

KfK 2614
März 1978

**Porenbildung in einer
Al-Mg-Si-Legierung mit
unterschiedlichen
Ausscheidungszuständen
und in Reinstaluminium nach
Bestrahlung mit
100 keV Al-Ionen**

B. Jahnke
Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 2614

Porenbildung in einer Al-Mg-Si-Legierung mit unterschiedlichen Ausscheidungszuständen und in Reinstaluminium nach Bestrahlung mit 100 keV Al - Ionen

von

B. Jahnke *

Kernforschungszentrum Karlsruhe, GmbH, Karlsruhe

* von dem Fachbereich Maschinenbau der Technischen Hochschule Darmstadt genehmigte Dissertation

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde der Einfluß des Ausscheidungszustandes auf die strahlungsinduzierte Porenbildung am Beispiel einer Aluminium-Magnesium-Siliziumlegierung untersucht. Reinstaluminium wurde als Vergleichsmaterial herangezogen. Die Änderungen des Gefüges und die Bildung von Poren wurden als Funktion der Bestrahlungsdosis (0.8 bis 80 dpa) und der Temperatur (55 bis 250°C) mittels der Transmissionselektronenmikroskopie verfolgt. Die Bestrahlungen wurden mit 100 keV Aluminium-Ionen durchgeführt.

An hochreinem Aluminium wurde über den gesamten Temperaturbereich Porenbildung beobachtet, mit einem Schwellmaximum von 3,4 % bei 150°C. Der Sättigungseffekt im Schwellverhalten kann bei höheren Temperaturen auf Ausheilprozesse nach der Bestrahlung zurückgeführt werden. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Defektraten besteht Übereinstimmung mit Ergebnissen aus Neutronenbestrahlung.

Das Bestrahlungsverhalten der Al-Mg-Si-Legierung ist von der thermischen Vorbehandlung abhängig. Der homogenisierte Zustand der Legierung zeigt keinerlei Porenbildung im Temperaturbereich von 55-140°C. Ursache hierfür könnte ein Trappingmechanismus von Leerstellen mit den gelösten Silizium- bzw. Magnesiumatomen sein.

Bei Auslagerungen der Legierung, die zu kohärenten Ausscheidungen führen, ergibt nachfolgende Bestrahlung im Temperaturbereich maximal zu erwartenden Schwellens ($0.35 T_g \leq T \leq 0.44 T_g$) eine vollständige Unterdrückung der Porenbildung. Demgegenüber führen Vorbehandlungen, bei denen inkohärente oder nur teilweise kohärente Ausscheidungen gebildet werden im gleichen Temperaturbereich zur Bildung von Poren. Der Betrag des Schwellens ist jedoch gegenüber Reinstaluminium reduziert, das Schwellmaximum zu tieferen Temperaturen verschoben.

Die vorliegenden Ergebnisse können erklärt werden, wenn angenommen wird, daß gelöste Legierungselemente Leerstellen trappen können und gleichzeitig kohärente Ausscheidungen als Rekombinationszentren wirksam werden. Entsprechende Modellrechnungen stützen diese Annahme.

Void Formation in an Al-Mg-Si Alloy after Different Precipitation Treatments and in High-Purity Aluminium after Irradiation with 100 keV Al-Ions

Summary

The influence of different precipitation treatments upon radiation induced void formation was studied in an Al-Mg-Si alloy and the results compared with those obtained in high-purity Al. The changes in the microstructure and the void formation were investigated by TEM-methods for the dose range 0.8-80 dpa and the temperature range 55^o-250^oC. The irradiation was carried out with 100 keV Al-ions.

The high-purity Al showed void formation over the whole temperature range investigated with a maximum $\Delta V/V$ of 3,4 % at 150^oC. The saturation effect for higher temperatures is the result of recovery processes after the irradiation. Taking into account the different defect production rates there is agreement between the results of neutron irradiations and self-ion irradiations.

The behaviour of the Al-Mg-Si alloys depends strongly upon the thermal pretreatments. The alloy in its homogenized state shows no voidage between 55 and 140^oC. Trapping of vacancies on solute Si, resp. Mg-atoms could be the explanation.

An ageing treatment leading to coherent precipitates results for the temperature region of highest swelling ($0.35 T_g \leq T \leq 0.44 T_g$) in the complete suppression of void formation. On the other hand result treatments with incoherent or partially coherent precipitates in swelling. The amount of swelling, however, is lower compared to pure Al and the temperature of the swell maximum is shifted to lower temperatures.

The results discussed above could be explained by the mechanism of trapping of vacancies by solute atoms on one hand and the coherent precipitates acting as recombination centers on the other hand. These assumption are supported by theoretical calculations.

