat maßgeblich zu dem Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Einen Dank auch an die Festangestellten des ISKP, den Sekretariaten, die mit ihrer freundlichen Hilfsbereitschaft die Bürokratie erträglich gemacht haben. Der Feinmechanik, die immer „sehr gerne g’schwind“ Proben und Teile für die Mikrosonde angefertigt haben. Der Elektronikwerkstatt, die eine paar Batterien hatten, komische

Fragen über Widerstände und Kondensatoren gestellt haben und schnellst möglich sechs ADCs reparierten.

Ich danke G. Tempus von der Firma Airbus für die interessante Fragestellung der Rissausbreitung in den Flugzeugblechen und der zur Verfügungstellung des Probenmaterials. Er war immer bereit (soweit ich ihn erreichen konnte) Auskunft über die schon erfolgten Untersuchungen zu geben um Sachverhalte zu klären.

Ich danke der Firma Freiburger Compound für die Bereitstellung der Galliumarsenid-Proben.

Meiner Familie und meinen Freunden bin ich dankbar, dass sie mich bei all meinem Aktivitäten immer unterstützt haben.

Alle, die ich bis jetzt vergessen haben und die in irgendeiner Weise am Erfolg meiner Arbeit beteiligt waren, sei an dieser Stelle mein Dank ausgesprochen.



