

Temperaturabhängigkeit der Versetzungsstrukturen in plastisch verformten Al-Pd-Mn-Ein- Quasikristallen



Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
(mathematisch-naturwissenschaftlicher Bereich)
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Herrn Lars Ledig

geb. am 24.04.1974 in Eilenburg

Gutachter:

1. Prof. Dr. Ulrich Messerschmidt
2. Prof. Dr. Hans-Reiner Höche
3. Prof. Dr. Knut Urban

Halle (Saale), den 03.12.2003

urn:nbn:de:gbv:3-000005893

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=nbn%3Ade%3Agbv%3A3-000005893>]

Inhalt

1. Einleitung	1
2. Quasikristalle	3
2.1 Konstruktion eines Quasikristallgitters	3
2.2 Ikosaedrische Quasikristalle	8
2.3 Defekte in Quasikristallen	12
3. Theoretische Grundlagen zur Plastizitäts- und Mikrostrukturuntersuchung	19
3.1 Theoretische Grundlagen der plastischen Verformung	19
3.2 Theoretische Grundlagen der Mikrostrukturanalyse im TEM	28
4. Stand der Forschung	36
5. Experimentelle Methoden	41
5.1 Makroskopische Verformungsexperimente	41
5.2 Mikrostrukturuntersuchungen im TEM	47
6. Experimentelle Ergebnisse	50
6.1 Makroskopisches Verformungsverhalten	50
6.2 Mikrostruktur verformter Proben	60
7. Diskussion	77
7.1 Aktivierungsparameter	77
7.2 Phasonendefekte	82
7.3 Bewegungsmodus der Versetzungen	83
7.4 Versetzungsaufspaltung	89
7.5 Evolution der Versetzungsstruktur	91
7.6 Zusammenfassung der Vorstellungen zur Versetzungsbewegung	94
8. Zusammenfassung	96

	<u>Inhalt</u>
Anhang	99
Literatur	105
Danksagung	109
Lebenslauf	110

1. Einleitung

Im Jahre 1984 entdeckten Shechtman u.a. [1] neben dem kristallinen und amorphen Zustand einen dritten Ordnungszustand fester Materie, der zwar eine determinierte langreichweitige Ordnung aber keine Periodizität aufwies. Die entsprechenden Legierungen zeichneten sich vor allem durch bis dahin in der Kristallographie "verbotene" Symmetrien aus und wurden daher als Quasikristalle bezeichnet.

Die fehlende Translationssymmetrie in ikosaedrischen Quasikristallgittern ließ am Beginn Zweifel an deren plastischen Verformbarkeit über die Bewegung von Versetzungen aufkommen. In der Spur bewegter Versetzungen musste zumindest eine Gitterstörung zurückbleiben, als deren Folge die Versetzungen unbeweglich sein sollten. Die spätere Entdeckung thermodynamisch bis zum Schmelzpunkt stabiler quasikristalliner Phasen und die daraus resultierende Möglichkeit der Herstellung relativ großer Ein-Quasikristalle erlaubte die intensive Untersuchung ihrer intrinsischen Eigenschaften. Die zumindest bei hohen Temperaturen mögliche plastische Verformung, die signifikante Zunahme der mit Hilfe der Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) beobachteten Versetzungsdichte [2] und letztendlich die in In-situ-Dehnexperimenten im TEM direkt beobachtete Versetzungsbewegung [3] waren eindeutige Hinweise auf Versetzungsmechanismen der Plastizität in ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen.

Das Verformungsverhalten wurde bisher überwiegend im duktilen Bereich hoher Verformungstemperaturen über 600°C untersucht [4]. Dort wurden auch die Aktivierungsparameter der plastischen Verformung bestimmt [5]. Jedoch hat sich gezeigt, dass die im duktilen Temperaturbereich beobachtete stationäre Verformung durch ein Gleichgewicht von Verfestigung und Erholung gekennzeichnet ist. Dementsprechend kann man die bestimmten Aktivierungsparameter nicht einfach der Versetzungsbeweglichkeit zuordnen, wie dies zunächst erfolgte [6]. Ein Ziel dieser Arbeit war daher die Untersuchung der plastischen Verformung im spröden Bereich bei möglichst tiefen Temperaturen, wo der Einfluss der Erholung vernachlässigt werden kann, um Aussagen über den Mechanismus der Versetzungsbewegung zu erhalten.

In den bisher durchgeführten Mikrostrukturuntersuchungen wurden von einer Reihe von Versetzungen die Linienrichtungen und ihre entsprechenden Burgersvektoren bestimmt [7]. In In-situ-Dehnversuchen im TEM wurde die Versetzungsbewegung, Versetzungsquellen, Versetzungsreaktionen u.a. sowie die Bewegungsebenen der Versetzungen beobachtet. Es

wurde jedoch bisher nicht die Morphologie der Versetzungsmikrostrukturen sowie deren Entwicklung in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur untersucht. Die Frage, ob sich die Versetzungen durch Gleiten oder Klettern bewegt haben, wurde bisher ebenfalls nicht eindeutig bestimmt. Es war deshalb ein weiteres Ziel dieser Arbeit, die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsmikrostrukturen sowie der Frage, ob sich die Versetzungen durch Gleiten oder Klettern bewegt haben, zu untersuchen. In Halle bestand die Möglichkeit, wegen der hohen Probendurchstrahlbarkeit im Höchstspannungs-Elektronenmikroskop (HVEM; 1000 kV) die Versetzungsstruktur in der Form abzubilden, in der sie im massiven Probenmaterial vorliegt.

Im folgenden Kapitel 2 soll das Verständnis für den Aufbau der ikosaedrischen Quasikristalle vertieft und es sollen die Modelle zu deren Beschreibung eingeführt werden. Es wird besonders auf die auftretenden Defekte in Quasikristallen eingegangen. In Kapitel 3 werden die Grundlagen der genutzten Untersuchungsmethoden vorgestellt, die überwiegend für Kristalle entwickelt wurden. Insbesondere wird auf die durch thermische Überwindung von Hindernissen kontrollierte Versetzungsplastizität und auf die Abbildung der Versetzungen im TEM eingegangen. Dabei werden auch die speziellen Eigenschaften der Quasikristalle berücksichtigt. Die bis zum Beginn dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse zur Versetzungsplastizität der Quasikristalle werden im Kapitel 4 beschrieben. In Kapitel 5 werden die genutzten experimentellen Methoden sowie die Auswertung der Rohdaten erläutert. Ausgewählte Ergebnisse der makroskopischen Verformungsexperimente, der Mikrostrukturuntersuchungen sowie von ersten Röntgenbeugungsexperimenten zur Versetzungsdichtebestimmung werden in Kapitel 6 vorgestellt. In Kapitel 7 werden die Ergebnisse dieser Arbeit aus dem Bereich tiefer Verformungstemperaturen im Vergleich mit dem heutigen Stand in der Literatur diskutiert und daraus eine Vorstellung zur Versetzungsstrukturentwicklung und Versetzungsbewegung entwickelt.

2. Quasikristalle

2.1 Konstruktion eines Quasikristallgitters

Der Formalismus zur Beschreibung von 3-dimensionalen Kristallen geht von einem unendlichen Punktgitter aus, dessen Gitterpunkte durch die Kombination von ganzzahligen Vielfachen von 3 nichtkoplanaren Vektoren, den sogenannten Basisvektoren, dargestellt werden können. Die Menge der möglichen Basisvektor-Tripel ist unendlich. Das Parallelepiped, welches durch einen in einem Punkt beginnenden Satz von 3 Basisvektoren aufgespannt wird, heißt primitive Elementarzelle und enthält genau einen Gitterpunkt.

Im 3-dimensionalen Raum existieren 14 symmetrisch nicht äquivalente Punktgitter, sogenannte Bravaisgitter, die wiederum in 7 Kristallsysteme unterschieden werden können. Zur Veranschaulichung der Symmetrieeigenschaften der Bravaisgitter wählt man gewöhnlich ein Basisvektor-Tripel mit möglichst kurzen und orthogonalen Vektoren, dessen aufgespanntes Volumen größer als das spezifische Volumen eines Gitterpunktes sein kann. Die damit aufgespannte Elementarzelle heißt kristallographische Einheitszelle, oder einfach Einheitszelle. Sie soll die Symmetrie des Bravaisgitters möglichst offensichtlich widerspiegeln.

Durch Belegung der Gitterpunkte mit einer sogenannten Basis, z.B. einzelner Atome, Moleküle usw., wird ein idealer Kristall generiert. Die Symmetrieeigenschaften der Basis werden als Punktgruppen-Symmetrien bezeichnet. Aus der Kombination der Symmetrieelemente des Punktgitters mit denen der Basis ergeben sich für 3-dimensionale periodische Strukturen 230 sogenannte Raumgruppen, mit denen sich jede mögliche periodische Kristallstruktur beschreiben lässt. Diese Raumgruppenelemente besitzen aufgrund der Periodizität der zugrunde liegenden Punktgitter Translationsinvarianz, d.h. die Umgebung eines jeden Gitterpunktes ist identisch. Desweiteren können nur Rotationsachsen mit 2-, 3-, 4- und 6-zähliger Symmetrie auftreten.

Die bei Beugungsaufnahmen von Quasikristallen beobachteten "verbotenen" Symmetrien (z.B. 5-, 8-, 10- oder 12-zählige) können also nicht auf der Grundlage eines periodischen Punktgitters beschrieben werden. Die scharfen Beugungsreflexe weisen jedoch auf eine langreichweitig determinierte Phasenbeziehung zwischen den Streuzentren des Festkörpers hin. Mit der Entdeckung der Quasikristalle wurde offensichtlich, dass die Annahme, nach der eine langreichweitige Ordnung mit räumlicher Periodizität gekoppelt sein muss, eine unnötige Einschränkung der Allgemeinheit darstellt.

Es gibt verschiedene Möglichkeiten, nichtperiodische Punktgitter mit langreichweitiger Ordnung und klassisch verbotenen Symmetrieachsen zu konstruieren, deren Fouriertransformierte wiederum scharfe Punktgitter ergeben.

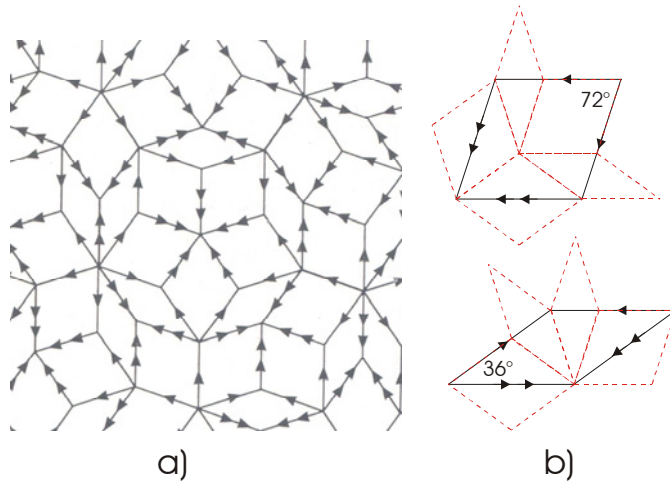


Abb. 2.1: Beispiel eines 5-zähligen Penrose-Tilings a) mit einer breiten und einer schmalen Raute als Elementarzellen b). Die Pfeile symbolisieren die Kantenaufbauregeln und die rot gestrichelt eingezeichneten Rauten die Deflationsregeln.

Eine Möglichkeit stellt das in Abb. 2.1 dargestellte Penrose-Tiling [8] dar. Dabei wird der 2- bzw. 3-dimensionale Raum mit Rauten bzw. Rhomboedern nach speziellen Aufbauregeln, z.B. der Kantenaufbauregel oder der Deflationsregel, lückenlos und aperiodisch gefüllt. Bei der Kantenaufbauregel werden die Rauten so aneinander gefügt, dass die aneinanderliegenden Seiten jeweils die gleiche Anzahl und Richtung an Pfeilsymbolen besitzen. Beim Deflationsverfahren werden in jedem Rekursionsschritt die vorhandenen Rauten, wie in Abb. 2.1 dargestellt, durch τ -fach kleinere Rauten ersetzt. Es sind im Gegensatz zu periodischen Gittern mindestens zwei anstatt einer Elementarzelle nötig. Je nach Wahl der beiden Grundbausteine können Muster mit beliebigen Symmetrieachsen generiert werden.

Die Darstellung einer quasiperiodischen Struktur und ihrer Gitterfehler über rekursive Aufbauregeln ist unpraktisch. Eine analytische Beschreibung inkommensurabler Strukturen wurde erstmals von Janner und Jansen [9] vorgestellt und später durch Duneau et. al. [10] und Elser [11] unabhängig voneinander für die Beschreibung quasiperiodischer Gitter durch Projektion einer periodischen Struktur aus einem höherdimensionalen Raum erweitert. Zur besseren Anschaulichkeit soll die als Schnitt-und-Projektions-Methode bekannte Technik zuerst für die Konstruktion eines 1-dimensionalen quasiperiodischen Gitters vorgestellt werden.

Bei der Erzeugung eines 1-dimensionalen quasiperiodischen Gitters geht man, wie in Abb. 2.2 dargestellt, von einem 2-dimensionalen periodischen Punktgitter aus. Die Koordinatenachsen des sogenannten Hypergitters werden mit h_1 und h_2 bezeichnet. In dessen Ursprung

wird ein zweites, um den Winkel α verdrehtes orthogonales Koordinatensystem mit den Achsen $x_{\parallel}$ und $x_{\perp}$ gelegt. Die $x_{\parallel}$ -Achse spannt den eindimensionalen parallelen bzw. physikalischen Raum $E_{\parallel}$ auf. Sie besitzt im Koordinatensystem des Hypergitters einen irrationalen Anstieg und schneidet daher bis auf den Gitterpunkt im Ursprung keinen weiteren Gitterpunkt. Die $x_{\perp}$ -Achse spannt den ebenfalls eindimensionalen senkrechten Raum $E_{\perp}$ auf. Das eindimensionale Gitter im physikalischen Raum wird nun durch Projektion der Hypergitterpunkte parallel zur $x_{\perp}$ -Achse auf die $x_{\parallel}$ -Achse erzeugt. Zur Verhinderung unphysikalisch kleiner Gitterabstände werden nur Hypergitterpunkte, die innerhalb eines bestimmten Abstandes von der $x_{\parallel}$ -Achse liegen, projiziert, was in Abb. 2.2 durch die Striche an den Orten der Hypergitterplätze angedeutet ist. Dies entspricht einer Faltung des Hypergitters mit einer Kastenfunktion.

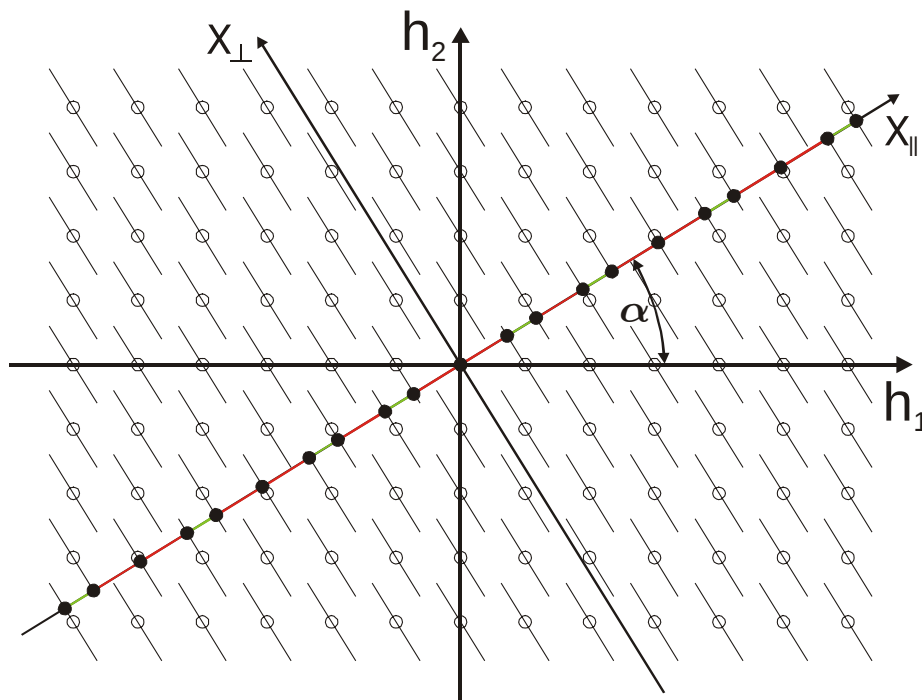


Abb. 2.2: Konstruktion eines eindimensionalen Quasiperiodischen Gitters nach der Schnitt- und Projektions-Methode.

Die Abstände der erzeugten Punktfolge entsprechen dem Aufbau der sogenannten Fibonacci-Reihe. Diese besteht aus einem kurzen (grüne) und einem langen (roten) Stück und wird durch wiederholte Anwendung einer Deflationsvorschrift generiert. Bei jedem Rekursionsschritt wird ein kurzes durch ein langes Stück und ein langes durch ein langes und ein kurzes Stück ersetzt (kurz $\rightarrow$ lang, lang $\rightarrow$ lang & kurz).

Die erwarteten Beugungsbilder können als Fouriertransformierte der so definierten Struktur dargestellt werden. Die Fouriertransformierte einer Faltung ist gleich dem Produkt der Fouriertransformierten der einzelnen Komponenten. Die Fouriertransformierte eines Punktgitters ergibt wieder ein Punktgitter und die Fouriertransformierte einer Kastenfunktion

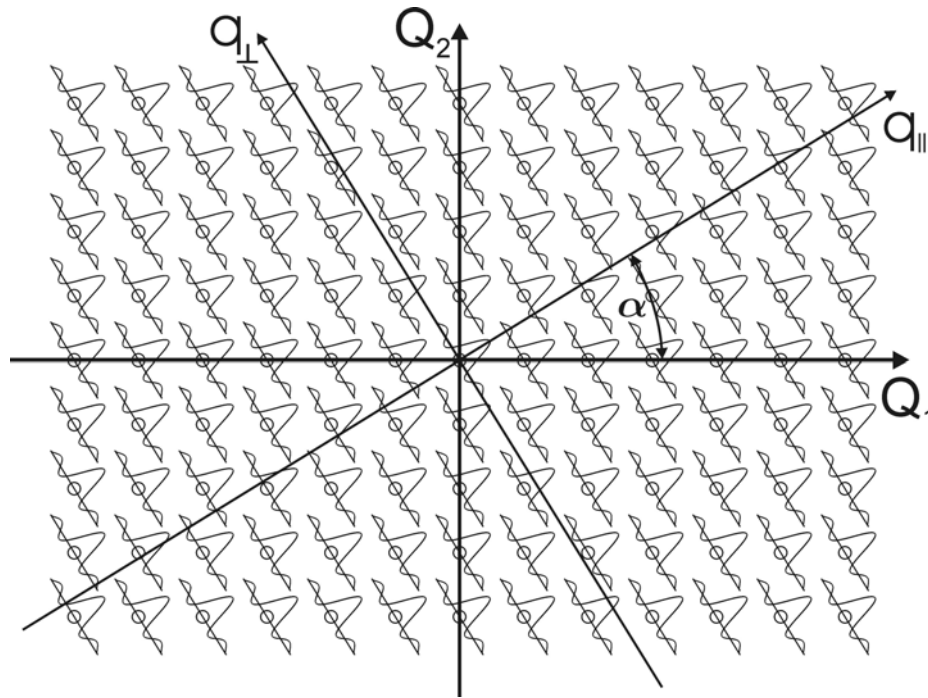


Abb. 2.3: Reziproker Hyperraum durch Fouriertransformation des direkten Hyperraums nach der Schnitt-und-Projektions-Methode.

ist $\frac{\sin(z)}{z}$, eine mit z stark abfallende Funktion. Dabei entspricht z der Koordinate, welche die

Kastenfunktion im direkten Hyperraum beschränkt hat, also im reziproken Hyperraum $q_{\perp}$.

Das Ergebnis ist in Abb. 2.3 schematisch dargestellt. Der reziproke Hyperraum besteht also wieder aus einem translationsperiodischen Punktgitter, welches an den Gitterpunkten mit der

Funktion $\frac{\sin(q_{\perp})}{q_{\perp}}$ belegt ist. Im Unterschied zum direkten Gitter, wo nur Gitterpunkte, die

sich innerhalb eines gewissen senkrechten Abstandes zur Parallelraumkoordinate befinden,

auf diese projiziert werden, werden im reziproken Raum alle Gitterpunkte projiziert. Daher ist

der physikalische reziproke Raum eines idealen Quasikristalls unendlich dicht mit Gitterpunkten belegt. Die bei der Abbildung des reziproken Raumes in Beugungsbildern

beobachteten Reflexe haben jedoch die Intensität $\left(\frac{\sin(q_{\perp})}{q_{\perp}} \right)^2$. Da bei realen Beugungs-

experimenten nur Reflexe mit einer gewissen Mindestintensität beobachtet werden können, sind auf den Beugungsbildern nur endlich viele Reflexe abgebildet.

Zur Erzeugung eines 3-dimensionalen quasiperiodischen Gitters geht man analog von einem 6-dimensionalen Hypergitter aus. Neben den oben erwähnten Methoden der Kantenaufbau- und Deflationsregeln gibt es noch die mit der Schnitt-und-Projektions-Methode vergleichbare Streifen-Projektions-Methode [12], die hier nicht näher erläutert werden sollen.

2.2 Ikosaedrische Quasikristalle

Die in dieser Arbeit untersuchten Quasikristalle der Zusammensetzung $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ besitzen ikosaedrische Symmetrie (Abb. 2.4). Zur Ableitung der Ikosaedersymmetrie aus der Verallgemeinerung der Schnitt- und Projektionsmethode auf den 3-dimensionalen Fall wird der irrationale Anstieg als $\tan \alpha = \tau^{-1}$, mit $\tau = \frac{1}{2}(\sqrt{5} + 1) \approx 1,61803$ der Zahl des Goldenen Schnitts, gewählt. Das Ikosaeder besitzt 6 5-zählige, 10 3-zählige und 15 2-zählige Symmetrieachsen. Das reziproke Gitter besitzt selbstverständlich ebenfalls Ikosaedersymmetrie, weshalb Beugungsbilder nicht mit 3 Basisvektoren ganzzahlig indiziert werden können. Aufgrund der Projektion des 6-dimensionalen ganzzahlig indizierbaren reziproken Hypergitters sind für die ganzzahlige Indizierung des 3-dimensionalen parallelen reziproken Gitters ebenfalls 6 Basisvektoren notwendig. Je nach Wahl der Basisvektoren sind verschiedene Indizierungssysteme möglich. Die Projektion der Hauptachsen des 6-dimensionalen Hyperraums ergibt z.B. die 6 5-zähligen Richtungen $\vec{e}_i$ in Abb. 2.4. Nutzt man die $\vec{e}_i$ als Basisvektoren bleibt die Indizierung des 6-dimensionalen reziproken Hypergitters erhalten.

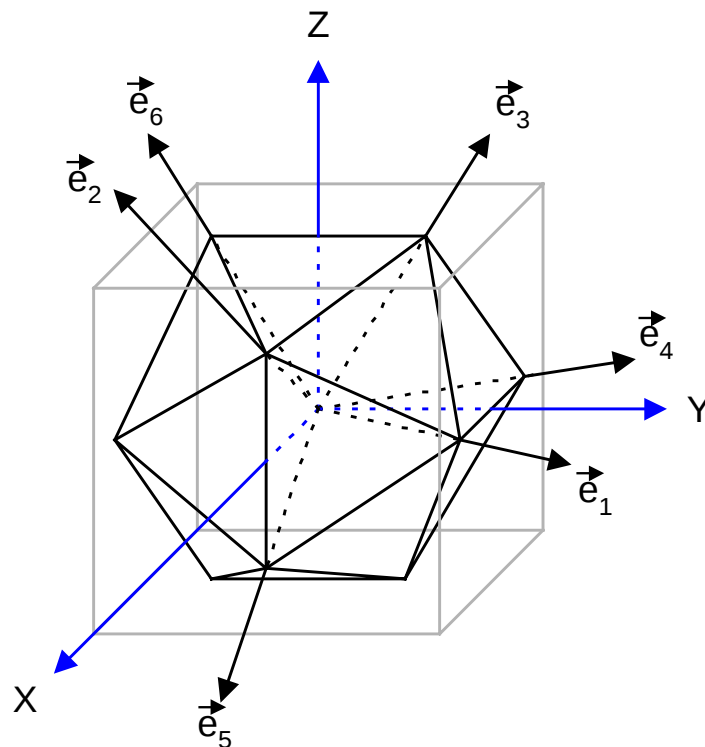


Abb. 2.4: Ikosaeder mit den 6 5-zähligen Achsen $\vec{e}_i$ und 3 2-zähligen Achsen (X, Y, Z), die jeweils senkrecht aufeinander stehen.

Am häufigsten wird jedoch das von Cahn et. al. [13] eingeführte Indizierungssystem genutzt. Wie in Abb. 2.4 dargestellt, wird ein kubisches Koordinatensystem mit den Hauptachsen X, Y und Z parallel zu 3 2-zähligen Richtungen des Ikosaeders gelegt. Der Vorteil im kubischen System liegt in der Übereinstimmung der Indizes für eine Ebene und ihrem Normalenvektor. Um trotzdem irrationale Koordinaten mit ganzzahligen Indizes charakterisieren zu können, müssen die Koordinaten für X, Y und Z in folgender Form dargestellt werden: $h \rightarrow h + h'\tau$ etc.. Die Umrechnung der 6 Indizes des Hyperraums in die Koordinaten des dreidimensionalen physikalischen Raums hängt von der Lage des Koordinatensystems des physikalischen Unterraums im 6-dimensionalen Hyperraum ab. Nach Cahn u.a. werden die Indizes m_1 bis m_6 des 6-dimensionalen reziproken Hyperraums in folgender Weise in die Koordinaten des 3-dimensionalen physikalischen reziproken Raums h, h', k, k', l, l' transformiert:

$$\bar{g}_{\parallel} = \frac{1}{a_0 \sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} (m_1 - m_4) + \tau(m_2 + m_5) \\ (m_3 - m_6) + \tau(m_1 + m_4) \\ (m_2 - m_5) + \tau(m_3 + m_6) \end{pmatrix} \equiv \frac{1}{a_0 \sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} h + \tau h' \\ k + \tau k' \\ l + \tau l' \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

Die Gitterkonstante des 6-dimensionalen primitiv kubischen Hypergitters wird mit a_0 bezeichnet und beträgt für i-Al-Pd-Mn $a_0 = 0,645$ nm. Die Berechnung der Komponenten des 3-dimensionalen senkrechten reziproken Raums folgt zwangsläufig aus Gl. (2.1) zu

$$\bar{g}_{\perp} = \frac{1}{a_0 \sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} (m_2 + m_5) - \tau(m_1 - m_4) \\ (m_1 + m_4) - \tau(m_3 - m_6) \\ (m_3 + m_6) - \tau(m_2 - m_5) \end{pmatrix} \equiv \frac{1}{a_0 \sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} h' - \tau h \\ k' - \tau k \\ l' - \tau l \end{pmatrix}. \quad (2.2)$$

Für die rechte Seite von Gl. (2.1) wird folgende verkürzte Schreibweise eingeführt,

$$\frac{1}{a_0 \sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} h + \tau h' \\ k + \tau k' \\ l + \tau l' \end{pmatrix} \equiv (h/h', k/k', l/l') \quad (2.3)$$

und für Gl. (2.2)

$$\frac{1}{a_0\sqrt{2(2+\tau)}} \begin{pmatrix} h'-\tau h \\ k'-\tau k \\ l'-\tau l \end{pmatrix} \equiv (h'/\bar{h}, k'/\bar{k}, l'/\bar{l}). \quad (2.4)$$

Die Lage der $\bar{e}_i$ relativ zu X, Y und Z in Abb. 2.4 entspricht der in Gl. (2.1) beschriebenen Projektion. 3-zählige Symmetrieachsen ergeben sich aus der Vektorsumme von drei benachbarten 5-zähligen Richtungen, z.B. aus $\bar{e}_1$, $\bar{e}_3$ und $\bar{e}_4$. 2-zählige ergeben sich hingegen aus der Summe zweier benachbarter 5-zähliger Richtungen, z.B. $\bar{e}_1$ und $\bar{e}_2$. Bei Elektronenbeugungsexperimenten treten noch 2 zusätzliche ausgeprägte Pole auf. Das sind zum einen die 30 pseudo-2-zähligen Pole, die sich jeweils zwischen 2 benachbarten 2-zähligen Polen befinden, und zum anderen die den "110"-Polen einer kubischen Struktur entsprechenden 30 Pole, die sich mittig zwischen 2 senkrecht aufeinander stehenden 2-zähligen Richtungen befinden.

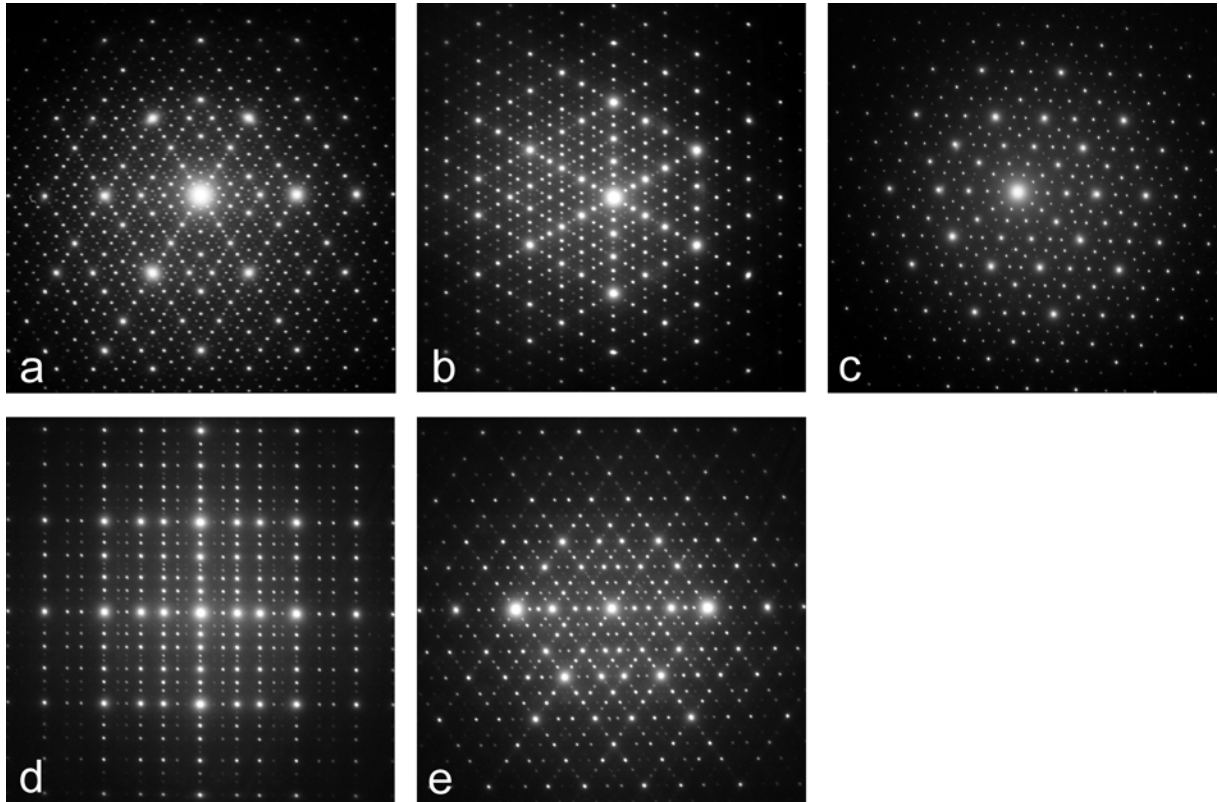


Abb. 2.5: Elektronenbeugungsbilder eines ikosaedrischen Al-Pd-Mn Einquasikristalls entlang der Hauptsymmetrieachsen in 2-zähliger (a), 3-zähliger (b) und 5-zähliger (c) Richtung. Die pseudo-2-zähligen-(d) bzw. die "110"-Richtungen (e) befinden sich mittig zwischen zwei benachbarten bzw. senkrechten 2-zähligen Symmetrieachsen.

In Abb. 2.5 sind die im oberen Abschnitt beschriebenen Pole dargestellt. Die zur Einstellung der Pole nötige Probenkipfung im TEM entspricht den Winkeln zwischen den Symmetrieachsen des Ikosaeders. Zur Unterscheidung des sich im TEM sehr ähnelnden 2-zähligen- (a) und des "110"-Pols (e) in Abb. 2.5 kann die Form des "Karos" dienen. Ein "Karo" wird in Bild 2.5a z.B. durch den Primärstrahl und die drei hellsten Reflexe der linken Bildhälfte gebildet und tritt in ähnlicher Form auch in Bild 2.5e auf. Der spitze Winkel des "Karos" beträgt beim 2-zähligen Pol $63,43^\circ$ und beim "110"-Pol $70,53^\circ$.

Für die Darstellung der Realstruktur der ikosaedrischen Phase der Zusammensetzung $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ werden die Hypergitterpunkte mit sogenannten 3-dimensionalen atomaren Hyperflächen belegt, die nur im senkrechten Unterraum $x_\perp$ eine Ausdehnung besitzen. Sie bestehen aus verschiedenen Schalen, wobei jeder Schale ein Element zugeordnet ist. Je nachdem welche Schale einer solchen atomaren Hyperfläche von der Projektionslinie des physikalischen Unterraums geschnitten wird, befindet sich auf dem projizierten Gitterpunkt im Realraum das entsprechende Element.

Durch Anpassung von Strukturmodellen an Ergebnisse von Röntgen- und Neutronenbeugungsexperimenten wurde ein flächenzentriertes kubisches Hypergitter mit einer Gitterkonstanten $2a_0$ gefunden. Die Flächenzentrierung folgt aus einer geordneten Überstruktur eines zugrundeliegenden primitiven Gitters mit einer Gitterkonstanten a_0 , dessen Gitterpunkte alternierend mit 2 verschiedenen atomaren Hyperflächen dekoriert sind.

Die komplizierte Anordnung der Atome im physikalischen Raum kann auch durch ein hierarchisches Clustermodell beschrieben werden. Nach einem Modell von Boudard [14] bildet dafür der schalenartig aufgebaute sogenannte Pseudo-Mackay-Cluster mit 51 Atomen und einem Durchmesser von ca. 1 nm die Grundlage. Dieser besteht aus einem Zentralatom umgeben von der inneren Schale in Form eines unvollständigen Dodekaeders mit 8 Atomen, der mittleren Schale aus einem Ikosaeder mit 12 Atomen und der äußeren Schale als Ikosidodekaeder aus 30 Atomen. Im Unterschied dazu besteht die innerste Schale eines richtigen Mackay-Clusters aus einem Ikosaeder mit 12 Atomen. Die Besetzung der Atompositionen des Clusters mit den Elementen Al, Pd und Mn ist aufgrund der Quasiperiodizität variabel. Diese kleinsten Struktureinheiten dienen wiederum einer um den Faktor τ^3 größeren Struktur als Bausteine, welche wiederum die Bauelemente einer um den gleichen Faktor größeren Struktur bilden usw.. Aus diesem Aufbauprinzip wird die Selbstähnlichkeit quasikristalliner Strukturen anschaulich klar.

2.3 Defekte in Quasikristallen

Die von Kristallen bekannten Fehlstellen und Baufehler existieren in Quasikristallen ebenfalls. Es treten Punktdefekte wie Zwischengitteratome und Leerstellen [15, 16, 17], linienhafte Defekte wie Versetzungen [18] und flächenhafte Fehler wie Korngrenzen [46], Antiphasengrenzen [19] und Zwillinge [20] auf. Bei Quasikristallen tritt ein zusätzlicher Defekt, der sogenannte Phasonenfehler auf. Im folgenden sollen die für diese Arbeit relevanten Leerstellen, Phasonenfehler und Versetzungen erläutert werden.

Leerstellen:

Untersuchungen zur Diffusion von ^{54}Mn und ^{59}Fe in ikosaedrischem Al-Pd-Mn [15] zeigen ein ähnliches Verhalten wie in den entsprechenden reinen Metallen, was auf Diffusion über einen Leerstellenmechanismus hindeutet. Mit zeitdifferentieller Dilatometrie wurde für thermische Leerstellen eine Bildungsenthalpie von $\Delta H_f^v = 0,6 \text{ eV}$ und für die Wanderungsenthalpie $\Delta H_f^v = 0,8 \text{ eV}$ ermittelt [21]. Diese Werte liegen in der Größenordnung wie in reinem Aluminium [22]. Positronenannihilations-Spektroskopie zeigt eine durch Aluminium dominierte Umgebung der Leerstellen [23].

Neben thermischen Leerstellen treten noch strukturelle Leerstellen im Konzentrationsbereich von 10^{-3} auf. Strukturellen Leerstellen im Zentrum von Clustern aus 12 Aluminium-Atomen wird in einigen Arbeiten eine stabilisierende Wirkung für die quasikristalline Phase zugeschrieben (z.B. [24]). Die Abhängigkeit der thermischen Leerstellenkonzentration c_v von der Temperatur ist durch die Gleichung

$$c_v = \exp\left[-\frac{\Delta H_f^v}{kT}\right] \quad (2.5)$$

gegeben. k ist der Boltzmann-Faktor und T die absolute Temperatur. Für eine Temperatur von 580°C am Beginn des duktilen Verformungsbereichs ergibt sich nach Gl. (2.5) $c_v = 2,9 \cdot 10^{-4}$.

Phasonen:

Neben Leerstellen treten in Quasikristallen noch Phasonen als eine Art 0-dimensionaler Baufehler auf. Betrachtet man im realen 3-dimensionalen physikalischen Raum eine relative Verschiebung zweier Halbräume eines Quasikristalls entlang der Schnittfläche, so existiert im

Gegensatz zu Kristallen aufgrund der fehlenden Translationsperiode kein 3-dimensionaler Verschiebungsvektor, der wieder zu einem ungestörten Quasikristall führt. Auf der Schnittfläche werden die Aufbauregeln verletzt. Die entsprechenden Defekte bezeichnet man als Phasonendefekte.

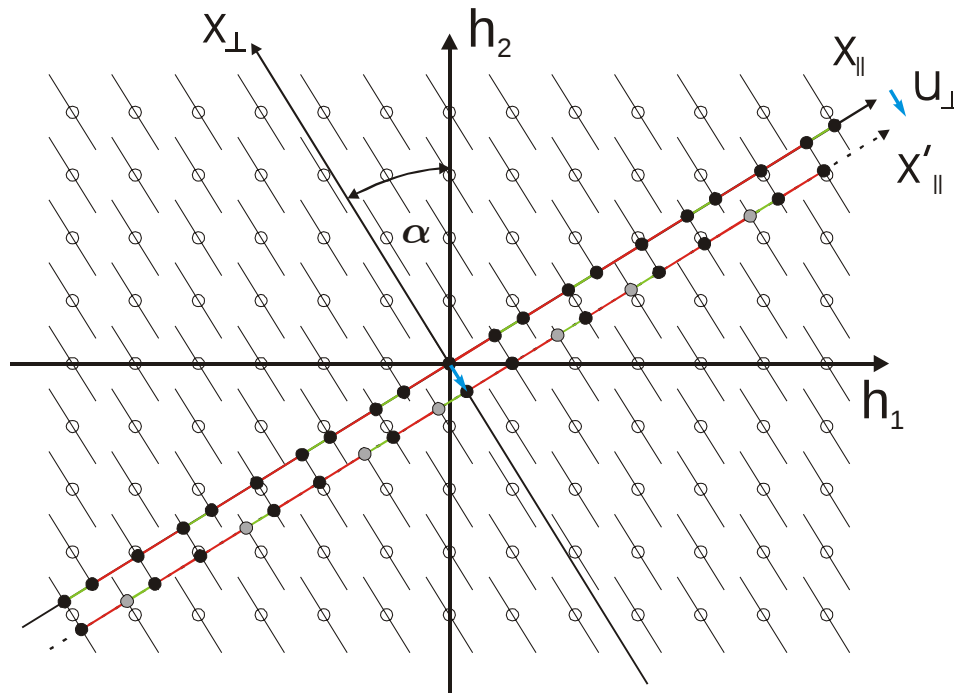


Abb. 2.6: Vergleich der Gitterpunktgenerierung durch die Schnitt- und Projektionsmethode zwischen dem ungestörten (durchgezogene Koordinatenachsen) und dem phasonisch gestörten (gestrichelte Koordinatenachse, $x'_{\parallel}$) Bereich.