<u>Inhaltsverzeichnis</u>		Seite
1	Zusammenfassung	1
2	Einleitung	4
3	Grundvoraussetzungen der strahleninduzierten Porenbildung	7
4	Einfluß kohärenter und inkohärenter Ausscheidungen auf die strahleninduzierte Porenbildung	8
5	Experimenteller Teil	13
5.1	Auswahl des Probenmaterials und die Festlegung der experimentellen Parameter	13
5.2	Experimentelle Untersuchungsmethoden	15
5.2.1	Präparation der Proben	15
5.2.2	Elektronenmikroskopische Untersuchung	19
5.2.3	Bestimmung der geschädigten Schicht mit Hilfe der elektronenmikroskopischen Stereotechnik	21
5.2.4	Statistische Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen	23
5.2.5	Elektronenmikroskopische Bestimmung der Versetzungsdichte	25
5.3	Durchführung der Bestrahlungsexperimente	28
5.3.1	Das Beschleunigersystem	28
5.3.2	Die Bestrahlungskammer	29
5.3.3	Die Bestrahlungsparameter	33
5.4	Elektronenmikroskopische und resistometrische Untersuchung der Legierung AlMgSi	36
5.4.1	Das ternäre System AlMgSi	37
5.4.2	Die elektronenmikroskopische Untersuchung des Ausscheidungszustands	39
5.4.3	Messung des elektrischen Widerstands	47
5.5	Experimentelle Ergebnisse der Bestrahlungen von Reinstaluminium, Diskussion	53
5.5.1	Einfluß der Bestrahlungstemperatur	56

	Seite	
5.5.2	Einfluß der Bestrahlungsdosis	64
5.5.3	Einfluß der Bestrahlungsenergie	72
5.5.4	Einfluß der Probenoberfläche und der Korn- grenzen	74
5.6	Experimentelle Ergebnisse der Bestrahlungen der ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi, Diskussion	79
5.6.1	Einfluß der Bestrahlungen auf den Lösungs- geglühten Zustand	82
5.6.2	Einfluß kohärenter Ausscheidungen auf die Porenbildung	83
5.6.3	Einfluß teilweise kohärenter bzw. inkohä- renter Ausscheidungen	84
5.6.4	Diskussion	90
5.7	Randprobleme	97
5.7.1	Porenmorphologie	97
5.7.2	Einfluß der Oxydhaut	99
5.7.3	Einfluß der Zerstäubungsrate	99
6	Theoretische Berechnungen	100
6.1	Erzeugung von Punktdefekten	100
6.1.1	Der Stoßprozeß	103
6.1.2	Das Kaskadenmodell	104
6.1.3	Der Verlagerungsquerschnitt	107
6.2	Das Porenwachstum	111
6.2.1	Die Ratengleichungen	111
6.2.2	Berechnung der Schwellraten	116
6.2.3	Berechnung der Senkenvernichtungswahr- scheinlichkeiten	118
6.2.4	Ergebnisse und Diskussion	125
7	Ausblicke	138
	Literaturverzeichnis	141

Verzeichnis der wichtigsten Symbole

A	Probenfläche
a	Rekombinationsfaktor
a_v, a_i	geometrische Faktoren
B	Rekombinationskoeffizient
b	Sprungentfernung
c_s	Konzentration
c_p	Porendichte
c_v^F, c_i^F	Konzentration der freien Leerstellen und Zwischengitteratome
c_v^{th}, c_i^{th}	Konzentration der thermischen Leerstellen und Zwischengitteratome
D	Diffusionskonstante
d	Probendicke
D_{pi}	Porendurchmesser
\bar{D}_p	Mittlerer Porendurchmesser
E	Energie
E_B	Bindungsenergie
E_D	Schwellenenergie
E^f	Bildungsenergie
E^m	Wanderungsenergie
E_I	Ionisationsenergie
E_{max}	maximal Übertragbare Energie
$g(\epsilon)$	reduzierte Energie
I_Z	Anzahl der zerstäubten Atome
I_O	Anzahl der einfallenden Teilchen
J	Defektfluß
K	Defekterzeugungsrate
K_{eff}	effektive Defekterzeugungsrate
L	Länge eines Liniennetzes bei der Bestimmung der Versetzungsdichte
M_2	Massenzahl des gestoßenen Teilchens
N	Anzahl der Schnittpunkte der Versetzungen mit einem Liniennetz
N_{pi}	Anzahl der Poren mit dem Durchmesser D_{pi}

N_P	Anzahl der Poren im ausgewerteten Porenvolumen
N_S	Anzahl der Atome im effektiven Schadensvolumen
N_V, N_i	Totale Anzahl der Leerstellen und Zwischengitteratome
\dot{N}_{PV}	Totale Produktionsrate für Leerstellen
n	Dichte der Ausscheidungen
n_O	Teilchenzahldichte
n_D	Kaskadenfaktor
n_V, n_i	atomare Konzentration der Leerstellen und Zwischengitteratome
P	Paralaxe
p	Senkenverlustwahrscheinlichkeit
$P(T)$	Stossparameter
p_V, p_i	Wahrscheinlichkeiten, daß der Sprung einer Leerstelle oder eines Zwischengitteratoms zur Vernichtung führt
R	Radius einer effektiven Senkenumgebung
R_G	Gesamtwiderstand
R_P	projizierte Reichweite
R_T	thermischer Anteil des Widerstandes
$R(T)$	Harte-Kugel-Radius
R_V, R_i	Verlustraten für Leerstellen und Zwischengitteratome
R_O	Restwiderstand
r_O	Senkenradius
S	Senkenverlustanteil
$S(E)$	Zerstäubungsrate
s	Abstand der Kippachse zur untersuchten Einzelheit
s_a	Abstand der Kippachse zur optischen Achse
T	Temperatur
T	Teilchenenergie
T_S	Schadensenergie
t	Zeit
U_O	Sublimationsenergie