In der Schnitt-und-Projektions-Methode (Abb. 2.6) stellt sich der oben geschilderte Vorgang folgendermaßen dar. Die Komponenten des parallelen und des senkrechten Anteils eines Verzerrungsfeldes $\vec{U}$ im 6-dimensionalen Hyperraum werden nach Gleichung

$$\vec{U} = \vec{u}_{\parallel}(x_{\parallel}) + \vec{u}_{\perp}(x_{\parallel}) \quad (2.6)$$

als phononische und phasonische Verzerrungen bezeichnet. Sie dürfen aufgrund der ausschließlichen Abhängigkeit aller physikalischen Eigenschaften des Quasikristalls von den Koordinaten des 3-dimensionalen physikalischen Raumes $x_{\parallel}$ ebenfalls nur von diesen abhängen. Ist der Verschiebungsvektor $\vec{U}$ eines Halbraumes ein vollständiger Gittervektor des 6-dimensionalen Hyperraums, liegt nach der Verschiebung wieder ein ungestörter

Quasikristall vor. Wurde hingegen der Halbraum z.B. nur um den parallelen Anteil $\vec{u}_{\parallel}$ verschoben, verbleibt die phononische Verzerrung $\vec{u}_{\parallel}$ bzw. der fehlende Schließungsvektor zum vollständigen 6-dim. Gittervektor $-\vec{u}_{\perp}$ als Fehler. In Abb. 2.6 bedeutet dies eine Verschiebung des Koordinatensystems um $\vec{u}_{\perp}$ im Bereich des gestörten Quasikristalls.

Die in Abb. 2.6 für den gestörten Bereich erzeugte Fibonacci-Folge liegt auf der gestrichelten Koordinatenachse $x'_{\parallel}$. Im Vergleich zu der im ungestörten Bereich generierten Punktreihe stimmen die meisten Punkte überein (schwarz). Es gibt nur einige, gegenüber dem ungestörten Bereich diskret verschobene Punkte (grau), die als Phasonenflips bezeichnet werden. Im 2- und 3-dimensionalen Bild entspricht dies einer lokalen Verletzung der Aufbauregeln, nach denen die dicken und dünnen Rauten oder Rhomboeder angeordnet sind. Ein Phasonenflip entspricht einer Atomverschiebung auf eine virtuelle Leerstelle (Abb. 2.7).

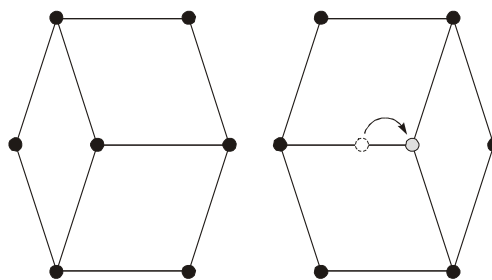


Abb. 2.7: Phasonenflip in einer Rautenanordnung eines 2-dimensionalen Penroseusters

Phasonendefekte können einzeln (random phasons) oder im Kollektiv in Form von Reihen (worms) oder Ringen auftreten, wobei sich die Phasonenflips zum Abbau der phasonischen Verzerrung gegenseitig induzieren können. Phasonen führen zu struktureller und chemischer Entordnung des perfekten Quasikristalls und werden in großer Dichte als Phasonenunordnung bezeichnet (phason disorder). Durch Diffusion der Phasonen zu Oberflächen oder anderen Senken kann die Entordnung rückgängig gemacht werden (retiling).

Phasonen wurden in realen Quasikristallen mithilfe von hochauflösender Elektronenmikroskopie nachgewiesen [25]. Gitterlinien einer solchen Hochauflösungsaufnahme zeigen an der durch die Schnittfläche der beiden Halbräume und der Probenoberfläche gebildeten Schnittlinie eine sprunghafte Verschiebung, die der Phasonenverzerrung des verschobenen Halbraumes entspricht.

Versetzungen:

In völliger Analogie zu Kristallen treten in Quasikristallen ebenfalls Versetzungen als Träger der plastischen Verformung auf [25]. Sie sind gleichermaßen durch ihren Burgersvektor und ihre Linienrichtung charakterisiert. Die Konstruktion einer Versetzung mit Hilfe eines Volterra-Prozesses erfolgt jedoch im 6-dimensionalen Hyperraum. Damit muss der als Schließvektor definierte Burgersvektor $\vec{B}$ ein 6-dimensionaler Gittervektor des Hyperraums sein.

Die Konstruktion einer Stufenversetzung erfolgt über das Einschieben einer 5-dimensionalen Halbebene, die den gesamten orthogonalen Raum enthält. Die Versetzungslinie entspricht analog zu Kristallen dem Weg, entlang dessen sich das Verzerrungsfeld nicht ändert. Es ergibt sich eine eindimensionale Linie im physikalischen Raum plus dem gesamten orthogonalen Raum, da nach Gl. (2.6) ein Verzerrungsfeld prinzipiell nicht von den Koordinaten des orthogonalen Raumes abhängen darf. Die Linienrichtung $\vec{l}$ im physikalischen Raum ist ein in jedem Punkt der Versetzungslinie tangential dazu verlaufender Einheitsvektor.

Der Burgersvektor $\vec{B}$ wird ebenfalls in Analogie zu Kristallen [26] durch einen Burgersumlauf, bei dem auf der geschlossenen Kurve C um die Versetzung über das Verzerrungsfeld $\vec{U}$ integriert wird, bestimmt.

$$\vec{B} = \oint_C d\vec{U} = \oint_C (d\vec{u}_{\parallel} + d\vec{u}_{\perp}) = \vec{b}_{\parallel} + \vec{b}_{\perp} \quad (2.7)$$

Die Integration über das phononische Verzerrungsfeld einer Versetzung ergibt den parallelen Anteil $\vec{b}_{\parallel}$ des Burgersvektors. Dieser entspricht dem von Kristallen bekannten Burgersvektor, der die kontinuierliche elastische Verschiebung von Gitterplätzen beschreibt. Bei einer Stufenversetzung steht $\vec{b}_{\parallel}$ senkrecht und bei einer Schraubenversetzung parallel zur Linienrichtung $\vec{l}$. In den für Kristalle entwickelten und weiter unten beschriebenen Formalismen zur plastischen Verformung übernimmt $\vec{b}_{\parallel}$ die Rolle des klassischen Burgersvektors. Der dem phasonischen Verzerrungsfeld zugehörige Anteil des Burgersvektors $\vec{b}_{\perp}$ beschreibt hingegen eine Dichteverteilung an Phasonendefekten um die Versetzungslinie.

Nach Ricker [27] wirkt auf eine Versetzungslinie in ikosaedrischen Quasikristallen eine verallgemeinerte Peach-Koehler-Kraft

$$\vec{F}_{\text{VPK}} = (\vec{b}_{\parallel}\sigma_{\parallel} + \vec{b}_{\perp}\sigma_{\perp}) \times \vec{l} \quad (2.8)$$

die neben den Kräften auf die phononischen Komponenten auch den phasonischen Komponenten Rechnung trägt, jedoch selbst wiederum nur Komponenten im Parallelraum besitzt. Wirkt auf die Versetzung eine Kraft unter der sie sich bewegt, kann unter Umständen der phasonische Anteil nicht folgen, z.B. wenn bei tiefen Temperaturen Diffusionsprozesse zu langsam ablaufen. In diesem Fall befindet sich am Ort der Versetzungslinie nur der phononische Anteil des Burgersvektors $\vec{b}_{\parallel}$ und in der Spur der Versetzungsbewegung bleibt das durch $\vec{b}_{\perp}$ charakterisierte phasonische Verzerrungsfeld zurück.

Nach Caillard [28] muss man für die weitere Betrachtung zwei Typen von Versetzungen und der in ihrer Spur zurückbleibenden Fehlerflächen unterscheiden.

- a) Ist der parallele Anteil des Burgersvektors einer Versetzung gleich der Projektion eines **rationalen** Teils eines 6-dimensionalen Gittervektors, so nennt man diese Versetzung **partial** und die erzeugte Fehlerfläche einen **Stapelfehler**.
- b) Ist der parallele Anteil des Burgersvektors einer Versetzung gleich der Projektion eines **vollständigen** 6-dimensionalen Gittervektors, so nennt man diese Versetzung **perfekt** und die erzeugte Fehlerfläche eine **Phasonenwand**.

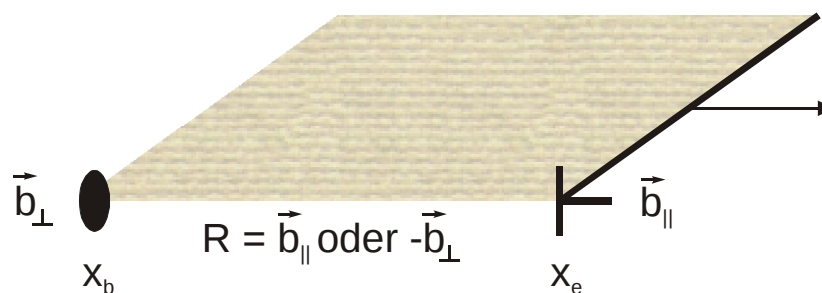


Abb. 2.8: Schematische Darstellung eines Zerfalls einer perfekten Versetzung in ihren parallelen und senkrechten Anteil. Die dazwischen liegende Fehlerfläche kann äquivalent beschrieben werden durch $\vec{b}_{\parallel}$ oder $\vec{b}_{\perp}$. (Nach [28])

Abbildung 2.8 zeigt schematisch die Bewegung einer perfekten Versetzung von x_b nach x_e . Unter dem Einfluss einer Spannung bewegt sich der Phononenanteil des Burgersvektors $\vec{b}_{\parallel}$. Kann der Phasonenanteil $\vec{b}_{\perp}$, z.B. durch zu geringe Diffusionsgeschwindigkeit der Phasonen

bei niedriger Temperatur, nicht folgen, bleibt eine Fehlerfläche in Form eines Phasonenwand zurück.

Dieser Fehlerfläche wurde in verschiedenen Arbeiten eine Fehlerflächenenergie von $\gamma = 22 \text{ mJ/m}^2$ bzw. $\gamma = 16 \text{ mJ/m}^2$ zugeschrieben [52], die sich wiederum in einer Rückspannung von $\gamma/|\vec{b}_{\parallel}| = 45 \text{ MPa}$ für $\vec{b}_{\parallel} = 0,48 \text{ nm}$ bzw. $\gamma/|\vec{b}_{\parallel}| = 96 \text{ MPa}$ für $\vec{b}_{\parallel} = 0,183 \text{ nm}$ auf die Versetzung auswirkt. Die abgeschätzten Rückspannungen sind klein gegen die bei der plastischen Verformung bei tiefen Temperaturen aufgebrachten äußeren Spannungen σ von über 1000 MPa (siehe Kapitel 6.1). Der von dem phononischen Anteil passierte Bereich des Quasikristalls liegt erst wieder in einer ungestörten Konfiguration vor, wenn das zu einer perfekten Versetzung im Gleichgewicht gehörige phasonische Verzerrungsfeld durch Diffusion vollständig gefolgt ist.

Elektronenmikroskopische post-mortem Untersuchungen makroskopisch verformter Einquasikristalle zeigten hauptsächlich Burgersvektoren in 2-zähligen Richtungen mit Betrag des Parallelanteils des Burgersvektors von 0,183 nm (seltener: 0,113 nm und 0,296 nm), wobei als Bewegungsmodus Gleiten vermutet wurde [7].

In anderen Arbeiten wurden von Versetzungen begrenzte Fehlerflächen beobachtet. Mit einem $\vec{b}_{\parallel}$ senkrecht zu den Fehlerflächen kommt für die Versetzungsbewegung nur Klettern in Frage. Versetzungen die 2-zählige Fehlerflächen begrenzten wiesen ein $|\vec{b}_{\parallel}| = 0,48 \text{ nm}$ auf [30]. Für die 5-zählige Fehlerflächen begrenzenden Versetzungen wurden $|\vec{b}_{\parallel}| = 0,185 \text{ nm}$ und $|\vec{b}_{\parallel}| = 0,297 \text{ nm}$ ermittelt [29]. Die Parallelanteile aller Burgersvektoren lagen in 2-zähliger Richtung.

Die Energie einer Versetzung wird in Quasikristallen durch die von ihr erzeugten elastischen und phasonischen Verzerrungen bestimmt. Der elastische Anteil erzeugt wie in normalen Kristallen eine Energie proportional zu $|\vec{b}_{\parallel}|^2$. Die Energie der phasonischen Verzerrung ist nach einer ersten Abschätzung von Wollgarten u.a. [31] proportional zu $|\vec{b}_{\perp}|$. In [30] wird die Möglichkeit der Dissoziation einer Versetzung mit Burgersvektor $\vec{b}_{\parallel}$ in zwei Versetzungen mit den Burgersvektoren $\vec{b}_{1\parallel}$ und $\vec{b}_{2\parallel}$ diskutiert. Die Beträge der drei kolinearen parallelen Burgersvektoren verhalten sich wie $1:\tau^{-1}:\tau^2$. Die elastische Energie sinkt, da $|\vec{b}_{1\parallel}|^2 + |\vec{b}_{2\parallel}|^2 < |\vec{b}_{\parallel}|^2$ ist. Tritt kein Retiling auf, entspricht die phasonische Verzerrung zwischen den beiden Versetzungen $|\vec{b}_{1\perp}|$. Allgemein gilt für perfekte Versetzungen, dass $|\vec{b}_{\perp}|$

um so größer ist, je kleiner $|\vec{b}_{\parallel}|$ ist und umgekehrt. Die Energie der phasonischen Fehlerfläche infolge der Bewegung von $\vec{b}_{\parallel}$ ist größer als die von $\vec{b}_{\perp}$, da $|\vec{b}_{\perp}| > |\vec{b}_{\parallel}|$. Der Abstand der beiden Versetzungen entspricht dem Gleichgewicht zwischen der abstoßenden Kraft durch die Reduzierung der elastischen Versetzungsenergien infolge der kürzeren Parallelanteile der Burgervektoren mit der anziehenden Kraft durch die Bildung einer, im Vergleich zur Spur von $\vec{b}_{\parallel}$, energiereicheren Fehlerfläche zwischen den beiden dissoziierten Versetzungen.

Betrachtet man den gleichen Fall bei einer höheren Temperatur, wo retiling in größerem Maße auftritt, lösen sich die vorher relativ scharfen Fehlerflächen durch retiling auf und die daraus resultierende anziehende Kraft fällt weg. Die abstoßende elastische Kraft ist die gleiche. Dies führt zur Entkopplung der beiden Versetzungen. Dieser Prozess kann sich an den beiden neuen Versetzungen wiederholen, bis der an der Aufspaltung beteiligte Phasonenfehler zu komplex für effektives retiling wird. Als eine Konsequenz werden bei niedrigen Temperaturen größere Burgersvektoren erwartet, da das für die Auflösung der Fehlerflächen nötige Retiling langsamer abläuft.

In einer anderen Arbeit von Caillard u.a. [32] wurde der Unterschied im Charakter der Fehlerflächen nach Gleiten oder Klettern entlang einer 2-zähligen Ebene anhand eines Penrose-Musters betrachtet. Danach scheint das Klettern durch Bildung oder Annihilation eines Wurms einfacher vorstellbar als das Gleiten auf einer rauen Ebene. Nach dem Gleiten verbleiben demnach Zonen, die nicht durch Retiling geordnet werden können.

3. Theoretische Grundlagen zu den Plastizitäts- und Mikrostrukturuntersuchungen

3.1 Theoretische Grundlagen der plastischen Verformung von Kristallen

Eine ausführliche Darstellung der Theorie der plastischen Verformung findet man z.B. in Kocks u.a. [33]. Für die makroskopischen Verformungsversuche wurden quaderförmige Proben der Länge l_0 und der Querschnittsfläche A_0 benutzt. Wirken auf die Stirnflächen dieser Probe zwei entgegengesetzt gleichgroße Kräfte F , so erzeugt dies in dem Körper eine Normalspannung σ

$$\sigma = \frac{F}{A_0} . \quad (3.1)$$

Ist das Produkt der Stirnflächennormalen mit der jeweils angreifenden Normalkraft negativ, handelt es sich um eine Druckspannung, im umgekehrten Fall um eine Zugspannung.

Die Normalspannung σ führt zu einer Längenänderung des Körpers um Δl , die proportional zur Gesamtlänge l_0 ist, und als Gesamtdehnung ε_t bezeichnet wird

$$\varepsilon_t = \frac{\Delta l}{l_0} . \quad (3.2)$$

Für Spannungen unterhalb der Proportionalitätsgrenze σ_p gibt es einen reversiblen, linearen Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der totalen Dehnung ε_t , welcher durch das Hooke'sche Gesetz

$$\varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E} \quad (3.3)$$

beschrieben wird. E ist der Elastizitätsmodul. Erfolgen die reversiblen Änderungen innerhalb der Zeit, die der Schall zur Durchquerung des Körpers benötigt, werden sie als elastisch bezeichnet. Stellen sich die Verformungen langsamer ein, handelt es sich um einen anelastischen Bereich. Überschreitet die Spannung die Elastizitätsgrenze σ_E , bleibt auch nach vollständiger Entlastung eine bleibende, irreversible Formänderung des Festkörpers zurück.

Dieser Bereich wird als plastischer Bereich bezeichnet. Die Gesamtdehnung ε_t kann dann in einen elastischen Anteil ε_{el} und einen plastischen Anteil ε getrennt werden

$$\varepsilon_t = \varepsilon_{el} + \varepsilon. \quad (3.4)$$

In verschiedenen Arbeiten (z.B. [2, 3]) wurde gezeigt, dass die plastische Verformung in Quasikristallen ähnlich wie in Kristallen über die Bewegung von Versetzungen erfolgt. In Kristallen werden die Versetzungen durch ihre Linienrichtung $\vec{l}$ und den 3-dimensionalen Burgersvektor $\vec{b}$ charakterisiert. Die Erweiterung für den Fall der Quasikristalle wurde bereits in Kapitel 2.3 beschrieben. Wie dort dargelegt wurde, entspricht der Parallelanteil $\vec{b}_{\parallel}$ des 6-dimensionalen Burgersvektors dem Burgersvektor $\vec{b}$ in Kristallen. Wesentliche Verformungseigenschaften der Quasikristalle lassen sich mit der Theorie der Verformung der Kristalle deuten, die im folgenden beschrieben wird.

Entlang der von der Versetzung überstrichenen Fläche ist der obere gegen den unteren Teil der Probe um den Vektor $\vec{b}$ verschoben. Man unterscheidet Stufenversetzungen, bei denen $\vec{b}$ senkrecht zu $\vec{l}$ steht, und Schraubenversetzungen, wo diese parallel sind. Die Versetzungsbewegung kann konservativ oder nichtkonservativ sein. Sie ist konservativ, wenn das durch Burgersvektor, Linienrichtung und Bewegungsrichtung aufgespannte Volumen Null ist. Das bedeutet, dass für die Bewegung kein lokaler Materialtransport, z.B. ein Atom- oder Leerstellenstrom, notwendig ist. Im umgekehrten Fall spricht man von nichtkonservativer Versetzungsbewegung.

Gleiten:

Der wichtigste Mechanismus zur plastischen Verformung von kristallinen Festkörpern ist die konservative Versetzungsbewegung, das Gleiten. Wie in Abb. 3.1 dargestellt, wird die Bewegungsebene von $\vec{l}$ und $\vec{b}$ aufgespannt und Gleitebene genannt. Für Schraubenversetzungen ist jede die Versetzungslinie enthaltende Ebene eine mögliche Gleitebene.

Über die durch $\vec{b}$ bestimmte elastische Verzerrung erfährt die Versetzung im Spannungsfeld pro Einheitslänge die sogenannte *Peach-Koehler Kraft*

$$\vec{F}_{PK} = (\sigma \vec{b}) \times \vec{l}. \quad (3.5)$$

Diese wirkt an jedem Ort der Versetzung senkrecht zur Linienrichtung. Die Erweiterung für Quasikristalle wurde bereits in Abschnitt 2.3 beschrieben. Beim Versetzungsgleiten spielt nur die Kraft in Gleitrichtung eine Rolle. Es braucht daher nur die in dem durch Gleitebenennormale und Gleitrichtung charakterisierten Gleitsystem (Abb. 3.1) wirkende Schubspannung τ betrachtet zu werden. Aus rein geometrischer Überlegungen ergibt sich der Zusammenhang zur angreifenden Normalspannung

$$\tau = m_s \sigma \quad (3.6)$$

mit dem Schmidtfaktor

$$m_s = \cos(\phi) \cos(\lambda). \quad (3.7)$$

ϕ ist der Winkel zwischen der Druckachse und der Gleitebenennormale und λ derjenige zwischen der Druckachse und der Gleitrichtung.

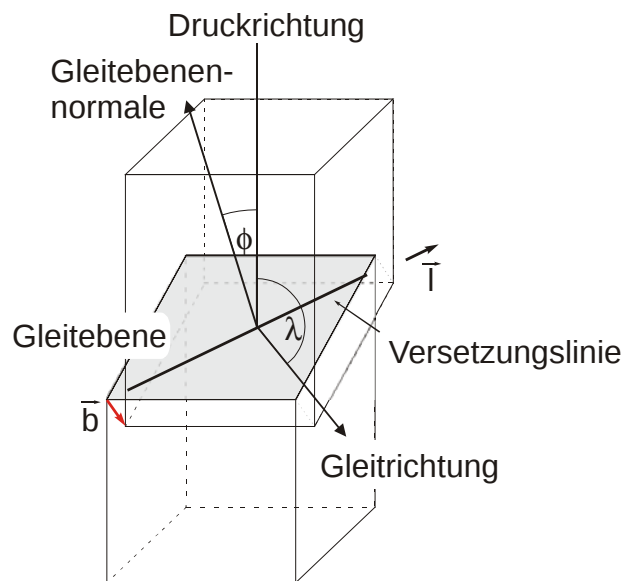


Abb. 3.1: Durch Gleitebene und Gleitrichtung definiertes Gleitsystem

Pro Einheitslänge der Versetzung wirkt dann in Gleitrichtung senkrecht zur Versetzungslinie eine Kraft

$$F_v = \tau b. \quad (3.8)$$

Oberhalb eines kritischen Wertes können die Versetzungen unter dem Einfluss dieser Kraft gleiten. Bewegen sich Versetzungen eines Gleitsystems mit der Versetzungsdichte ρ_m mit der Geschwindigkeit v , so erzeugt dies eine plastische Dehnrates

$$\dot{\epsilon} = \rho_m m_s b v . \quad (3.9)$$

Diese Beziehung wird Orowan-Beziehung genannt. Bei einem realen Verformungsexperiment werden gewöhnlich mehrere Gleitsysteme aktiviert. Zudem bewegen sich nicht alle Versetzungen mit der gleichen Geschwindigkeit und die Gleitversetzungsdichte ist meist nicht konstant. Für die Interpretation makroskopischer Messwerte eines Verformungsexperimentes sind die mikroskopischen Größen der rechten Seite von Gl. (3.9) als Mittelwerte zu verstehen.

Wirken keine Kräfte auf eine Versetzung, verbleibt diese in einem lokalen Minimum der Wechselwirkungsenergie des Spannungsfeldes der Versetzung mit dem Gitter in Ruhe. Für die Bewegung der Versetzung zum nächsten Minimum muss eine Energiebarriere überwunden werden. Dies kann z.B. durch das Peierls-Modell beschrieben werden. Die Kraft, mit der zwei durch die Gleitebene getrennte Halbräume aneinander vorbeigleiten, muss antisymmetrisch bezüglich der Verschiebung x sein und für kleine Verschiebungen $x \rightarrow 0$ der Definition des Schubmoduls entsprechen. Die Gitterkonstante wird mit a bezeichnet. Daraus folgt für die Wechselwirkungskraft das Sinus-Gesetz [22]

$$F_{ww}(x) = \sigma(x) b^2 = \frac{Gb}{2\pi a} \sin\left(\frac{2\pi x}{b}\right). \quad (3.10)$$

Zur Überwindung der Peierls-Barriere muss an der Versetzung die Peierls-Energie W_p

$$W_p = \frac{Gb^2}{2\pi K_v} \exp\left\{-\frac{2\pi a}{Kb}\right\} \quad (3.11)$$

geleistet werden. Der maximale Widerstand wird häufig Peierlsspannung τ_p genannt. Diese muss für die Bewegung der Versetzung überwunden werden.

$$\tau_p \approx \frac{2G}{K} \exp\left\{-\frac{2\pi a}{Kb}\right\} \quad (3.12)$$

Hierbei ist für Schraubenversetzungen $K_v = 1$ und für Stufenversetzungen $K_v = 1-v$. v ist die Poisson'sche Zahl. Gleichung (3.12) stellt die Peierlsspannung bei $T = 0$ K dar. Die Versetzungsbewegung bei endlichen Temperaturen wird durch das Doppelkinkmodell beschrieben. Trotzdem zeigt Gl. (3.12), dass die zur Bewegung der Versetzungen und damit zur plastischen Verformung notwendigen Spannungen viel kleiner sind als die theoretische Schubfestigkeit von etwa $\tau_0 \approx G/6$. Außerdem wird klar, dass der Netzebenenabstand a der Gleitebenen groß und der Burgersvektor b klein sein muss, um eine möglichst geringe Peierlsspannung zu erhalten. Experimente zeigen, dass sich die Versetzungsgeschwindigkeit im Bereich niedriger Geschwindigkeiten durch eine Arrhenius-Beziehung

$$v = v_0 \exp\left\{-\frac{\Delta F - V\tau^*}{kT}\right\} \quad (3.13)$$

darstellen lässt. Diese Gleichung beschreibt die thermische Überwindung einer Barriere der Freien Energie ΔF mit Hilfe einer am Ort der Versetzung wirkenden effektiven Schubspannung τ^* bei einer endlichen Temperatur T und wird in Abb. 3.2 schematisch dargestellt. Der Vorfaktor v_0 wird als konstant angenommen. Er ergibt sich aus dem Produkt der Anlauffrequenz der Versetzung gegen das Hindernis v_D mit der Sprungdistanz d . Die Sprungdistanz ist die freie Weglänge zwischen zwei durch thermische Aktivierung zu überwindenden Hindernissen. V ist das sogenannte Aktivierungsvolumen und k die Boltzmannkonstante.

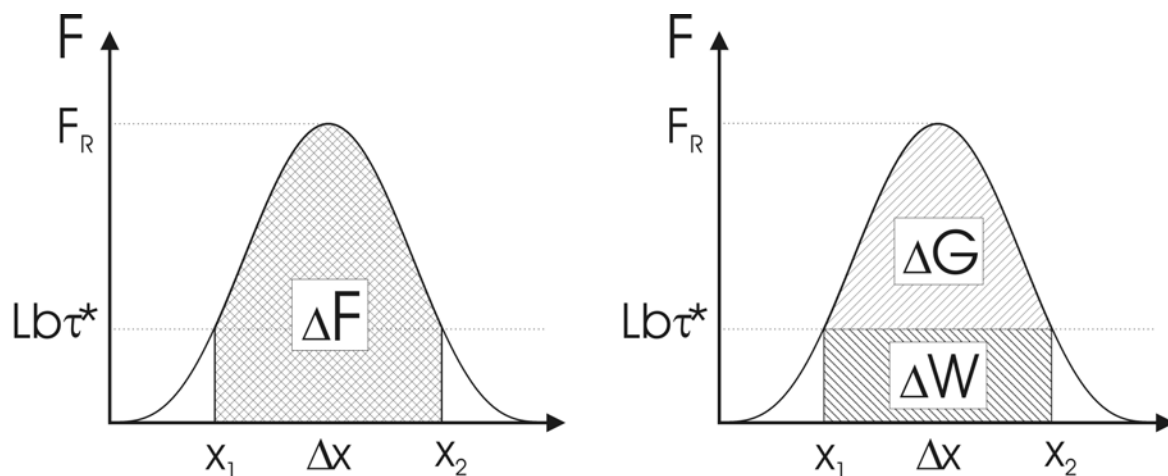


Abb. 3.2: Schematische Kraft-Abstandskurve für eine thermisch aktivierte Versetzungsbewegung.

Eine Versetzung sei an zwei Hindernissen mit dem Abstand $2 \cdot L$ gepinnt und trifft beim Ausbauchen auf ein dazwischen liegendes Hindernis. Die Versetzung greift dann mit einer Kraft

$$F = Lb\tau^* \quad (3.14)$$

am Hindernis an. Ist die sogenannte Hindernisstärke $F_r > F$, verweilt diese bei $T = 0 \text{ K}$ im Gleichgewicht im Punkt x_1 . Um das Hindernis zu überwinden, muss die Versetzung die Aktivierungsdistanz Δx bis zum Punkt x_2 zurücklegen und dabei die Freie Energie ΔF aufbringen. Liegt eine endliche Temperatur vor, kann das Hindernis mit einer endlichen Wahrscheinlichkeit durch thermische Aktivierung überwunden werden. Dabei muss das Wärmebad kurzzeitig die Freie Aktivierungsenergie ΔG aufbringen, welche sich aus der um die Arbeit der äußeren Spannung ΔW verringerten Freien Energie ergibt:

$$\Delta G = \Delta F - \Delta W \quad (3.15)$$

mit

$$\Delta W = \tau^* Lb \cdot \Delta x \quad (3.16)$$

Das Produkt $Lb \cdot \Delta x$ ist das oben eingeführte Aktivierungsvolumen V , und $L \cdot \Delta x$ wird als Aktivierungsfläche ΔA bezeichnet.

$$V = Lb \cdot \Delta x = b \cdot \Delta A \quad (3.17)$$

Im allgemeinen ist die am Ort der Versetzung angreifende effektive Schubspannung τ^* nicht gleich der von der äußeren Spannung σ nach Gl. (3.6) induzierten Schubspannung τ . Die durch den Burgersvektor $\vec{b}$ charakterisierten Versetzungen verursachen durch die elastische Verzerrung des Gitters ein Spannungsfeld. Für den einfachen Fall einer Schraubenversetzungen hat das Spannungsfeld in Polarkoordinaten (z.B. [34]) die Form

$$\tau_{rz} = \frac{\mu b}{2\pi r} \quad (3.18)$$

mit dem Schubmodul μ und dem senkrechten Abstand r zur Versetzung. Die Überlagerung aller weitreichenden Spannungsfelder der Versetzungen im Kristall erzeugt eine

ortsabhängige innere Spannung τ_i . Nach Seeger [35] reduziert die innere Spannung die äußere, so dass

$$\tau^* = \tau - \tau_i. \quad (3.19)$$

Für parallele Versetzungen ist τ_i nach Taylor [36] durch die Versetzungsdichte ρ bestimmt, mit

$$\tau_i = \alpha \mu b \rho^{1/2}. \quad (3.20)$$

Die numerische Konstante α liegt in Kristallen zwischen 0,2 und 1. Für Quasikristalle ist wenig über die elastische Wechselwirkung von Versetzungen bekannt, so dass für spätere Rechnungen $\alpha = 0,5$ eingesetzt wird. Mit Hilfe der Orowan-Beziehung (3.9) kann von der Versetzungsgeschwindigkeit v nach Gl. (3.13) auf die Dehnrage geschlossen werden.

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b v_0 \exp\left\{-\frac{\Delta F - V \tau^*}{kT}\right\} \quad (3.21)$$

Die Beziehungen (3.3), (3.4), (3.6), (3.19), (3.20) und (3.21) stellen zusammen mit einer kinetischen Gleichung für die Versetzungsdichte ρ ein Gleichungssystem zur phenomenologischen Beschreibung der plastischen Verformung dar. Das Aktivierungsvolumen kann unter der Voraussetzung, dass während des Messvorgangs ρ_m und τ_i konstant bleiben, mit

$$V = -\left(\frac{d\Delta G}{d\tau}\right)_T = \frac{kT}{m_s} \left(\frac{d \ln(\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)}{d\sigma}\right)_T = \frac{kT}{m_s r_{ex}} \quad (3.22)$$

bestimmt werden.

$$r_{ex} = \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad (3.23)$$

wird experimentelle Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung genannt.

Klettern:

Der zweite Grenzfall der Bewegung der Versetzungen ist die nichtkonservative Bewegung, das sogenannte Klettern. Aufgrund des notwendigen Materietransports ist Leerstellen- oder Zwischengitteratomdiffusion notwendig, welche nur bei höheren Temperaturen effektiv stattfinden. Man bezeichnet die Entfernung einer Atomreihe einer eingeschobenen Halbebene einer Stufenversetzung durch Absorption von Leerstellen oder Emission von Zwischengitteratomen als *positives Klettern* und den umgekehrten Fall als *negatives Klettern*. Die Bildungsenergie von Zwischengitteratomen ist im allgemeinen größer als diejenige für Leerstellen, weshalb für die Kletterprozesse hauptsächlich Leerstellenmechanismen in Frage kommen.

Betrachtet wird der Fall einer parallel zur Stirnfläche einer Druckprobe eingeschobenen Halbebene. Bei einer Druckspannung wird der Hauptteil der *Peach-Koehler-Kraft* (3.5) durch die äußere Spannung bestimmt. Diese wirkt auf die am Ende der Halbebene befindliche Stufenversetzung und führt zur Verkleinerung der Halbebene unter Leerstellenabsorption. Die Stufenversetzung klettert positiv. Allgemein tritt bei Druckspannung Leerstellenabsorption bei allen Kletterbewegungen in Richtung der durch die Spannungen hervorgerufenen Kräfte auf. Durch die Leerstellenabsorption in der Nähe der kletternden Versetzung entsteht ein Leerstellen-Konzentrationsgradient gegenüber dem umgebenden Material, der wiederum zu einer chemischen Kraft

$$F_{\text{ch}} = \frac{bkT}{\Omega} \ln \left(\frac{c_0}{c_{\sigma}} \right) \quad (3.24)$$

auf die kletternde Versetzung führt, die der äußeren Kraft entgegen wirkt. Im Gleichgewicht der beiden Kräfte stellt sich an der kletternden Versetzung eine Gleichgewichtskonzentration

$$c_{\sigma} = \exp \left[-\frac{(E_f^v - \sigma^* \Omega)}{kT} \right] = c_0 \exp \left[\frac{\sigma^* \Omega}{kT} \right] \quad (3.25)$$

der Leerstellen unter dem Einfluss einer Spannung ein.

$$c_0 = \exp \left[-\frac{E_f^v}{kT} \right] \quad (3.26)$$

ist die Gleichgewichtskonzentration der Leerstellen ohne angreifende Spannung. Für den Fall einer Druckspannung ist die effektiv auf die Versetzung wirkende Spannung σ^* negativ und nach Gl. (3.25) ist $c_\sigma < c_0$. Im Gleichgewicht zwischen der äußeren und der chemischen Kraft wird die Versetzungsgeschwindigkeit durch der Leerstellenstrom zur kletternden Versetzung bestimmt. Als Leerstellenquellen können Oberflächen oder andere, sich nichtkonservativ bewegendes Versetzungen dienen.

3.2 Theoretische Grundlagen der Mikrostrukturanalyse im Transmissions-elektronenmikroskop

Die Untersuchung der durch die makroskopischen Druckversuche gebildeten Verformungsstrukturen erfolgte mit einem TEM. Es handelt sich dabei um ein Höchstspannungs-Elektronenmikroskop (HEM) mit einer Beschleunigungsspannung von 1 MeV. Die Kontrastentstehung bei der Abbildung von Quasikristallen erfolgt in ähnlicher Weise wie in kristallinen Materialien, welche z.B. in [37] ausführlich beschrieben ist. Auf Unterschiede wird besonders aufmerksam gemacht. Die Versetzungsstrukturen und flächenhaften Fehler werden im Beugungskontrast als zweidimensionale Projektion des durchstrahlten Probenvolumens abgebildet. Mit Hilfe sogenannter Auslöschungsbedingungen kann der Charakter einzelner Gitterbaufehler bestimmt werden. Im folgenden sollen die genutzten Methoden zur Mikrostrukturanalyse auf der Grundlage der kinematischen Theorie etwas genauer betrachtet werden.

Zur Bildentstehung im TEM wird ein Strahl schneller Elektronen durch eine dünne Folie des zu untersuchenden Probenmaterials geschickt. Die maximal durchstrahlbare Foliendicke $t_{\max}$ hängt von der chemischen Zusammensetzung des Probenmaterials und von der Energie der Elektronen ab. Aufgrund der hohen Beschleunigungsspannung des HEM können relativ dicke Folien durchstrahlt und damit große Probenvolumina abgebildet werden. Für den Fall von $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ und einer Beschleunigungsspannung von $U_{\text{bes.}} = 1 \text{ MeV}$ kann man als maximal durchstrahlbare Foliendicke etwa $1\mu\text{m}$ annehmen. Zur Abbildung wird der Wellencharakter der Elektronen genutzt, die an den Atomen gestreut werden. Bei geeigneter Lage der Probe zum Primärstrahl wird ein Teil der einfallenden Elektronen in eine bestimmte Richtung gebeugt. Die genaue Geometrie einer solchen Lage, wird anhand der *Ewald-Konstruktion* (Abb. 3.3) klar.

Ein mit $\vec{k}_0$ bezeichneter Wellenzahlvektor zeigt in Richtung des einfallenden Primärelektronenstrahls und besitzt den Betrag $1/\lambda$, mit der *de Broglie*-Wellenlänge λ der Elektronen. Schneidet die Ewald-Kugel mit dem Radius $|\vec{k}_0|$ einen Punkt des reziproken Gitters, so ist für die durch $\vec{g}$ repräsentierte Netzebenenschar die *Bragg'sche Beugungsbedingung*

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta \quad (n \in \mathbb{N}) \quad (3.27)$$

erfüllt. Der Netzebenenabstand beträgt $d = 1/|\vec{g}|$. Ein Teil der Strahlintensität wird in die Richtung $\vec{k}$ gebeugt. Der Winkel zwischen $\vec{k}_0$ und $\vec{k}$ wird mit 2θ bezeichnet.

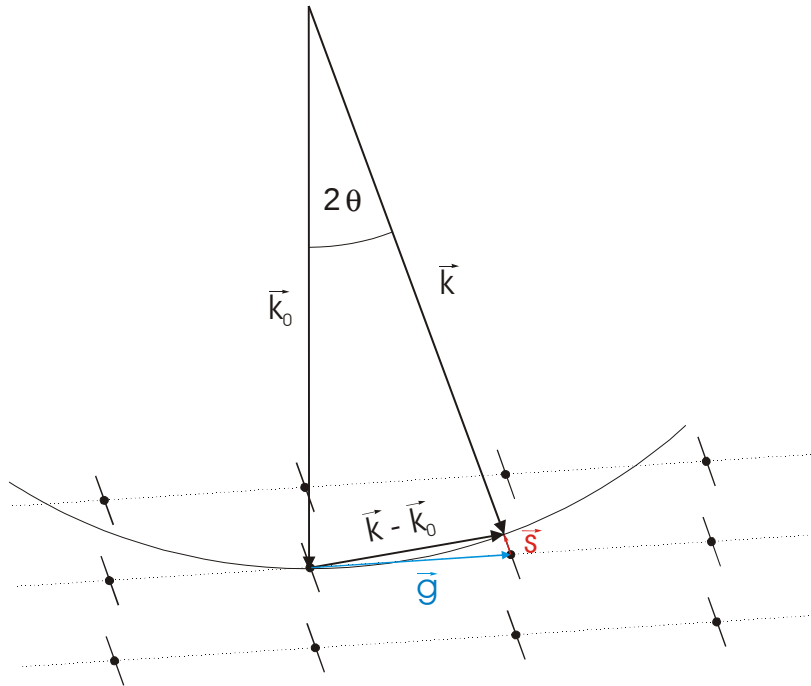


Abb. 3.3: Ewaldkonstruktion für die Beugung an einer dünnen Folie. Die reziproken Gitterpunkte sind in Richtung der Foliennormale zu Stäbchen entartet.

Die Intensität des gebeugten Strahls hängt vom sogenannten Anregungsfehler $s = |\vec{s}|$ ab, der die Abweichung der Ewald-Kugel von der exakten Bragg-Lage beschreibt:

$$\vec{s} = (\vec{k} - \vec{k}_0) - \vec{g} \quad (3.28)$$

Ist t_{k0} die Probendicke in Richtung des Nullstrahls und ξ_g die Extinktionslänge, so ist die in Richtung $\vec{k}$ gebeugte Intensität

$$I = \frac{\pi^2}{\xi_g^2} \frac{\sin^2(\pi t_{k0} s)}{(\pi s)^2}. \quad (3.29)$$

Im Falle einer dünnen Folie sind die reziproken Gitterpunkte zu Stäbchen, parallel zur Foliennormale entartet.

Werden mehrere reziproke Gitterpunkte angeregt, so spricht man vom *Mehrstrahlfall*. Wird neben dem am Ende von $\vec{k}_0$ befindlichen, nur ein weiterer reziproker Gitterpunkt angeregt, so spricht man vom *Zweistrahlfall*.

Im Zweistrahlfall teilt sich die gesamte Strahlintensität nach dem Probendurchlauf in die Richtungen des ungebeugten Primärstrahls und des gebeugten Strahls. Mittels eines elektromagnetischen Linsensystems wird das in Richtung des einfallenden Strahls auf die Folienunterseite projizierte Probenvolumen vergrößert abgebildet. Im Modus des Beugungs-kontrasts wird in der hinteren Brennebene der Objektivlinse unter Verwendung der Objektiv-Apertur-Blende nur ein Strahl zur Abbildung durchgelassen. Bildet man mit dem Primärstrahl ab, entsteht eine Hellfeldabbildung, benutzt man einen abgebeugten Strahl, so ist es eine Dunkelfeldabbildung.

Wird ein reziproker Gitterpunkt im Zweistrahlfall mit einem endlichen Anregungsfehler s angeregt, so wird ein durch Gl. (3.29) bestimmter Teil des einfallenden Primärstrahls in Richtung $\vec{k}$ gebeugt und von der Objektiv-Apertur-Blende ausgeblendet. Das mit dem Primärstrahl beobachtete Bild ist um so dunkler je kleiner s ist. Liegt in dem durchleuchteten Probenbereich eine Versetzung mit einer durch den Burgersvektor $\vec{b}$ beschriebenen Gitterverzerrung, existieren bei geeigneter Lage von $\vec{g}$ zu $\vec{b}$ in der Nähe der Versetzung verbogene Netzebenen mit einem kleineren Anregungsfehler als für den ungestörten Bereich (Abb. 3.4). Aus diesem Bereich nahe der Versetzung wird lokal mehr Strahlintensität in Richtung $\vec{k}$ gebeugt. In der Hellfeldabbildung wird dieser Strahl später ausgeblendet, und im Bild erscheint dieser Bereich dunkler als seine Umgebung. Im Zweistrahlfall verhält sich das Dunkelfeldbild komplementär zum Hellfeldbild.

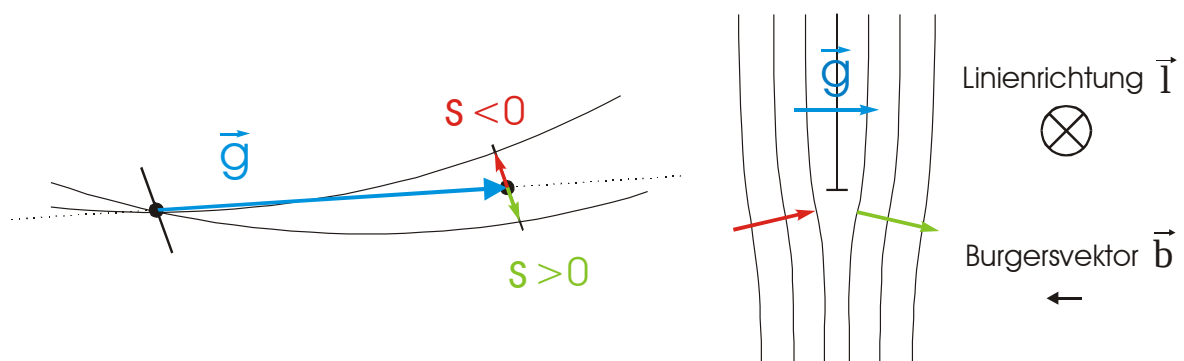


Abb. 3.4: Anregungsfehler in der Ewald-Konstruktion und Beugung an den verbogenen Netzebenen in der Nähe einer Stufenversetzung.

Die beobachtete Versetzungslinie liegt im Bild neben dem Versetzungskern. Der Versetzungskontrast erscheint in Linienrichtung $\vec{l}$ gesehen für

$$(\vec{g} \cdot \vec{b}) \cdot s \begin{cases} > 0 \text{ links neben Kern} \\ < 0 \text{ rechts neben Kern} \end{cases} \quad (3.30).$$

Bei der Abbildung im HEM ist der Radius der Ewald-Kugel wegen der kleinen *de Broglie*-Wellenlänge der Elektronen [λ (1MeV) = $8,71 \cdot 10^{-13}$ m] sehr groß. Zusammen mit dem bei ikosaedrischen Quasikristallen sehr dicht mit Gitterpunkten belegten reziproken Raum ist die Einstellung eines exakten Zweistrahlfalls nicht möglich. Es werden meistens sogenannte systematische Reihen von reziproken Gitterpunkten angeregt. Der Kontrast im Hellfeldbild des Mehrstrahlalles setzt sich als Superposition der "enthaltenen Zweistrahlfälle" zusammen. Die mit den verschiedenen Anregungen erzeugten Dunkelfeldbilder entsprechen hingegen ihrem Pendant des jeweiligen Zweistrahlalles.

Eine Versetzung kann bei der Abbildung im Beugungskontrast aber auch ausgelöscht, also nicht sichtbar sein. In kristallinen Materialien tritt dieser Fall ein, wenn das Verzerrungsfeld der Versetzung keine Anteile in Richtung der Flächennormale der in Braggreflektion stehenden Netzebenenschar besitzt. Für Schraubenversetzungen lautet die Bedingung für Auslöschung des Kontrastes:

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (3.31)$$

Bei Stufenversetzungen liegen unter der Bedingung (3.31) jedoch immer noch geringe Verzerrungen in Normalenrichtung der reflektierenden Netzebenenschar vor, was zu einem geringen Restkontrast führt. Erst wenn zusätzlich noch die Bedingung $\vec{l} \parallel \vec{g}$ erfüllt ist, verschwindet der Kontrast vollständig.

Für Quasikristalle gelten ähnliche Bedingungen, jedoch muss die durch $\vec{b}_\perp$ charakterisierte phasonische Verzerrung berücksichtigt werden. Nach Wollgarten u.a. [38] muss Gl. (3.31) für Quasikristalle in der Form

$$\vec{G} \cdot \vec{B} = 0 \Leftrightarrow \vec{g}_\parallel \cdot \vec{b}_\parallel + \vec{g}_\perp \cdot \vec{b}_\perp = 0 \quad (3.32)$$

erweitert werden. Für die Erfüllung von Gl. (3.32) gibt es zwei Möglichkeiten. Die erste ist eine sogenannte *starke Auslöschung* (strong extinction condition: SEC), wo $\vec{g}_{\parallel} \cdot \vec{b}_{\parallel} = 0$ ist. In diesem Fall ist $\vec{g}_{\perp} \cdot \vec{b}_{\perp} = 0$ automatisch auch erfüllt. Die zweite Möglichkeit ist eine *schwache Auslöschung* (weak extinction condition: WEC) bei der $\vec{g}_{\parallel} \cdot \vec{b}_{\parallel} = -\vec{g}_{\perp} \cdot \vec{b}_{\perp}$ ist. Für den ersten Fall tritt für jeden Reflex einer systematischen Reihe Auslöschung auf. Im zweiten Fall ist nur für einen Reflex (und 6-dimensional linear abhängige) einer systematischen Reihe der Versetzungskontrast ausgelöscht. Dieses Phänomen ist quasikristallspezifisch und verdeutlicht, dass nicht nur kontinuierliche phononische Verschiebungen sondern auch diskrete phasonische Fehlordnung zur Änderung der Interferenz der an den Atomen gestreuten Wellen führt.

Die Bestimmung der Richtung des Parallelanteils des Burgersvektors erfolgt in Analogie zu Kristallen durch Bildung des Kreuzproduktes linear unabhängiger Anregungsvektoren $\vec{g}$ zweier starker Auslöschungen. Findet man zusätzlich noch eine schwache Auslöschung kann die Richtung des 6-dimensionalen Burgersvektors bestimmt werden. Der Betrag kann mit Auslöschungen aufgrund ihres Charakters einer Orthogonalitätsabfrage nicht bestimmt werden. Im HEM ist die Einstellung eines Zweistrahlfalls als Voraussetzung für eine WEC nicht möglich, weshalb die Richtung des vollständigen 6-dimensionalen Burgersvektors nicht bestimmt werden konnte.

Neben der Burgersvektorrichtung ist auch die Linienrichtung einer Versetzung von Interesse. Zusammen lassen sich Aussagen über den Charakter der Versetzung (Stufe, Schraube) und der Gleitebene treffen. Die Linienrichtung ist in einer einfachen Abbildung jedoch nur in der Projektion zu sehen, was keine Aussagen über den Anstieg innerhalb der Probe erlaubt. Mittels einer Stereoabbildung kann jedoch die räumliche Lage der Versetzungen sichtbar gemacht werden. Ein Beispiel ist in Abb. 3.5 dargestellt. Dazu wurden von der zu untersuchenden Probenstelle zwei Bilder mit dem gleichen Anregungsvektor gemacht, wobei die Probe um die Richtung des Anregungsvektors jeweils um ca. 5° nach links und rechts gekippt wurde. Betrachtet man die beiden Bilder unter einem Stereobetrachter, wo jedes Auge nur jeweils eines der beiden Bilder sieht, ergibt sich ein räumlicher Eindruck der in Kontrast befindlichen Mikrostruktur. Bei Kenntnis des Kippwinkels zwischen den beiden Bildern kann die Tiefe von Strukturen bestimmt werden.

Abgesehen von qualitativen Aussagen ist für viele Betrachtungen eine quantitative Beschreibung der Verformungsmikrostruktur nötig. So dient die Versetzungsdichte z.B. für

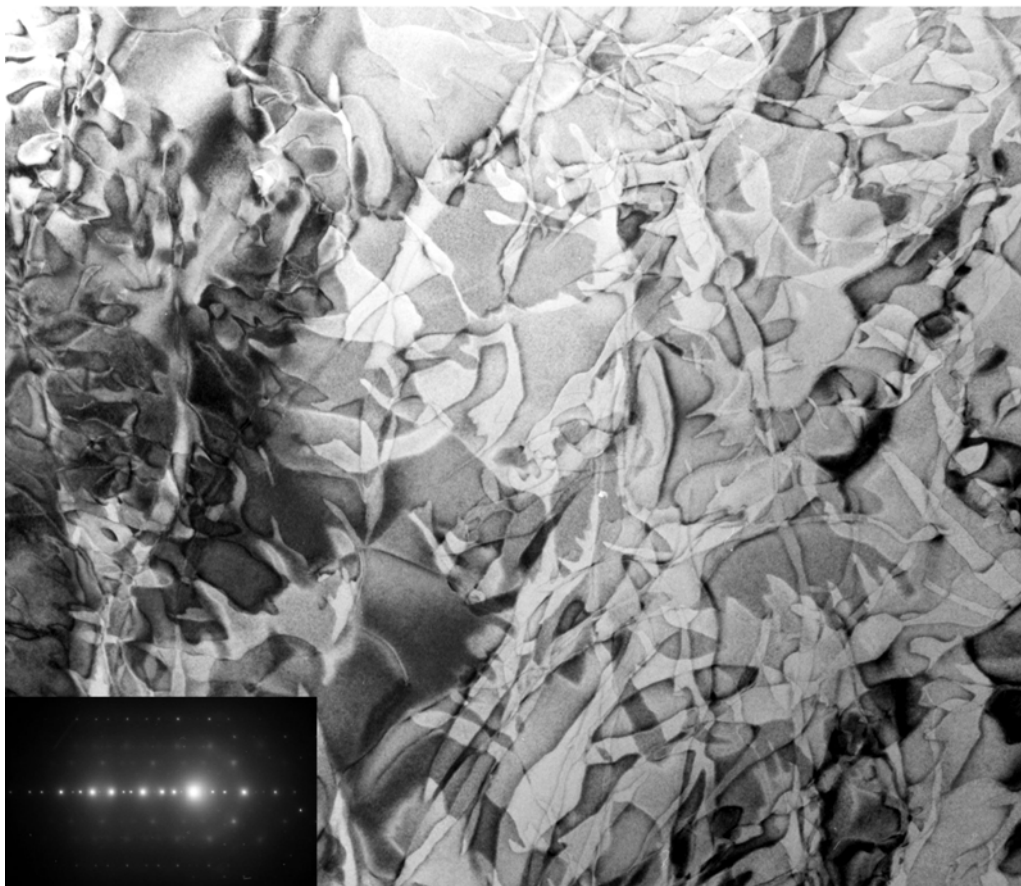


Abb. 3.5: Stereobildpaar einer in 2-zähliger Richtung bei 482°C bis 0,35% plastischer Dehnung verformten Probe. Zur Betrachtung die beiden Bilder einzeln aus einer hochwertigen Kopie (Laserkopierer) ausschneiden und unter einem Stereobetrachter anschauen.

die Berechnung von inneren Spannungen oder die modellhafte Beschreibung makroskopischer Dehnraten (siehe Kapitel 3.1). Die Versetzungsdichte ist definiert als gesamte Linienlänge L pro Volumen V

$$\rho = \frac{L}{V}. \quad (3.33)$$

Da im Bild nur die projizierte anstatt der tatsächlichen Linienlänge zu sehen ist, muss die räumliche Anordnung der Versetzungen bekannt sein, oder es müssen entsprechende Annahmen gemacht werden. Im folgenden soll die in dieser Arbeit verwendete *Schnittpunktmethode* [39] zur Versetzungsdichtebestimmung vorgestellt werden (Abb. 3.6). Wie in der verwandten *Durchstoßpunktmethode* geht man von einer isotropen Verteilung der Linienrichtungen aus. Legt man in das Bild eine beliebig orientierte Strecke der Länge L_s und ermittelt die Zahl der Schnittpunkte mit Versetzungslinien N_s , erhält man bei Kenntnis der Probendicke t eine Schnittpunktdichte

$$\rho_s = f \cdot \frac{N_s}{L_s \cdot t}. \quad (3.34)$$

Der Faktor f zur Korrektur der ausgelöschten Versetzungen wurde von Rosenfeld [40] zu $f = 1,84 \pm 0,12$ bestimmt. Zwischen der Schnittpunktdichte ρ_s und der in Gl. (3.33) definierten Versetzungsdichte ρ besteht der Zusammenhang

$$\rho = 2 \cdot \rho_s = f \cdot \frac{2 \cdot N_s}{L_s \cdot t}. \quad (3.35)$$

Für Versetzungsstrukturen, für die eine isotrope Linienrichtungsverteilung nur eine schlechte Näherung darstellt, wurden die mit der Schnittpunktmethode ermittelten Werte der Versetzungsdichte für verschiedene Richtungen und Lagen der Schnittlinie arithmetisch gemittelt. Neben der Möglichkeit, die Versetzungsdichte stichprobenartig in sehr kleinen Bereichen zu bestimmen, kann durch Röntgenbeugung eine integrale Messung der Versetzungsdichte über relativ große Probenvolumina durchgeführt werden. Dabei wird die von den Versetzungen erzeugte elastische Verzerrung des Gitters über die Vergrößerung der

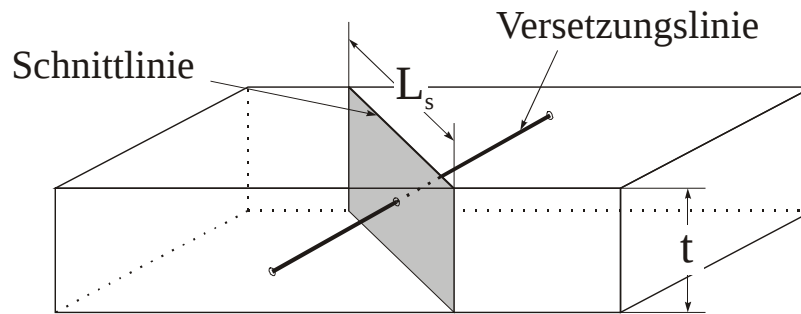


Abb. 3.6: Schematische Darstellung der Schnittpunktmethode. Die zur Bestimmung der Schnitpunktdichte benutzte Schnittpunktmethode entspricht der Projektion der grauen Schnittebene.

Halbwertsbreite der Röntgenreflexe gemessen. Das elastische Verzerrungsfeld der Versetzungen führt in ihrer Nähe zu einer leichten Verkipfung der Netzebenen und damit, im Vergleich zum unverzerrten Gitter, zu lokal abweichenden Beugungswinkeln. Bei der Analyse der Peakprofile nach Williamson und Hall [41] werden die Halbwertsbreiten der Röntgenreflexe über einen die Ordnung der Reflexe enthaltenden Wert in einem sogenannten Williamson-Hall-Plot dargestellt, wobei die Halbwertsbreiten mit höheren Ordnungen zunehmen. Aus der Parameteranpassung einer speziellen Funktion an diese Messpunkte kann sowohl die Partikelgröße als auch die Versetzungsdichte bestimmt werden. Entsprechende Messungen existieren bisher nicht. Erste Ergebnisse aus einer Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Prof. Höche von der Martin-Luther-Universität Halle/Wittenberg werden in Abschnitt 6.2 vorgestellt.

4. Stand der Forschung

Erste Überlegungen schlossen aufgrund der fehlenden Translationssymmetrie die plastische Verformung von Quasikristallen über die Bewegung von Versetzungen aus [42, 43, 44, 45]. Elektronenmikroskopische Untersuchungen [46] an dekadonalen Quasikristallen und eine hydrodynamische Theorie der Versetzungsbewegung [47] gaben jedoch erste Hinweise auf einen Versetzungsmechanismus. Die ersten Untersuchungen an ikosaedrischen Quasikristallen [18, 48] einer $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Co}_{15}$ -Phase zeigten Versetzungen, deren Auslöschungsverhalten auf Burgersvektoren parallel zu 2-zähligen Richtungen hinwies. Die dramatische Erhöhung der Versetzungsdichte in ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Einquasikristallen nach makroskopischer Verformung bei 750°C war der erste Beweis für einen Versetzungsmechanismus der plastischen Verformung [2].

Die für Kristalle entwickelte und für Quasikristalle schon experimentell genutzte Methode der Kontrastauslöschung zur Bestimmung der Burgersvektorrichtung wurde von Wollgarten [38] für Quasikristalle erweitert, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben wurde. Bei In-situ-Verformung von ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Einquasikristallen mit einer Hochtemperatur-Dehneinrichtung im HEM konnte durch Kooperation der Jülicher Quasikristallgruppe mit der Arbeitsgruppe in Halle [3] Versetzungsbewegung erstmals direkt beobachtet werden.

Die ersten Untersuchungen der intrinsischen makroskopischen Verformungseigenschaften wurden von Feuerbacher u.a. [6] durchgeführt. Mit Hilfe der in dieser Arbeit nicht angewendeten Methode der Beugung im konvergenten Strahl wurden 6-dimensionale Burgersvektoren einer Reihe von Versetzungen ermittelt [40]. Dabei wurde unverformtes sowie bei höheren Temperaturen ($> 680^\circ\text{C}$) verformtes Probenmaterial untersucht. Am häufigsten wurde ein 2-zähliger Burgersvektor mit $|\vec{b}_{\parallel}| = 0,183 \text{ nm}$ ermittelt, dessen senkrechter Anteil um den Faktor τ^5 größer ist als der Parallelanteil. Im Ensemble der untersuchten Versetzungen zeigte sich ein erhöhter Stufenanteil. Für die Versetzungsbewegung wurde Versetzungsgleiten angenommen, ohne jedoch die Bewegungsebene zu kennen.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen [49, 50] zeigten im Bereich der oberen Streckgrenze (siehe Kap. 6.1) der Verformungskurve eine starke Zunahme der Versetzungsdichte und erst an der unteren Streckgrenze ein Maximum, mit einer im anschließenden stationären Bereich leicht abnehmenden Dichte.

Die Verformungskurven von Temperaturen über 630°C zeigen nach einem elastischen Anfahrtsbereich eine starke Verfestigung bis zur oberen Streckgrenze, was mit dem starken Anwachsen der Versetzungsdichte verbunden ist. Die Versetzungsbildung soll dabei über einen Multiplikations-Mechanismus ähnlich wie in vielen Kristallen ablaufen. Nach der oberen Streckgrenze fällt die Spannung auf den Wert der unteren Streckgrenze ab und bleibt dann näherungsweise über einige Prozent plastischer Verformung konstant. Die experimentell ermittelten großen Werte für die Aktivierungsenthalpie von bis zu 7 eV und die des Aktivierungsvolumens von $V \approx 1 \text{ nm}^3$ wurden im Rahmen des sogenannten Cluster-Reibungs-Modells diskutiert [49]. Danach bilden die stark gebundenen Pseudo-Mackey-Cluster lokale Hindernisse, die, wie in Abb. 4.1a oben schematisch dargestellt, von den Versetzungen einzeln thermisch aktiviert überwunden werden müssen. Raster-Tunnel Mikroskopie-Aufnahmen von Spaltflächen sollen die Annahme stark gebundener Cluster untermauern [51]. Nach Gl. (3.17) ergibt sich aus dem Durchmesser der Cluster (ca. 0,9 nm), dem mittleren Abstand (ca. 1 nm) und dem Betrag des Burgersvektors ($|\vec{b}_{||}| = 0,183 \text{ nm}$) ein maximales Aktivierungsvolumen von $0,16 \text{ nm}^3$ für dieses Model, was markant kleiner als der oben angegebene Wert von 1 nm^3 ist. Zur Beseitigung dieser Diskrepanz und zur besseren Erklärung der experimentell gefundenen hohen Aktivierungsenergien wurde dieses Modell modifiziert [52].

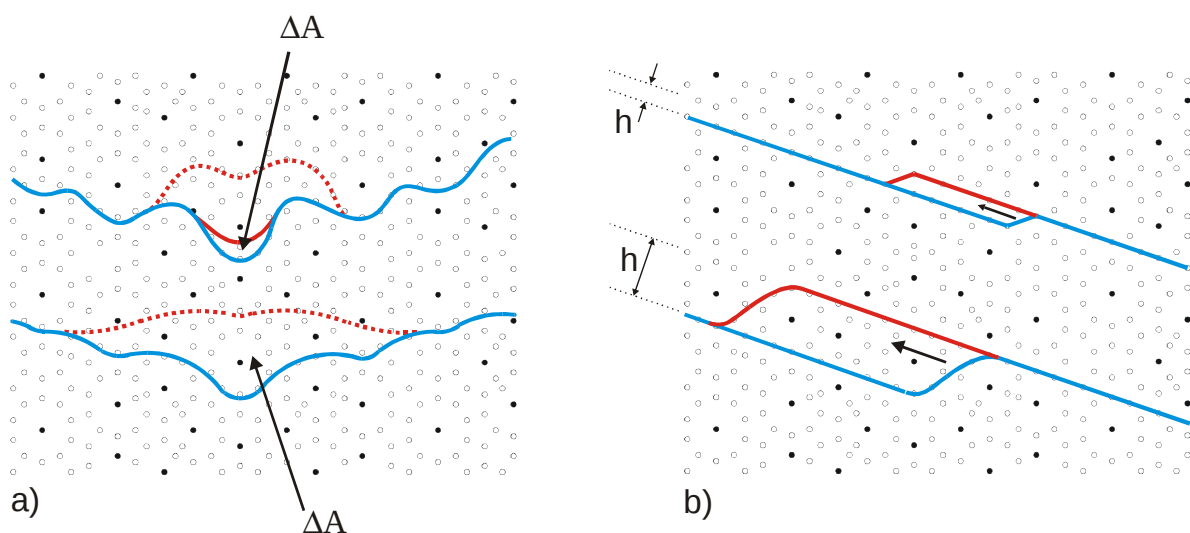


Abb. 4.1: Schema des Cluster-Reibungs-Modells in der Originalversion [49] oben in Bild a) und der verfeinerten Version [52] unten. $\Delta A = V/b$ ist die Aktivierungsfläche. Der Peierls-Mechanismus ist auf atomarer Skala in Bild b) oben dargestellt und auf Cluster-Niveau unten. Die 5-zählige Ebene entstammt dem Strukturmodell von Boudard u.a. [14].

Die Cluster stellen demnach schwache Hindernisse dar, die nach der Theorie der *Mischkristallhärtung* von Labusch und Schwarz [53] nicht individuell, sondern wie im unteren Teil von Abb. 4.1a skizziert, in einem kollektiven Vorgang überwunden werden. Die bei Brunner u.a. [54] beobachtete Verformungsentfestigung wird im Cluster-Reibungs-Modell durch die Abnahme der Hindernisdichte infolge der Zerstörung der Cluster mit fortschreitender plastischer Verformung erklärt.

Ein alternatives Modell zur Beschreibung der experimentell ermittelten Aktivierungsparameter basiert auf einem Gitterreibungsmodell in Anlehnung an das Peierlsmodell für Kristalle. Es wurde ursprünglich mit Kinkhöhen von atomarer Dimension eingeführt [55]. Zur Erklärung der großen Werte der Aktivierungsparameter wird die Doppelkinkenbildung besser nicht auf atomarem Niveau (Abb. 4.1b oben) sondern auf Clusterniveau (Abb. 4.1b unten) angenommen [56].

Die starke Abnahme der stationären Fließspannung mit zunehmender Temperatur konnten diese beiden Modelle jedoch nicht erklären. Zur Interpretation der Temperaturabhängigkeit der Fließspannung [4] sowie der für verschiedene Grade plastischer Verformung ermittelten Versetzungsdichten [50] wurden drei Prozesse diskutiert [5]. Prinzipiell muss bei der Beschreibung der Fließspannung bei der Verformung von Quasikristallen der Spannungsanteil für die Bildung der Phasonenfehlerfläche τ_{phason} in der Form

$$\tau = \tau^* + \tau_i + \tau_{\text{phason}} \quad (4.1)$$

berücksichtigt werden. Der Einfluss von τ_{phason} wird weiter unter diskutiert.

Der erste fließspannungskontrollierende Prozess ist die innere Spannung τ_i (Gl. 3.20) infolge der langreichweitigen Versetzungswechselwirkung. Auf der Basis der beobachteten Versetzungsdichten wurde ihr Anteil bei mittleren bis hohen Temperaturen auf 30% der Fließspannung geschätzt. Der zweite Prozess ist der die Gleitgeschwindigkeit der Versetzung bestimmende Reibungsmechanismus. Dieser folgt einer Arrhenius-Beziehung nach Gl. (3.13) und wird durch das Cluster-Reibungs- bzw. Peierlsmodell auf Cluster-Niveau beschrieben. Er dient vor allem der Interpretation der Aktivierungsparameter. Als dritter Prozess spielt Erholung durch gegenseitige Annihilation von Versetzungen während der plastischen Verformung eine bedeutende Rolle. Statische Temperexperimente bei Verformungstemperatur zeigten schon in den ersten 10 min einen rapiden Abfall der Versetzungsdichte

[50]. Unterschiede zwischen originalen und wiederholten Relaxationen gaben ebenfalls Hinweise auf Erholung [4]. Die reversible Abhängigkeit der Dehnratenempfindlichkeit von der Spannung kann im Sinne einer erholungskontrollierten Verformung im stationären Bereich interpretiert werden, was auf einen wesentlichen athermischen Anteil τ_i an der Fließspannung hindeutet. Unabhängig von den anderen Hinweisen ist Erholung im Bereich stationärer Verformung zur Kompensation der im Anfahrtsbereich beobachteten Verfestigung als Folge von Versetzungsvervielfachung notwendig.

Die Wichtung dieser drei Prozesse hängt von der Temperatur ab [5]. Unterhalb von 630°C soll Erholung wegen der nötigen Diffusion keine bedeutende Rolle spielen. In diesem Temperaturbereich wird die Fließspannung durch die Versetzungsbeweglichkeit und Verfestigung bestimmt, was durch die gute Übereinstimmung der nach dem Peierlsmodell im Clustermaßstab berechneten mit der experimentell bestimmten totalen Aktivierungsenergie von 2 eV belegt wird. Für Temperaturen über 670°C sind die ermittelten Werte zu groß, um durch den oben beschriebenen Reibungsmechanismus erklärt zu werden. Die Fließspannung wird in diesem Bereich durch die athermische Spannung infolge der Versetzungswechselwirkung bestimmt und stellt sich im Gleichgewicht von Verfestigung und Erholung ein. Die experimentell bestimmte Aktivierungsenergie von ca. 3,5 eV stimmt relativ gut mit den für Erholung berechneten Werten von 4 eV überein. Es besteht jedoch eine Diskrepanz zu den Selbstdiffusionsenergien für Pd von 2,32 eV [17] und Mn von 1,99 eV [15], wobei der langsamste Diffusor die Kletterprozessen kontrollieren sollte, die für die Erholung verantwortlich gemacht wurden.

Die entwickelten Modelle dienten der Interpretation experimenteller Daten der plastischen Verformung und elektronenmikroskopisch ermittelter Versetzungsdichten verformter Proben für einen Temperaturbereich bis ca. 600°C. Dabei war bis ca. 630°C [4] Verformung im stationären Bereich der Fließspannung mit ca. 800 MPa bei $\dot{\epsilon}_t = 10^{-5} \text{s}^{-1}$ möglich. Unterhalb von 630°C konnte die Streckgrenze bei Fließspannungen bis 1000 MPa nicht mehr überwunden werden.

Die mit Hilfe von TEM beobachteten Mikrostrukturen verformter Proben beschränkten sich auf Temperaturen oberhalb von 700°C. Bis auf die Bestimmung der Versetzungsdichten und der Burgersvektor-Analyse einzelner Versetzungen wurden sie keiner genaueren Interpretation unterzogen. Aus den ermittelten Burgersvektoren und Linienrichtungen einiger Versetzungen wurden ihre zugehörigen Gleitebenen bestimmt. Da jedoch keine

Versetzungsbewegung oder die Spur einer solchen beobachtet werden konnte, war die Annahme, die Versetzungen hätten sich durch Gleiten bewegt, unbewiesen.

Bei In-Situ-Dehnversuchen wurden sich viskos bewegende Versetzungen mit Geschwindigkeiten im $\mu\text{m/s}$ -Bereich beobachtet. Die Spuren der Versetzungsbewegung lagen auf Ebenen mit pseudo-2-, 2-, 3- und 5-zähliger Symmetrie [57]. Für den Bewegungsmodus wurde Gleiten angenommen, ohne jedoch die Richtung des Burgersvektors bestimmt zu haben. Einige sehr schmale Gleitspuren, die nahezu senkrecht zur Zugrichtung verliefen, gaben jedoch schon bei diesen Experimenten Anlass, Versetzungsklettern in Betracht zu ziehen. Somit gab es bis zum Beginn dieser Arbeit keinen klaren Beweis für Gleiten oder Klettern der beobachteten Versetzungen, da entweder die Bewegungsebene oder der Burgersvektor aber niemals beide gleichzeitig bestimmt worden sind. Caillard [30, 29] berichtet in aktuellen Arbeiten über die eindeutige Charakterisierung von Kletterversetzungen in "as-grown" ikosaedrischen Al-Pd-Mn- Einquasikristallen auf 5-zähligen Ebenen mit 2-zähligen Linienrichtungen. Bei In-situ Heizexperimenten bis 1000 K konnte auf dem gleichen System Versetzungsbewegung zum Abbau der inneren Spannungen beobachtet werden. Schall [58] konnte für verformte dekadonale Al-Ni-Co-Einquasikristalle zeigen, dass Versetzungsklettern einen wesentlichen Betrag zur plastischen Verformung liefert.

Die Aufgabenstellung dieser Arbeit bestand in der Erweiterung des Temperaturbereichs der plastischen Verformung hin zu tiefen Temperaturen, um die Erholungsvorgänge zu reduzieren. Neben den mit makroskopischen Druckversuchen ermittelten Verformungsparametern sollten vor allem die Versetzungsstrukturen der tieftemperaturverformten Proben charakterisiert werden. Dabei sollte auch der Bewegungsmodus der Versetzungen, also Gleiten oder Klettern, bestimmt werden.

5. Experimentelle Methoden

5.1 Makroskopische Verformungsexperimente

Die makroskopischen Verformungsuntersuchungen wurden als Druckexperimente in einer Einspindel-Prüfmaschine mit elektromechanischem Antrieb vom Typ *Instron 8562* durchgeführt. Die Ein-Quasikristall-Proben P mit ihren typischen Abmessungen von $2 \times 2 \times 6 \text{ mm}^3$ wurden, wie in der Abb. 5.1 schematisch gezeigt, mit ihrer Längsachse parallel zur Druckachse eingebaut. Die Kraftübertragung erfolgt über zwei Stempelrohre aus Aluminiumoxid, die probenseitig von Stempelplatten aus Siliziumkarbid begrenzt werden. Zwischen der Probe und den Stempelplatten befindet sich zusätzlich noch je ein Siliziumnitrid-Scheibchen. Siliziumnitrid zeigt im Vergleich zu Siliziumkarbid eine geringere Reaktivität mit dem Probenmaterial, und es kommt besonders bei hohen Verformungstemperaturen zu einem geringeren Anhaften der Probe an der Unterlage. Das Anhaften von Proben an Siliziumkarbid hat bei früheren Versuchen teilweise zum Ausbrechen der Stirnflächen beim Ablösen der Proben geführt. Außerdem schützten die Scheibchen die Stempelplatten vor Beschädigung.

Zwischen dem feststehenden oberen Stempelrohr und dem Querhaupt befindet sich zur Kraftmessung die Kraftmessdose L, die für eine Maximalkraft von 10 kN ausgelegt ist. Der bewegliche untere Stempel befindet sich auf der Antriebsspindel A.

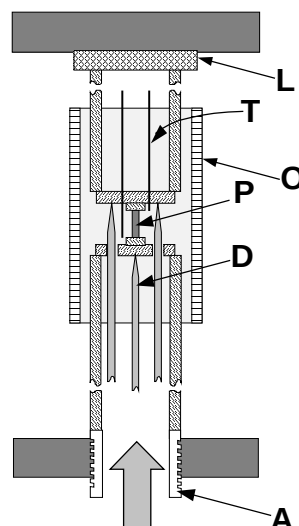


Abb. 5.1: Schematische Darstellung der Prüfmaschine.

Die Messung der Probenlängenänderung erfolgt durch einen induktiven Wegaufnehmer mit Messstäben D aus Aluminiumoxid. Der Wegaufnehmer mit einem Linearitätsbereich von 1000 μm befindet sich in der unteren, wassergekühlten Stempelhalterung. Dabei drückt der mittlere Messstab gegen die Unterseite der unteren Stempelplatte und die beiden äußeren drücken gegen die obere Stempelplatte. Die Position der beiden äußeren Messstäbe wird über ein Wippsystem gemittelt. Dadurch wird während eines Verformungsexperiments nur die Längenänderung der Probe, der beiden Siliziumnitridscheibchen und von Teilen der Stempelplatten gemessen. Außerdem entsteht wegen der nicht vollständig planen Probenend- und Auflageflächen ein nichtlinearer elastischer Verformungsanteil. Dabei sind die elastischen Dehnungen der Fassungsteile klein gegen die elastische und plastische Dehnung der Probe. Durch den geschlossenen Regelkreis der Maschine, bei der die Spindelstellung in Abhängigkeit von der vorgegebenen Längenänderung digital geregelt wird, ergibt sich eine hohe effektive Steifigkeit der Maschine.

Die Temperatur der Probe kann mit einem an Luftatmosphäre arbeitenden Ofen O der Firma *Severn Furnance Limited* eingestellt werden. Die *Kanthal-Super-33*-Heizelemente werden mit einem *Eurotherm 818P*-Regler geregelt. Die Temperaturmessung erfolgt direkt neben der Probe mit zwei Platin-Rhodium-Thermoelementen T. Diese führen durch das obere Stempelrohr und zwei Löcher in der oberen Stempelplatte auf der einen Seite an das obere Ende und auf der anderen Seite an das untere Ende der Probe. Somit können auch etwaige Temperaturgradienten entlang der Probe festgestellt werden. Zur Verringerung von Temperaturgradienten wurde der Probenbereich zusätzlich durch zwei Aluminiumoxid-Halbröhren, die einem Durchmesser von etwa 2 cm haben, abgeschirmt. Die Maximaltemperatur des Ofens beträgt 1500°C. Die äußere Hülle sowie die Stempelhalterungen werden mit einem *Colora FK 3500* Flüssigkeits-Umwalzkühler wassergekühlt. Die Heiz- bzw. Abkühlraten sollten zum Schutz der Stempel vor Beschädigung durch temperaturinduzierte mechanische Spannungen 12 K/min nicht überschreiten.

Bei einigen Versuchen wurde eine selbstgebaute Zelle mit Argonspülung um den Probenbereich installiert. Da weder ein Einfluss auf das Verformungsverhalten noch auf die Mikrostruktur festgestellt werden konnte, wird im weiteren keine Unterscheidung zwischen Verformung unter Luft- oder Argonatmosphäre getroffen.

Die Prüfmaschine *Instron 8562* gibt die Daten der Längen- und Kraftmessung analog und digital aus. Die Analogdaten wurden auf einem XYt-Recorder *Philips PM 8272* zur

Überwachung mitgeschrieben. Die Digitaldaten wie Länge, Kraft, Zeit und Status der Maschine wurden mit Hilfe eines Personalcomputers mit einem Turbo-Pascal-Programm [59] aufgenommen. Die maximale Samplingrate beträgt 20 Hz. Um die Datenmenge einzuschränken, wurde ein frei einstellbares Kriterium für das Auslesen der Daten festgelegt. Im dehnungskontrollierten Zustand der Maschine wird nur nach Überschreiten eines festgelegten Kraftintervalls (meist 2N) und bei Lastkontrolle nach einer gewissen Längenänderung (meist 2 μm) ein Datensatz aufgezeichnet.

Das Probenmaterial bestand aus ikosaedrischen Ein-Quasikristallen der Zusammensetzung $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ die im Forschungszentrum Jülich nach dem Czochalski-Verfahren hergestellt wurden. Aus den mit Laue-Aufnahmen orientierten Ein-Quasikristallen wurden mit einer Funkenerosions- bzw. Fadensäge rechteckige Quader mit einer Länge von 4,5 - 8 mm und einer Grundfläche von 1,5 - 4,5 mm^2 gesägt. Die Längsachse entsprach dabei meistens einer 2-zähligen Symmetrierichtung und in wenigen Fällen einer 5-zähligen Richtung. Die Seitenflächennormalen zeigten entweder ebenfalls entlang 2-zähliger Symmetrierichtungen oder entlang einer pseudo-2-zähligen und einer 5-zähligen Symmetrierichtung des Ein-Quasikristalls. Die Seitenflächen wurden auf einer *Logitech Precision Lapping Machine CL30* mit Siliziumkarbid-Nassschleifpapier der Körnung 1200, 2400 und zum Schluss mit 4000 der Firma *Struers* geschliffen. Nachfolgend wurde zur weiteren Verringerung von Kratzern, die als Risskeime dienen können, mit Aluminiumoxid Schleifsuspension auf Wasserbasis der Firma *Buehler* mit einer Körnung von 1 μm poliert. Die Kanten zwischen den Seitenflächen wurden ebenfalls zur Reduzierung der Rissbildungswahrscheinlichkeit mit einer sehr feinen Fase versehen. Abschließend wurden die Stirnflächen auf der *Logitech Precision Lapping Machine CL30* mit einem 1200er Siliziumkarbid-Nassschleifpapier mit möglichst hoher Präzision planparallel geschliffen. Auf weiteres Polieren der Stirnflächen wurde verzichtet, da dies erfahrungsgemäß zur Erhöhung der Balligkeit und damit bei kleinen Spannungen zur Abweichung von der elastischen Geraden im Anfahrbereich der Verformungskurve führt.

Die Auswertung der Verformungsdaten erfolgt mit dem Programm *Origin 6.0* von *Microcal* und einer in der Origin-eigenen Scriptsprache geschriebenen Routine (siehe Anhang). Aus der Kraft F und dem Probenquerschnitt A_0 berechnet sich die auf die Probe wirkende äußere Spannung σ nach Gl. (3.1). Die Änderung des Probenquerschnitts durch die Stauchung während der Verformung wurde aufgrund der geringen Gesamtdehnungen von wenigen

Prozent vernachlässigt. Die totale Dehnung ϵ_t wird als technische Dehnung aus der Längenänderung Δl der Probe im Verhältnis zur Ausgangslänge l_0 nach Gl. (3.2) berechnet.

In der Spannungs-Dehnungs-Kurve, auch Verformungskurve genannt, wird die äußere Spannung σ über der totalen Dehnung ϵ_t aufgetragen. Sie zeigt die wichtigsten elastischen und plastischen Eigenschaften der Probe. Der Beginn der Verformung eines Festkörpers ist durch einen elastischen Bereich gekennzeichnet, der bei idealer Probengeometrie durch das Hooke'sche Gesetz beschrieben wird. Wegen des oben beschriebenen Einschlusses von Teilen der Probenfassung in die Dehnungsmessung entspricht der nach Gl. (5.1) ermittelte Elastizitätsmodul E dem System aus Probe und Maschine.

$$d\sigma = E \cdot d\epsilon_{\text{elast}} \quad (5.1)$$

Zusätzlich zum elastischen Anteil tritt der plastische Anteil der Probenverformung $d\epsilon$ auf. Die Änderung der Gesamtdehnung der Probe wird dann beschrieben mit:

$$d\epsilon_t = d\epsilon_{\text{elast}} + d\epsilon = \frac{d\sigma}{E} + d\epsilon \quad (5.2)$$

Der Elastizitätsmodul E kann näherungsweise aus dem Anstieg der Verformungskurve im Anfahrbereich bzw. bei schnellen Entlastungen ermittelt werden. Dabei muss der plastische Anteil an der Änderung der Gesamtdehnung vernachlässigbar sein.

Eine Zunahme der Spannung σ während der plastischen Verformung wird als Verfestigung bezeichnet. Der Verfestigungskoeffizient θ kann mit Gl. (5.2) in Abhängigkeit vom Elastizitätsmodul E und dem Anstieg der Verformungskurve wie folgt dargestellt werden.

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\epsilon} = \frac{1}{\left(\frac{d\epsilon_t}{d\sigma} - \frac{1}{E} \right)} \quad (5.3)$$

Durch Umformung der Gl. (5.3) erhält man die plastische Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ als Funktion der von außen aufgeprägten totalen Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_t$, des Elastizitätsmoduls E und des Anstiegs der Verformungskurve $\sigma(\epsilon_t)$ bzw. der Verfestigung θ .