V	Untersuchtes Probenvolumen
V_o	Vergrößerung der elektronenmikroskopischen Aufnahme
α	Faktor bei der Berechnung der Zerstäubungsrate
β	Biasfaktor
γ	Kippwinkel bei Stereoaufnahmen
δ	Schwellrate
κ	Potentialfaktor
Δh	Schichtdicke der stereoskopisch untersuchten Schicht
Δs	In die Probenebene projizierter Abstand der untersuchten Einzelheiten
Λ	Versetzungsdichte
λ	Länge aller Versetzungen im Probenvolumen
λ_p	Projizierte Länge aller Versetzungen im Probenvolumen
ν_V, ν_i	Sprungfrequenzen von Leerstellen und Zwischengitteratomen
ν_V^T	Sprungfrequenz für eingefangene Leerstellen
σ_D	Integraler Wirkungsquerschnitt
Φ	Teilchenfluß

Indizes

A	Ausscheidungen
F	Freie Leerstellen
i	Zwischengitteratome
K	Korngrenzen
P	Poren
T	Eingefangene Leerstellen oder eingefangenes Zwischengitteratom
th	thermisch
V	Versetzungen
v	Leerstelle
O	Neutrale Senke

1. Zusammenfassung

Diese Arbeit untersucht mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie den Einfluß des Ausscheidungszustandes in Abhängigkeit der Auslagerungsbedingungen am Beispiel einer Aluminium-Magnesium-Siliziumlegierung auf die strahleninduzierte Porenbildung. Die Ergebnisse werden verglichen und ergänzt durch Bestrahlungen in hochreinem Aluminium im Parameterfeld der Temperatur und der Dosis. Die Durchführung der Experimente erfolgte in einer für diese Arbeit konzipierten und gebauten Bestrahlungskammer mit 100 KeV Al-Ionen bis zu einer Defekterzeugung von 80 Verlagerungen pro Atom (dpa), welches einer etwa einjährigen Neutronenbestrahlung entspricht.

Die experimentellen Resultate werden mit veröffentlichten Daten aus Reaktorbestrahlungsexperimenten verglichen und mit einem auf stäbchenförmige Ausscheidungen erweiterten Wachstumsmodell analysiert. Ferner wird der Einfluß der freien Oberfläche auf die Porenbildung bei Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen untersucht. Die von anderen Autoren untersuchte Porenmorphologie im kubischflächenzentrierten Gitter konnte bestätigt werden.

Im einzelnen ergab die Auswertung der Untersuchungen folgende Resultate:

- 1) Eine hohe Dichte feinverteilter kohärenter Ausscheidungen im System AlMgSi nach Alterung bei 140°C führt bis zu Werten von 80 dpa zu einer vollständigen Unterdrückung der strahleninduzierten Porenbildung. Eine Veränderung der Ausscheidungsstruktur durch die Bestrahlung konnte nicht festgestellt werden.
- 2) Nach Bestrahlung des 200°C und 260°C Auslagerungsstands der Legierung AlMgSi konnte Porenbildung beobachtet werden. Bis auf vereinzelt auftretende sehr große Poren innerhalb der semikohärenten stäbchenförmigen Ausscheidungen zeigte sich eine im wesentli-

chen homogene Porenbildung. Der Maximalwert des Schwellens von 0.8 % nach 80 dpa lag bei etwa 75°C. Das Schwellmaximum ist damit im Vergleich zu den Bestrahlungsergebnissen dieser Arbeit in Reinstaluminium um etwa 75°C zu tieferen Temperaturen verschoben und liegt um einen Faktor fünf niedriger. Es wird angenommen, daß die in Lösung verbleibenden Anteile von Silizium und Magnesium aufgrund einer hohen Bindungsenergie Fremdatom-Leerstelle bzw. erhöhten partiellen Diffusionskonstanten zu einem verstärkten Leerstellenausheilmechanismus führen.

- 3) Der homogenisierte Zustand des Systems AlMgSi zeigt bis zu Werten von 80 dpa im Temperaturbereich von 55°C bis 150°C keine Porenbildung. Der hohe Anteil des gelösten Siliziums und Magnesiums wird hierfür verantwortlich gemacht. Ein Einfluß sehr kleiner Ausscheidungskuster, wie man sie aufgrund von Restwiderstandsmessungen vermutet, kann nicht völlig ausgeschlossen werden. Die elektronenmikroskopische Untersuchung ergab keine Hinweise auf die Entstehung solcher Vorausscheidungen während der Bestrahlung.
- 4) Poren und Versetzungsstrukturen wurden nach Bestrahlung von hochreinem Aluminium mit 100 KeV Al-Ionen von 0.8 dpa bis 80 dpa im Temperaturbereich von 55°C bis 250°C beobachtet. Ein maximales Schwellen von 3.4 % ergab sich nach Bestrahlung mit 80 dpa bei 150°C.
- 5) Das Schwellverhalten in hochreinem Aluminium in Abhängigkeit der Dosis zeigt bei allen Bestrahlungstemperaturen im Bereich von 55°C bis 250°C einen leichten Sättigungseffekt. Bei Temperaturen über 150°C müssen Ausheilprozesse nach Beendigung der Bestrahlung berücksichtigt werden.