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_t \left(1 - \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{d\epsilon_t} \right) = \frac{\dot{\epsilon}_t}{\left(1 + \frac{\theta}{E} \right)} \quad (5.4)$$

Nach Gl. (5.4) wird für den Fall einer stationären Verformung, die durch einen Anstieg der Verformungskurve von $\frac{d\sigma}{d\epsilon_t} = 0$ gekennzeichnet ist, die plastische Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ gleich der totalen Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_t$. Bei tiefen Verformungstemperaturen, wo der Verfestigungskoeffizient θ das mehrfache von E beträgt, folgt $\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_t$.

In der vorliegenden Arbeit wurde die experimentelle Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung r_{ex} meist aus Spannungsrelaxationsversuchen bestimmt. Bei diesen Versuchen wird die Prüfmaschine angehalten, so dass $\dot{\epsilon}_t = 0$ ist. Durch die weitere plastische Verformung verkürzt sich die dem lastfreien Zustand entsprechende Probe mit der Zeit weiter, wodurch die elastische Verformung und somit die gegen die Maschine wirkende Spannung σ der Probe abnimmt. Charakterisiert sind die Spannungs-Relaxationen durch den zeitlichen Verlauf der äußeren Spannung $\sigma(t)$. Die zeitliche Änderung der äußeren Spannung ergibt sich dann nach Gl. (5.2) zu:

$$\dot{\sigma} = -E \cdot \dot{\epsilon} \quad (5.5)$$

Wenn E konstant ist, folgt

$$d \ln \dot{\epsilon} = d \ln(-\dot{\sigma}) \quad (5.6)$$

und der Ausdruck für r_{ex} von Gl. (3.23) kann ersetzt werden durch

$$r_{ex} = \frac{d\sigma}{d \ln(-\dot{\sigma})} \quad (5.7).$$

Deshalb ist es zweckmäßig, die Relaxationskurven als $\ln(-\dot{\sigma})$ gegen σ darzustellen. Die Dehnratenempfindlichkeit entspricht dann dem inversen Anstieg der Relaxationskurve. Zur Bestimmung der Aktivierungsparameter, die der Verformung vor dem Beginn der Relaxationstests entsprechen, kann nur ein kurzes Zeitintervall von einigen Sekunden am

Beginn der Relaxation genutzt werden, da sich in dem typischen Zeitraum für eine Relaxation von größenordnungsmäßig 30 min die Mikrostruktur erheblich ändern kann. Allgemein ist das Aktivierungsvolumen spannungsabhängig. Der Spannungsabfall im Zeitintervall für die Bestimmung des Aktivierungsvolumens ist jedoch gering und die Änderung des Aktivierungsvolumens vernachlässigbar. Zusätzlich müssen für die spätere Verwendung der Dehnratenempfindlichkeit zur Berechnung des Aktivierungsvolumens, wie in Kapitel (3.1) näher beschrieben, einige Voraussetzungen erfüllt sein.

Bei Relaxationen aus dem stationären Bereich der Fließspannung genügt die Annahme einer konstanten Mikrostruktur, um das aus dem Startbereich der Relaxationskurve ermittelte r_{ex} zur Berechnung des Aktivierungsvolumens benutzen zu können. Diese Annahme ist für einen stationären Verformungsbereich gut erfüllt. Während der Relaxation liegen zwar nichtstationäre Bedingungen vor, jedoch kann sich die Mikrostruktur in dem kurzen Zeitintervall für die Bestimmung von r_{ex} nur wenig ändern. Denn einerseits laufen Erholungsvorgänge durch Versetzungsannihilation nur langsam in der Zeit ab, und andererseits ist für die Versetzungsbildung, z.B. durch Versetzungsmultiplikation, ein Zuwachs an plastischer Dehnung notwendig, der bei den relativ geringen plastischen Dehnraten in dem kurzen Zeitintervall zur Bestimmung von r_{ex} ebenfalls vernachlässigt werden kann.

Im Anfahrbereich ist die Voraussetzung einer konstanten Mikrostruktur nicht erfüllt. Ein erheblicher Teil der durch die weitere plastische Verformung reduzierten Spannung wird durch Verfestigung kompensiert, d.h. die effektive Spannung σ^* ist erheblich stärker gesunken als die gemessene äußere Spannung σ . Die mit Hilfe von Relaxationen in diesem Bereich ermittelten Dehnratenempfindlichkeiten r_{ex} müssen deshalb auf Verfestigung korrigiert werden.

$$r_{kor} = r_{ex} \left(1 + \frac{\theta}{E} \right) \quad (5.8)$$

5.2 Mikrostrukturuntersuchungen im TEM

Die makroskopischen Verformungsproben wurden zur mikrostrukturellen Charakterisierung mit einer Fadensäge in Scheiben von ca. 350 μm Dicke zersägt. Die Flächennormalen der Scheiben wurden meist in Richtung der Druckachse gelegt und die daraus präparierten TEM-Proben als Querschnittsproben bezeichnet. Daneben wurden auch vereinzelt Scheiben mit einer dazu senkrechten Flächennormale präpariert, die als Seitenflächenproben bezeichnet wurden.

Anschließend wurden beide Flächen planparallel bis zu einer Dicke von ca. 120 μm geschliffen und eine Seite poliert. Auf der anderen Seite wurde mit einem Schleifrad und 1 μm Al_2O_3 -Schleifpaste bei gleichzeitiger Rotation der Probe eine Mulde in Form eines Kugelschnittes geschliffen. Nach diesem sogenannten Dimpeln betrug die Probendicke am Boden der Mulde noch ca. 50 μm .

Die für die Durchstrahlung mit einem Elektronenstrahl nötigen dünnen Bereiche der Probe wurden anschließend durch elektrolytisches Dünnen in einer Tenupol-3-Apparatur erzeugt. Die Probe wurde dazu in einem speziellen Probenhalter mit Platinblenden in den Strahl eines Elektrolytbades bei einer Temperatur von ca. -37°C gehalten. Die Stärke des Elektrolytstrahls wurde mit der Flussrate auf ca. 9 eingestellt. Der Elektrolyt wurde aus Methanol und Salpetersäure im Verhältnis 2:1 gemischt. Zwischen dem Elektrolytbad und der durch die Platinblenden elektrisch kontaktierten Probe wurde eine Spannung von 20 V angelegt. Je nach Übergangswiderstand zwischen Platinblenden und Probe floss ein Strom von 0,5 - 1 A.

In Abhängigkeit aller Parameter, aber besonders empfindlich bezüglich der Spannung und der Flussrate, zeigten die gedünnten Flächen entweder eine glänzend polierte oder aber eine matte, mit kleinen Ätzgrübchen übersäte Oberfläche. Für TEM-Untersuchungen sind möglichst glatte Oberflächen nötig. Weitere Probleme können durch Poren hervorgerufen werden, die typischerweise in den ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Quasikristallen vorhanden sind. Beim elektrolytischen Dünnen entstehen an dem ansonsten gleichmäßigen Muldenboden zuerst an den Poren Löcher, obwohl das umgebende Material noch relativ dick ist. Ihr Lochrand ist sehr steil, ohne einen durchstrahlbaren Bereich. Erst durch weiteres Dünnen können während eines kleinen Zeitfensters zwischen den wachsenden Löchern größere durchstrahlbare Bereiche entstehen.

Die TEM-Proben wurden anschließend in dem Höchstspannungselektronenmikroskop "JEM 1000" bei 1MeV Beschleunigungsspannung mit einem Weitwinkelgoniometer ($\pm 45^\circ$)

untersucht. Bei 2000- bis 16000-facher Vergrößerung wurden Hellfeldaufnahmen der Mikrostruktur aufgenommen. Zusätzlich wurden Beugungsbilder der Anregungsbedingungen sowie der in der Nähe befindlichen hochsymmetrischen Pole gemacht. Ein Pol spiegelt die kristallographische Symmetrie der Probe parallel zum Primärstrahl wieder. Er wird angeregt, wenn die Ewald-Kugel möglichst viele Gitterpunkte einer Ebene des reziproken Raumes mit einer Flächennormalen in Richtung einer hochsymmetrischen Achse schneidet. Das Beugungsbild ist die Projektion des Schnittes des reziproken Raumes mit der Ewald-Kugel. Durch Änderung der Erregung der Zwischenlinse und nach dem Entfernen der Objektiv- Aperturblende wird die hintere Brennebene anstatt der Bildebene vergrößert abgebildet. Im Beugungsmodus können definierte Anregungsbedingungen eingestellt werden, um z.B. durch Auslöschungen des Versetzungscontrastes die Richtung des Burgersvektors zu bestimmen, wie in Kapitel 3.2 beschrieben wurde.

Zur integralen Bestimmung der Versetzungsdichten wurden von Claudia Strümpel [60] Röntgenbeugungsmessungen an einem hochauflösenden Röntgendiffraktometer der Firma *Huber* durchgeführt. Als Strahlungsquelle für die Messung der Halbwertsbreite der Röntgenreflexe diente eine *Seifert*-Röntgenröhre mit Molybdänanode. Die Wellenlängen der charakteristischen Strahlung betragen $K_{\alpha 1} = 0,7093 \text{ \AA}$ und $K_{\alpha 2} = 0,7135 \text{ \AA}$. Die Molybdän-Strahlung erfährt wegen ihrer gegenüber Kupfer-Strahlung kürzeren Wellenlänge weniger Absorption in den $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ -Ein-Quasikristallen und ist daher auch für Durchstrahlungsexperimente (Lauefälle) geeignet. Der im Strichfokus fokussierte Strahl passiert beim Austritt aus der Röhre einen Kollimator mit den Abmessungen $3 \times 10 \text{ mm}^2$ und trifft nach dem Durchgang durch eine 0,6 mm-Blende auf einen durch Channel-Cut hergestellten Doppelmonochromator aus einem Germanium-Einkristall. Die Strahlung enthält dann nur noch die intensitätsreiche $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ - Linie und trifft im Zentrum des Diffraktometers auf die Probe mit einer Fläche von ca. $2 - 4 \text{ mm}^2$. Die von der Probe gebeugte Röntgenstrahlung wurde mit einem NaJ(Tl)-Szintillationszähler registriert. Das Diffraktometer wurde durch Messungen mit einem Silizium-Einkristall justiert und bezüglich seiner Auflösungsgrenzen charakterisiert.

Für die Röntgenuntersuchungen wurde eine Serie von 5 Proben zwischen 814°C und 596°C in 2-zähliger Richtung bei $\dot{\epsilon}_t = 2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ bis 2% plastischer Dehnung verformt. Die Verformungskurven dieser makroskopischen Druckexperimente sind in Abb. 5.2 dargestellt. Aus den makroskopischen Druckproben wurden Querschnitts- und Seitenflächenproben mit einer Fläche zwischen 2 und 4 mm^2 und einer Dicke zwischen 150 und $300 \text{ }\mu\text{m}$ gewonnen

und beidseitig poliert. Die orthogonalen Flächennormalen dieser flachen Quader entsprechen dabei 2-zähligen Richtungen des Ein-Quasikristalls.

Es wurden ausschließlich 2-zählige Reflexe über maximal vier Ordnungen der τ -Skalierung untersucht. Die Reflexe sind vom Typ $(2/2\ 0/0\ 0/0)$, $(2/4\ 0/0\ 0/0)$, $(4/6\ 0/0\ 0/0)$ und $(6/10\ 0/0\ 0/0)$. Dabei wurden bei jeder Probe ein asymmetrischer und zwei symmetrische Lauefälle (Durchstrahlgeometrie) gemessen. Ein Lauefall heißt symmetrisch, wenn die Flächennormale der reflektierenden Netzebenenschar senkrecht zur Flächennormale der Probe steht und asymmetrisch für jeden anderen Fall. Die Halbwertsbreiten der Rockingkurven wurden jeweils für symmetrische und asymmetrische Reflexe als auch hinsichtlich der Schnittgeometrie der Röntgenproben relativ zu den makroskopischen Druckproben (Querschnitts- oder Seitenflächenprobe) gemittelt.

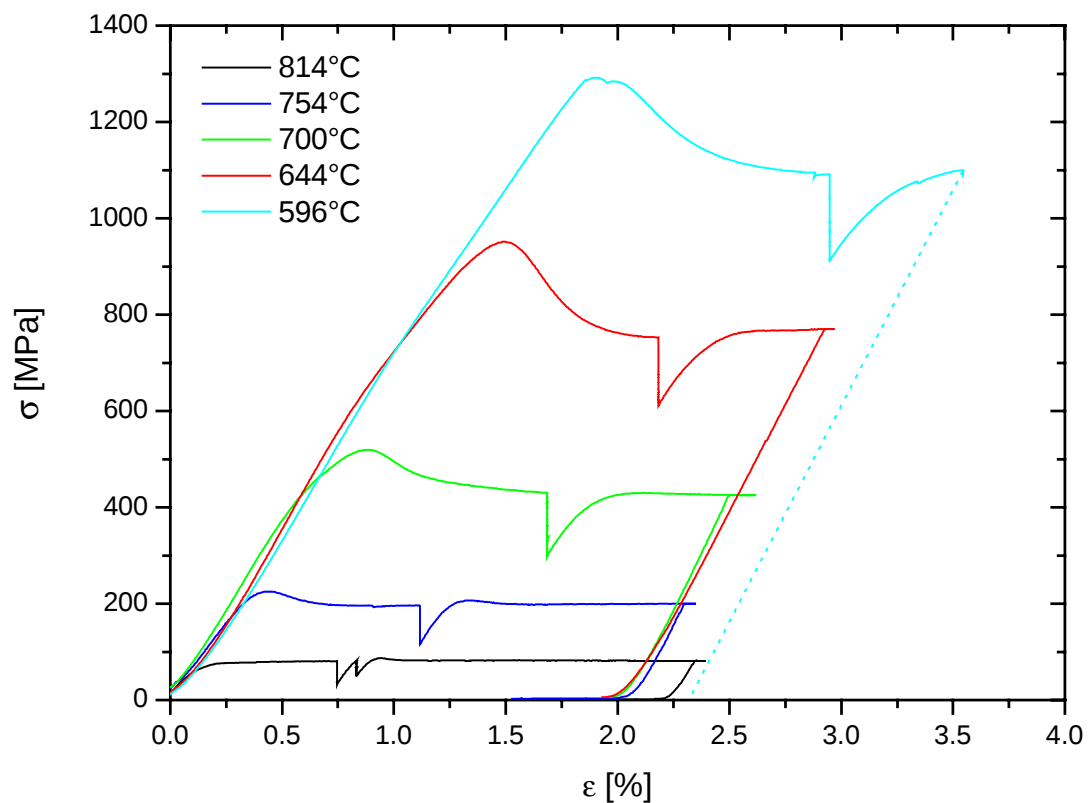


Abb. 5.2: Verformungskurven der für die Röntgenuntersuchungen verformten makroskopischen Druckproben.

6. Experimentelle Ergebnisse

6.1 Makroskopisches Verformungsverhalten

Die Form der Verformungskurve hängt von der Temperatur ab. In dieser Arbeit wurde versucht, bei möglichst niedrigen Temperaturen plastisch zu verformen. Makroskopische Druckversuche wurden in einem Temperaturbereich von 482°C bis 821°C mit Dehnungsraten von 10^{-6} s^{-1} bis 10^{-3} s^{-1} in 2-zähliger Druckrichtung durchgeführt. Dies entspricht homologen Temperaturen von etwa $0,66 \cdot T_m$ bis $0,96 \cdot T_m$ ($T_m \Rightarrow$ Schmelztemperatur = 870°C).

Abbildung 6.1 zeigt eine charakteristische Verformungskurve für hohe Temperaturen. Zu Beginn der Verformung steigt die äußere Spannung σ über der Gesamtdehnung ϵ_t bis zur oberen Streckgrenze UYP (Upper Yield Point) an. Dieser Bereich der Verformungskurve wird Anfahrbereich genannt. Abweichungen des Anstiegs der Verformungskurve von der ideal elastischen Gerade weisen auf plastische Verformung im Anfahrbereich hin. Diese treten besonders oberhalb eines Knicks in der Verformungskurve auf.

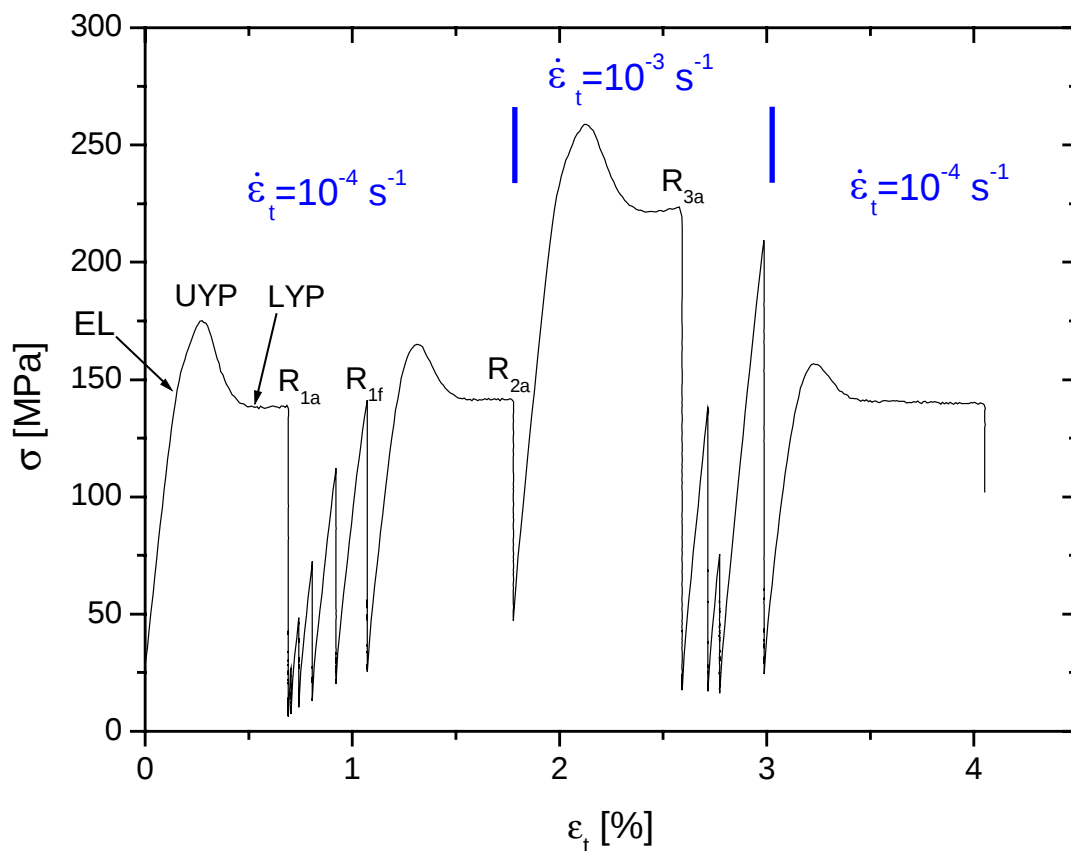


Abb. 6.1: Verformungskurve bei $T = 821^\circ\text{C}$ und $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. 10^{-3} s^{-1} .

Die entsprechende Spannung soll hier Elastizitätsgrenze σ_{EL} (EL: elastic limit) genannt werden. Darauf wird später noch eingegangen. Nach Überschreiten der oberen Streckgrenze fällt die Spannung auf das Niveau der unteren Streckgrenze LYP (Lower Yield Point) ab. Bei hohen Verformungstemperaturen kommt es nun zum stationären Fließen. Die dafür notwendige äußere Spannung ist näherungsweise konstant und wird als σ_{ss} (ss = steady state) bezeichnet. In diesem Bereich entspricht die plastische Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ der Probe gerade der von außen durch die Verformungsmaschine aufgeprägten totalen Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_t$. Die mit $R_{1a}, \dots, R_{1f}$ bezeichneten Ereignisse sind eine originale und weitere sogenannte wiederholte Spannungsrelaxations-Tests. Dabei werden die ersten aus stationärer oder quasistationärer Verformung heraus gestarteten Relaxationen als originale Spannungs-Relaxation mit R_{xa} , die darauf folgenden als wiederholte Spannungs-Relaxationen mit $R_{xb}, R_{xc}, \dots$ bezeichnet.

Nach dem Durchlaufen einer durch die Spannungsrelaxationen hervorgerufenen Streckgrenze mit einer anschließenden originalen Spannungs-Relaxation R_{2a} wurde die Maschine mit einer um den Faktor 10 höheren Dehnungsrate gestartet. Es zeigt sich wieder ein dem Anfahrbereich vergleichbarer Spannungsverlauf mit anschließender Streckgrenze. Die Werte für die obere und untere Streckgrenze (UYP bzw. LYP) als auch für die stationäre Fließspannung (σ_{ss}) liegen auf einem höheren Niveau. Im Bereich der erhöhten Dehnungsrate wurden ebenfalls einige Spannungs-Relaxationen R_{3x} durchgeführt. Anschließend wurde eine weitere Streckgrenze bei einer Dehnungsrate von $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ mit anschließender Spannungs-Relaxation durchlaufen. Wenn man von den speziellen Tests, also den Spannungsrelaxationen und dem Geschwindigkeitswechsel absieht, ist für die Verformung bei hohen Temperaturen das Durchlaufen einer Streckgrenze und der nachfolgende Bereich mit etwa stationärer Verformung charakteristisch.

Abbildung 6.2 zeigt die Verformungskurve für die niedrigste Temperatur von 580°C , bei der noch eine Streckgrenze und ein stationärer Bereich beobachtet wurden. Die Absenkung des Spröd-Duktil-Übergangs gegenüber den Verformungsexperimenten früherer Arbeiten [4] ist auf eine um den Faktor 10 geringere totale Dehnungsrate zurückzuführen. Verringert man die Temperatur bei gleicher Dehnungsrate weiter, bricht die Probe, bevor die obere Streckgrenze erreicht wird. Bei einer Dehnrate von 10^{-6} s^{-1} beträgt die Bruchspannung etwa 1,5 GPa. Der in Abb. 6.2 dargestellte Versuch wurde zur Zeiteinsparung mit einer Dehnungsrate von $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ begonnen. Diese wurde nach der Spannungsrelaxation R_1 auf 10^{-6} s^{-1} reduziert. Im Anfahrbereich gibt es bei ca. 750 MPa eine relativ plötzliche Anstiegsänderung, die auf

verstärkte plastische Verformung mit hoher Verfestigung hinweist. Dies ist wiederum die für die Verformung in 2-zähliger Druckrichtung typische Elastizitätsgrenze. Die Spannungsrelaxation R_1 weist ebenfalls auf ausgeprägtes plastisches Verhalten weit vor der oberen Streckgrenze hin.

Nach dem Durchlaufen der oberen Streckgrenze wurde noch im Entfestigungsbereich eine Spannungsrelaxation R_2 durchgeführt. Während der 50 Minuten sank die Spannung um 230 MPa ab. Das erneute Anfahren mit der Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ führte wieder zu einer Spannungszunahme. Die bei niedrigen Temperaturen nur langsam ablaufenden Erholungsvorgänge führen nur zu einer geringen Erholung des Materials während der relativ kurzen Zeit der Spannungsrelaxation. Aufgrund der geringen Erholung bildet sich kein Streckgrenzeneffekt aus, und die Belastungskurve mündet direkt in den Bereich des stationären Fließens. Im Bereich des stationären Fließens zwischen 2,40 % und 3,13 % totaler Dehnung ist die Spannung konstant, zeigt also weder Ver- noch Entfestigung. Abschließend wurde die Probe nach einer Spannungs-Relaxation (R_{3a}) und einem Dip-Test, bei dem sich Entlastungs- und Relaxationsabschnitte abwechseln, entlastet.

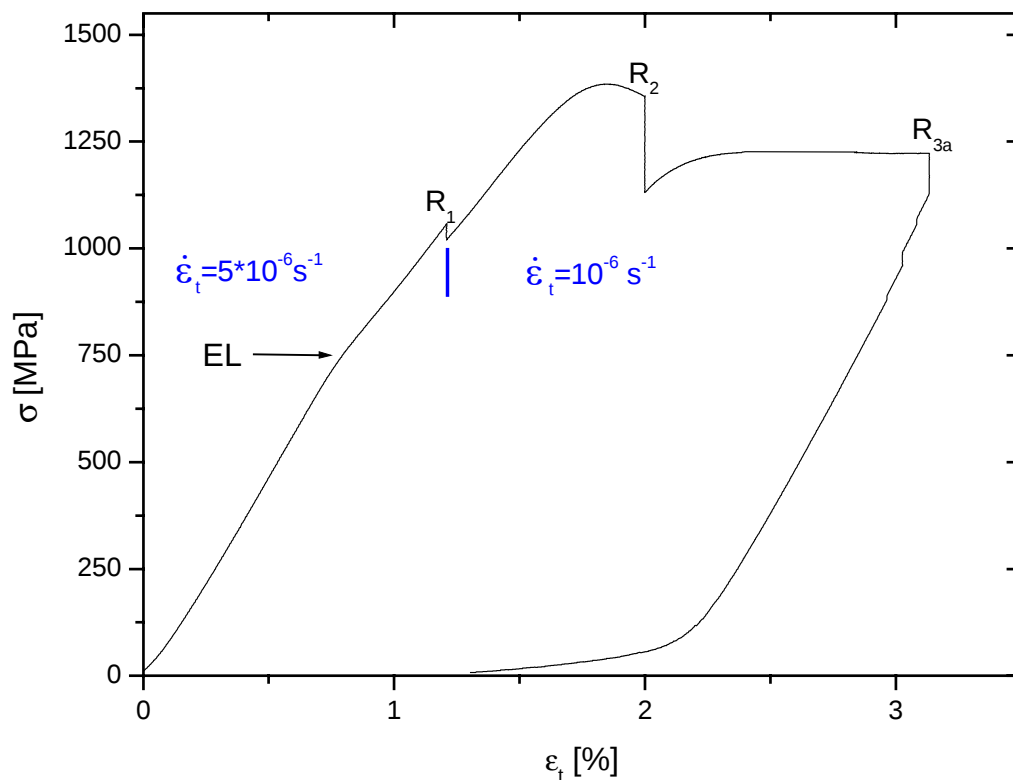


Abb. 6.2: Verformungskurve bei $T = 580^\circ\text{C}$.

Ein Experiment mit einer sehr niedrigen Verformungstemperatur von 487°C ist in Abb. 6.3 dargestellt. Bis zur Spannungs-Relaxation R_1 beträgt die totale Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_t = 3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Bei $\varepsilon_t \approx 0,82\%$ ist wieder die typische Anstiegsänderung an der Elastizitätsgrenze EL durch verstärktes Einsetzen plastischer Verformung zu erkennen. Nach der Relaxation R_1 wurde mit $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ weiter verformt. Im Bereich mit Lastkontrolle kriecht die Probe bei konstanter Spannung. Bei der folgenden dehnungskontrollierten Verformung wurde eine Maximalspannung von $\sigma_{\max} = 1626 \text{ MPa}$ erreicht. Daraufhin wurde eine weitere Spannungs-Relaxation (R_2) mit anschließender Entlastung durchgeführt. Nach Entlastung blieb eine plastische Dehnung von etwa $0,3\%$ zurück.

Aus dem Anstieg der σ - ε_t -Kurve vor der Relaxation R_1 , zwischen R_1 und dem Bereich mit Lastkontrolle und zwischen diesem und der Relaxation R_2 ergeben sich für den Verfestigungskoeffizienten nach Gl. (5.3) 310 GPa , 360 GPa bzw. 433 GPa . Bei dieser niedrigen Temperatur nimmt der Verfestigungskoeffizient im Gegensatz zur Verformung bei hohen Temperaturen mit ansteigender Spannung noch zu.

In Abb. 6.3 ist beispielhaft die Konstruktion zur Ermittlung der Spannung der Elastizitätsgrenze σ_{EL} eingezeichnet. Dafür wird im Anfahrbereich jeweils eine Gerade vor bzw. nach dem Wechsel des Anstieges an die Verformungskurve angepasst, aus deren Schnittpunkt sich σ_{EL} ergibt.

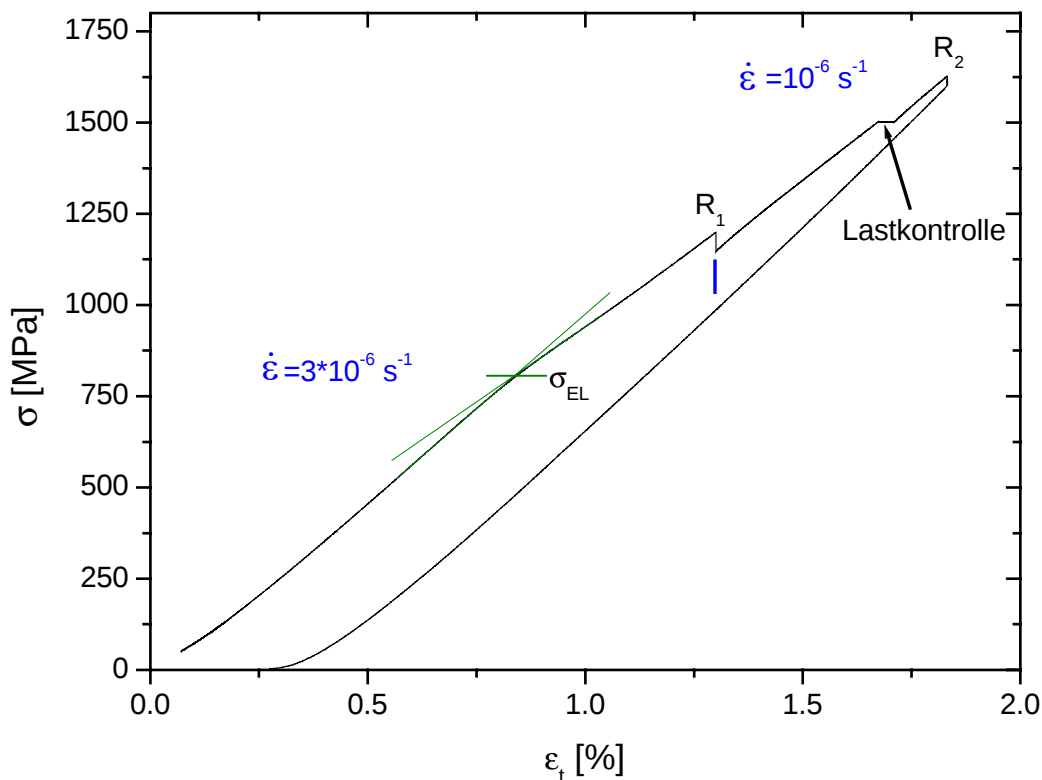


Abb. 6.3: Verformungskurve bei $T = 487^\circ\text{C}$.

Die Abhängigkeit der Fließspannung von der Temperatur ist in Abb. 6.4 dargestellt. Dabei entsprechen die aufgetragenen Werte für die Fließspannung σ den Spannungswerten vor einer originalen Relaxation. Die Werte aus dem stationären Bereich der Fließspannung (schwarz) steigen mit abnehmender Temperatur stark an. Unterhalb von 570°C konnte keine Verformung mit Streckgrenze und stationärer Verformung erreicht werden. Die angegebenen Werte aus diesem Temperaturbereich (rot) entsprechen Spannungen vor der letzten Relaxation im Anfahrbereich der Verformungskurven. Die Spannung von $\sigma = 1626$ MPa bei $T = 487^\circ\text{C}$ liegt im Bereich der erwarteten stationären Fließspannung für diese Temperatur und Dehnungsrate. Jedoch zeigen die hohe Verfestigung der $\sigma(\epsilon_t)$ -Kurve nach Gl. (5.3) im Zusammenhang mit Gl. (5.4) und die Relaxationsraten aus den Spannungs-Relaxationsexperimenten eine plastische Dehnungsrate noch weit unterhalb der von außen aufgetragenen Maschinengeschwindigkeit von $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ an. Die Spannung bei einer plastischen Dehnungsrate von $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ würde deshalb höher sein. Außerdem ist zu erkennen, dass bei gleicher Temperatur eine höhere Dehnungsrate zur Erhöhung der stationären Fließspannung führt.

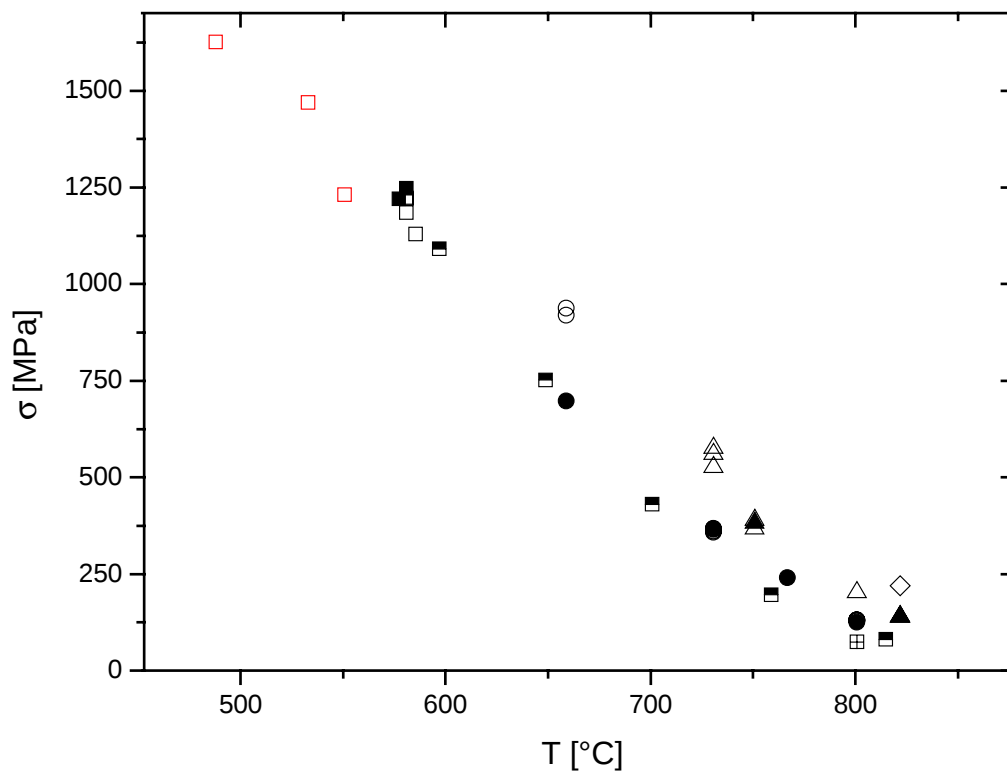


Abb. 6.4: Temperaturabhängigkeit der Fließspannung σ bei Dehnraten $\dot{\epsilon}_t$ von 10^{-6} s^{-1} (Quadrate), $2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (halbgefülltes Quadrat), $3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (Quadrat mit Kreuz), 10^{-5} s^{-1} (Kreise), 10^{-4} s^{-1} (Dreiecke) und 10^{-3} s^{-1} (Diamond) aus dem stationären Bereich (schwarz) und dem Anfahrbereich (rot). Die vollen Symbole stehen für die Spannungen vor der ersten Relaxation, die offenen für alle weiteren.

Abbildung 6.5 zeigt 4 Spannungs-Relaxations-Kurven des Verformungsexperimentes von Abb. 6.1 bei $T = 821^\circ\text{C}$ in der Auftragung von $\ln(-\dot{\sigma})$ über σ . Die aus dem Bereich des stationären Fließens mit einer Dehnungsrate von $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ heraus gestarteten originalen Relaxationen R_{1a} und R_{2a} sind praktisch deckungsgleich. Das heißt, zwischen diesen beiden Zuständen tritt keine Verfestigung auf. Die wiederholte Relaxation R_{1f} wurde bei gleicher Startspannung begonnen. Die Dehnratendifferenz $\Delta \ln(-\dot{\sigma})|_r$ zwischen der originalen und der wiederholten Relaxation ist zu Beginn am größten und nimmt mit abnehmender Spannung ab.

Die Form der Relaxationskurven R_{1a} , R_{1f} und R_{2a} ist ähnlich. In einem weiten Bereich niedriger Spannungen bzw. Dehnraten zeigen die Relaxationskurven eine sogenannte normale Krümmung, die für plastische Verformung durch thermisch aktivierte Versetzungsbewegung typisch ist. Die Kurven sind zur Spannungsachse hin gebogen, so dass die Dehnratenempfindlichkeit mit abnehmender Spannung kleiner wird. Im Gegensatz dazu tritt bei den drei hier gezeigten Relaxationen im Startbereich eine inverse Krümmung auf, die sich durch Zunahme der Dehnratenempfindlichkeit mit abnehmender Spannung auszeichnet. Deshalb besitzen diese drei Relaxationskurven einen S-förmigen Krümmungsverlauf.

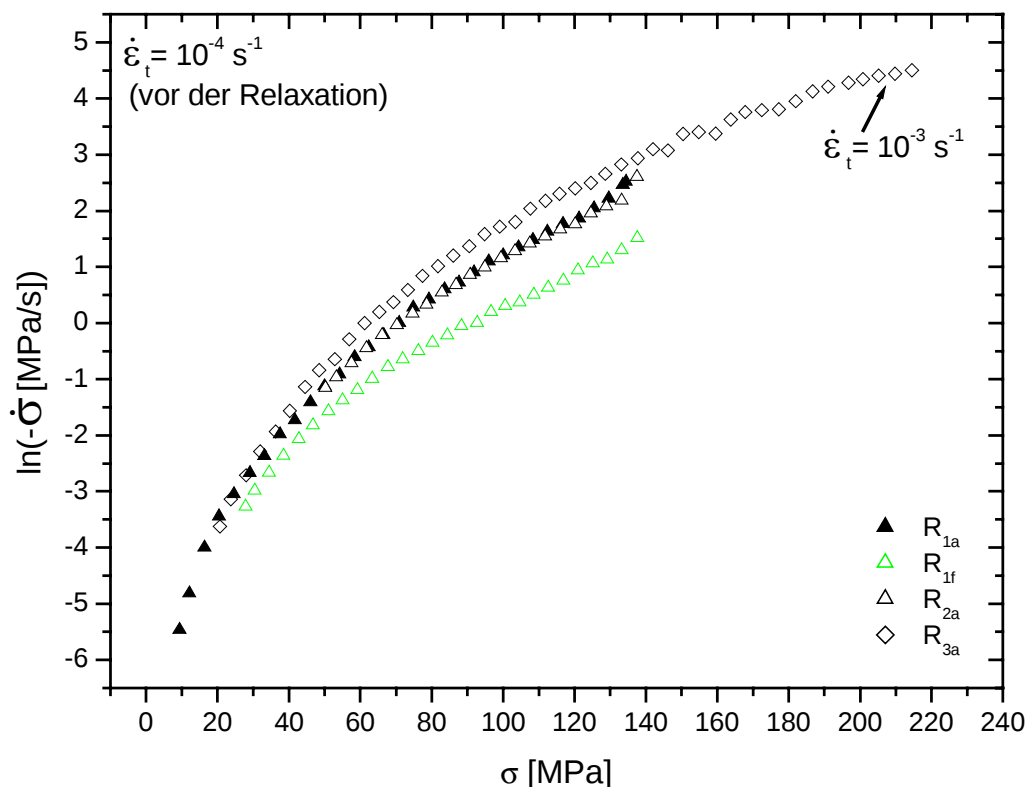


Abb. 6.5: Originale (schwarz) und wiederholte (grün) Spannungs-Relaxationen zu einem Verformungsversuch bei $T = 821^\circ\text{C}$ (siehe Abb. 6.1). Die vollen Symbole kennzeichnen die erste Relaxation dieses Experiments.

Die originale Relaxation R_{3a} wurde aus dem stationären Bereich mit einer 10 mal höheren Dehnungsrate von $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ heraus gestartet. Sie beginnt dementsprechend bei einem um $\ln(10)$ erhöhten Wert für $\ln(-\dot{\sigma})$. Sie zeigt keinen S-förmigen Krümmungsverlauf und verläuft oberhalb der beiden anderen originalen Relaxationskurven. Die Dehnungsratedifferenz zu R_{1a} und R_{2a} sinkt mit abnehmender Spannung.

Das Zusammenlaufen der verschiedenen Relaxationen bei niedriger Spannung zeigt, dass bei der hohen Verformungstemperatur von 821°C , unabhängig vom Zustand vor der Relaxation, ein vergleichbarer Endzustand erreicht wird. Die Spannung relaxiert bis auf sehr kleine Werte.

Die Spannungs-Relaxations-Kurven für das Verformungsexperiment mit der niedrigen Verformungstemperatur von $T = 487^\circ\text{C}$ (Abb. 6.3) sind in Abb. 6.6 dargestellt. Die Relaxation R_1 wurde im Anfahrbereich aus einer Dehnungsrate $\dot{\varepsilon}_t = 3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, die Relaxation R_2 aus $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ heraus gestartet. Aufgrund der niedrigeren Dehnungsrate ist der Startpunkt der Relaxation R_2 um $\Delta \ln(-\dot{\sigma}) = -1,4$ verschoben. Die Werte der Dehnratenempfindlichkeit r hängen praktisch nicht von der Spannung σ bzw. der plastischen Dehnungsrate ab und betragen $r_{\text{ex}}(R_1) = 22 \text{ MPa}$ bzw. $r_{\text{ex}}(R_2) = 18,6 \text{ MPa}$.