- 6) Eine modelltheoretische Analyse auf Grundlage von Ratengleichungen nach Erweiterung auf stäbchenförmige Ausscheidungen und die Einbeziehung der Bindungsenergie von Leerstellen an gelöste Fremdatome vermag die experimentellen Ergebnisse gut zu beschreiben. Es zeigt sich, daß sowohl eine hohe Dichte fein verteilter Ausscheidungen mit großer effektiver Oberflächendichte als auch eine hohe Konzentration gelöster Fremdelemente mit großer Bindungsenergie an Leerstellen die Porenbildung bis zu hohen Bestrahlungsdosen vollständig verhindern.

2. Einleitung

Einer der wesentlichsten Effekte bei der Bestrahlung metallischer Werkstoffe mit Teilchen endlicher Ruhemasse wie Neutronen, Ionen oder Elektronen ist die auf elastischer Wechselwirkung beruhende Bildung von Gitterfehlstellen. Unter bestimmten Voraussetzungen, die sowohl von den äußeren Parametern der Bestrahlung (Teilchenart, Energie, Dosis, Temperatur) als auch von den Materialeigenschaften im metallkundlichen Sinn (Reinheitsgrad, Zusammensetzung, Vorbehandlung) abhängig sind, führt eine hohe Konzentration dieser strahlungsinduzierten Defekte zu einer dreidimensionalen Agglomeration von Leerstellen, der sogenannten Porenbildung, und zu einem damit verbundenen volumemäßigen Schwellen des Materials. Bedeutung haben diese Effekte, die in nahezu allen metallischen Werkstoffen beobachtet wurden, vor allem im Zusammenhang mit der Entwicklung schneller Brutreaktoren und Fusionsreaktoren gewonnen. So konnten in zahlreichen Experimenten Volumenänderungen $\Delta V/V$ bis über 10% gemessen werden /N 72/. Unterschiedliches Schwellen aufgrund eines Temperatur- und Neutronenflußgradienten innerhalb des Cores eines Reaktors kann zu gefährlichen Verbiegungen und Verschiebungen der Brennstäbe führen und die erforderliche Kühlung verhindern /HB 71/. Neben dem allgemeinen Ziel, die grundlegenden physikalischen Gesetzmäßigkeiten beim Entstehen dieser Strahlenschäden verstehen zu lernen, besteht daher ein fundamentales technisches und wirtschaftliches Interesse an der Suche nach schwellresistenten Werkstoffen /PROC 75/.

Einer raschen Lösung dieses Problems unter realen Bedingungen stehen aber lange Bestrahlungszeiten in den augenblicklich verfügbaren Reaktoren entgegen. In schnellen Brutreaktoren entspricht die für die beschriebenen Defekte notwendige Dosis schneller Neutronen ($E > 0.1 \text{ MeV}$) von ca. $10^{21} \text{ n cm}^{-2}$ bis $10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ einer Bestrahlungszeit von einigen Monaten. Unter diesem Aspekt kommt der Simulation der strahleninduzierten Porenbildung durch nieder- und hochenergetische Ionen aufgrund hoher Wirkungsquerschnitte für die Erzeugung von Punktdefek-

ten wie Leerstellen und Zwischengitteratomen erhebliche Bedeutung zu /N 72/.

Neuere Untersuchungen, vor allem an neutronenbestrahlten technischen Legierungen, haben gezeigt, daß Ausscheidungen das Schwellverhalten des Materials aufgrund von Porenbildung extrem beeinflussen können. Cawthorne und Mitarbeiter /CFBLS 71/ wie auch Appleby und Wolff /AW 73/ beobachteten in kohlenstoffreichen Stählen im Zusammenhang mit intergranularen $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen verstärkte Porenbildung, während von anderen Autoren /BBC 71/, /BCFS 71/, /CFBLS 71/, /HMN 71/ aufgrund von Untersuchungen in neutronen- und C-Ionen-bestrahlten ausscheidungshärtenden Nickellegierungen mit einer hohen Dichte kohärenter Ausscheidungen von außerordentlich niedrigen Schwellraten berichtet wird. King und Mitarbeiter /FHWKJ 72/ zeigten, daß in einem Aluminium-Magnesium-Silizium-Werkstoff in ausscheidungsgehärtetem Zustand bis zu einer Dosis von $1.6 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ überhaupt keine Porenbildung auftrat.

Dennoch liegt in der zugänglichen Literatur bisher keine systematische Untersuchung über den Einfluß wohldefinierter kohärenter als auch teilweise bzw. inkohärenter Ausscheidungen vor. Die Untersuchungen beziehen sich wie im Fall der Nickellegierungen ausschließlich auf den Einfluß der kohärenten γ' Phase oder im Fall der Aluminiumlegierungen auf Werkstoffe mit einem hohen Gehalt an Fremdatomen und nicht definierter Ausscheidungsstruktur.