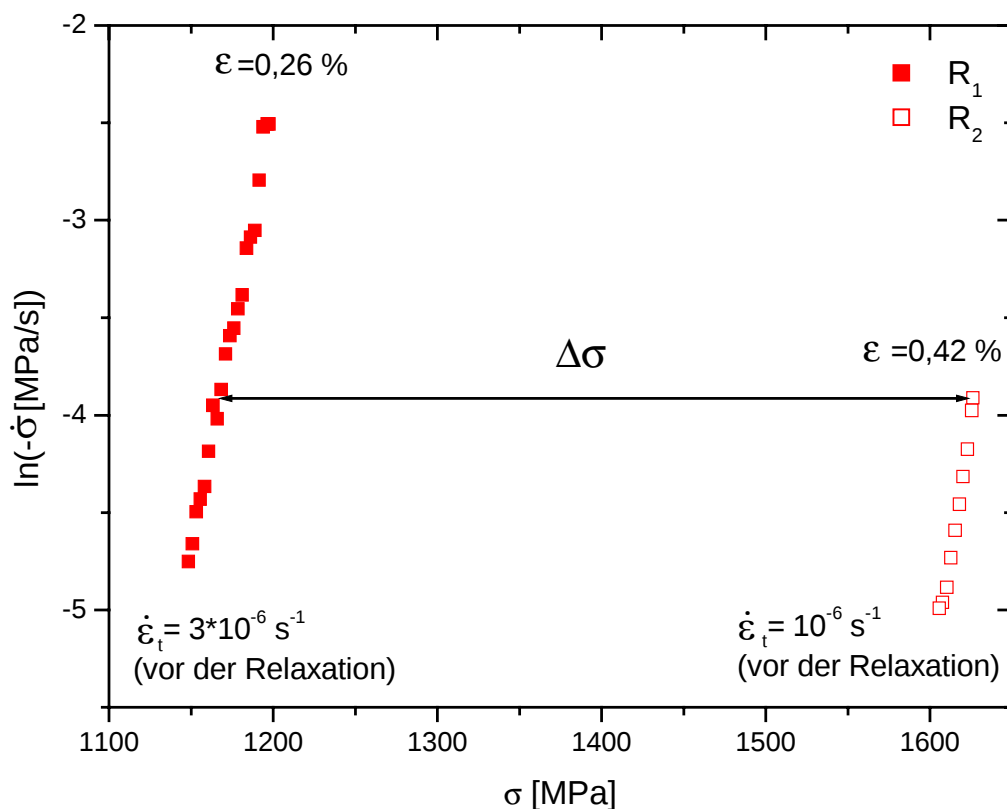


Abb. 6.6 : Erste (volle Symbole) und spätere (offene Symbole) Spannungs-Relaxationen aus dem Anfahrbereich des Verformungsversuchs bei $T = 487^\circ\text{C}$ (Abb. 6.3).

Der Vergleich der beiden Relaxationen zeigt für die zweite Relaxation eine höhere Spannung bei gleicher plastischer Dehnungsrate, was auf Verfestigung hinweist. Der Verfestigungskoeffizient θ ergibt sich aus dem Verhältnis der Spannungsdifferenz $\Delta\sigma = 457 \text{ MPa}$ und der Änderung der plastischen Dehnung $\Delta\varepsilon = 0,0016$ zu etwa $\theta = 286 \text{ GPa}$, was aber durch den dazwischen liegenden Bereich mit Lastkontrolle verfälscht ist.

Die zur Berechnung der korrigierten Dehnungsratenempfindlichkeiten genutzten Verfestigungskoeffizienten θ werden, wie im Zusammenhang mit Abb. 6.3 beschrieben, aus dem Anstieg der Verformungskurve unmittelbar vor einer Relaxation nach Gl. (5.3) bestimmt. Nach Gl. (5.8) ergeben sich für die korrigierten Dehnungsratenempfindlichkeiten $r_{\text{kor}}(R_1) = 77 \text{ MPa}$ und $r_{\text{kor}}(R_2) = 83 \text{ MPa}$.

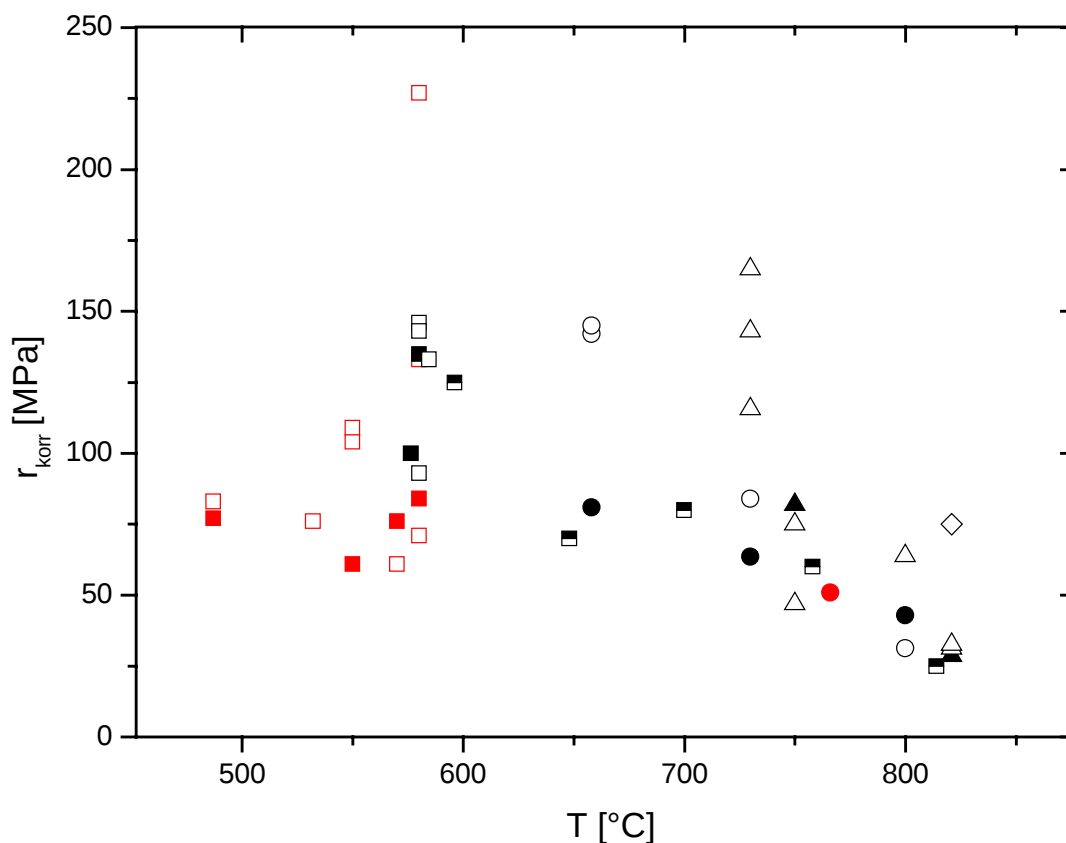


Abb. 6.7 : Abhängigkeit der auf Verfestigung korrigierten Dehnratenempfindlichkeit von der Verformungstemperatur für verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten ($10^{-6} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Quadrate, $10^{-5} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Kreise, $10^{-4} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Dreiecke, $10^{-3} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ auf der Spitze stehendes Quadrat) aus originalen Relaxationsexperimenten im Anfahrbereich (rot) und dem Bereich des stationären Fließens (schwarz). Die vollen Symbole stehen für die r_{kor} - Werte der ersten Relaxation eines Verformungsexperimentes, die offenen für alle weiteren bei höheren Dehnungen.

In Abb. 6.7 ist die Abhängigkeit der Dehnratenempfindlichkeit von der Verformungstemperatur dargestellt. Bei hohen Temperaturen liegen die Werte für r_{kor} im Bereich von 30 - 60 MPa und steigen mit abnehmender Temperatur auf ca. 100 – 150 MPa bei 580 °C. Die Werte dieses Temperaturbereichs (schwarze Symbole) sind aus Spannungs-Relaxations-experimenten berechnet worden, die direkt aus dem Bereich des stationären Fließens heraus gestartet worden sind. Sie sind deshalb nicht korrigiert worden.

Für die r_{kor} -Berechnung des Temperaturbereichs unterhalb 580°C wurden Relaxationen aus dem Anfahrbereich ausgewertet. Die hohen Verfestigungskoeffizienten mit einem Mehrfachen der elastischen Steifigkeit äußern sich in einer geringen Abweichung der Verformungskurve von der elastischen Geraden, und es wird kein Bereich des stationären Fließens erreicht. Während der plastischen Verformung im Laufe der Relaxation setzt sich die Verfestigung fort, so dass die aus der $\ln(-\dot{\sigma})$ - σ -Auftragung gewonnenen r -Werte nach Gl. (5.8) auf Verfestigung korrigiert werden müssen. Die Werte für r_{kor} für Temperaturen unterhalb von 580°C nehmen im Vergleich zu den höheren Temperaturen wieder etwas ab und liegen im Bereich zwischen 60 – 100 MPa.

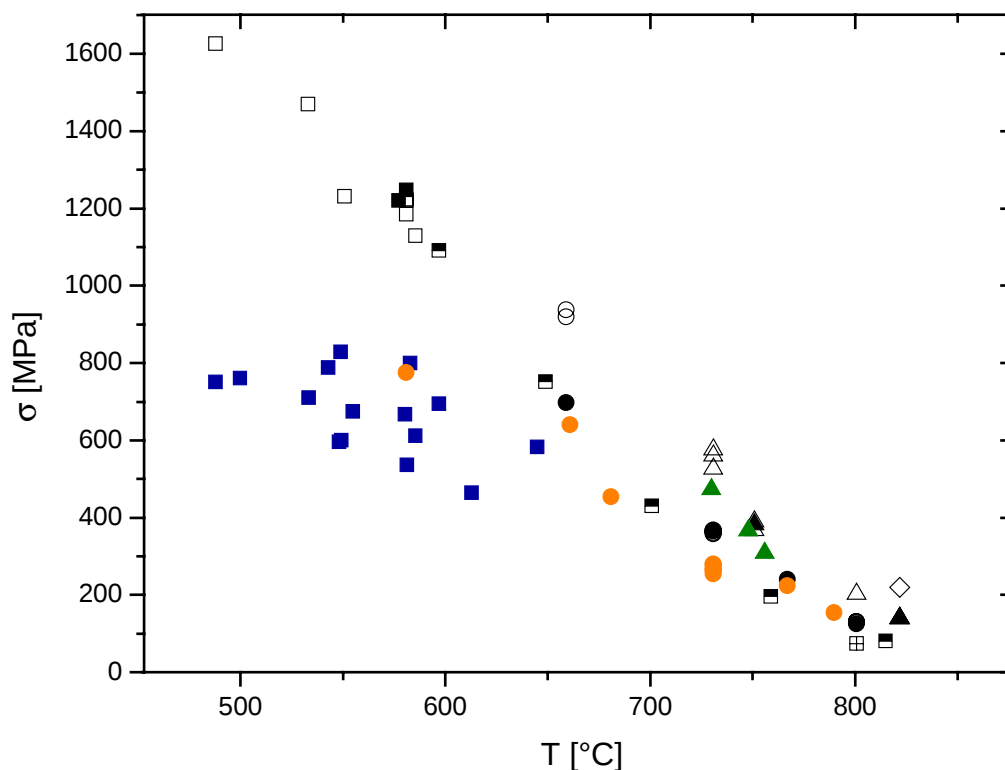


Abb. 6.8: Abhängigkeit der Elastizitätsgrenze von der Verformungstemperatur ($10^{-6} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Quadrate, $10^{-5} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Kreise, $10^{-4} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Dreiecke). Die schwarzen Symbole sind zum Vergleich aus Abb. 6.4 übernommen.

In Abb. 6.8 ist die Abhängigkeit der im Anfahrbereich der Verformungskurven ermittelten Elastizitätsgrenze von der Verformungstemperatur dargestellt. Zum direkten Vergleich wurde die Fließspannung (schwarz) aus Abb. 6.4 mit eingezeichnet. Zusätzlich zu den eigenen Experimenten wurden außerdem Verformungsexperimente, die im Rahmen der Dissertation von Bert Geyer [57] durchgeführt wurden, ausgewertet. Diese sind nicht besonders gekennzeichnet. Bei Experimenten mit einer von 10^{-4} s^{-1} , 10^{-5} s^{-1} oder 10^{-6} s^{-1} abweichenden totalen Dehnungsrate im Bereich der Elastizitätsgrenze, wurde der Wert von σ_{EL} mit der bei dieser Temperatur im Anfahrbereich gültigen Dehnratenempfindlichkeit in Richtung des kleinsten Faktors auf eine dieser drei Dehnungsraten korrigiert. Zu beachten ist, dass die tatsächlichen plastischen Dehnungsraten auch nach dem verstärkt einsetzenden plastischen Fließen im Bereich der Elastizitätsgrenze mindestens um den Faktor 2 kleiner sind als die durch die Symbole dargestellten totalen Dehnungsraten. Die Elastizitätsgrenze fällt mit zunehmender Temperatur ab, wobei bei gleicher Temperatur für höhere Verformungsgeschwindigkeiten etwas größere Werte ermittelt wurden. Besonders bei tiefen Temperaturen liegt die Elastizitätsgrenze wesentlich unter der Fließspannung im Verfestigungsbereich. Deshalb ist ihre Temperaturempfindlichkeit $-\frac{d\sigma_{\text{EL}}}{dT}$ sehr klein ($\approx 1,4 \text{ MPa/K}$).

6.2 Mikrostrukturuntersuchungen im TEM

In diesem Kapitel werden die in makroskopischen Druckexperimenten verformten und im HEM beobachteten Versetzungs-Mikrostrukturen beschrieben. Besonderes Augenmerk liegt dabei auf der Temperaturabhängigkeit der gebildeten Mikrostrukturen. Der Bereich der Verformungstemperaturen erstreckt sich von 821°C bis 482°C.

Abbildung 6.9 zeigt Ausschnitte von TEM-Aufnahmen einer in 2-zähliger Richtung bei 821°C verformten Probe mit 4% plastischer Dehnung. Wie die Verformungskurve in Abb. 6.1 zeigt, wurde die Druckprobe mit einer totalen Dehnungsrate von $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. zwischenzeitlich mit $\dot{\epsilon}_t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ verformt. Die Flächennormale der TEM-Probe entspricht in diesem Fall einer Seitenflächennormale der makroskopischen Druckprobe und besitzt ebenfalls eine 2-zählige Symmetrie. Das für die Beschreibung der $\vec{g}$ -Vektoren benutzte Koordinatensystem besitzt in Druckrichtung die $[0/0 \ 0/0 \ 0/2]$ -Achse und in Richtung der TEM-Probennormale die $[0/2 \ 0/0 \ 0/0]$ -Achse.

Bild 6.9a zeigt eine typische Versetzungs-Mikrostruktur dieser Probe. Der zur Abbildung benutzte reziproke Gittervektor lautet $\vec{g}_a = (0/0 \ 1/0 \ 0/1)$. Zusätzlich zu einer homogenen Versetzungsstruktur geringer Versetzungsdichte treten schmale Bänder mit einer höheren Versetzungsdichte auf. Die Versetzungen der homogenen Versetzungsstruktur bestehen hauptsächlich aus geraden Segmenten, die in der Projektion eine leichte Vorzugsrichtung senkrecht zur Druckrichtung zeigen. Die Bänder haben eine Breite von 2 - 4 μm . Sie bestehen aus überwiegend geraden und langen Versetzungen die parallel zur Spur der Bänder ausgerichtet sind. Die Versetzungen liegen in Ebenen, die nahezu senkrecht in der TEM-Probenfolie stehen. Die Versetzungen der Bänder gehorchen alle den gleichen Auslöschungsbedingungen und besitzen daher im physikalischen Raum den gleichen Burgersvektor. Die Bänder als auch ihre erzeugenden Versetzungen stehen annähernd senkrecht zur Druckrichtung.

Im Bild 6.9b ist eine einzelne Versetzung eines ähnlichen Versetzungsbandes mit $\vec{g}_b = (0/0 \ 0/0 \ 0/2)$ abgebildet. In den Bildern 6.9c und 6.9d ist diese Versetzung mit den $\vec{g}$ -Vektoren $\vec{g}_c = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$ und $\vec{g}_d = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$ ausgelöscht. Die Probenstelle kann aufgrund eines dunklen Artefakts am rechten Bildrand und einiger auf allen 3 Bildern nicht ausgelöschter Versetzungen identifiziert werden. Der Parallelanteil des Burgersvektors ergibt sich anhand

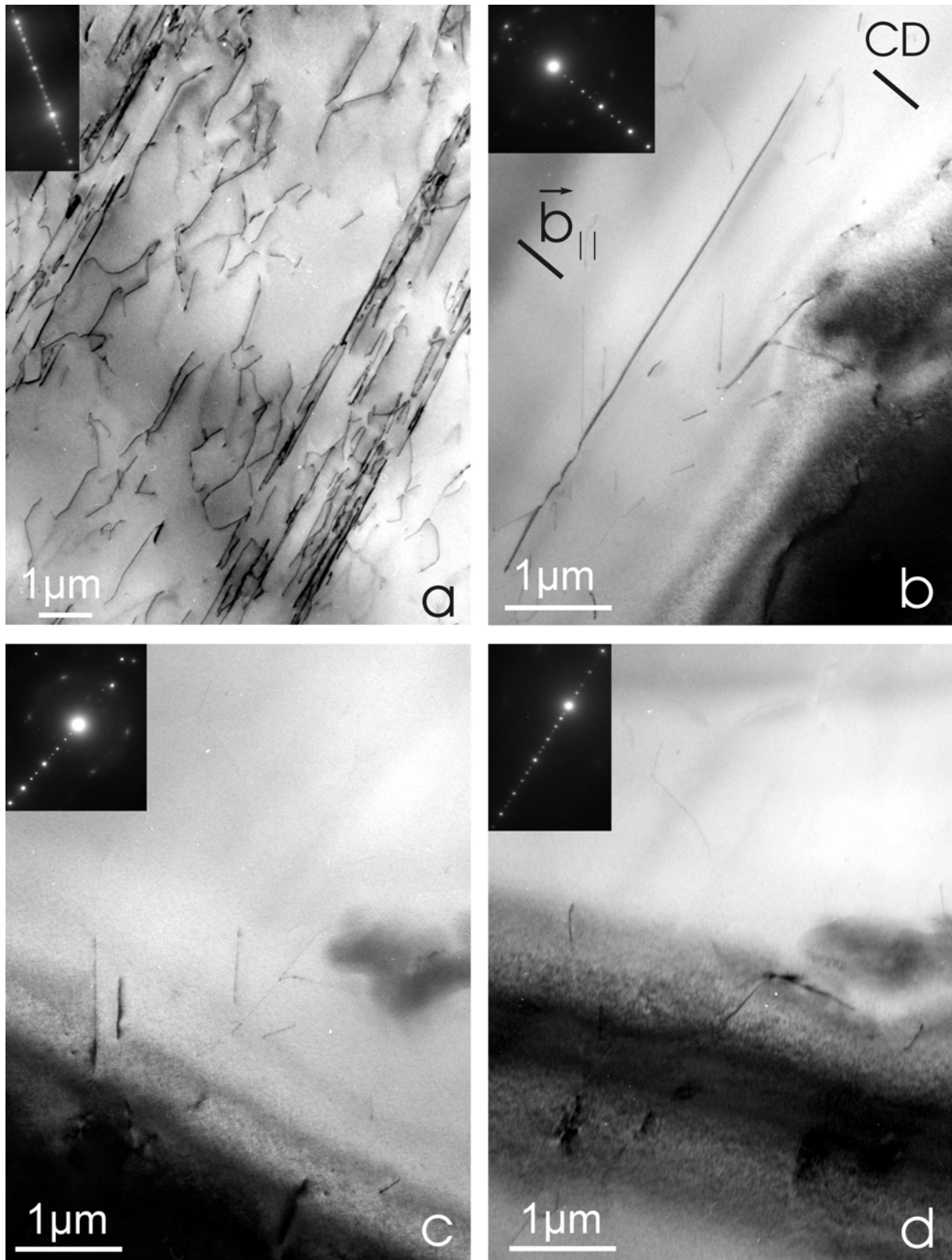


Abb. 6.9: Hellfelddaufnahmen einer von einer Seitenfläche der Druckprobe präparierten TEM-Probe. $T = 821^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4}\text{s}^{-1}$, $\epsilon = 4\%$. a) $\vec{g}_a = (0/0 \ 1/0 \ 0/1)$. b, c und d) identische Probenstelle mit $\vec{g}_b = (0/0 \ 0/0 \ 0/2)$, $\vec{g}_c = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$ und $\vec{g}_d = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$. Die Richtung des physikalischen Burgersvektors $\vec{b}_{\parallel}$ und die Druckrichtung (CD: compression direction) sind in Bild b eingezeichnet.

der Auslöschungsbedingungen parallel zur $[0/0\ 0/0\ 0/2]$ -Richtung im physikalischen Raum, er ist also parallel zur Druckrichtung. Es handelt sich also um Stufenversetzungen, die aus der angreifenden Spannung eine Kletterkraft, aber keine Gleitkraft erfahren.

Abbildung 6.10 ist ein Hellfeldbild eines bei 730°C bis zu ca. 8 % plastisch verformten Ein-Quasikristalls. Die TEM-Probe ist eine Querschnittsprobe, d.h. die 2-zählige Druckachse entspricht der TEM-Probennormale und bildet wieder die $[0/0\ 0/0\ 0/2]$ -Achse des Koordinatensystems. Die Abbildung erfolgte mit $\vec{g} = (0/0\ 0/2\ 0/0)$. Neben gekrümmten Versetzungen gibt es auch Versetzungen mit näherungsweise geraden und kristallographisch ausgerichteten Versetzungssegmenten. Abbildungen mit verschiedenen $\vec{g}$ -Vektoren zeigen, dass die Versetzungen verschiedene Burgersvektoren besitzen. Sie sind an Knoten verbunden und bilden ein dreidimensionales homogenes Netzwerk.

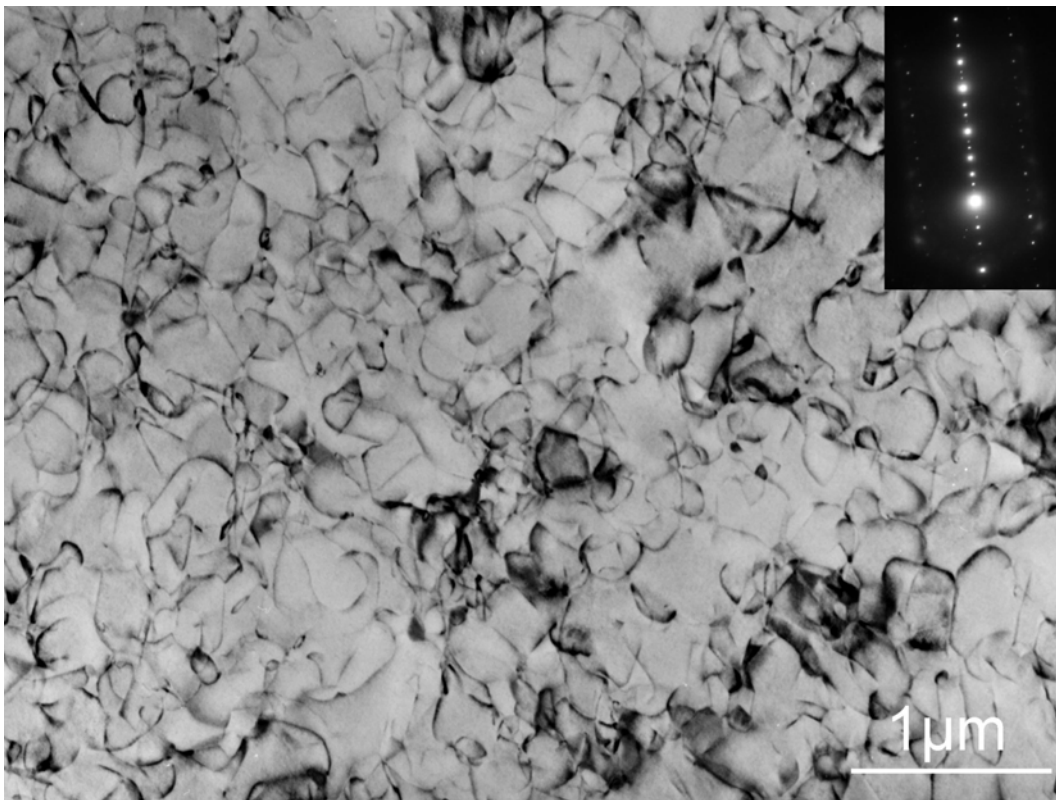


Abb. 6.10: Hellfeldaufnahme einer bei 730°C verformten Druckprobe. $\dot{\epsilon}_t = 10^{-4}\text{ s}^{-1}$, $\epsilon = 6\%$. $\vec{g} = (0/0\ 0/2\ 0/0)$. Das letzte Prozent plastischer Dehnung wurde mit $\dot{\epsilon}_t = 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ verformt. Die 2-zählige Probennormale entspricht der $[0/0\ 0/0\ 0/2]$ -Druckrichtung.

Die niedrigste Temperatur, bei der Verformung mit stationärem Fließen erreicht wurde, ist 580°C bei einer totalen Dehnungsrate von 10^{-6} s^{-1} . Damit ist die Dehnungsrate zehn mal

geringer als bei dem, bei früheren Experimenten gefundenen, Spröd-Duktil-Übergang von 630°C [4]. Die in Abb. 6.11 gezeigten TEM-Hellfeldaufnahmen stammen von einer Querschnittsfläche dieser Druckprobe. Die 2-zählige Probenormale zeigt wieder in Richtung der $[0/0\ 0/0\ 0/2]$ -Achse. Die in Abb. 6.11a mit $\vec{g}_a = (\bar{1}/0\ 0/1\ 0/0)$ abgebildete Mikrostruktur zeigt schmale Bänder verschiedener Orientierungen mit jeweils unterschiedlichen Burgersvektoren. Bei genauer Betrachtung ist ein Teil der Versetzungen ausgebaucht, wobei die Ebenen, in denen sich diese Versetzungen erstrecken, steil in der TEM-Probe liegen. Zusätzlich zu den schmalen Bändern hoher Versetzungsdichte gibt es noch homogen verteilte Versetzungen niedriger Dichte.

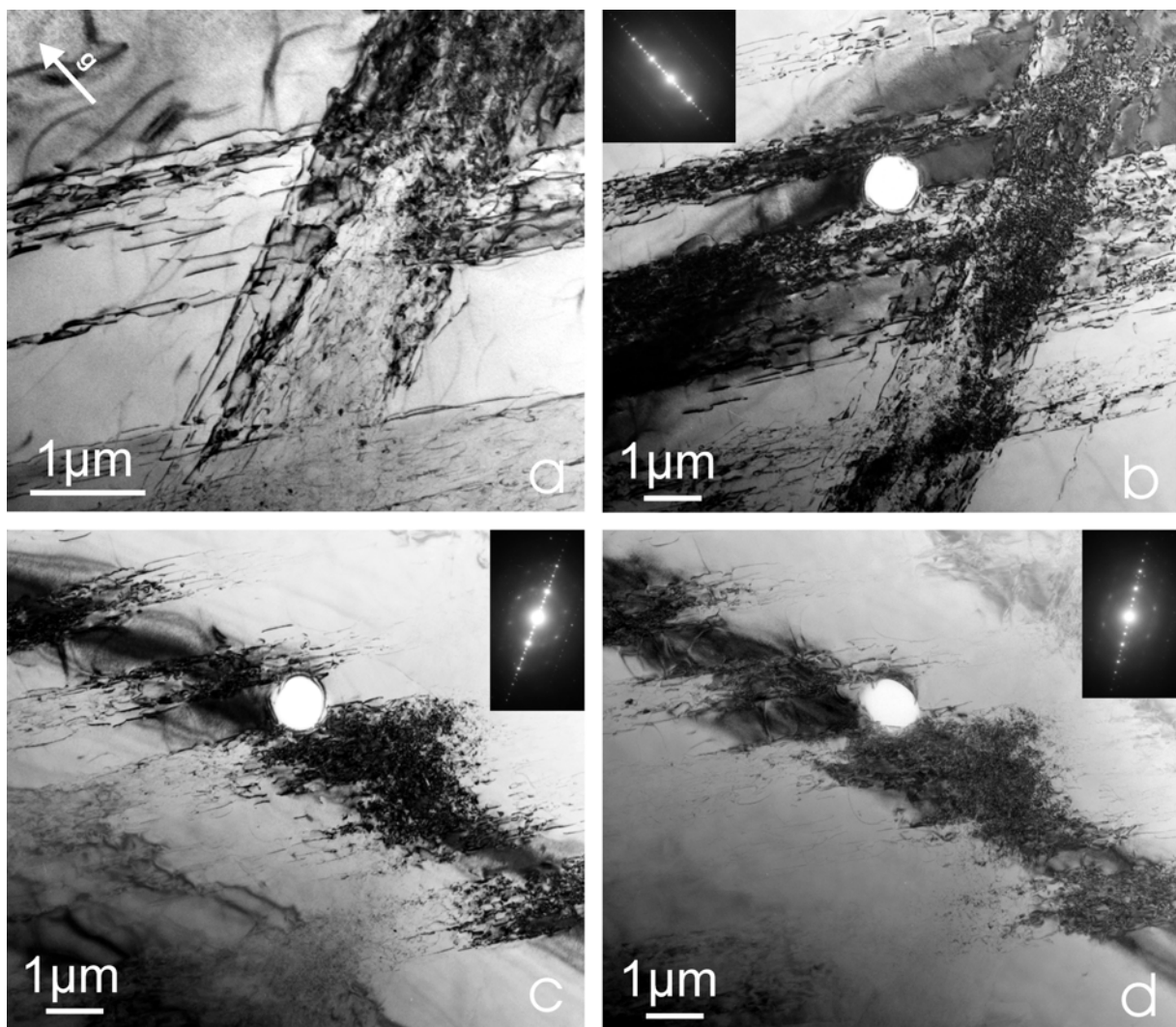


Abb. 6.11: Versetzungsbänder in einer Querschnittsprobe einer unter stationärem Fließen bei 580°C in 2-zähliger Richtung verformten Druckprobe. $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{s}^{-1}$, $\epsilon = 2\%$, $\vec{g}_{a,b} = (\bar{1}/0\ 0/1\ 0/0)$, $\vec{g}_c = (1/0\ 0/1\ 0/0)$, $\vec{g}_d = (\bar{1}/0\ \bar{1}/\bar{1}\ 0/1)$.

Diese gebogenen Versetzungen besitzen größere Krümmungsradien im Vergleich zu den Versetzungen der Bänder und sie zeigen keine Vorzugsrichtung. In der oberen linken Ecke von Abb. 6.11a sind einige Versetzungen dieser Schar als Doppellinien abgebildet. Die Bilder 6.11b, c und d zeigen den gleichen Probenausschnitt, wie man leicht an dem Loch in der Mitte erkennen kann. Wie in Abb. 6.11a sind in Abb. 6.11b unter den gleichen Abbildungsbedingungen zwei Scharen von Versetzungsbändern unterschiedlicher Orientierung zu erkennen. Die Bilder 6.11c und d wurden mit $\vec{g}_c = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$ und $\vec{g}_d = (\bar{1}/0 \ \bar{1}/\bar{1} \ 0/1)$ abgebildet, wobei das näherungsweise vertikal verlaufende Versetzungsband ausgelöscht ist. Aufgrund der starken Verbiegung der Probe ändern sich die Abbildungsbedingungen im abgebildeten Probenbereich beträchtlich. Der für die Beugungsaufnahmen genutzte Probenbereich wurde mit einer Feldblende auf ein Gebiet von ca. 2 μm Durchmesser in der Nähe der Biegekonturen begrenzt. Die angegebenen Abbildungsbedingungen gelten also nur in der unmittelbaren Nähe der Biegelinien, und die Versetzungen der nicht ausgelöschten, horizontal verlaufenden Bänder werden dementsprechend nur dort sichtbar. Für die Versetzungen des annähernd vertikal verlaufenden Bandes ergibt sich anhand der zwei Auslöschungen für die Richtung des parallelen Anteils des Burgersvektors eine 2-zählige $[\bar{1}/\bar{1} \ 0/1 \ 1/0]$ -Richtung. Der Burgersvektor steht demnach senkrecht auf dem Versetzungsband und schließt mit der Druckrichtung einen Winkel von 72° ein. Die Versetzungen sind also wieder überwiegend Stufenversetzungen mit einer großen Kletterkraft.

Abbildung 6.12 zeigt dieselbe Probe wie Abb. 6.11 in der gleichen Orientierung an einer anderen Stelle. Es ist immer der gleiche Probenausschnitt dargestellt. Wie in Abb. 6.11a ist in Bild 6.12a mit $\vec{g}_a = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$ ein annähernd horizontal verlaufendes schmales Versetzungsband A mit dünn dargestellten Versetzungen abgebildet. Die Versetzungen sind in der Projektion wieder parallel zur Bandrichtung orientiert. In Bereichen starker Abbildungsbedingungen sind neben den langen geraden Versetzungen noch kurze und stark gekrümmte Versetzungen sehr hoher Dichte zu sehen, die teilweise nicht mehr aufgelöst werden können. Eine zweite Schar von Versetzungen B mit geringerer Dichte zeigt eine zum ersten Band senkrechte Orientierung und ist hauptsächlich zwischen den Bändern der ersten Schar sichtbar. In den Bildern 6.12b und c sind mit den $\vec{g}$ -Vektoren $\vec{g}_b = (0/2 \ 0/0 \ 0/0)$ und $\vec{g}_c = (0/\bar{1} \ 0/0 \ 1/0)$ die geraden Versetzungen des horizontal verlaufenden Bandes ausgelöscht. Für die Richtung des parallelen Anteils des Burgersvektors ergibt sich $[0/0 \ 0/2 \ 0/0]$. Sie schließt mit der Druckrichtung als auch mit der Linienrichtung einen Winkel

von 90° ein. Diese Versetzungen erfahren aus der angreifenden Spannung überhaupt keine Kraft. Sie müssen sich also unter einer chemischen Kraft bewegt haben.

Die etwa vertikal orientierten Versetzungen sind in den Bildern 6.12d und e mit $\vec{g}_d = (0/0\ 0/2\ 0/0)$ und $\vec{g}_e = (0/0\ 1/2\ 0/1)$ ausgelöscht. In Bild 6.12e kann der nötige 3-zählige $\vec{g}$ -Vektor nur schwach und nicht ohne Anregung benachbarter Reflexe eingestellt werden. Die Abbildungsbedingungen sind daher schlecht und die vertikalen Versetzungen nicht ganz ausgelöscht. Durch dynamische Beobachtung mit $\vec{g}_e$ am Mikroskop als auch durch Ausschluss aller Möglichkeiten, die durch Bild 6.12d eingeschränkt werden, ergibt sich für die Richtung von $\vec{b}_{\parallel}$ die $[0/2\ 0/0\ 0/0]$ -Richtung. Dieser Burgersvektor steht ebenfalls senkrecht auf der Druckrichtung als auch auf den Versetzungen, d.h. diese Versetzungen erfahren auch keine Kraft.

Bei der Verformung bei 532°C konnte mit einer Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-6} s^{-1} bis zu einer Spannung von 1500 MPa kein Bereich des stationären Fließens erreicht werden. Die sich nach 0,5 % plastischer Dehnung gebildete Mikrostruktur ist in Abb. 6.13 dargestellt. In allen Bildern von Abb. 6.13 treten Doppellinienkontraste bzw. vereinzelt auch Dreifachlinien auf. Besonders in den Bildern b und d, wo der zur Abbildung genutzte $\vec{g}$ -Vektor parallel zum physikalischen Anteil des Burgersvektors der nichtausgelöschten Versetzungen liegt, sind die Linien überwiegend dick und häufig als Doppellinien abgebildet. Bild 6.13a zeigt unter $\vec{g}_a = (\bar{1}/\bar{1}\ 0/\bar{1}\ 1/0)$ eine augenscheinlich ungerichtete Anordnung von gekrümmten Versetzungen. Es lassen sich keine kristallographisch orientierten Segmente ausmachen. Man kann flächenhafte Kontraste gleichen Grauwertes, die durch Versetzungen umrandet werden, erkennen. Zusätzlich sind noch flächenhafte Streifenkontraste schwach abgebildet, wobei nicht festzustellen ist, wodurch sie begrenzt werden. Die Bilder 6.13b, c und d zeigen annähernd den gleichen Probenausschnitt, der jedoch nicht mit dem von Bild 6.13a übereinstimmt. Zur besseren Orientierung ist eine identische Stelle durch Pfeile gekennzeichnet. In Bild 6.13b sind neben wenigen kristallographisch orientierten Segmenten gekrümmte Versetzungen sichtbar, wobei die Krümmungsradien stark variieren. Teilweise sind die Versetzungen zwischen Hindernissen ausgebaucht. Der zur Abbildung genutzte $\vec{g}$ -Vektor ist $\vec{g}_b = (1/0\ \bar{1}/\bar{1}\ 0/1)$. Bild 6.13c und d wurden mit $\vec{g}_c = (0/0\ 0/2\ 0/0)$ und $\vec{g}_d = (0/2\ 0/0\ 0/0)$ abgebildet. Obwohl sie den gleichen Probenausschnitt zeigen, sind die Versetzungsstrukturen sehr unterschiedlich. Es wird jeweils eine Versetzungsschar abgebildet, deren Vorzugsrichtung senkrecht zu dem genutzten $\vec{g}$ -Vektor liegt. Nur wenige

Versetzungssegmente sind in beiden Abbildungen zu finden. Ein erheblicher Teil der Versetzungslinien werden als Doppellinien mit starkem Kontrast abgebildet.

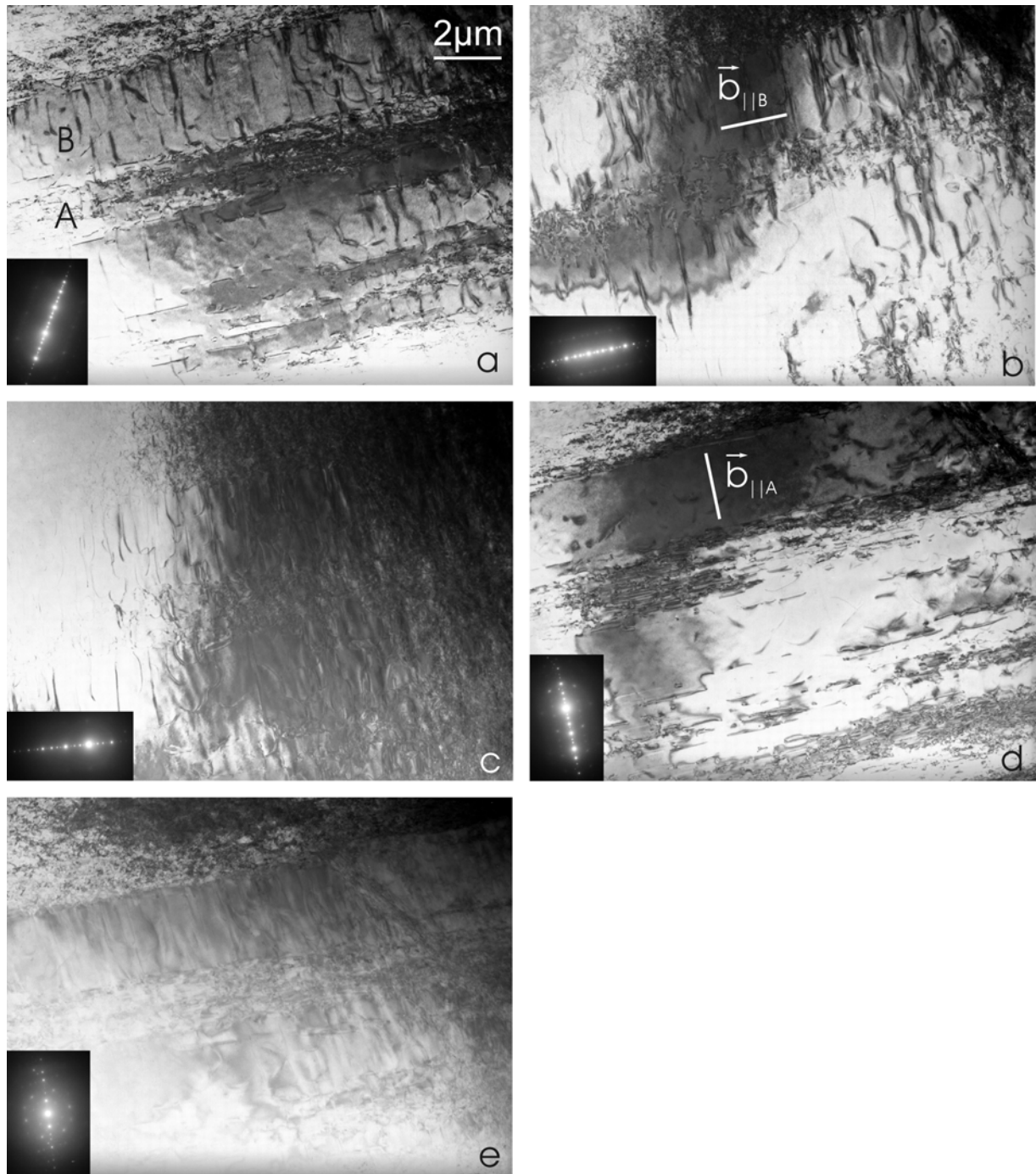


Abb. 6.12: Gleiche Probe wie in Abb. 6.11 an einer anderen Stelle. $\vec{g}_a = (1/0\ 0/1\ 0/0)$, $\vec{g}_b = (0/2\ 0/0\ 0/0)$, $\vec{g}_c = (0/\bar{1}\ 0/0\ 1/0)$, $\vec{g}_d = (0/0\ 0/2\ 0/0)$, $\vec{g}_e = (0/0\ 1/2\ 0/1)$. $\vec{b}_{\parallel A}$ und $\vec{b}_{\parallel B}$ kennzeichnen die Richtung des physikalischen Burgersvektors der Versetzungen von Schar A und B.