Ziel dieser Arbeit ist die Analyse der strahleninduzierten Porenbildung und des Schwellverhaltens nach Bestrahlung mit Ionen in Abhängigkeit metallographisch eindeutig bestimmter kohärenter und teilweise bzw. inkohärenter Ausscheidungen am Beispiel einer hochreinen Aluminium-Magnesium-Silizium-Legierung (AlMgSi). Den Ergebnissen werden eigene Untersuchungen der Porenbildung in Reinstaluminium gegenübergestellt. Die Auswertung dieser Versuche gestattet gleichzeitig einen Vergleich zwischen Bestrahlungsergebnissen der in dieser Arbeit durchgeführten Ionensimulationsexperimente

und kürzlich veröffentlichter Neutronenschädigungsexperimente, da eine umfassende Untersuchung von hochreinem Aluminium mit schweren Ionen im Parameterfeld der Temperatur und der Ionendosis in der Literatur nicht vorliegt.

In Kapitel 3 und 4 werden die Grundlagen der Porenbildung phänomenologisch beschrieben und der mögliche Einfluß von Ausscheidungen einer zweiten Phase in Werkstoffen auf das Schwellverhalten diskutiert.

Kapitel 5 beinhaltet nach Begründung der Auswahl der experimentellen Parameter und des Probenmaterials die Durchführung der Bestrahlungsversuche und die Analyse der sich ergebenden Defektstrukturen. Grundlage hierfür und ausschlaggebend für die Zuverlässigkeit der Ergebnisse ist eine sorgfältige präparative Technik und das Vorhandensein einer geeigneten Bestrahlungsvorrichtung, die eigens für diese Arbeit konzipiert und gebaut wurde (Kap. 5.2. bzw. 5.3).

Voraussetzung für die systematische Untersuchung des Einflusses von Ausscheidungen auf das Schwellverhalten ist die detaillierte Bestimmung der Ausscheidungsstruktur der untersuchten Legierung. In Kapitel 5.4 werden die elektronenmikroskopische und resistometrische Untersuchung der Legierung in Abhängigkeit definierter Vorbehandlungen beschrieben. Nach Diskussion von Randproblemen wie dem Einfluß der freien Oberfläche, der Morphologie der Poren, des Einflusses des Sputterns und der Oxydschichten werden in Kapitel 6. die experimentell gefundenen Ergebnisse mit Hilfe theoretischer Modelle beschrieben und diskutiert. Die Analyse der Ergebnisse zeigt, daß die theoretischen Ansätze in der Lage sind, die beobachteten Tendenzen und Effekte gut zu beschreiben.

3. Grundvoraussetzungen der strahleninduzierten Porenbildung

Die Bildung und das Wachstum von Poren und das damit verbundene volumenmäßige Schwellen metallischer Werkstoffe bei Bestrahlung ist seit der ersten Entdeckung 1966 von Cawthorne und Fulton /CF 66/ im Zusammenhang mit der Entwicklung schneller Reaktoren intensiv untersucht worden /PLN 71/, /CI 71/, /Proc. 75/. Danach ergeben sich für die Porenbildung drei wesentliche Voraussetzungen:

- 1) Die Temperatur während einer Bestrahlung muß hoch genug sein, damit Leerstellen, die eigentlichen "Porenbildner" aufgrund ihrer thermischen Aktivität überhaupt durch das Metallgitter diffundieren können. Bei zu tiefen Temperaturen verlieren Leerstellen ihre Beweglichkeit und rekombinieren mit den auch bei diesen Temperaturen noch beweglichen Zwischengitteratomen. Als untere Grenze für Porenbildung wird heute für die meisten Werkstoffe $0.3 T_s$ angegeben, wobei T_s die absolute Schmelztemperatur in K des jeweiligen Materials bedeutet /N 72/.
- 2) Die Temperatur muß so niedrig sein, daß die im thermischen Gleichgewicht vorhandene Konzentration c_v^{th} niedriger liegt als die durch Strahlung erzeugte Konzentration der Leerstellen c_v .

$$c_v > c_v^{th}$$

(3.1)

- 3) Die dritte Bedingung erfordert das Vorhandensein von Senken, die mehr Zwischengitteratome absorbieren als Leerstellen und damit zu einem etwas größeren Fluß von Leerstellen zu Poren führen als von Zwischengitteratomen.

Es gibt nun eine Vielzahl von möglichen Senken und Stör-

faktoren, die die Konzentration von Leerstellen c_v und Zwischengitteratomen c_i im stationären Gleichgewicht bei Bestrahlung beeinflussen und somit die Porenbildung mehr oder weniger begünstigen. Stationäres Gleichgewicht wird hierbei definiert als:

$$\frac{dc_v}{dt} = \frac{dc_i}{dt} = 0$$

(3.2)

Als Senken wirken Versetzungen, Poren, Korngrenzen und freie Oberflächen. Es zeigte sich aber auch, daß gelöste Fremdatome und Verunreinigungen durch Gase einen wesentlichen Einfluß auf das Schwellverhalten haben. Die grundlegenden Theorien des Porenwachstums (siehe auch Kap. 6.2) von Brailsford und Bullough /BB72/ und von Wiedersich /W 75/ gehen davon aus, daß Senken existieren, die eine höhere Affinität zu Zwischengitteratomen besitzen als zu Leerstellen. Sowohl aufgrund der experimentellen Beobachtung der Porenbildung in der Nähe von Versetzungen als auch aufgrund von theoretischen Betrachtungen /BN 70/, /B 69/, sind es Versetzungen, die mehr Zwischengitteratome absorbieren als die übrigen Senken. Poren, freie Oberflächen und Korngrenzen werden in diesen Theorien als neutrale Senken aufgefaßt, ohne bevorzugte Absorption von Zwischengitteratomen oder Leerstellen. Der Einfluß sowohl von gelösten Fremdatomen als auch von kohärenten und inkohärenten Ausscheidungen ist noch nicht vollständig geklärt und geht über halbquantitative Erklärungen nicht hinaus /B 75/.

4. Einfluß kohärenter und inkohärenter Ausscheidungen auf die strahleninduzierte Porenbildung

Die technologische Bedeutung der Entmischung übersättigter Mischkristalle liegt in der Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften einer Legierung in weiten Grenzen zu verän-

dern. Da die Entmischung im allgemeinen mit einer deutlichen Erhöhung der Festigkeit verbunden ist, spricht man auch von einer Aushärtung. Neben diesem Verfahren, Legierungen mit hoher Festigkeit zu entwickeln, haben Entmischungsvorgänge und das damit verbundene Auftreten von Ausscheidungen in den letzten Jahren im Zusammenhang mit der Entwicklung von schwellresistenten Reaktorstrukturmaterialien zunehmende Bedeutung gewonnen. Nach den bisherigen Ergebnissen wirken hierbei Ausscheidungen als Senken für strahleninduzierte Punktdefekte. Im folgenden sollen kurz die strukturellen Änderungen bei der Entmischung übersättigter Mischkristalle beschrieben werden, um im Anschluß daran die möglichen Einflüsse der sich ergebenden kohärenten und teilweise-bzw. inkohärenten Phasengrenzen der Ausscheidungen als Senken für Zwischengitteratome und Leerstellen zu diskutieren.

Ein Mischkristall, der eine mit der Temperatur abnehmende Löslichkeit besitzt und von Temperaturen hoher Löslichkeit abgeschreckt wird, liegt in übersättigter Form vor. Er wird im Verlauf einer Auslagerung einen energetisch günstigen Zustand einnehmen. Dabei treten bei vielen Mischkristallen in Abhängigkeit der Temperaturbehandlung und der Auslagerungszeit kohärente, teilweise kohärente und inkohärente Ausscheidungen auf, Abbildung 4.1 /B 68/. Entsprechend einer niedrigen Grenzflächenenergie bei kohärenten Phasengrenzen treten in der ersten Stufe des Zerfalls eines übersättigten Mischkristalls kohärente Ausscheidungen auf. Die sich ausscheidende Phase besitzt oft die gleiche Gitterstruktur wie die Matrix, unterscheidet sich aber in der Zusammensetzung. Durch Differenzen in der Größe der Atome oder Gitterabstände treten häufig an den Grenzflächen Kohärenzspannungen auf, die sich z.B. in der elektronenmikroskopischen Abbildung durch Spannungskontrast bemerkbar machen (siehe auch Kap. 5.4.2). In den meisten Fällen entsprechen die kohärenten Ausscheidungen weder in Struktur noch in der Zusammensetzung der thermodynamisch stabilen Gleichgewichtsphase.

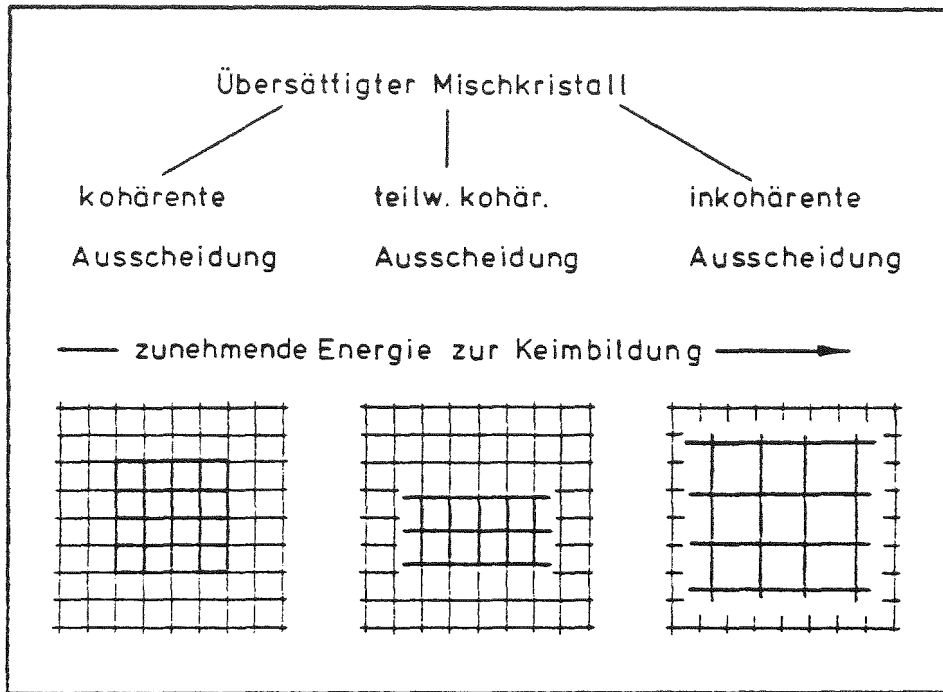


Abb.4.1: Übersicht über die verschiedenen Entmischungszustände beim Zerfall übersättigter Mischkristalle /B 68/

Als nächste Stufe bei der Entmischung treten häufig metastabile Zwischenphasen auf, die in der Regel mit der sie umgebenden Matrix nur noch teilweise kohärent sind. Da bei dieser Phase die Struktur häufig nicht mehr vollständig mit der Matrix übereinstimmt, treten Grenzflächenversetzungen auf (Abbildung 4.2), die ebenfalls in der elektronenmikroskopischen Abbildung sichtbar werden (Kap. 5.4.2).