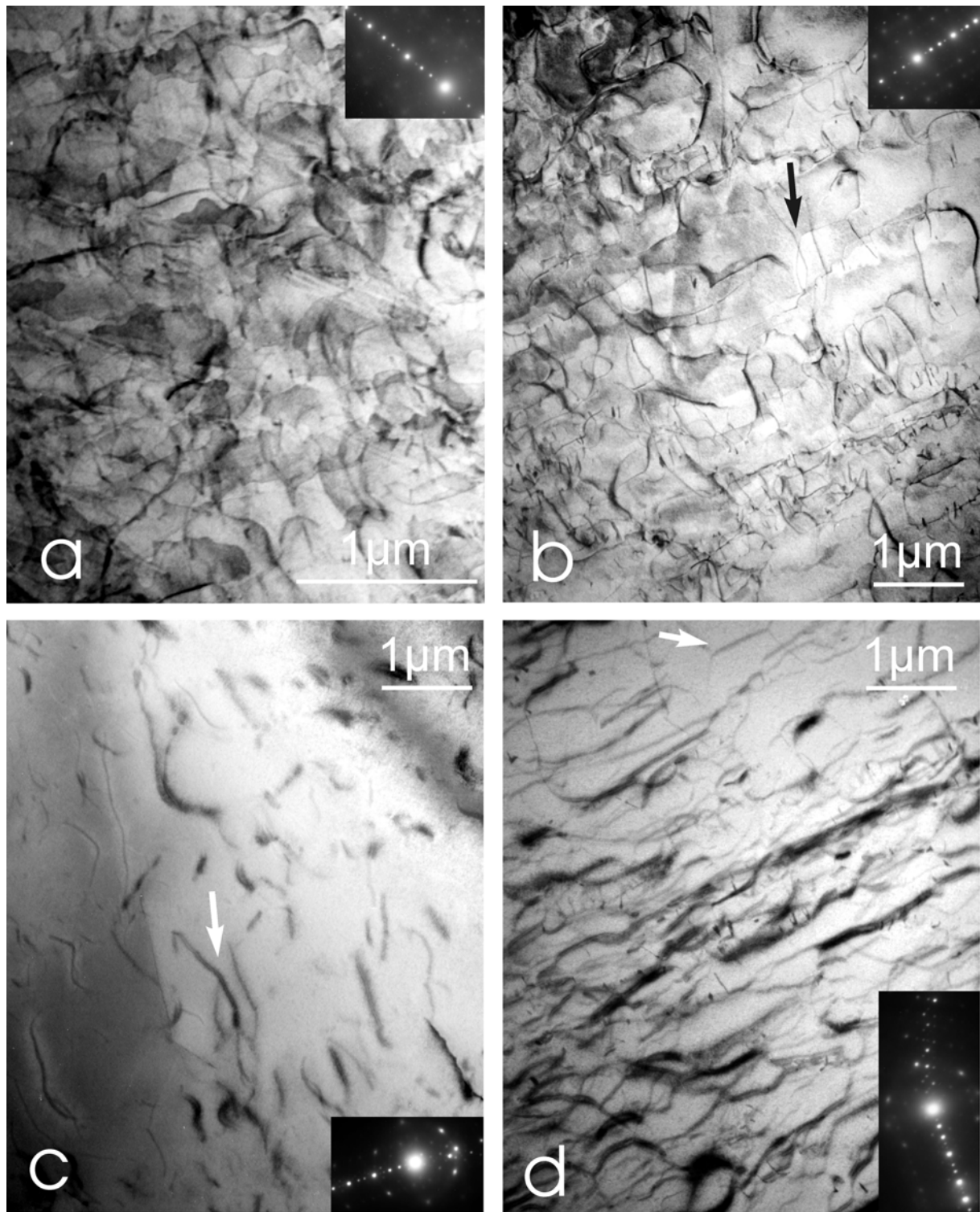


Abb. 6.13: Hellfeldaufnahme einer Querschnittsprobe aus einer bei 532 °C in 2-zähliger Druckrichtung verformten Druckprobe. $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon = 0,5 \%$, $\vec{g}_a = (\bar{1}/\bar{1} \ 0/\bar{1} \ 1/0)$, $\vec{g}_b = (1/0 \ \bar{1}/\bar{1} \ 0/1)$, $\vec{g}_c = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$, $\vec{g}_d = (0/2 \ 0/0 \ 0/0)$.

Als Ursache für den starken Kontrast kann eine starke Anregung mit niedrig indizierten Reflexen ausgeschlossen werden, da sich erstens dünn abgebildete Linien in direkter Nachbarschaft befinden und zweitens die Biegelinie relativ weit entfernt liegt.

Die Doppellinien sind jeweils ein parallel verlaufendes Paar identischer, teilweise feiner, Linien. Als Doppellinien werden nur Versetzungen abgebildet, die in dem anderen Bild ausgelöscht sind, wobei zu betonen ist, dass die $\vec{g}$ -Vektoren senkrecht aufeinander stehen. Obwohl jeweils eine zweite Auslöschung für die eindeutige Burgersvektorbestimmung fehlt, ist zu vermuten, dass die als Doppellinien dargestellten Versetzungen einen Burgersvektor besitzen, dessen paralleler Anteil mit der Richtung des abbildenden $\vec{g}$ -Vektors übereinstimmt. Die Versetzungen besitzen also wie in Abb. 6.12 Stufencharakter und sie könnten in Teilversetzungen aufgespalten sein.

Die nächst niedrigere Verformungstemperatur betrug 487 °C. Bei einer totalen Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-6} s^{-1} konnte ebenfalls kein Bereich stationären Fließens erreicht werden. Die maximale Spannung betrug 1628 MPa. Obwohl nach Entlastung nur eine plastische Dehnung von 0,35 % zurückblieb, ist die während der Verformung entstandene und in Abb. 6.14 abgebildete Versetzungsdichte sehr hoch. Die Probe mit 2-zähliger Druckachse wurde als TEM-Querschnittsprobe mit der $[0/2 \ 0/0 \ 0/0]$ -Druckachse parallel zur Probennormale präpariert. Die Bilder zeigen den gleichen Probenausschnitt unter verschiedenen Anregungsbedingungen. Aufgrund der großen Dicke der Probe und der Schwierigkeit, genau eine Reihe von Reflexen anzuregen, ist die Abbildungsqualität schlecht. Bild 6.14a wurde mit $\vec{g}_a = (1/0 \ 1/1 \ 0/1)$ abgebildet. Die Versetzungen zeigen keine Vorzugsrichtung. Es sind stark ausgebauchte Versetzungssegmente zu erkennen. Gerade und kristallographisch orientierte Linienabschnitte sind im Gegensatz zu hohen Verformungstemperaturen nicht mehr zu erkennen. Die Versetzungsdichte ist sehr hoch.

In den Bildern 6.14b - f sind jeweils viele Versetzungen von Bild 6.14a ausgelöscht. Die zur Abbildung genutzten $\vec{g}$ -Vektoren lauten $\vec{g}_b = (0/2 \ 0/0 \ 0/0)$, $\vec{g}_c = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$, $\vec{g}_d = (\bar{1}/0 \ 0/1 \ 0/0)$, $\vec{g}_e = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$ und $\vec{g}_f = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$, wobei die Bilder 6.14c und f mit dem gleichen reziproken Gittervektor aber in der Nähe verschiedener Pole aufgenommen wurden. Die Scharen nichtausgelöschter Versetzungen zeigen eine bevorzugte Orientierung jeweils senkrecht zum abbildenden $\vec{g}$ -Vektor. Es sind keine geraden Versetzungssegmente zu beobachten.

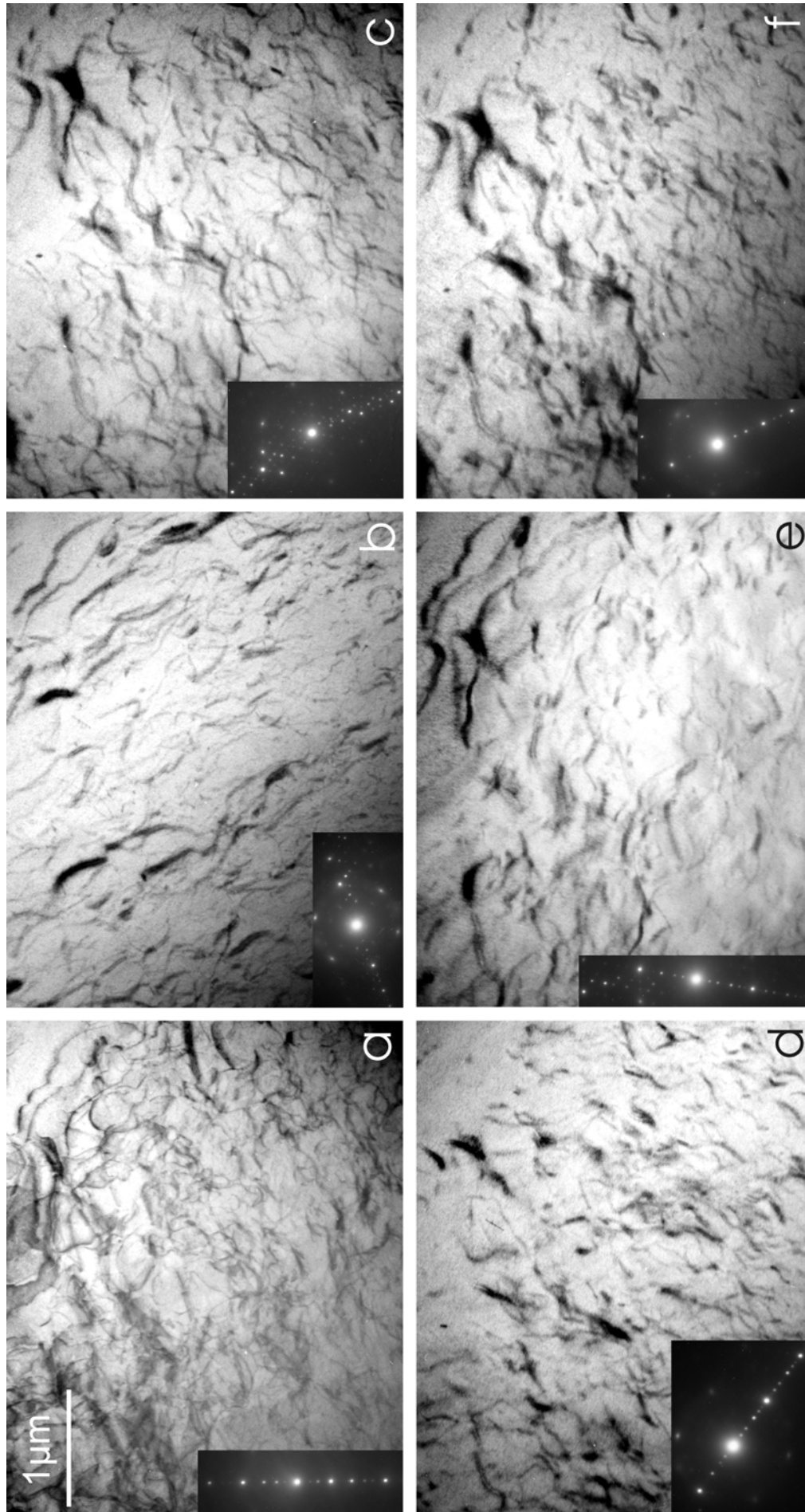


Abb. 6.14: Hellfeldaufnahmen einer bei 487 °C verformten Querschnittsprobe. $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon = 2 \%$. Die 2-zählige Probennormale entspricht der $[0/0 \ 0/0 \ 0/2]$ -Druckrichtung. Alle Bilder zeigen den gleichen Probenausschnitt. $\vec{g}_a = (1/0 \ 1/1 \ 0/1)$, $\vec{g}_b = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$, $\vec{g}_c = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$, $\vec{g}_d = (\bar{1}/0 \ 0/1 \ 0/0)$, $\vec{g}_e = (1/0 \ 0/1 \ 0/0)$, $\vec{g}_f = (0/0 \ 0/2 \ 0/0)$.

Einige Versetzungen werden unter bestimmten Abbildungsbedingungen wiederum als Doppellinien dargestellt. In Abb. 6.15 ist eine typische Doppellinie zu erkennen, die an der rechten Seite in zwei einzelne, voneinander unabhängige Versetzungen aufgespalten ist.

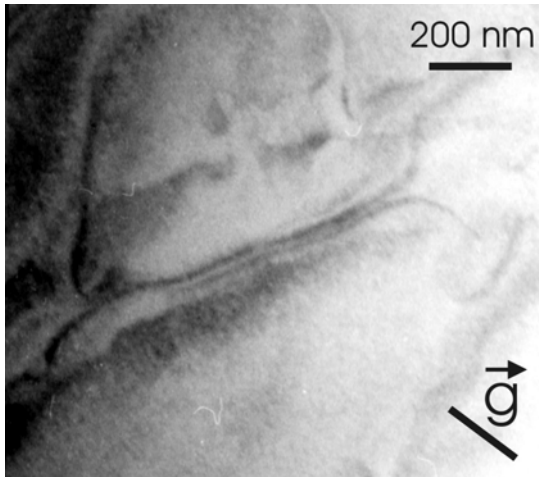


Abb. 6.15: Bildausschnitt der gleichen Probe wie in Abb. 6.14 ($T = 487^\circ\text{C}$, $\vec{g} = (1/1\ 0/1\ 1/0)$).

Das Experiment mit der niedrigsten Verformungstemperatur wurde bei 482°C in 5-zähliger Druckrichtung durchgeführt. Obwohl eine maximale Spannung von 1670 MPa erreicht wurde, konnte die obere Streckgrenze nicht überwunden werden. Nach Entlastung blieb eine plastische Dehnung von 0,35 % zurück. Die vier Bilder von Abb. 6.16 zeigen den selben Probenausschnitt bei verschiedenen Anregungsbedingungen. Bild 6.16a wurde mit $\vec{g}_a = (\bar{1}/0\ 0/1\ 0/0)$ abgebildet und zeigt gekrümmte Versetzungen ohne eine deutlich bevorzugte Orientierung. Die Versetzungslinien sind teilweise gezackt bzw. in der Form eines Fingers lang ausgezogen. Vereinzelt treten über längere Distanzen nahezu parallel verlaufende Versetzungspaare auf. Diese sind jedoch nicht mit den Doppellinienkontrasten vorheriger Abbildungen zu verwechseln.

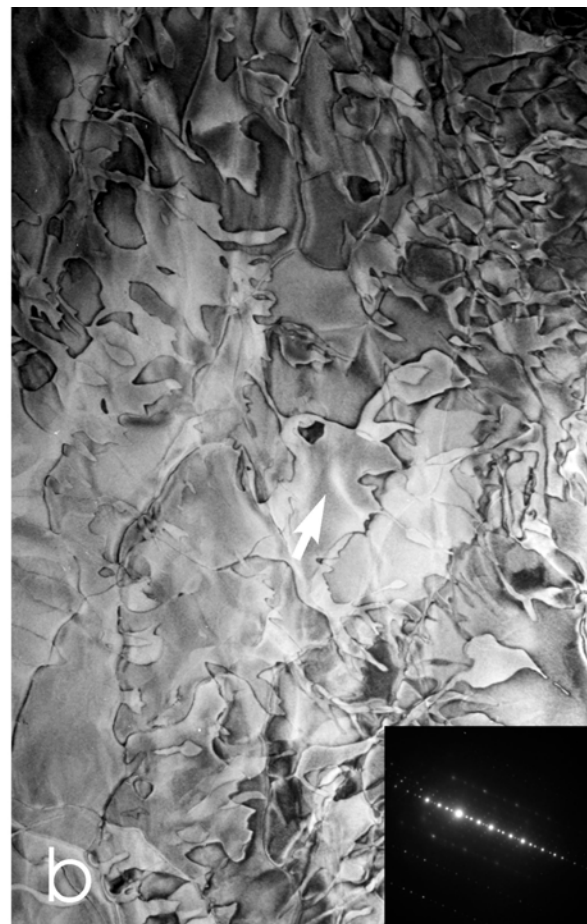


Abb. 6.16 (vorherige Seite): Mikrostruktur nach Verformung bis 0,35 % plastischer Dehnung bei 482°C und einer totalen Dehnungsrate von 10^{-6} s^{-1} . Die TEM-Probennormale entspricht der 5-zähligen $[1/0 \ 0/1 \ 0/0]$ -Druckrichtung. $\bar{g}_a = (\bar{1}/0 \ 0/1 \ 0/0)$, $\bar{g}_b = (0/1 \ 0/0 \ 1/0)$, $\bar{g}_c = (0/0 \ 1/0 \ 0/\bar{1})$, $\bar{g}_d = (0/1 \ \bar{1}/0 \ 1/1)$.

In den Bildern 6.16b, c und d ist jeweils eine Schar von Versetzungen ausgelöscht. Eine Probenstelle mit einer markanten Versetzung dieser Schar ist jeweils mit einem Pfeil gekennzeichnet. Die zur Abbildung genutzten Beugungsbedingungen lauten $\bar{g}_b = (0/1 \ 0/0 \ 1/0)$, $\bar{g}_c = (0/0 \ 1/0 \ 0/\bar{1})$ und $\bar{g}_d = (0/1 \ \bar{1}/0 \ 1/1)$. Für die Richtung des parallelen Anteils des Burgersvektors der ausgelöschten Schar ergibt sich $[\bar{1}/0 \ 1/1 \ 0/1]$ mit 2-zähliger Symmetrie, welcher mit der Druckrichtung einen Winkel von 58° einschließt.

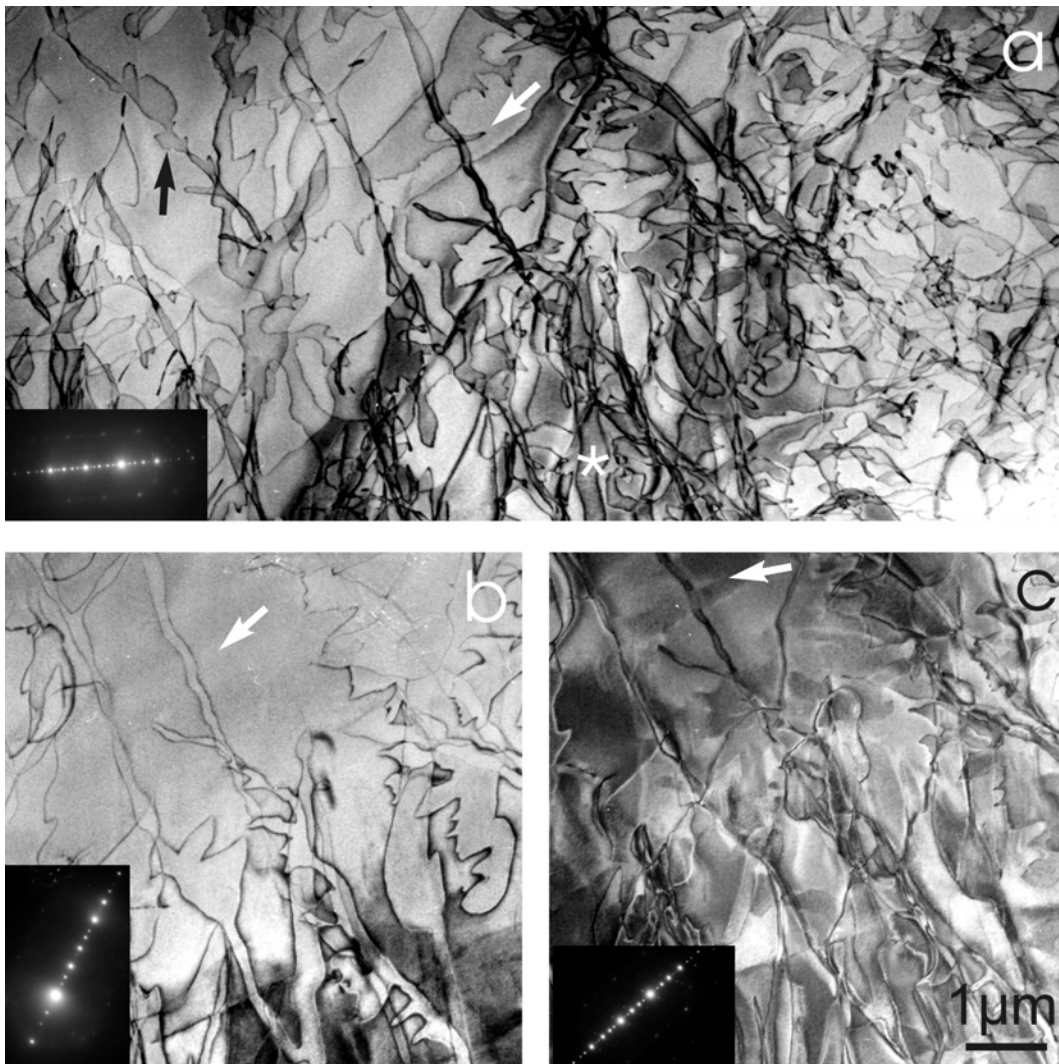


Abb. 6.17: Benachbarte Probenstelle von Abb. 6.16 mit $\bar{g}_a = (\bar{1}/0 \ 0/1 \ 0/0)$, $\bar{g}_b = (0/1 \ \bar{1}/0 \ \bar{1}/\bar{1})$, $\bar{g}_c = (0/1 \ 0/0 \ \bar{1}/0)$.

In Abb. 6.17 ist ein benachbarter Probenausschnitt von Abb. 6.16 zu sehen. Bild 6.17a ist unter den gleichen Anregungsbedingungen aufgenommen wie Bild 6.16a. In den Bildern 6.17b und 6.17c ist eine Schar von Versetzungen ausgelöscht. Ein typisches Segment dieser ausgelöschten Versetzungen ist in allen drei Bildern mit einem weißen Pfeil markiert. Aus den beiden Anregungsbedingungen der Auslöschungen ergibt sich für die Richtung des Parallelanteils des Burgersvektors $[\bar{1}/0 \ 1/1 \ 0/\bar{1}]$. Dies ist wie bei der ausgelöschten Schar von Versetzungen von Abb. 6.16 ein 2-zähliger Burgersvektor, der mit der Druckachse einen Winkel von 58° einschließt und näherungsweise senkrecht auf den Versetzungslinien steht. Das in Abb. 6.17a mit einem schwarzen Pfeil markierte Versetzungsgebilde gehört zu der ausgelöschten Schar von Versetzungen in Abb. 6.16. Stereoabbildungen zeigen, dass die Ausbauchungen der beiden Versetzungslinien nicht auf einer Ebene liegen. Die Schnittlinie der beiden Ebenen liegt etwa im Bereich der parallel verlaufenden Versetzungsabschnitte, wovon aus die Ebenen schräg nach oben zur Probenoberfläche verlaufen.



Abb. 6.18: Benachbarte Probenstelle von Abb. 6.16 mit flächenhaften Kontrasten unter $\vec{g} = (1/1 \ 0/\bar{1} \ \bar{1}/0)$.

Abbildung 6.18 zeigt einen größeren Probenausschnitt der gleichen Stelle wie Abb. 6.17 mit dem Anregungsvektor $\vec{g} = (1/1 \ 0/\bar{1} \ \bar{1}/0)$. Der Stern in Abb. 6.16a, Abb. 6.17a und Abb. 6.18 kennzeichnet die gleiche Probenstelle. Auffällig ist der unter dieser Abbildungsbedingung für

diese Probe typische Kontrast. Flächen gleicher Helligkeit werden von Versetzungen begrenzt, die oft geschlossen sind. Stereoabbildungen zeigen, dass die umrandeten Flächen näherungsweise in Ebenen liegen, einzelne Ausbuchtungen aber aus diesen Ebenen herausragen.

Die Auswertung der TEM-Hellfeldaufnahmen nach der in Kapitel 3.2 beschriebenen Schnittpunktmethode ergibt die Versetzungsdichten, die in Abb. 6.19 in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur dargestellt sind. Die Foliendicke t in Gl. (3.35) konnte nicht direkt gemessen werden. Aufgrund von Abschätzungen mit Hilfe von Stereoaufnahmen wurde für alle Proben ein $t = 500 \text{ nm}$ eingesetzt. In Tabelle 6.1 sind die ermittelten Versetzungsdichten noch mal explizit angegeben. Die schwarzen Symbole kennzeichnen Versuche, bei denen bis in den stationären Bereich hinein verformt wurde, mit plastischen Dehnungen zwischen 2 - 8 %. Die durch rote Symbole gekennzeichneten Versuche wurden im Anfahrbereich beendet. Die plastischen Dehnungen der nur im Anfahrbereich zwischen 610°C und 482°C verformten Proben betragen in der Reihenfolge abfallender Temperatur 0,64%, 0,45%, 0,35% und 0,33%. Bei inhomogenen Versetzungsstrukturen entspricht die angegebene Versetzungsdichte derjenigen in den Bändern.

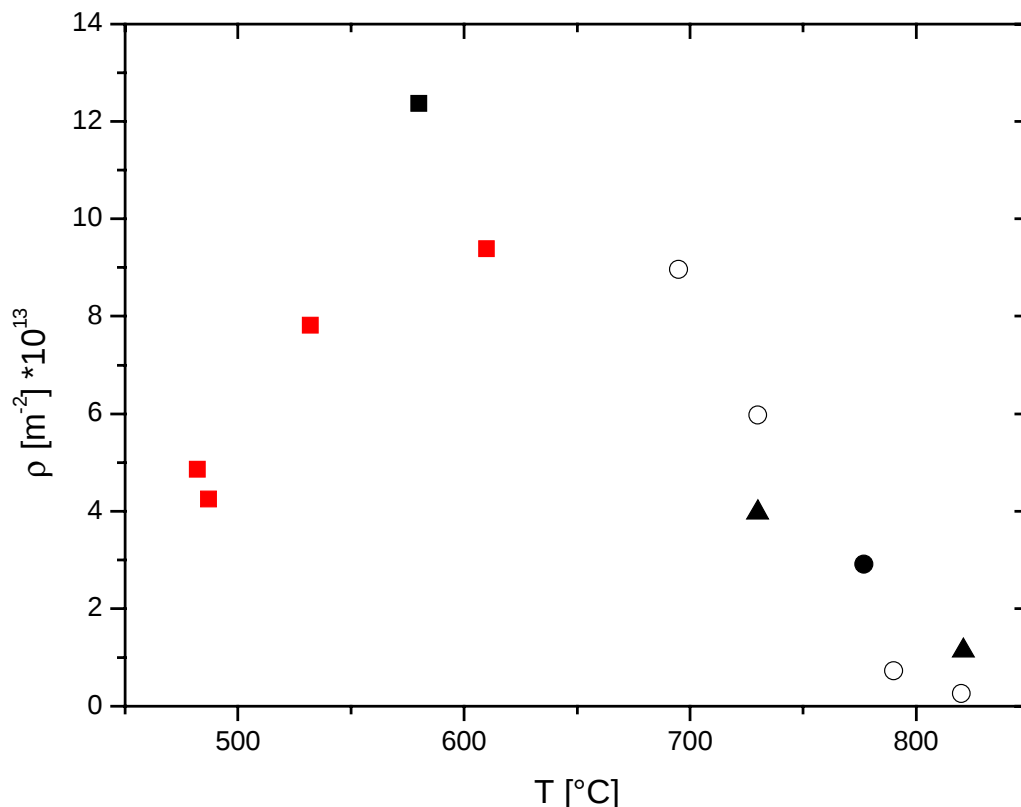


Abb. 6.19: Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der Verformungstemperatur ($10^{-6} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Quadrate, $10^{-5} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Kreise, $10^{-4} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Dreiecke) ermittelt für Verformung im Verfestigungs- (rot) bzw. stationären (schwarz) Bereich. Die offenen Symbole sind von Schall u.a. [50] übernommen.

Tab. 6.1: Versetzungsdichten von Abb. 6.19.

T [°C]	482	487	532	580	610	730	777	821
$\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	10 ⁻⁶	10 ⁻⁶	10 ⁻⁶	10 ⁻⁶	10 ⁻⁶	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴
ρ [10 ¹³ m ⁻²]	4,9	4,3	7,8	12,4	9,4	4,0	2,9	1,1

Im Temperaturbereich zwischen 821°C und 532°C ist ein näherungsweise linearer Anstieg der Versetzungsdichte mit sinkender Verformungstemperatur zu erkennen. Der Abfall der Versetzungsdichten für Temperaturen unter 500°C wird weiter unten diskutiert. Im Vergleich sind die Werte von Schall u.a. [50] für $T > 750^\circ\text{C}$ kleiner und für $T < 750^\circ\text{C}$ größer als die in dieser Arbeit ermittelten Werte, wobei ebenfalls ein annähernd linearer Zusammenhang besteht.

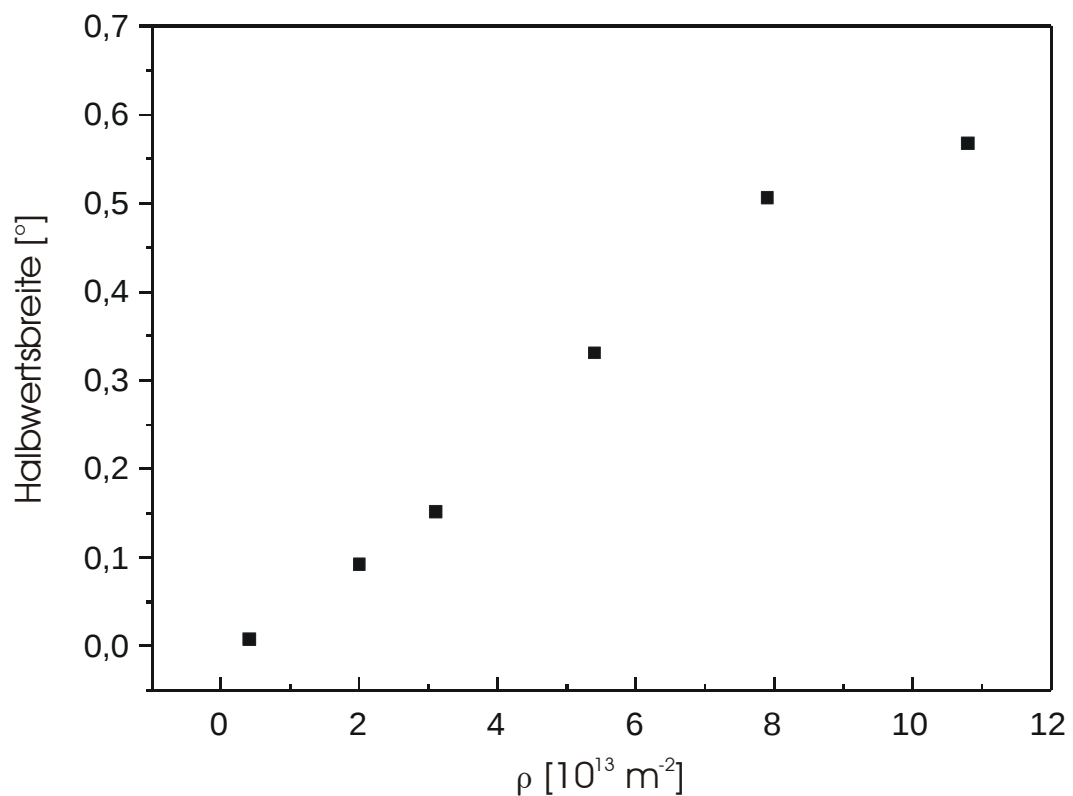


Abb. 6.20: Abhängigkeit der über mehrere Reflexe gemittelten Halbwertsbreite von Röntgenreflexprofilen von der Versetzungsdichte (nach Strümpel [60]).

Zur integralen Bestimmung der Versetzungsdichte wurden fünf Proben zwischen 814°C und 596°C mit $\dot{\epsilon}_t = 2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ bis in den stationären Bereich ($\epsilon \approx 2\%$) hinein verformt und von

Claudia Strümpel [60] mit Hilfe von Röntgenbeugung untersucht. Die Halbwertsbreiten der Rockingkurven wurden über vier Ordnungen 2-zähliger Reflexe von drei verschiedenen Richtungen gemittelt und in Abb. 6.20 über der Versetzungsdichte dargestellt. Die Versetzungsdichten wurden aus Abb. 6.19 entsprechend ihrer Verformungstemperatur ermittelt. Die gemittelte Halbwertsbreite steigt nahezu linear mit der Versetzungsdichte an.

In Abb. 6.21 ist zur anschaulichen Darstellung die Verbreiterung des (2/4 0/0 0/0)-Reflexes in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur dargestellt. Die Ursache für die größere Halbwertsbreite des 700°C-Peak gegenüber dem 644°C-Peak liegt offensichtlich in der Streuung der individuellen Kurven.

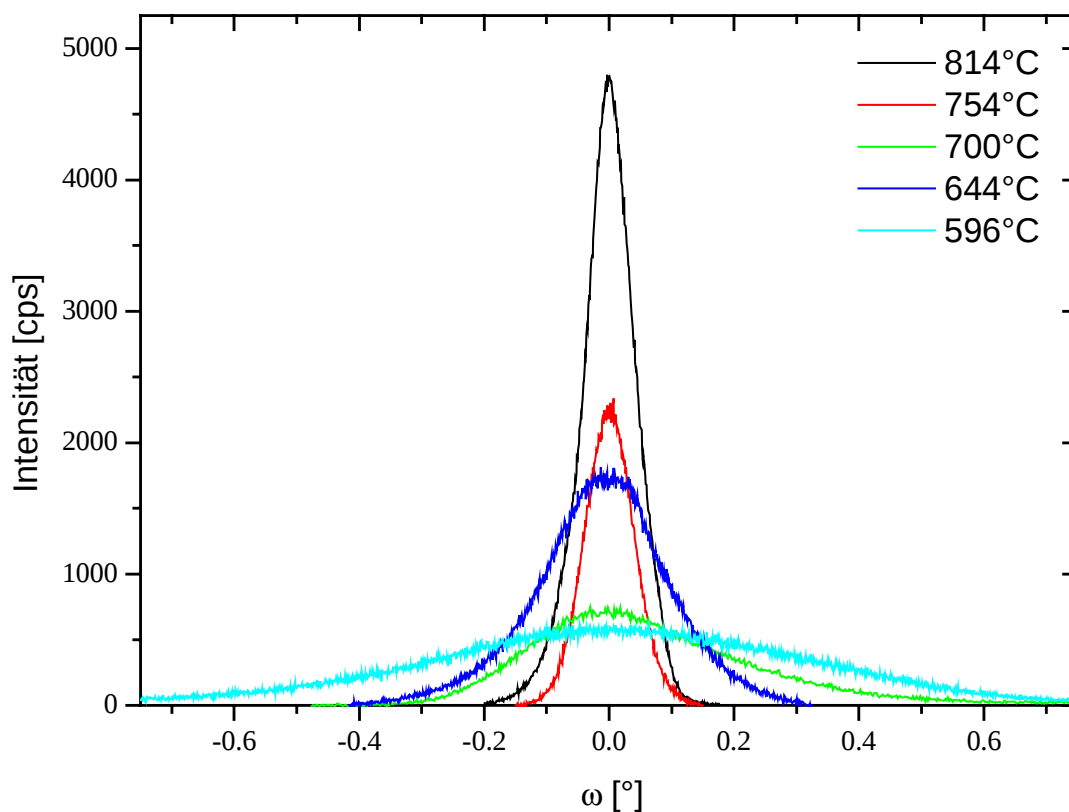


Abb. 6.21: Rockingkurven des (2/4 0/0 0/0)-Reflexes bei verschiedenen Verformungstemperaturen (nach Strümpel [60]).

7. Diskussion

7.1 Aktivierungsparameter

In ersten Arbeiten zur Berechnung der Aktivierungsparameter [6] wurden die Daten im Bereich der oberen Streckgrenze der makroskopischen Verformungskurven diskutiert. Versetzungsdichtemessungen [50] zeigten jedoch bald eine starke Änderung der Mikrostruktur in diesem Verformungsbereich, wodurch eine wichtige Voraussetzung zur Auswertbarkeit der Aktivierungsparameter nicht erfüllt ist. In der Arbeit von Geyer [4] wurden daher die Spannungen in einem näherungsweise stationären Zustand im Bereich der unteren Streckgrenze bzw. dem darauffolgendem Plateau aufgenommen. Die in Abb. 6.4 über der Temperatur aufgetragene Spannung wurde ebenfalls im Bereich der unteren Streckgrenze bzw. im Bereich der stationären Verformung aufgenommen. In diesem Bereich besteht ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Verfestigung und Erholung. Verfestigung wird z.B. beim Vergleich einer originalen mit einer wiederholten Relaxation im Anfahrbereich deutlich (Abb. 6.6). Die Kurve der wiederholten Relaxation ist im gesamten Bereich um einen konstanten Betrag zu höheren Spannungen verschoben. Die Zunahme der Spannung bei gleicher plastischer Dehnungsrate entspricht der Verfestigung. Der Verfestigungskoeffizient θ ergibt sich nach Gl. (5.3) als Quotient aus dieser Spannungsdifferenz und der Zunahme der plastischen Dehnung der Probe. Wie in Kapitel 6.1 gezeigt wurde, sind die Verfestigungskoeffizienten mit bis zu $3E$ im Anfahrbereich sehr hoch.

Vergleicht man eine originale mit einer wiederholten Relaxation, die im Bereich der stationären Verformung durchgeführt wurde, ist am Beginn der Relaxationen ebenfalls eine Verschiebung der wiederholten Relaxationskurve zu einer geringeren plastischen Dehnungsrate zu beobachten. Diese Spannungszunahme entspricht jedoch nicht der Verfestigung aus dem Anfahrbereich, da sich während der Relaxation der Verlauf der wiederholten Relaxation der originalen Kurve anpasst (siehe Ab. 6.5). Alle weiteren wiederholten Relaxationen liegen etwa auf der Kurve der ersten wiederholten Relaxation. Diese Unterschiede weisen auf eine Änderung der Mikrostruktur im Verlauf der originalen Relaxation hin, während im Verlauf weiterer wiederholter Relaxationen keine Änderungen mehr stattfinden. Im stationären Verformungsbereich muss also die beobachtete Verfestigung durch Erholungsvorgänge kompensiert werden. Geyer u.a. [4] konnten zeigen, dass sich der anfängliche Spannungsunterschied mit abnehmender Verformungstemperatur verringert und bei ca. 630°C

verschwindet. Dies ist ein Hinweis auf eine abnehmende Bedeutung von Erholungsvorgängen bei niedrigeren Temperaturen, was durch die Temperaturabhängigkeit der für die Erholung nötigen Prozesse erklärt wird. Neueste Hinweise aus der Literatur auf effektiv ablaufende Kletterprozesse als Hauptmechanismus der Verformung im Temperaturbereich der durchgeführten Experimente als auch die weiter unten diskutierten eigenen Mikrostrukturuntersuchungen geben Anlaß, die bisherige Bedeutung von Gleiten und Klettern für die Prozesse der Verfestigung und Erholung neu zu betrachten. Im gesamten Temperaturbereich der makroskopischen Verformungsexperimente, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, geben die Mikrostrukturaufnahmen Hinweise auf Versetzungsscharen, die sich durch Klettern bewegt haben. Der Temperaturbereich, in dem Klettern einen effektiven Beitrag zur Verformung beitragen kann, sollte durch die Aktivierungsenergie des langsamsten Diffusors bestimmt sein. Im Fall von Al-Pd-Mn ist dies Pd mit 2,32 eV [17], was zu einer Temperatur von 300°C als unterer Grenze für effektive Kletterprozesse führt. Dieser Wert korreliert nicht mit dem experimentell ermittelten Wert von 600 - 630°C für die Grenze effektiv ablaufender Erholungsvorgänge. In einem Vortrag von Momprou u.a. [61] wurden In-situ-Aufnahmen von Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen gezeigt, in denen sich zwei Versetzungen mit entgegengesetzten Burgersvektoren durch reines Klettern auf benachbarten Ebenen schnell aufeinander zu bewegten, der für die Annihilation der beiden Versetzungen nötige Gleitvorgang jedoch im Zeitrahmen der Aufnahmen (mehr als 30 min) nicht stattfand. Demnach scheint es einen Temperaturbereich zu geben, in dem Klettern schnell und Gleiten langsam abläuft. Gegenüber der bisherigen Interpretation muss daher die Rolle von Gleiten und Klettern umgedreht werden. Der Hauptmechanismus zur plastischen Verformung in ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen ist Klettern, welches mit einer Aktivierungsenergie von ca. 2,32 eV bis zu etwa 300°C hinreichend schnell ablaufen sollte. Da Versetzungen, die sich durch reines Klettern bewegen, nur auf festen Ebenen bewegen können, ist für die Versetzungsannihilation der Erholung Gleiten erforderlich. Den Gleitprozessen kann die ermittelte Aktivierungsenergie von ca. 3,5 - 4 eV zugeordnet werden, was der gefundenen Grenztemperatur von 600 - 630°C für effektive Erholung entspricht. Unterhalb dieser Grenztemperatur sind die für die Erholung nötigen Gleitprozesse zu langsam, so dass keine Erholung mehr stattfindet. Da sich die stationäre Fließspannung im Gleichgewicht zwischen Verfestigung und Erholung einstellt, spiegelt die Spannungs-Temperatur-Kurve von Abb. 6.4 nicht die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsbeweglichkeit wider.