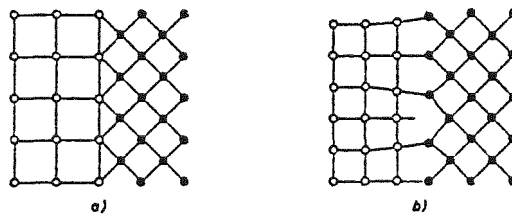


Abb.4.2: Grenzflächen zweier Phasen:
a) kohärente Grenzfläche
b) teilweise kohärente Grenzfläche
/B 68/

Als letzte Stufe beim Zerfall eines übersättigten Mischkristalls nach Auslagerung bei höheren Temperaturen treten inkohärente Ausscheidungen mit hoher Grenzflächenenergie auf. Im Fall einer AlMgSi-Legierung besteht diese Phase aus der metallischen Verbindung Mg_2Si mit einer CaF-Struktur, Abb. 4.3.

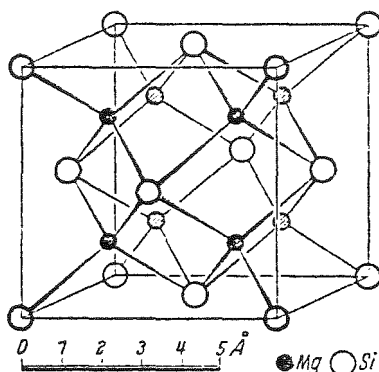


Abb. 4.3: Atomgitter des Magnesiumsilizid Mg_2Si /BK 63/

Die möglichen in der Literatur diskutierten Einflüsse der kohärenten und inkohärenten Ausscheidungen als Senken für Punktdefekte ergeben sich aus der Struktur der Phasengrenzen und der sie umgebenden Spannungsfelder. Experimentell konnte beobachtet werden, daß Poren bevorzugt in der Nähe und an inkohärenten $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen wachsen /BBC 71/, /ER 74/. Im Gegensatz hierzu wurde in Nickellegierungen mit einer hohen Dichte kohärenter γ' -Ausscheidungen ein wesentlich geringeres Schwellen beobachtet /NMH 71/, /CFBLS 71/. In einem ausgehärteten AlMgSi-Werkstoff wurden auch nach einer Neutronendosis von $1.6 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ bei einer Bestrahlungstemperatur von 55°C keine Poren gefunden. Während in einem überalterten AlMgSi-Werkstoff, d.h. es treten bereits teilweise kohärente bzw. inkohärente Ausscheidungen auf, erst bei sehr hohen Neutronendosen Poren gefunden wurden /KJF 72/. Abbildung 4.4 verdeutlicht dieses Verhalten und zeigt das unterschiedliche Schwellen von Reinstaluminium und seinen Werkstoffen nach Neutronenbestrahlung. Die in diesem Bild verwendeten amerikanischen Werkstoffbezeichnungen 8001 Al und 6061 Al beziehen sich auf 99% Al, 1% Ni bzw. Al, bis 1.2% Mg, 0.8% Si.