Dass die Verfestigung eine große Rolle bei der Verformung ikosaedrischer Quasikristalle spielt, wird auch durch den Vergleich der Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsgrenze mit derjenigen der stationären Fließspannung in Abb. 6.8 deutlich. Bei hohen Verformungstemperaturen fallen beide Spannungen etwa zusammen. Mit abnehmender Temperatur steigt die Elastizitätsgrenze im Vergleich zur stationären Fließspannung nur langsam an. Die stärkere Zunahme der stationären Fließspannung kann auf einen hohen Verfestigungsanteil bei niedrigen Temperaturen zurückgeführt werden. σ_{el} könnte die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsbeweglichkeit widerspiegeln. An der Elastizitätsgrenze tritt ein Übergang von der elastischen Verformung in plastische Verformung mit einem sehr hohen Verfestigungskoeffizienten auf. Deshalb ist die plastische Dehnrates nach Gl. (5.4) wesentlich niedriger als die Antriebsrate der Maschine. Die Verfestigungskoeffizienten im Anfahrbereich liegen jedoch unabhängig von der Verformungstemperatur stets bei etwa 2 bis 3 E. Deshalb ist die plastische Dehnrates bei einer Maschinenrate von $\dot{\epsilon}_t = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ nach Durchlaufen der Elastizitätsgrenze stets etwa $\dot{\epsilon} \approx 0,25-0,33 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Die Werte für die (Gibbs'sche) Freie Enthalpie ΔG wurden von Messerschmidt u.a. [5] zu ca. 4 eV bei niedrigen Schubspannungen von ca. 100 MPa ermittelt. Sie sinken mit wachsendem τ bis auf 1 eV ab. Wie oben beschrieben wurde, geben diese Werte aufgrund der Überlagerung von Verfestigung und Erholung keinen direkten Aufschluss über die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsbeweglichkeit. Aus der in Abb. 6.8 dargestellten Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsgrenze kann nach den Gleichungen [62]

$$\Delta H_{ex} = -\frac{kT^2}{r_{kor}} \left(\frac{\Delta \sigma_{EL}}{\Delta T} \right)_{\dot{\epsilon}} \quad (7.1)$$

$$\Delta G = \frac{\left(\Delta H_{ex} + \beta \sigma \frac{kT}{r_{kor}} \right)}{(1-\beta)} \quad (7.2)$$

mit $\beta = (T/\mu)(d\mu/dT)$ für die Experimente mit einer totalen Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} bei hohen Temperaturen ein ΔG von etwa 1,99 eV bestimmt werden. Für die Dehnrates von 10^{-6} s^{-1} ergibt sich für niedrige Temperaturen ein ΔG von 0,53 eV. Die Werte für die Berechnung von ΔG sind in Tabelle 7.1 zusammengefasst. $\Delta \sigma_{EL}/\Delta T$ wurde durch lineare Regression der jeweiligen Messwerte gewonnen. Gleichung (7.1) gilt streng nur für gleiche Versetzungs-

geschwindigkeiten oder für konstante Dehnraten bei gleichzeitig konstanter Gleitversetzungsdichte und innerer Spannung. Die Voraussetzung konstanter Dehnraten kann, wie oben beschrieben, als erfüllt angesehen werden. Die Berechnung von ΔG nach Gl. (7.2) erfolgt unter der Annahme, dass die Aktivierungsentropie ausschließlich von der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls herrührt. Die anhand der Elastizitätsgrenze ermittelte Aktivierungsenergie stimmt für die Dehnraten von 10^{-5} s^{-1} mit den von Messerschmidt [5] aus Temperaturwechsel- und Relaxationsexperimenten berechneten Werten überein und liegt auf einer nach dem Peierlsmodell im Clustermaßstab (Kap. 4) berechneten Kurve. Der für die Dehnraten von 10^{-6} s^{-1} für tiefe Temperaturen bestimmte Wert ist jedoch viel kleiner als die für diese Spannung erwarteten 1,5 eV für ΔG . Die Interpretation der aus der Elastizitätsgrenze berechneten Aktivierungsenergie ist bisher noch unklar.

Das bereits in Kapitel 4 erläuterte Peierls-Modell im Clustermaßstab beschreibt die Versetzungsbeweglichkeit in Quasikristallen, wobei die Kinkbildung nicht auf atomarem sondern auf Clusterniveau stattfindet. Aus der Peierlsspannung τ_p (3.12) bei 0 K und dem Clusterdurchmesser ergibt sich die Peierlsenergie W_p (3.11) sowie die Kinkbildungsenergie G_k . Die (Gibbs'sche) Freie Aktivierungsenthalpie in Abhängigkeit von der Schubspannung τ kann nach Petukhov u.a. [63] durch

$$\Delta G(\tau) = 2G_k \left[1 - \frac{\pi\tau}{(8\tau_p)} \left\{ \ln \left[\frac{16\tau_p}{\pi\tau} \right] + 1 \right\} \right] \quad (7.3)$$

dargestellt werden. Für den Vergleich der experimentellen Daten wurden in Gl. (7.3) $\tau_p = 1,5 \text{ GPa}$ und $G_k = 1,2 \text{ eV}$ eingesetzt. Die theoretische Kurve in der folgenden Abb. 7.1 wurde

unter Benutzung der Beziehung $V = -\frac{d\Delta G}{d\tau}$ aus Gl. (7.3) berechnet.

Tabelle 7.1: Werte für die Berechnung der Aktivierungsenthalpien aus der Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsgrenze nach den Gleichungen (7.1) und (7.2).

$\dot{\epsilon}_t [\text{s}^{-1}]$	$T [^\circ\text{C}]$	$r_{\text{kor}} [\text{MPa}]$	$\Delta\sigma_{\text{EL}}/\Delta T [\text{MPa/K}]$	$\sigma [\text{MPa}]$	$\Delta H_{\text{ex}} [\text{eV}]$	$\Delta G [\text{eV}]$
10^{-5}	690	70	-3.3	400	3,76	1,99
10^{-6}	560	75	-1,42	650	1,13	0,53

Die aus Relaxationsexperimenten nach Gl. (3.22) bestimmten Aktivierungsvolumina sind in Abb. 7.1 über der normierten Spannung τ' dargestellt. Die normierte Spannung τ' ergibt sich nach

$$\tau' = \left(\frac{\mu_0}{\mu(T)} \right) \cdot m_s \sigma \quad (7.4)$$

aus dem Schubmodul bei 0 K $\mu_0 = 77,7$ GPa und dem temperaturabhängigen Schubmodul $\mu(T) = 77,74520$ GPa + $(-0.01400$ GPa/K $\cdot T) + (-0.000013$ GPa/K² $\cdot T^2)$. $\mu(T)$ wurde aus der Anpassung eines Polynoms an Messwerte von Tanaka u.a. [64] gewonnen. Das Aktivierungsvolumen nimmt mit zunehmender Spannung bis zu einem Plateau bei ca. $0,2 \text{ nm}^3$ ab.

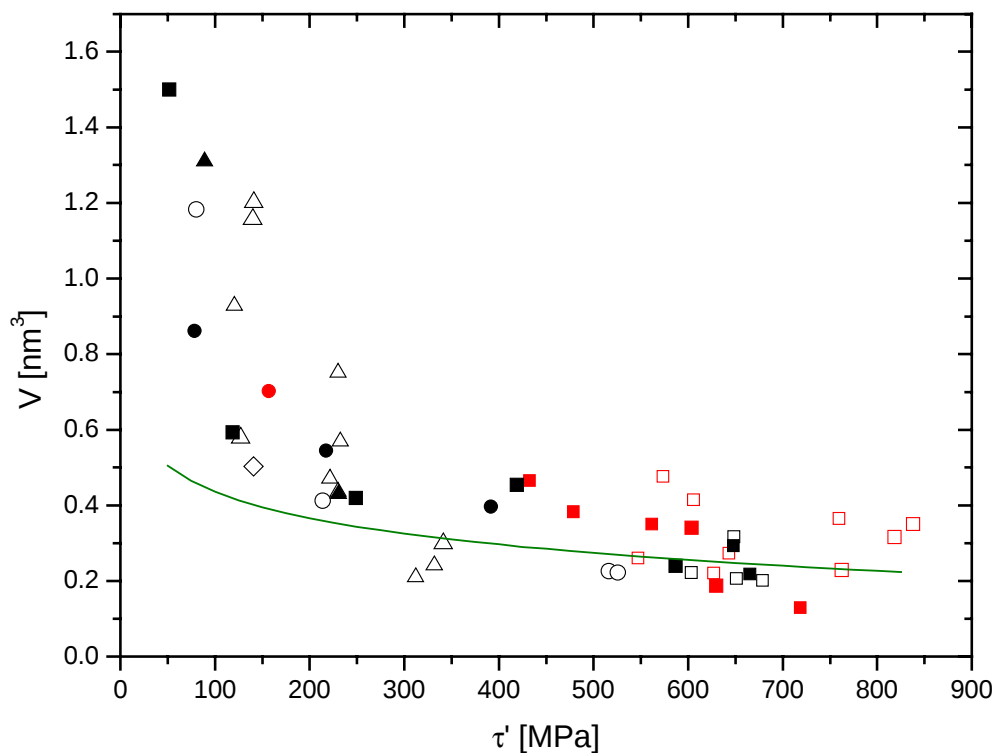


Abb. 7.1: Experimentell bestimmtes Aktivierungsvolumen über der normierten Spannung für verschiedene Geschwindigkeiten ($10^{-6} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Quadrate, $10^{-5} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Kreise, $10^{-4} \text{ s}^{-1} \Rightarrow$ Dreiecke) aus originalen Relaxationsexperimenten im Anfahrbereich (rot) und dem Bereich des stationären Fließens (schwarz). Die vollen Symbole stehen für die Volumina die von der ersten Relaxation eines Verformungsexperimentes ermittelt wurden, die offenen für alle weiteren Relaxationen bei höheren Dehnungen.

Die der Berechnung des Aktivierungsvolumens zugrunde liegenden r_{kor}' -Werte sind in Abb. 6.7 über der Temperatur aufgetragen. Die bei hohen Verformungstemperaturen kleinen r_{kor}' -Werte von etwa 30 - 50 MPa steigen mit abnehmender Temperatur auf etwa 100 - 150 MPa

an. Für Temperaturen unterhalb von 580°C, wo keine stationäre Verformung mehr möglich war, fällt r_{kor} wieder auf etwa 75 MPa ab. Obwohl die Temperatur noch weit unterhalb von 580°C gesenkt wurde, konnte die Spannung in den Verformungsexperimenten wegen der limitierenden Bruchspannung nicht weiter erhöht werden.

Im Rahmen der Messgenauigkeit liegen alle Messpunkte in Abb. 7.1 auf einer einheitlichen Kurve, d.h. das Aktivierungsvolumen ist eine reine Funktion der Spannung, unabhängig von der Temperatur, der Dehnrates und der Art der Verformung. Die grüne Kurve entspricht wieder dem Peierlsmodell im Clustermaßstab für die Versetzungsbeweglichkeit. Sie fällt wie die Aktivierungsenergie bei hohen Spannungen, d.h. tiefen Temperaturen, mit den Meßwerten zusammen, d.h. diese Daten könnten die die Versetzungsbeweglichkeit kontrollierenden Prozesse widerspiegeln. Die größeren Aktivierungsvolumina bei niedrigen Spannungen und hohen Temperaturen sind durch die Erholungsvorgänge beeinflusst.

7.2 Phasonendefekte

Wie in Kapitel 2.3 beschrieben wurde, können in der Spur bewegter Versetzungen Phasonenwände entstehen. Computersimulationsexperimente bestätigen diese Überlegung und zeigen, dass die Phasonenwände bei niedrigen Temperaturen stabil sind [65, 66]. Durch einen Phasensprung der Elektronenwelle beim Passieren der Phasonenwand wird diese, ähnlich einem Stapelfehler in Kristallen, im TEM als Streifenkontrast sichtbar. In einer anderen Simulationsarbeit [67] wird gezeigt, dass sich die Phasonenwände bei hohen Temperaturen durch Diffusion der einzelnen Phasonen auflösen und der Streifenkontrast verschwindet.

Beobachtet wurden Phasonenwände z.B. zwischen eingewachsenen Versetzungen [28] bzw. in der Spur von Versetzungen, die sich in In-situ-Dehnversuchen im TEM beim Aufheizen bewegt haben [29]. Im Rahmen dieser Arbeit konnten die den Phasonenwänden zugeschriebenen Streifenkontraste nur in der Abb. 6.13a sowie an einigen eingewachsenen Versetzungen von unverformten In-situ-Proben beobachtet werden. Bei in dieser Arbeit nicht näher erläuterten In-situ-Versuchen verschwanden diese beim Heizen der Proben im Temperaturbereich zwischen 660°C und 690°C. Durch die Instabilität der Phasonenwände bei höheren Temperaturen und das Fehlen in den meisten Proben mit niedriger Verformungstemperatur war eine Charakterisierung der flächenhaften Fehler nicht möglich. Aber auch nach dem Auflösen der Fehlerflächen sind die Phasonen weiterhin im Volumen des

Quasikristalls enthalten, was sich z.B. durch Verschiebungen von Beugungsreflexen bemerkbar macht [68]. Die Verschiebung eines Reflexes senkrecht zu $\vec{g}_{\parallel}$ ist dabei um so größer, je größer $|\vec{g}_{\perp}|$ und damit um so schwächer der Reflex ist.

Nach ursprünglichen Überlegungen sollten Versetzungen zumindest bei tiefen Temperaturen, wo die Phasonenwände stabil sind, wegen der zusätzlich aufzubringenden Fehlerflächenenergie der Phasonenwand unbeweglich sein. Der experimentell gefundene Spröd-Duktil-Übergang von ca. 630°C für die Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} [4] korreliert dabei gut mit den bei 610°C beobachteten [56] und bei 660°C - 690°C verschwindenden Streifenkontrasten. Röntgenuntersuchungen [69] zeigen, dass im Temperaturbereich um 650°C die Diffusionsgeschwindigkeit der Phasonen nur etwas langsamer als die der Mn-Atome ist. Phasonendiffusion beginnt also etwa im gleichen Temperaturbereich eine Rolle zu spielen wie atomare Diffusion. Daher sollte die Bildung von Phasonendefekten nicht die Versetzungsbeweglichkeit im Temperaturbereich der stationären Verformung bestimmen.

Bei niedrigen Verformungstemperaturen ($< 600^{\circ}\text{C}$) sollten jedoch Phasonenwände gebildet werden. Die Verformungsparameter zeigen bei dieser Temperatur jedoch keine signifikante Änderung, was auf eine geringe Fehlerflächenenergie schließen lässt. Grobe Abschätzungen auf der Basis von Molekulardynamiksimulationen [65] sagen eine Fehlerflächenenergie von 58% der Oberflächenenergie γ voraus. Der experimentell bestimmte Wert von $\gamma = 17 \text{ mJ/m}^2$ [70] führt zu einem Spannungsanteil von $\tau_{\text{Phason}} = 0,58\gamma/|\vec{b}_{\parallel}| \approx 54 \text{ MPa}$ (für den Betrag von $\vec{b}_{\parallel} = 0,183 \text{ nm}$). Bei hohen Verformungstemperaturen würde dieser Wert einen beträchtlichen Teil der Fließspannung darstellen. Jedoch werden aufgrund der Phasonendiffusion keine Fehlerflächen beobachtet. Der Spannungsanteil τ_{Phason} kann in diesem Bereich also keine Rolle spielen. Bei niedrigen Temperaturen ist τ_{Phason} nach dieser Abschätzung im Vergleich zur Fließspannung klein.

7.3 Bewegungsmodus der Versetzungen

Die in In-situ-Dehnversuchen [3] beobachteten Versetzungsbewegungen mit Versetzungsgeschwindigkeiten im $\mu\text{m/s}$ -Bereich auf niedrig-indizierten kristallographischen Ebenen führte von Beginn an zu der Annahme der Versetzungsgleitung als Hauptbewegungsmodus für die plastische Verformung. Die Versetzungsmikrostrukturen von makroskopisch verformten Proben wurden daraufhin immer unter der Annahme der Versetzungsgleitung

interpretiert. Für eine eindeutige Bestimmung des Bewegungsmodus ist die Bestimmung der Bewegungsebene und des Burgersvektors an den gleichen Versetzungen notwendig. Dies ist nur bei In-situ-Dehnversuchen im TEM möglich. Leider waren entsprechende Versuche im Rahmen dieser Arbeit nicht erfolgreich.

Erst in aktuellen Arbeiten von Caillard [30, 29] konnte der Burgersvektor von Versetzungen mit 2-zähliger Linienrichtung und deren 5-zähliger Bewegungsebene durch einen im Streifenkontrast befindlichen flächenhaften Fehler gleichzeitig eindeutig bestimmt werden. Diese beim Wachstumsprozess entstandenen Versetzungen hatten sich ausnahmslos durch reines Klettern bewegt. Kürzlich konnte Caillard [32] Ergebnisse von In-situ Heizexperimenten bis 1000 K vorstellen, bei denen zum Abbau innerer Spannungen Versetzungsbewegung und damit die Bewegungsebene beobachtet und gleichzeitig der Burgersvektor bestimmt werden konnte. Die Versetzungen bewegten sich demnach viskos kletternd. Schall [58] zeigt in seiner Dissertation, dass sich dekadonale Al-Ni-Co-Einquasikristalle bei einer bestimmten Verformungsgeometrie durch reines Klettern in Ebenen mit einer Flächennormale parallel zur Druckrichtung verformen. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit weisen ebenfalls auf Versetzungsklettern hin.

Die Burgervektoranalyse (Abb. 6.9) einer bei 821°C verformten Probe ergab für eine in Bändern lokalisierte Schar von Versetzungen einen 2-zähligen Burgersvektor parallel zur Druckrichtung. Die in der Projektion sehr gerade abgebildeten Versetzungen dieser Schar liegen sehr steil in der Seitenflächenprobe, was eine Bewegungsebene nahezu senkrecht zur Druckrichtung vermuten lässt. Nach Gl. (3.7) erfahren solche Versetzungen aus der äußeren Spannung keine Gleitkraft. Die Kletterkraft ist jedoch maximal. Damit liegt die Vermutung nahe, dass sich diese Versetzungen in der Ebene senkrecht zur Druckrichtung durch Klettern bewegt haben. Da diese Versetzungen den überwiegenden Teil der beobachteten Versetzungsdichte ausmachen, wird bei 821°C die plastische Verformung wahrscheinlich durch Klettern bestimmt.

Ein weiterer Hinweis auf eine Schar von Versetzungen die sich durch Klettern bewegt haben müssen, findet sich in Abb. 6.11. 580°C ist die niedrigste Temperatur mit Verformung mit einem stationärem Bereich. Neben den zwei Bändern mit annähernd geraden, parallelen und steil in der Querschnittsprobe liegenden Versetzungen sind noch Versetzungen, die flach in der Probe ausgedehnt sind, zu erkennen. Für das annähernd vertikal verlaufende Band ergeben die Auslöschungen einen 2-zähligen Burgersvektor, der sich unter einem Winkel von 18° aus der Probenebene erhebt und dabei senkrecht zu den Versetzungen steht. Der flach orientierte Burgersvektor kann nicht in den steilen, etwa parallel zur Druckrichtung

ausgedehnten Ebenen liegen, auf denen sich die Versetzungen erstrecken. In diesem Bewegungssystem ist sowohl die Gleit- als auch die Kletterkraft sehr klein. Es kommt für den Bewegungsmodus nur Klettern in Frage. Die treibende Kraft muss jedoch eine chemische Kraft sein. Die Bewegung dieser Versetzungen führt primär zur Verbreiterung der Probe.

Abbildung 6.12 zeigt eine andere Stelle der gleichen Verformungsprobe und der gleichen Orientierung wiederum mit zwei Versetzungsscharen, wobei das annähernd horizontal verlaufende Band mit dem von Abb. 6.11 übereinstimmt. Für die Versetzungen des horizontalen Bandes ergeben die Auslöschungsbedingungen wieder einen 2-zähligen Burgersvektor, der senkrecht auf den Versetzungen und der Druckrichtung steht. Die Versetzungen klettern wahrscheinlich auf Ebenen mit einer Flächennormale, die annähernd senkrecht zur Druckrichtung liegt. Die annähernd vertikal orientierten Versetzungen besitzen ebenfalls einen 2-zähligen Burgersvektor der senkrecht auf den Versetzungen und der Druckrichtung steht. Die teilweise ausgebauchten Versetzungen erstrecken sich auf Ebenen, die flach in der Querschnittsprobe liegen, so dass auch Gleiten als Bewegungsmodus in Frage kommt. Die beiden Systeme von Abb. 6.12 können allerdings nicht die Hauptprozesse der plastischen Verformung darstellen, da sie primär zur Verbreiterung der Probe beitragen. Außerdem wirkt die äußere Spannung weder als Gleit- noch als Kletterkraft auf die Versetzungen.

Es kann also festgestellt werden, dass sich die Versetzungen in Übereinstimmung mit der neuesten Literatur vermutlich überwiegend durch Klettern bewegen. Als treibende Kraft tritt die äußere Spannung auf. Es werden aber auch Versetzungen beobachtet, auf die weder eine Gleit- noch eine Kletterkraft aus der angreifenden Spannung resultiert. Diese Versetzungen müssen sich unter einer chemischen Kraft bewegt haben, die von Abweichungen der Punktdefektkonzentration von der Gleichgewichtskonzentration herrühren. Ein entsprechendes Modell wurde von Schall [58] für die Verformung von dekalonen Al-Ni-Co-Einquasikristallen für Verformung entlang der periodischen Achse aufgestellt. In diesem Material wurde ein Versetzungsnetzwerk beobachtet, das ebenfalls aus zwei Scharen von Versetzungen bestand, wobei sich die eine Schar unter maximaler Kletterkraft durch reines Klettern bewegt haben muß und an der anderen Schar aus der äußeren Spannung keine Kraft angreift. Die Bewegung der Versetzungen in Al-Ni-Co durch reines Klettern wurde kürzlich auch durch In-situ-Dehnversuche nachgewiesen [66].

In diesem Abschnitt soll die plastische Dehnrates für verschiedene Verformungstemperaturen durch reines Versetzungsklettern auf der Grundlage der beobachteten Versetzungsdichten unter sehr vereinfachenden Annahmen abgeschätzt werden. Die Abschätzung basiert auf den

im Kapitel 3.1 dargestellten Überlegungen zum Versetzungsklettern. Um eine hinreichend hohe Versetzungsgeschwindigkeit durch Klettern unter Leerstellenabsorption zu erhalten, muß es in der Nähe der die Verformung aktiv leistenden Versetzungen (hier Typ I genannt) Leerstellenquellen geben.

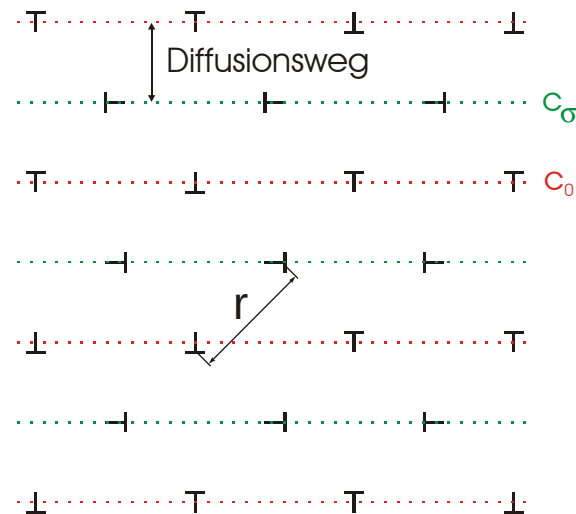


Abb. 7.2: Modell der Versetzungsstruktur für Abschätzung der Klettergeschwindigkeit.

Dafür dienen Stufenversetzungen, die einen Burgersvektor senkrecht zur Druckrichtung besitzen. Solche Versetzungen (hier Typ II genannt) können z.B. die Versetzungen des Bandes A in Abb. 6.12a sein. Auf die Versetzungen vom Typ II wirken keine äußeren Kräfte. In einer weiteren Annahme soll sich die gesamte Versetzungsdichte gleichmäßig auf die beiden Typen von Versetzungen aufteilen und in der in Abb. 7.2 dargestellten Konfiguration vorliegen, d.h. Schichten von Versetzungen eines Typs (Typ I grün und Typ II rot gestrichelt) sind immer von Schichten von Versetzungen des anderen Typs umgeben. Die Dicke der Schichten hängt vom mittleren Abstand der Versetzungen r ab, der sich aus der Versetzungsdichte ρ zu

$$r = \frac{1}{\sqrt{\rho}} \quad (7.5)$$

ergibt. Wie in Kapitel 3.1 beschrieben, führt die an den Typ-I-Versetzungen angreifende Kletterkraft zu einer niedrigeren Leerstellenkonzentration c_σ in der Nähe dieser Versetzungen gegenüber der thermischen Gleichgewichtskonzentration c_0 . Unter der Annahme, dass die Typ-II-Versetzungen ideale Leerstellenquellen sind, liegt in ihrer unmittelbaren Nähe die

thermische Gleichgewichtskonzentration an Leerstellen vor, da auf sie keine äußeren Kräfte wirken. Demnach liegt zwischen den beiden Schichten von Versetzungen des Typs I und II, die einen mittleren Abstand $d = r/\sqrt{2}$ zueinander besitzen, ein Gradient in der Leerstellenkonzentration vor

$$\nabla c = \frac{(c_0 - c_\sigma)\sqrt{2}}{r} = c_0 \left(1 - \exp\left[-\frac{\sigma^* \Omega}{kT}\right] \right) \sqrt{2\rho}. \quad (7.6)$$

Dieser Gradient in der Leerstellenkonzentration zwischen der Ebene mit den Typ II-Versetzungen (c_0) und der Ebene mit den Typ I-Versetzungen (c_σ) führt pro Zeiteinheit und Einheitsfläche zu einem Leerstellenstrom

$$j = -D_d \cdot T_d \nabla c. \quad (7.7)$$

T_d ist die Anzahl der Gitterplätze pro Einheitsvolumen des Quasikristalls und beträgt nach dem Strukturmodell von Boudard u.a. [14] etwa $6,47 \cdot 10^{28} \text{ m}^{-3}$. Für den Diffusionskoeffizienten D_d des diffundierenden Defekts der Konzentration c werden die Werte des langsamsten Diffusors, der die Klettergeschwindigkeit bestimmen sollte, eingesetzt. Im Falle der ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Quasikristalle ist dies Pd, dass nach Blüher u.a. [17] einen temperaturabhängigen Selbstdiffusionskoeffizienten der Form

$$D[\text{Pd}] = D_d c_0 = 1,2 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \exp\left(-\frac{2,32 \text{ eV}}{kT}\right) \quad (7.8)$$

besitzt. Dies führt zu einer Reduzierung der Dicke der Schicht pro Zeiteinheit um

$$\Delta d = j^* \Omega = j^* T_d^{-1}, \quad (7.9)$$

mit dem mittleren Atomvolumen Ω . Die gesuchte plastische Dehnrates ergibt sich dann zu

$$\dot{\epsilon}_K = \frac{\Delta d}{d} = 2D_d (c_\sigma - c_0) \rho = 2D\rho \left(\exp\left[-\frac{\sigma^* \Omega}{kT}\right] - 1 \right) \quad (7.10)$$

In Tabelle 7.2 sind die Ergebnisse von Gl. (7.10) für verschiedene Verformungsbedingungen aufgeführt. Die auf Basis von Diffusionsprozessen abgeschätzten maximalen plastischen Dehnraten $\dot{\epsilon}_K$ liegen im gesamten untersuchten Temperaturbereich um mindestens drei Größenordnungen über den tatsächlich gemessenen plastischen Dehnraten $\dot{\epsilon}$ der Verformungsexperimente. Nach dieser Abschätzung wird die Fließspannung nicht durch die Diffusionsprozesse der Kletterbewegung der Versetzungen bestimmt.

Tabelle 7.2: Vergleich der aus dem Modell abgeschätzten Dehnraten $\dot{\epsilon}_K$ durch Klettern mit den gemessenen Dehnraten $\dot{\epsilon}$ und Daten für die Berechnung.

T [°C]	σ [MPa]	ρ [10^{13} m^{-2}]	$\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	$\dot{\epsilon}_K$ [s^{-1}]
482	1667	4,9	$1,6 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-4}$
530	1450	7,8	$4,6 \cdot 10^{-8}$	$3,9 \cdot 10^{-3}$
580	1200	12,4	10^{-6}	$3,9 \cdot 10^{-2}$
730	550	4	10^{-4}	$7,3 \cdot 10^{-1}$
821	140	1,13	10^{-4}	$5 \cdot 10^{-1}$

Für kleine Spannungen ist $\sigma\Omega \ll kT$, so dass Gl. (7.10) in der Form

$$\dot{\epsilon}_K = 2D\rho \frac{\Omega}{kT} \sigma^* \quad (7.11)$$

geschrieben werden kann. Diese Näherung gilt sicherlich bei hohen Verformungstemperaturen. Für eine solche lineare Abhängigkeit der plastischen Dehnrates von der Spannung erwartet man wegen

$$\ln \dot{\epsilon} = \text{const} + \ln \sigma \quad (7.12)$$

für

$$r = \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} = \frac{d\sigma}{d \ln \sigma} = \sigma. \quad (7.13)$$

Wie der Vergleich der Werte von Abb. 6.4 mit 6.7 zeigt, ist das Verhältnis $\frac{\sigma}{r}$ selbst für hohe

Temperaturen größer als eins und nimmt bei niedrigen Temperaturen stark zu. Dies weist darauf hin, dass das diffusionskontrollierte Versetzungsklettern in keinem untersuchten Temperaturbereich den Dehnraten-kontrollierenden Prozess darstellt.

7.4 Versetzungsaufspaltung

Unterhalb von etwa 600 °C scheint ein großer Teil der Versetzungen aufgespalten zu sein. Darauf weisen die in den Abbildungen 6.11a, 6.12, 6.13 und 6.14 beobachteten Doppellinien hin. Die Ursache für die Doppelkontraste ist nicht völlig klar. Gegen eine Interpretation, nach der die Doppelkontraste durch Abbildung im Mehrstrahlfall entstehen, spricht die Tatsache, dass sich einerseits feine, einzeln abgebildete Versetzungslinien in unmittelbarer Nähe befinden und andererseits die Doppelkontraste nicht ausschließlich im Bereich der Biegelinien beobachtet werden, die die symmetrische Anregung mit zwei entgegengesetzten Beugungsvektoren kennzeichnen. Zudem liegt der Abstand der Doppellinien im Bereich zwischen 25 - 100 nm. Dieser Abstand ist zu groß, um durch eine symmetrische Beugungsgeometrie der im Kontrast befindlichen verzerrten Netzebenen in der Nähe einer Versetzung erklärt zu werden. Einen deutlichen Hinweis auf die Zusammensetzung der Doppellinien aus zwei einzelnen Versetzungen gibt Abb. 6.15. Der typische Doppellinienkontrast, mit einem über eine längere Strecke konstanten Linienabstand von ca. 25 nm, trennt sich an der rechten Seite eindeutig in zwei unabhängige Versetzungen auf. Es kann deshalb angenommen werden, dass die Doppellinien aufgespaltenen Versetzungen entsprechen. Wie schon gesagt, werden diese aufgespaltenen Versetzungen nur im Temperaturbereich unterhalb von etwa 600°C beobachtet. Auch dies deutet darauf hin, dass es sich hier nicht um einen Artefakt der elektronenmikroskopischen Abbildung handelt.

Im Bild 6.16a von der tiefsten erreichten Temperatur von 482°C sind neben glatten auch spitz bzw. zu dünnen "Fingern" ausgebauchte Versetzungen zu erkennen. Einige glatte Versetzungen liegen im kurzen Abstand über eine längere Strecke nahezu parallel. In Abb. 6.18 werden flächenhafte Kontraste jeweils von zwei Versetzungen eingeschlossen. Der gleichmäßige Kontrast zwischen den Versetzungen deutet an, dass diese Versetzungen durch einen Fehler miteinander verbunden sind. Die Auslöschung in den Abbildungen 6.16 b, c und d ergibt für eine Schar von Versetzungen einen 2-zähligen Burgersvektor, der mit der Druckachse einen Winkel von etwa 58° einnimmt. Die ausgelöschten Versetzungen sind dabei überwiegend senkrecht zum ermittelten Burgersvektor orientiert, sie haben also Stufencharakter. In Abb. 6.17 b und c ist eine weitere Schar von Versetzungen ausgelöscht. Für den Burgersvektor ergibt sich wieder eine 2-zählige Richtung mit einem Winkel von 58° zur Druckachse. Die gesamte Versetzungsstruktur von Abb. 6.16a scheint sich aus diesen beiden Scharen von Versetzungen zusammenzusetzen, wobei die beiden Versetzungsscharen bis auf

die Drehung von 72° um die Druckachse äquivalent sind. Stereoaufnahmen zeigen, dass die Ebenen, auf denen die Versetzungen ausgedehnt sind, jeweils so geneigt sind, dass die ermittelten Burgersvektoren etwa senkrecht auf den Ebenen stehen. Es wird angenommen, dass die beobachteten Strukturen durch Dissoziation von Versetzungen entstanden sind, wobei die flächenhaften Kontraste Phasonenfehler darstellen. Nach der Burgersvektor-Analyse erfolgte die Aufspaltung durch Klettern. Wegen der hohen Versetzungsdichte ist es allerdings nicht möglich, die Ebenen aller Versetzungen zu erkennen.

Einzelne Versetzungspaare, wie z.B. die in Abb. 6.17a mit einem schwarzen Pfeil markierten Versetzungen, liegen auf zwei gegeneinander geneigten Ebenen. Die Burgersvektoren der beiden Versetzungen besitzen im physikalischen Raum die gleiche 2-zählige Richtung $[\bar{1}/0\ 1/1\ 0/1]$. Diese Richtung zeigt deutlich aus der Ebene der nach rechts oben ausgebauchten Versetzung heraus, wohingegen sie aber annähernd in der Ebene der nach links unten ausgebauchten Versetzung liegt. Das führt zu der Vermutung, dass die obere Versetzung durch Klettern und die untere durch Gleiten aus einer gemeinsamen Ausgangslage in ihre aktuelle Position gelangt sind. Die beiden Versetzungen können durch Aufspaltung einer Ausgangsversetzung (siehe Kapitel 2.3) entstanden sein, deren physikalische Burgersvektoren parallel sind, und deren Beträge sich wie $1 : \tau^{-1} : \tau^{-2}$ zur Ausgangsversetzung verhalten.

Die Versetzungsaufspaltung, die vermutlich eine Folge der hohen Spannungen ist, kann bei tiefen Temperaturen zu einem kürzeren Parallelanteil der Burgersvektoren führen. Damit wäre die Linienspannung nach

$$\Gamma \approx \frac{\mu |\vec{b}_{\parallel}|^2}{2} \quad (7.14)$$

geringer und die Versetzungen können sich zwischen den Hindernissen weiter ausbauchen. Die Aktivierungsenergie der Kink- bzw Jogpaarbildung nimmt infolge der kürzeren Burgersvektoren nach

$$\Delta G_k = \frac{2h}{\pi} \sqrt{2W_p \Gamma} \quad W_p = \tau_p h b / \pi \quad (7.15)$$

ebenfalls ab. Dabei ist h die Kink- bzw Joghöhe, W_p die Peierlsenergie und τ_p die Peierlsspannung bei 0K.

7.5 Evolution der Versetzungsstruktur

Betrachtet man die Entwicklung der bei stationärer Verformung gebildeten Versetzungsstruktur in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur, zeigen sich bei Temperaturen von 821°C überwiegend gerade, kristallographisch orientierte Versetzungen, die teilweise in Bändern konzentriert sind (Abb. 6.9a) bzw. Versetzungsnetzwerke bilden (Abb. 6.10). Die maximalen äußeren Spannungen bei der Verformung betragen ca. 260 MPa bei 821°C und $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bzw. 620 MPa bei 730°C und $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Bei einer Verformungstemperatur von 580°C ist der überwiegende Teil der Versetzungen in Bändern lokalisiert. Die Versetzungen sind teilweise gerade und teilweise ausgebaucht, wobei die ausgebauchten Versetzungen keine strenge kristallographische Orientierung erkennen lassen. Die maximalen Spannungen betragen ca. 1400 MPa. Senkt man die Verformungstemperatur auf 532°C, kann stationäre Verformung nicht mehr erreicht werden, und es sind überwiegend gekrümmte, aufgespaltene Versetzungen ohne eine kristallographische Orientierung zu erkennen. Die Maximalspannung betrug 1500 MPa. Ein ähnliches Bild liefert die Verformung bei 487°C. Es sind ausschließlich gekrümmte, überwiegend im Doppellinienkontrast abgebildete Versetzungen vorhanden. In diesem Experiment wurde eine Spannung von 1626 MPa erreicht. In der Verformungsprobe von 482°C scheinen die Versetzungspaare weit auseinander gelaufen zu sein. Ein Teil der Versetzungen zeigt feine Zacken und Ausbauchungen, wobei die zugehörige Partnernversetzung oft glatt ist.

Insgesamt entwickelt sich die Versetzungsstruktur von geraden und nicht aufgespaltenen Versetzungen bei hohen Temperaturen über gerade bis gekrümmte und im engen Abstand aufgespaltene Versetzungen bei mittleren Temperaturen zu gekrümmten und vollständig aufgespaltenen Versetzungen bei tiefen Temperaturen. Die zur Verformung nötige Spannung wächst dabei mit abnehmender Verformungstemperatur stetig.

Die Anordnung der Versetzungen in lokalisierten Bändern bei tiefen Temperaturen und in einem Netzwerk bei hohen Temperaturen entspricht dem Verhalten in Kristallen, wobei die Bildung der Netzwerke durch Versetzungserholung erfolgt. Der Übergang von ausgebauchten Konfigurationen bei tiefen Temperaturen zu geraden Versetzungen bei hohen kann jedoch nicht durch die in Kristallen bei steigender Temperatur beobachtete Abnahme der Wirksamkeit des Peierlsmechanismus erklärt werden. Die geraden Versetzungen müßten dann besonders nach Verformung bei tiefen Temperaturen auftreten. Die geraden Versetzungen bei

hohen Temperaturen müssen deshalb durch einen anderen Mechanismus erklärt werden. Darauf wird in Abschnitt 7.6 eingegangen.

Ein quantitatives Maß für die Versetzungsstrukturen ist die Versetzungsdichte. Es ist jedoch zu beachten, dass die nach der Schnittpunktmethode (Kap. 3.2) an Post-mortem-Proben ermittelten Versetzungsdichten nicht unbedingt den Werten während des Verformungsexperimentes entsprechen müssen, da die TEM-Proben erst nach Entlastung und Abkühlung der Verformungsprobe gewonnen wurden. Dabei können Erholungsvorgänge stattfinden, die die Versetzungsdichte reduzieren. Außerdem wurde die Versetzungsdichte nur an wenigen Punkten einer TEM-Probe bestimmt, so dass die Daten nicht repräsentativ für die gesamte Verformungsprobe sein müssen. Die in dieser Arbeit im HVEM ermittelten Dichten sind bei hohen Temperaturen größer als die Referenzdaten von Schall [50], bei niedrigen Temperaturen jedoch kleiner. Dies kann nicht an möglicher Erholung liegen, denn diese würde hauptsächlich die Daten bei hohen Temperaturen beeinflussen. Nach Abb. 6.19 wachsen die bei etwa gleicher Dehnung im stationären Bereich der Verformungskurve bestimmten Werte von ca. $1 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ bei 820°C mit abnehmender Temperatur auf ca. $12 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ bei 580°C . Die Versetzungsdichten unterhalb von 550°C sind dagegen wieder kleiner. Dies kann durch die niedrigeren plastischen Dehnungen im Bereich starker Verfestigung erklärt werden. Betrachtet man die Entwicklung der Versetzungsdichte in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung der bei 730°C verformten Probe in [50], so erkennt man für den Bereich von 0% bis 1,5% plastischer Dehnung einen annähernd linearen Anstieg. Für die Punkte unterhalb von 500°C in Abb. 6.19 mit einer plastischen Dehnung von ca. 0,34% liegt die ermittelte Versetzungsdichte somit wesentlich niedriger als die Dichte, die sich im Bereich stationärer Verformung einstellen würde.

Aus den ermittelten Versetzungsdichten kann nach Gl. (3.20) die in den Proben während der Verformung vorliegende innere Spannung τ_i abgeschätzt werden. In Tabelle 7.3 sind die den verschiedenen Versetzungsdichten entsprechenden Werte von τ_i aufgeführt. Bei hohen Verformungstemperaturen bildet τ_i mit 20 - 40% einen relativ großen Anteil an der gesamten Schubspannung τ (4.1). Der beträchtliche Spannungsabfall während der Relaxationsexperimente wird neben dem Abfall von τ^* durch die dabei ablaufende Erholung, also die Verringerung von τ_i , erklärt. Der identische Verlauf von originalen und wiederholten Relaxationskurven weist bei den niedrigsten Temperaturen mit stationärem Fließen auf geringe Erholung hin. Die Relaxationsvorgänge stoppen nach Relaxation von etwa 20% der Fließspannung. Dieser Teil der Spannung entspricht etwa dem thermischen Anteil τ^* . Die aus

der beobachteten Versetzungsdichte ermittelte innere Spannung von 57 MPa für die Verformung bei 580°C erklärt nicht das hohe Spannungsniveau, bei dem die Relaxationen effektiv zum Stoppen kommen. Selbst eine Verdoppelung von τ_i durch eine Wahl von $\alpha = 1$ in Gl. (3.20) reicht bei weitem nicht aus. Bei noch tieferen Verformungstemperaturen relaxiert die Spannung sogar nur um 5%. Das heißt, der Anteil von τ^* an der gesamten Schubspannung ist sehr gering. Die innere Spannung τ_i von 38 MPa (76 MPa für $\alpha = 1$) aus der Versetzungsdichte kann die beobachtete Differenz zwischen τ und τ^* nicht erklären. Vermutlich muss doch ein beträchtlicher Spannungsbeitrag durch die Bildung von Phasonenfehlern in der Spur der Versetzungsbewegung in Betracht gezogen werden.

Tabelle 7.3: Versetzungsdichte, innere Spannung und Gesamtspannung in Abhängigkeit von der Temperatur

T [°C]	482	487	532	580	610	730	777	821
ρ [10^{13} m^{-2}]	4,9	4,3	7,8	12,4	9,4	4,0	2,9	1,1
τ_i [MPa]	38	36	46	57	49	29	24	14
τ [MPa]	664	650	602	490	360	146	63	56

Die Phasonenfehler können in lokalisierter Form als Fehlerflächen eine Reibungsspannung τ_{Phason} auf die Versetzungen bewirken. Jedoch wurden bei tiefen Temperaturen die den Phasonenfehlerflächen zugeschriebenen Streifenkontraste nur selten beobachtet. Diese Diskrepanz ist weiterhin ungeklärt.

In Zukunft ist eine integrale Messung von Versetzungsdichten in einem weiten Bereich der Verformungsparameter wünschenswert. Die in Abb. 6.20 dargestellte Abhängigkeit der gemittelten Halbwertsbreite von vier Röntgenreflexen von der Versetzungsdichte zeigt einen annähernd linearen Zusammenhang. Damit wird es möglich, die für das Verständnis der plastischen Verformung von ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Einquasikristallen wichtigen Versetzungsdichten für verschiedene Verformungsparameter durch eine integrale Messung zuverlässig zu bestimmen. Für eine genaue Analyse müssen jedoch, wie im Kap. 3.2 schon erwähnt wurde, die Halbwertsbreiten von Röntgenreflexen über mehrere Ordnungen vermessen werden. Außerdem muß die Theorie für die Auswertung solcher Daten, wie sie von Williamson und Hall [41] für Kristalle entwickelt wurde, noch für Quasikristalle erweitert werden.

7.6 Zusammenfassung der Vorstellungen zur Versetzungsbewegung

Wie in den vorangegangenen Abschnitten gezeigt wurde, bildet mit hoher Wahrscheinlichkeit Klettern den Hauptmechanismus der plastischen Verformung von ikosaedrischen Ein-Quasikristallen. Dabei kann man das Verformungsverhalten in zwei Bereiche unterteilen, in einen Bereich hoher und einen tiefer Temperaturen.

Wie im Abschnitt 7.5. dargelegt wurde besteht die gemessene Schubspannung τ im Bereich hoher Temperaturen im wesentlichen aus der durch die Versetzungsdichte gegebenen inneren Spannung τ_i und der auf die Versetzungen wirkenden effektiven Spannung τ^* . Vermutlich erfolgen die Kletterbewegungen so schnell, dass sie nicht die Versetzungsbeweglichkeit bestimmen. Die letztere könnte durch die Clusterstruktur der Quasikristalle kontrolliert werden, wobei, wie im Kapitel 4 dargelegt wurde, das Clusterreibungsmodell und das Peierlsmodell im Clustermaßstab zu ähnlichen Aussagen führen. Wie die Diskussion über die Aktivierungsenergie und das Aktivierungsvolumen im Abschnitt 7.1. gezeigt hatte, stimmen die von diesen Modellen vorhergesagten Werte gut mit den gemessenen Werten bei hohen Spannungen überein. Diese Modelle sind im Prinzip unabhängig davon, ob sich die Versetzungen durch Gleiten oder Klettern bewegen. Bei den in Abschnitt 7.3. diskutierten Versetzungsbändern und den In-situ-Dehnversuchen von Caillard [32] wurde stets nur reines Klettern gefunden. Hier nicht beschriebene In-situ-Dehnversuche der halleschen Gruppe (z.B. [72]) zeigen jedoch Wechsel der Bewegungsebene der Versetzungen, was reinem Klettern widerspricht. Deshalb ist die Frage zu klären, welche Prozesse zur Bindung der Versetzungsbewegung an kristallographische Ebenen und zur Ausbildung gerader, kristallographisch orientierter Versetzungen bei hohen Temperaturen führen. Diese Prozesse müssen mit einer besonderen Kernstruktur der Versetzungen im Zusammenhang stehen. Hinweise darauf gibt die im Abschnitt 7.4 diskutierte Aufspaltung der Versetzungen. Allerdings wurde diese nicht bei hohen Temperaturen, sondern unterhalb von 580 °C beobachtet. Hier besteht noch ein beträchtlicher Klärungsbedarf.

Im Bereich stationärer Verformung liegt ein Gleichgewicht zwischen Verfestigung durch Versetzungsvervielfachung und Erholung vor, bei der Versetzungsannihilation stattfindet. Bewegen sich die die Probe verkürzenden Versetzungen durch reines Klettern, ist für die Annihilation von Versetzungen Gleiten notwendig. Die großen Aktivierungsenergien im Bereich hoher Temperaturen, die größer als die Diffusionsenergien sind, werden wahrscheinlich durch diese Gleitprozesse bestimmt.

Bei tiefen Temperaturen ist wegen der relativ kleinen Versetzungsdichte die innere Spannung klein. Da die Proben in diesem Temperaturbereich nur wenig relaxieren, ist auch die effektive Spannung klein. Wie die Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsgrenze zeigt, verringert sich die Versetzungsbeweglichkeit nur relativ wenig bei niedrigen Temperaturen. Die hohen Spannungen entstehen durch eine hohe Verfestigung im Verlauf der plastischen Verformung, die nicht durch das Anwachsen der Versetzungsdichte erklärt werden kann. Es liegt die Vermutung nahe, dass die hohen Spannungen mit der Bildung von Phasonenfehlern in Zusammenhang stehen. Es ist ziemlich sicher, dass die bei der Versetzungsbewegung gebildeten Phasonenwände in diesem Temperaturbereich stabil sind. Allerdings wurden die entsprechenden Streifenkontraste in der vorliegenden Arbeit nur selten beobachtet. Die Wirkung der Phasonen auf die Fließspannung beruht wahrscheinlich nicht in erster Linie in der Reibungsspannung τ_{Phason} , denn diese wirkt vom Beginn der Verformung an. Die hohen Spannungen bei tiefen Temperaturen entstehen jedoch erst im Laufe der sehr starken Verfestigung. Sie entstehen danach also durch eine Speicherung der Phasonenstörung im Laufe der Verformung. Die Akkumulation der Phasonen bewirkt also bei tiefen Temperaturen möglicherweise eine Verfestigung und nicht nur, wie bisher bei hohen Temperaturen angenommen (z.B. [73]), eine Entfestigung. Um die vielen offenen Fragen zu klären, sind weiterführende Arbeiten notwendig.

8. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit werden Ergebnisse von makroskopischen Verformungsexperimenten und anschließenden Mikrostrukturuntersuchungen an ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen vorgestellt. In Erweiterung der Erkenntnisse aus vorangegangenen Arbeiten sollte der Bereich der plastischen Verformung zu tiefen Temperaturen erweitert werden, sowie die Entwicklung der Mikrostruktur bei der Verformung bei tiefen Temperaturen untersucht werden.

Die im Forschungszentrum Jülich nach der Czochalski-Methode gezüchteten Ein-Quasikristalle besitzen eine Zusammensetzung von $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21}\text{Mn}_{8,5}$ und erlauben die Präparation von makroskopischen Druckproben ohne Korngrenzen, Ausscheidungen usw., so dass die intrinsischen Eigenschaften ohne störende Einflüsse untersucht werden können.

Die makroskopischen Verformungsexperimente wurden in einem Temperaturbereich von 821°C bis 482°C durchgeführt. Dies entspricht homologen Temperaturen von 0,96 bis 0,66 der Schmelztemperatur. Die Längsachsen der Druckproben wurden entlang 2-zähliger und 5-zähliger Symmetrierichtungen gewählt. In zwei Temperaturbereichen ergibt sich ein unterschiedliches Verformungsverhalten.

Im Bereich hoher Temperatur bis hinab zu 580°C durchläuft die Verformungskurve nach einem Anfahrbereich mit plastischer Verformung und hoher Verfestigung eine obere Streckgrenze und fällt dann auf die untere Streckgrenze und einen weiten Bereich etwa stationärer Verformung ab. Unterhalb von 580°C konnte die Streckgrenze wegen der Sprödigkeit des Materials und der sehr hohen Spannungen nicht erreicht werden, so dass nur der Bereich plastischer Verformung mit hoher Verfestigung auftritt. Im Verlauf der Verformung, aber besonders im Bereich stationären Fließens, wurden Relaxationsexperimente, teilweise aber auch Dehnraten- und Temperaturwechselversuche durchgeführt. Die aus der Dehnratenempfindlichkeit der Relaxationen bestimmten Aktivierungsvolumina hängen nur von der Spannung und nicht von der Temperatur, der totalen Dehnratenrate oder der Orientierung der Druckachse ab. Das Aktivierungsvolumen fällt von $1,5 \text{ nm}^3$ bei niedrigen Spannungen auf etwa $0,2 \text{ nm}^3$ bei hohen Spannungen ab.

Der Beginn meßbarer plastischer Verformung ist in den Verformungskurven durch eine leichte Anstiegsänderung aus dem elastischen Bereich der Anfahrkurve heraus gekennzeichnet und wird hier als Elastizitätsgrenze bezeichnet. Sie ist im Bereich hoher Temperaturen etwas niedriger als die stationäre Fließspannung. Im Bereich tiefer Temperaturen wächst

sie mit abnehmender Temperatur schwächer als die stationären bzw. maximalen Fließspannungen. In diesem Bereich könnte die Elastizitätsgrenze die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsbeweglichkeit widerspiegeln. Für die aus der Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsgrenze berechnete (Gibbs'sche) Freie Aktivierungsenthalpie ergibt sich für mittlere Temperaturen 1,99 eV in Übereinstimmung mit den früheren Messungen aus Temperaturwechsel- und Relaxationsversuchen. Für tiefe Temperaturen beträgt die Freie Aktivierungsenthalpie nur 0,53 eV. Sie ist damit wesentlich kleiner als die in vorangegangenen Arbeiten bei höheren Temperaturen aber gleicher Spannung bestimmten Werte.

Die aus den makroskopischen Verformungsproben präparierten TEM-Proben zeigen bei Beobachtung im Höchstspannungs-Elektronenmikroskop für hohe Temperaturen gerade, kristallographisch ausgerichtete Versetzungen, die zum Teil homogen in einem Versetzungsnetzwerk angeordnet und zum Teil in Bändern konzentriert sind, und die eine geringe Dichte besitzen. Im unteren Temperaturbereich mit stationärer plastischer Verformung bei 580°C bilden sich Versetzungsbänder mit einer hohen Versetzungsdichte aus, zwischen denen ebenfalls homogen verteilte Versetzungen liegen. Die Versetzungen in den Bändern sind leicht gekrümmt und liegen in der Projektion überwiegend parallel. Bei tiefen Temperaturen sind die Versetzungen stark gekrümmt bzw. gezackt. Es treten keine Bänder mehr auf. Die Versetzungsdichten sind gegenüber der 580°C-Probe wieder etwas geringer, was auf den geringeren Grad plastischer Dehnung zurückzuführen ist. Die Burgersvektoranalyse zeigt Stufenversetzungen mit Burgersvektoren teilweise parallel oder senkrecht zur Druckrichtung. Diese Versetzungen erfahren aus der angreifenden Spannung entweder nur eine Kraft in Kletterrichtung oder gar keine Kraft. Dies weist im gesamten Temperaturbereich auf Klettern als Hauptbewegungsmodus der Versetzungen hin, wobei die Bewegung entweder durch die angreifende Spannung oder durch eine durch Punktdefekte mit Nichtgleichgewichts-Konzentration hervorgerufene chemische Kraft getrieben wird. Eine Schar von Versetzungen mit gleichem Burgersvektor besitzt meistens auch eine gemeinsame Vorzugsrichtung der Versetzungslinien.

Im Bereich zwischen 487°C bis 580°C zeigen viele Versetzungen eine Aufspaltung mit einem Linienabstand von 25 - 100 nm, wobei die Teilversetzungen die gleiche Richtung des Parallelanteils des Burgersvektors besitzen. Dies legt die Vermutung nahe, dass es sich um eine $1 : \tau^{-1} : \tau^{-2}$ -Aufspaltung handelt. Bei 482°C haben sich die Teilversetzungen weit voneinander entfernt und bilden zwischen sich einen flächenhaften Kontrast. Es wurde auch ein Beispiel gefunden, wo sich die eine Versetzung durch Klettern auf einer Ebene und die

entsprechende Partnerversetzung durch Gleiten auf einer anderen Ebene auseinander bewegt haben.

Die die Verformung kontrollierenden Prozesse unterscheiden sich in den beiden Temperaturbereichen beträchtlich. Bei stationärer Verformung im Hochtemperaturbereich wird die Verfestigung in Folge der Zunahme der Versetzungsdichte durch Erholung kompensiert. Die Fließspannung setzt sich aus der (athermischen) inneren Spannung durch weitreichende elastische Versetzungswechselwirkung und der aus dem Reibungsmechanismus der Versetzungen im Gitter resultierenden effektiven Spannung zusammen. Da der Hauptmechanismus der plastischen Verformung in Quasikristallen auf Klettern zu beruhen scheint, ist zur Erholung jedoch Gleiten notwendig. Die hohen Aktivierungsenergien von etwa 4 eV bei niedrigen Spannungen und damit hohen Temperaturen werden nicht dem Kletterprozess der Versetzungsbewegung sondern hauptsächlich dem Gleitprozess der Erholung zugeschrieben. Bei tiefen Temperaturen verlaufen die Erholungsprozesse nur noch sehr langsam, so dass diese keine Rolle mehr spielen. Die plastische Verformung erfolgt wie bei hohen Temperaturen durch Klettern. Der Anstieg der Spannung im Bereich der hohen Verfestigung kann jedoch nicht durch die Zunahme der Versetzungsdichte erklärt werden. Hier scheint die Bildung von nicht ausheilenden Phasonenfehlern den Quasikristall zu verfestigen.

Anhang

Origin 6.0 Worksheet-Script zur Auswertung der Rohdaten aus makroskopischen Verformungsexperimenten. Im Gegensatz zu einem früher benutzten Algorithmus werden hier die Werte für $\frac{d\sigma}{dt}$ nicht aus einem Differenzenquotienten von zwei Punkten mit einem vorgegebenen Abstand im Datensatzindex berechnet. Es wird vielmehr über eine variable Anzahl von Datenpunkten, die ein vorgegebenes Spannungsintervall umfassen müssen, eine quadratische Regression durchgeführt. In der Mitte des jeweiligen Spannungsintervalls wird dann der Anstieg des angepassten Polynoms ermittelt. Die auf diese Weise berechneten Relaxationskurven besitzen eine bedeutend geringere Streuung und liefern auch im Startbereich der Relaxation zuverlässige Daten.

```
echo=1;
limit %H_load;          /*Setzt die Groesse von limit.size, also in den meisten Faellen der oberen Grenze der Laufvariablen i, auf
                        die Anzahl der Zeilen der Spalte load des aktuell benutzten Worksheets*/

/*Zuerst die Variablen festlegen*/

o1=2;                  /*o1=Offset fuer Spannung in N (z.B. 12)*/
f=2.178;               /*f=Flaeche der Druckprobe in mm^2 (z.B. 2.32)*/
l=4.754;               /*l=Laenge der Probe in mm (z.B. 6.042)*/
e=3;                  /*Anzahl der Messpunkte fuer Glaettung (z.B. 3)*/
d2=2;                 /*Mindestschrittweite der Kraft fuer Messpunkte bei Relaxationen in N (z.B. 2, wenn die Maschine alle 2 N einen
                        Messpunkt aufgezeichnet hat)*/
d3=9;                 /*Faktor fuer die Auswahl der Messpunkte (z.B. 3 bedeutet, dass die Mindestschrittweite verdreifacht wird)*/
o3=0;                 /*Offset fuer ersten Punkt in "sig-ln(dsig/dt)"-Kurven*/
d1=$(d2*d3/f);        /*Spannungsintervall fuer Messpunkte in MPa (ergibt sich eindeutig aus vorangestellten Variablen)*/
steif=120000;          /*Steifigkeit der Probe in MPa (z.B. 120000 MPa)*/
deps=0.000001;         /*von Aussen aufgetragene Dehnungsrate kurz vor der Relaxation (z.B. 10^-4 [1/s])*/

/*****/

t0=col(time)[1];

o2=col(strain)[1];

for (i=1;i<=limit.size;i+1){

    col(time)[i]=col(time)[i]-t0;          /*Startpunkt der Zeitskala wird auf Null gesetzt*/

    col(sig)[i]=(col(load)[i]+o1)/f;        /*Aus der mit einem Offset o1 korrigierten Stempelkraft und der*/
                                           /*Grundflaeche f der Probe wird die Normalspannung berechnet*/

    col(eps)[i]=(col(strain)[i]-o2)/(l*10); /*Aus dem fuer den Start auf Null korrigierten Weg und der*/
                                           /*Probenlaenge l wird die Dehnung berechnet*/

};

x=0;
y=0;

for (i=1;i<=limit.size;i+1){

    col(dsig)[i+e]=(((col(sig)[i+2*e]-col(sig)[i+e])/
                    (col(time)[i+2*e]-col(time)[i+e]))
                    +((col(sig)[i+e]-col(sig)[i])/
                    (col(time)[i+e]-col(time)[i]))))/2;

    /*Alte Berechnung nach Geyer, Berechnung der zeitlichen
    Ableitung der Spannung*/
    /*ueber die Mittelung der Anstiege zu den benachbarten*/
    /*Spannungswerten im Abstand e*/

    %A=%(%H,4,i);

    if (%A=="h")
    {

        x=1+y;          /*Indexierung der Werte fuer aufeinanderfolgende Relaxationen*/
    }
}
```

```

        col(N)[i]=x;                                     /*z.B. werden die Werte in der Spalte N fuer die zweite Relaxation auf 2
                                                         gesetzt*/
        col(lnds)[i+e]=ln(abs(col(dsig)[i+e]));           /*Berechnung des natuerlichen Logarithmus aus dem Betrag der
                                                         zeitlichen Ableitung der Spannung*/
    }

    else

    {

        col(lnds)[i]=%(A);                               /*Keine Werte eingetragen*/
        %A="-";
        y=x;                                              /*Index wird um 1 raufgesetzt*/

    };

};

for (i=1;i<=limit.size;i+1){

    %A=%(H,4,i);
    if (%A=="h")

    {

        col(I)[i+e]=(((col(sig)[i+2*e]-col(sig)[i+e])/
                      (col(lnds)[i+2*e]-col(lnds)[i+e]))
                      +((col(sig)[i+e]-col(sig)[i])/
                      (col(lnds)[i+e]-col(lnds)[i])))/2;    /*Alte Berechnung nach Geyer von I*/

        col(m)[i+e]=col(sig)[i+e]/col(I)[i+e];           /*Berechnung des Spannungsexponenten m*/

    }

    else

    {

        col(I)[i]=%(A);
        col(m)[i]=%(A);
        %A="-";

    };

};

/***** Neue Berechnung: Glaettung und Selektierung der Sigmawerte und ihrer Ableitungen *****/

/*Berechnung der geglaetteten und selektierten Spannungswerte*/

for (i=1;i<=limit.size;i+1){

    %A=%(H,4,i);
    %B=%(H,4,i-1);
    %W="-";

    if (%A=="h"&&%B!="h")                                /*Abfrage, ob eine Relaxation beginnt*/

    {

        col(sign)[i]=col(sig)[i];

        s=i;
        g=s;                                              /*Festlegung der Zeile fuer die Berechnung */
                                                         /*des ersten geglaetteten Spannungswertes in einer Relaxation*/

        for (j=s+1;j<=limit.size;j+1){

            k=col(sign)[s];
            m=col(sig)[j];
            %K=%(H,4,j);

```

```

if (%K=="h")
{
    if ((k-m)>=d1)                /*Abfrage des Kriteriums fuer Zeile des naechsten
                                geglaetteten Spannungswertes, also ob das vorgegebene
                                Spannungsintervall ueberschritten wurde*/
    {
        a2=(k+m)/2;                /*Mitte des Spannungsintervals*/

        for (f1=s;f1<=j;f1+1){
            a3=col(sig)[f1];

            if (a3<=a2)
            {
                g=f1-1;            /*Festlegung der Zeile, wo die Mitte des
                                Spannungsintervals als "sign"-Wert*/
                break;            /* hingeschrieben werden soll*/
            }
        };

        col(sign)[g]=a2;

        for (ind=s;ind<=j;ind+1){    /*Uebernahme der fuer die quadratische
                                Regression noetigen*/
                                /*"sig"-Werte in eine temporaere leere Spalte*/

            col(b)[ind]=col(sig)[ind];

        };

        stat.reset();                /*Quadratische Regression*/
        stat.pr.order=2;
        stat.data$=%H_b;
        stat.pr();

        mark -m %H_b -b s -e j;        /*Loeschen der Werte in der
                                temporaeren Spalte*/

        b0=stat.pr.a;                /*Ergebnisse der Regression*/
        b1=stat.pr.b1;
        b2=stat.pr.b2;

        if (b2=0)
        {
            col(timen)[g]=(a2-b0)/b1;    /*Berechnung der zum "sign"-Wert
                                gehoerenden Zeit auf der angepassten
                                Kurve in Abhaengigkeit der
                                Kuervenkruemmung*/
        };

        if (b2>0)
        {
            col(timen)[g]=(-b1/(2*b2))-sqrt((b1/(2*b2))^2+((a2-b0)/b2));

        };

        if (b2<0)
        {
            col(timen)[g]=(-b1/(2*b2))+sqrt((b1/(2*b2))^2+((a2-b0)/b2));

        };
    }
}

```

```

col(dsign)[g]=b1+2*b2*col(timen)[g];      /*Berechnung des Anstiegs am
                                           festgelegten Punkt der Kurve*/

col(lndsn)[g]=ln(abs(col(dsign)[g]));

if (s==i)                                /*Erste Anpassung innerhalb einer
                                           Relaxation*/

{

    col(sign)[i+e]=b0+b1*col(time)[i+e]+b2*((col(time)[i+e])^2);

    col(dsign)[i+e]=b1+2*b2*col(time)[i+e];      /*Berechnung
                                                    eines
                                                    zusaetzlichen
                                                    Punktes bei der
                                                    Zeit der dritten
                                                    Zeile nach
                                                    Beginn der*/

    col(lndsn)[i+e]=ln(abs(col(dsign)[i+e]));      /*Relaxation*/

    col(timen)[i+e]=col(time)[i+e];

    col(para)[i]=b0;

    col(para)[i+1]=b1;

    col(para)[i+2]=b2;

};

s=g;                                     /*Beginn des naechsten Intervals wird auf die Mitte des letzten
                                           Intervals gelegt*/

};

}

else                                     /*Falls das Ende der Relaxation erreicht ist*/

{

    a2=(k+col(sig)[j-1])/2;               /*kritisches Spannungsinterval muss nun nicht
                                           mehr Uebersprungen werden*/
                                           /*Es wird einfach ein Punkt in der Mitte des
                                           Intervals "Mitte letztes Interval"*/
                                           /*und "Ende der Relaxation" berechnet*/
                                           /*Ab hier genau wie bei den anderen Interven*/

    for (f1=s;f1<j;f1+1){

        a3=col(sig)[f1];

        if (a3<=a2)

        {

            g=f1-1;
            break;

        };

    };

    col(sign)[g]=a2;

    for (ind=s;ind<j;ind+1){

        col(b)[ind]=col(sig)[ind];

    };

    stat.reset();

```

```

stat.pr.order=2;
stat.data$=%H_b;
stat.pr();

mark -m %H_b -b s -e (j-1);

b0=stat.pr.a;
b1=stat.pr.b1;
b2=stat.pr.b2;

if (b2=0)
{
    col(timen)[g]=(a2-b0)/b1;
};
if (b2>0)
{
    col(timen)[g]=(-b1/(2*b2))-sqrt((b1/(2*b2))^2+((a2-b0)/b2));
};
if (b2<0)
{
    col(timen)[g]=(-b1/(2*b2))+sqrt((b1/(2*b2))^2+((a2-b0)/b2));
};
col(dsign)[g]=b1+2*b2*col(timen)[g];
col(lndsn)[g]=ln(abs(col(dsign)[g]));
col(para)[g]=b0;
col(para)[g+1]=b1;
col(para)[g+2]=b2;

Relaxation*/
i=j-1;                                /*Laufvariable fuer die Abfrage nach Beginn einer
break;                                /*wird an des Ende der aktuellen Relaxation gelegt*/

};

};

};

/*Berechnung von In und dem Spannungsexponenten mn aus den geglaetteten Spannungswerten*/
for (i=1;i<=limit.size;i+1){
    u1=abs(col(sign)[i]);
    if (u1>=0)                            /*Suchen des ersten geglaetteten Spannungswertes*/
    {
        n1=i;
        n2=0;
        n3=0;
        for (j2=n1;j2<=limit.size;j2-1){

```

```

%A=%(%H,4,(j2-1));
if (%A=="h")
{
    u2=abs(col(sign)[j2-1]);
    if (u2>=0)          /*Suchen des naechsten davorliegenden geglaetteten Spannungswertes*/
    {
        n2=(j2-1);
        break;
    };
}
else
{
    break;
};

};

for (j3=n1;j3<=limit.size;j3+1){
    %A=%(%H,4,(j3+1));
    if (%A=="h")
    {
        u3=abs(col(sign)[j3+1]);
        if (u3>=0)          /*Suchen des naechsten nachfolgenden geglaetteten Spannungswertes*/
        {
            n3=(j3+1);
            break;
        };
    }
    else
    {
        break;
    };

};

/*Berechnung von In mit den den geglaetteten Werten*/
col(In)[i]=(((col(sign)[n3]-col(sign)[n1])/(col(lndsn)[n3]-col(lndsn)[n1]))+
((col(sign)[n1]-col(sign)[n2])/(col(lndsn)[n1]-col(lndsn)[n2])))/2;

col(mn)[i]=col(sign)[i]/col(In)[i];          /*Berechnung des Spannungsexponenten mn mit den geglaetteten
Werten*/

};

};

```

Literaturverzeichnis

- [1] Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., Cahn, J.W., 1984, *Phys. Rev. Lett.*, **53**, 1951
- [2] Wollgarten, M., Beyss, M., Urban, K., Liebertz, H., Köster, R., 1993, *Phys. Rev. Lett.*, **71**, 549
- [3] Wollgarten, M., Bartsch, M., Messerschmidt, Feuerbacher, M., Rosenfeld, R., Beyss, M., Urban, K., 1995, *Phil. Mag. Lett.*, **71**, 99
- [4] Geyer, B., Bartsch, M., Feuerbacher, M., Urban, K., Messerschmidt, U., 2000, *Phil. Mag. A*, **80**, 1151
- [5] Messerschmidt, U., Bartsch, M., Geyer, B., Feuerbacher, M., Urban, K., 2000, *Phil. Mag. A*, **80**, 1165
- [6] Feuerbacher, M., Baufeld, B., Rosenfeld, R., Bartsch, M., Hanke, G., Beyss, M., Wollgarten, M., Messerschmidt, U., Urban, K., 1995, *Phil. Mag. Lett.*, **71**, 91
- [7] Rosenfeld, R., Feuerbacher, M., Baufeld, B., Bartsch, M., Wollgarten, M., Hanke, G., Beyss, M., Messerschmidt, U., Urban, K., 1995, *Phil. Mag. Lett.*, **72**, 375
- [8] Penrose, R., 1974, *Bull. Inst. Math. Appl.*, **10**, 266
- [9] Janner, A., Janssen, T., 1977, *Phys. Rev. B*, **15**, 643.
- [10] Duneau, M., Katz, A., 1985, *Phys. Rev. Lett.* **54**, 2688.
- [11] Elser, V., 1986, *Acta Cryst. A*, **42**, 36.
- [12] Janot, J., 1992, *Quasicrystals - A Primer*, Clarendon Press, Oxford
- [13] Cahn, J. W., Shechtman, D., Gratias, D., 1986, *J. Mat. Res.*, **1**, 13.
- [14] Boudard, M., de Boissieu, M., Janot, J., Heger, G., Beeli, C., Nissen, H-U., Vincent, H., Ibberson, R., Audier, M., Dubois, J. M., 1992, *J. Phys.: Cond. Matt.* **4**, 10149.
- [15] Zumkley, Th., Mehrer, H., Freitag, K., Wollgarten, M., Tamura, N., Urban, K., 1996, *Phys. Rev. B*, **54**, 6815
- [16] Sprengel, W., Lograsso, T.A., Nakajima, H., 1997, *Defects and Diffusion Forum*, **143-147**, 849

-
- [17] Blüher, R., Scharwaechter, P., Frank, W., Kronmüller, H., 1998, *Phys. Rev. Lett.*, **80**, 1014
- [18] Devaud-Rzepski, J., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D., 1989, *Proc. IIIrd Int. Conf. on Quasicrystals*, World Scientific, Singapor, 498
- [19] Devaud-Rzepski, J., Quivy, A., Calvayrac, Y., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D., 1989, *Phil. Mag. B* **60**, 855
- [20] Dai, M.X., Urban, K., 1993, *Phil. Mag. Lett.* **67**, 67
- [21] Baier, F., Müller, M.A., Grushko, B., Schaefer, H.-E., 2000, *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 650-653
- [22] Vladimirov, V. I., 1976, *Einführung in die physikalische Theorie der Plastizität und Festigkeit*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig
- [23] Baier, F., Schaefer, H.-E., 2002, *J. Alloys Comp.*, **345**, 318-320
- [24] Kimura, K., Matsuda, H., Tamura, R., Fujimori, M., Schmechel, R., Werheit, H., 1995, *Proceedings of the 5th International Conference on Quasicrystals*, edited by Janot, C. und Mosseri, R., 730-738
- [25] Wollgarten, M., 1993, *Elektronenmikroskopische Untersuchungen von Defekten in ikosaedrischen Quasikristallen*. RWTH Aachen, Dissertation.
- [26] Burgers, J.M., 1940, *Proc. Phys. Soc.*, **52**, 23
- [27] Ricker, M., 2000, *Zur Kontinuumstheorie der Versetzungen in ikosaedrischen Quasikristallen*, Universität Stuttgart, Diplomarbeit
- [28] Caillard, D., Vanderschaeve, G., Bresson, L., Gratias, D., 2000, *Phil. Mag. A*, **80**, 237-253
- [29] Caillard, D., Roucau, C., Bresson, L., Gratias, D., 2002, *Acta Mat.*, **50**, 4499-4509
- [30] Caillard, D., Morniroli, J.P., Vanderschaeve, G., Bresson, L., Gratias, D., 2002, *Eur. Phys. J. AP*, **20**, 3-8
- [31] Wollgarten, M., Metzmacher, C., Rosenfeld, R., Feuerbacher, M., 1997, *Phil. Mag A*, **76**, 455
- [32] Caillard, D., Momprou, F., Bresson, L., Gratias, D., 2003, *Scripta Mat.*, **49**, 11
- [33] Kocks, U.F., Argon, A.S., Ashby, M.F. 1975, *Thermodynamics and kinetics of slip*. Prog. in Mater.Sci., **19**, Eds.: Chalmers, J.W., Christian, T., Massalski, B., Pergamon Press
- [34] Hull, B., Bacon, D. J., 1994, *Introduction to Dislocations*, 76.

- [35] Seeger, A., 1958, *Handbuch der Physik Bd. VII/2: Kristallphysik II*, ed. S. Flügge, Springer-Verlag, Berlin, 31
- [36] Taylor, G. I., 1934, *Proc. Roy. Soc.*, **A145**, 362
- [37] Edington, J.W., 1975, *Monographs in Practical Electron Microscopy in Material Science. Part I - IV*, MacMillan Press Ltd., London
- [38] Wollgarten, M., Gratias, D., Zhang, Z., Urban, K., 1991, *Phil. Mag. A*, **64**, 819
- [39] Ham, R.K., 1961, *Phil. Mag.*, **6**, 1183
- [40] Rosenfeld, R., 1994, *Elektronenmikroskopische Untersuchungen zur Plastizität von Quasikristallen*, RTWH Aachen, Diplomarbeit
- [41] Williamson, G., Hall, W., 1953, *Acta Metall.*, **1**, 22
- [42] Lubensky, T.C., Ramaswamy, S., Toner, J., 1986, *Phys. Rev. B*, **33**, 7715
- [43] Socolar, J.E.S., Lubensky, T.C., Steinhardt, P.J., 1986, *Phys. Rev. B*, **34**, 3345
- [44] Kalugin, P.A., Kitayev, A.Y., Levitov, L.S., 1985, *JETP Lett.*, **41**, 145
- [45] Ovid'ko, I.A., 1992, *Mat. Sci. Eng. A*, **154**, 29
- [46] Zhang, Z., Urban, K., 1989, *Phil. Mag. Lett.*, **60**, 97
- [47] Lubensky, T.C., Ramaswamy, S., Toner, J., 1985, *Phys. Rev. B*, **32**, 7444
- [48] Zhang, Z., Wollgarten, M., Urban, K., 1990, *Phil. Mag. Lett.*, **61**, 125
- [49] Feuerbacher, M., Metzmacher, M., Wollgarten, M., Urban, K., Baufeld, B., Bartsch, M., Messerschmidt, U., 1997, *Mat. Sci. Eng. A*, **233**, 103
- [50] Schall, P., Feuerbacher, M., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Urban, K., 1999, *Phil. Mag. Lett.*, **79**, 785
- [51] Ebert, P., Feuerbacher, M., Tamura, N., Wollgarten, M., Urban, K., 1996, *Phys. Rev. Lett.*, **77**, 3827
- [52] Messerschmidt, U., Bartsch, M., Feuerbacher, M., Geyer, B., Urban, K., 1999, *Phil. Mag. A*, **79**, 2123
- [53] Labusch, R., Schwarz, R.B., 1991, in: *Strength of Metals and Alloys*, D.G. Brandon et al. (Eds.), Freund Publ., London, 47
- [54] Brunner, D., Plachke, D., Carstanjen, H.D., 2000, *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 773
- [55] Takeuchi, S., Hashimoto, T., 1993, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **32**, 2063
- [56] Messerschmidt, U., Häussler, D., Bartsch, M., Geyer, B., Feuerbacher, M., Urban, K., 2000, *Mat. Sci. Eng. A*, **294-296**, 757

- [57] Geyer, B., 1999, *Makroskopische Verformungseigenschaften und Versetzungsbewegungen in ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen*, Universität Halle, Dissertation
- [58] Schall, P., 2002, *Plastizität dekadonaler Al-Ni-Co-Einquasikristalle*, RWTH Aachen, Dissertation
- [59] Baufeld, B., 1996, *Plastische Verformung von kubischem Zirkonia*. Universität Halle, Dissertation.
- [60] Strümpel, C., *Untersuchung von Röntgenreflexprofilen an Quasikristallen*, Universität Halle, Diplomarbeit
- [61] Momprou, F., Bresson, L., Caillard, D., 2003, *Dislocation climb and low-temperature plasticity of AlPdMn*, Oral contribution, Jont Colloquium GDR-CINQ and SPQK, Nancy, France
- [62] Schoeck, G., 1965, *Phys. Stat. Sol.*, **8**, 499
- [63] Petukhov, B.V., Bartsch, M., Messerschmidt, U., 2000, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, **9**, 89
- [64] Tanaka, K., Mitarai, Y., Koiwa, M., 1996, *Phil. Mag. A*, **73**, 1715
- [65] Dilger, C., Mikulla, R., Roth, J., Trebin, H.-R., 1997, *Phil. Mag. A*, **75**, 425
- [66] Takeuchi, S., Shinoda, K., Edagawa, K., 1999, *Phil. Mag. A*, **79**, 317
- [67] Mikulla, R., Krul, F., Gumbsch, P., Trebin, H.-R., 1996, in: *New Horizons in Quasicrystals: Research and Applications*, World Scientific, 200
- [68] Franz, V., Feuerbacher, M., Wollgarten, M., Urban, K., 1999, *Phil. Mag. Lett.*, **70**, 333
- [69] de Boissieu, M. et al., 2002, *8th Int. Conf. on Quasicrystals*, Bangalore
- [70] Dubois, J.-M., 1998, In: *J.B. Suck et al., editors, Introduction to Quasicrystals*, Springer-Verlag, Berlin
- [71] Bartsch, M., Schall, P., Messerschmidt, U., 2003, unpubliziert
- [72] Messerschmidt, U., Bartsch, M., Geyer, B., Ledig, L., Feuerbacher, M., Wollgarten, M., Urban, K., 2001, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **643**
- [73] Feuerbacher, M., Schall, P., Estrin, Y., Bréchet, Y., 2001, *Phil. Mag. Lett.*, **81**, 473

Danksagung

Ich möchte mich ganz herzlich bei allen bedanken, die mir bei der Anfertigung dieser Arbeit geholfen haben.

Mein besonderer Dank gilt dabei Herrn Prof. Dr. Ulrich Messerschmidt für die Betreuung der Arbeit, die wertvollen und anregenden Gespräche sowie seinem stetigen Interesse am Vorankommen der Dissertation.

Dem "Maschinenmeister" Herrn Dr. Martin Bartsch danke ich für seine tatkräftige Unterstützung bei allen experimentellen Arbeiten, die lehrreichen Diskussionen sowie seine Geduld und Hilfsbereitschaft.

Für die zur Verfügung gestellten Quasikristalle und den anregenden Gedankenaustausch danke ich der Quasikristall-Gruppe von Herrn Prof. Dr. Knut Urban vom Forschungszentrum Jülich.

Die Mikrostrukturuntersuchungen wären ohne die technische Instandhaltung des Höchstspannungselektronenmikroskops durch Herrn Christian Dietsch und Herrn Wolfgang Greie nicht möglich gewesen.

Ich danke nochmal allen Mitgliedern der Gruppe von Prof. Dr. Ulrich Messerschmidt für das herzliche und offene Arbeitsklima.

Den Mitarbeitern der Bildstelle und der Computer support group danke ich für ihre freundliche Unterstützung.

Für Ablenkung von der manchmal recht trocknen Wissenschaft danke ich allen meinen Freunden.

Meinen Eltern danke ich für ihre, in jeder Hinsicht, bedingungslos gebotene Unterstützung.

Ganz besonders danke ich meiner Freundin Sandra Heinke, die mir in allen Lebenslagen eine Stütze ist und mich auch in schwierigen Zeiten aufgebaut hat.

Meinem Sohn Korvin danke ich, obwohl er dafür sicherlich keine besonderen Anstrengungen unternommen hat, für die ständige Erinnerung an das, was wirklich wichtig ist im Leben.

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Ledig
Vorname: Lars
Geburtsdatum: 24. April 1974
Geburtsort: Eilenburg
Familienstand: ledig
Staatsangehörigkeit: deutsch

Schulbildung

09/80 – 07/90 Allgemeine Polytechnische Oberschule Jesewitz
09/90 – 07/92 Spezialklassen Chemie an der Technischen Hochschule Merseburg
Abschluss: allgemeine Hochschulreife

Hochschulstudium

10/92 – 05/98 Studiengang Physik
Technische Universität Dresden

Diplomarbeit

02/97 – 05/98 Thema:
“Herstellung der intermetallischen Verbindung YNi_2B_2C unter Nichtgleichgewichtsbedingungen”

Promotion

09/99 – 07/03 Promotionsstudium an der Martin-Luther Universität Halle - Wittenberg als wissenschaftlicher Mitarbeiter bzw. Gastwissenschaftler am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik Halle.
12/03 Dissertation zum Thema "Temperaturabhängigkeit der Versetzungsstrukturen in plastisch verformten Al-Pd-Mn-Ein-Quasikristallen"

Halle, den 15.12.2003

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Halle, den 26.06.2003