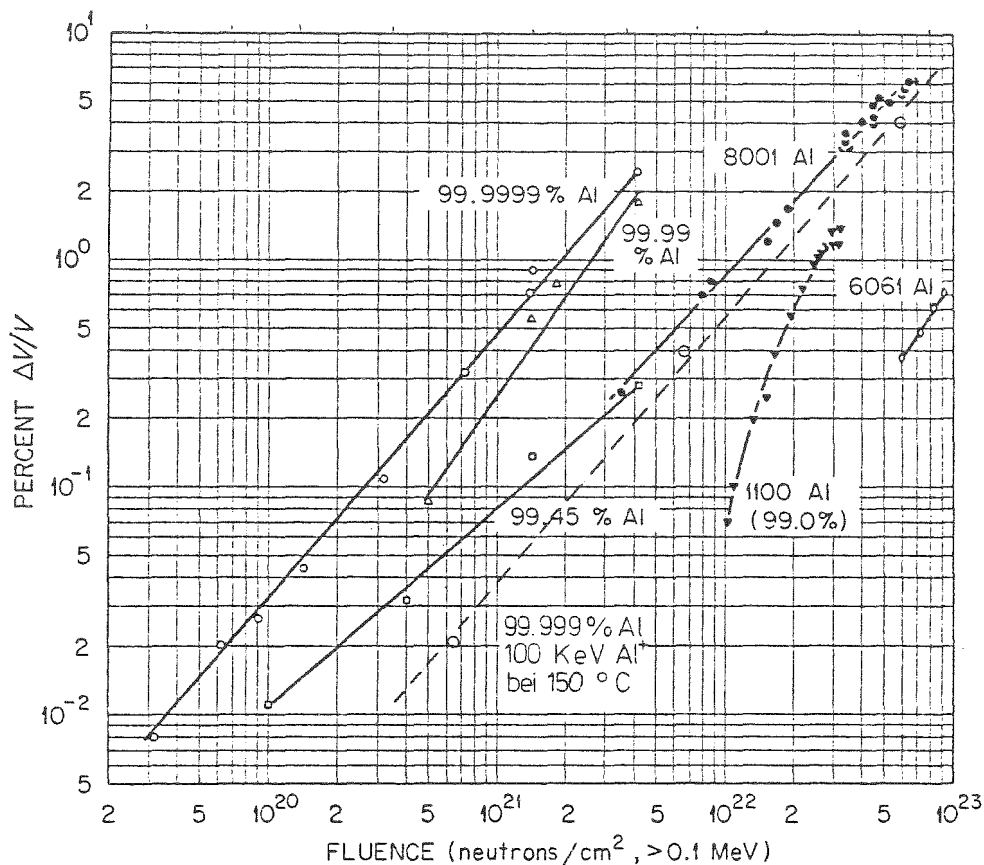


Abb. 4.4: Schwellen als Funktion der Neutronendosis in Aluminium und einigen seiner Werkstoffe bei einer Bestrahlungstemperatur von 50°C /N 72/ im Vergleich zu Bestrahlungsergebnissen dieser Arbeit in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen im Schwellmaximum bei 150°C. Die Eichung in Bezug auf Neutronenbestrahlung wurde angenommen zu: 10^{21} Neutronen $\text{cm}^{-2} = 1.5$ dpa

Bullough und Mitarbeiter /BB 72/ erklären diese Effekte mit den charakteristischen Unterschieden der Ausscheidungsgrenzflächen zur Matrix. Leerstellen und Zwischengitteratome die in die Grenzflächen inkohärenter Ausscheidungen wie in M_{23}C_6 -Teilchen oder die Gleichgewichtsphase Mg_2Si der AlMgSi -Legierungen diffundieren, verlieren ihre Identität. Solche Ausscheidungen haben daher eine unbeschränkte Aufnahmefähigkeit dieser Punktdefekte und können als Senken ähnlich der Poren aufgefaßt werden. Kohärente Ausscheidungen haben eine niedrige Grenzflächenenergie, und Punktdefekte werden in der Grenzfläche nur zeitweise verzögert oder festgehalten. Diese Ausscheidungen haben nur ein begrenztes Fassungsvermögen und

wirken durch diesen Mechanismus als Rekombinationszentren. Eine erhöhte Rekombination führt aber zu einer Erniedrigung der freien Leerstellenkonzentration und damit zu vermindertem Schwellen. In Kap. 6.2 wird der Einfluß der Ausscheidungen modelltheoretisch behandelt und im Zusammenhang mit der untersuchten ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi diskutiert.

5. Experimenteller Teil

5.1 Auswahl des Probenmaterials und die Festlegung der experimentellen Parameter

Die Auswahl des Probenmaterials und die Festlegung der experimentellen Parameter war durch die Zielsetzung dieser Arbeit, die Untersuchung des Einflusses kohärenter, teilweise kohärenter bzw. inkohärenter Ausscheidungen auf die strahleninduzierte Porenbildung, bestimmt. Weiter sollten die Ergebnisse dieser Experimente den Schwelldaten aus Bestrahlungsversuchen in dem jeweiligen Reinstmaterial gegenübergestellt und mit Neutronenstrahlexperimenten verglichen werden. Die Wahl von Reinstaluminium als Vergleichsmaterial und einer hochreinen ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi wurde durch folgende Kriterien bestimmt:

- 1) Die grundlegenden physikalischen Gesetzmäßigkeiten im Zusammenhang mit der strahleninduzierten Porenbildung sollten überschaubar sein.

Diese Forderung führte zur Verwendung von Reinstmaterialien, um die Einflüsse von gelösten Fremdelementen und Verunreinigungen soweit wie möglich auszuschalten. Die Proben wurden im voll rekristallisierten und unverformten Zustand bestrahlt.

- 2) Die Legierung sollte nach wohldefinierten Temperaturbehandlungen jeweils kohärente, teilweise kohärente als auch inkohärente Ausscheidungen aufweisen.

Durch eigene elektronenmikroskopische Untersuchungen konnte

die in der Literatur angegebene Entmischungsfolge der Legierung AlMgSi: kohärente Gunier-Preston Zonen, teilweise kohärente und inkohärente Stäbe, inkohärente Platten von Mg_2Si , bestätigt werden. Der stationäre Zustand der Entmischung wurde mit Hilfe von elektrischen Widerstandsmessungen bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs bestimmt (Kap. 5.4.3).

- 3) Das Material sollte als Werkstoff im Bereich der Reaktortechnologie von Interesse sein.

Das Problem der Porenbildung und dem damit verbundenen volumemäßigen Schwellen des Werkstoffs ist keineswegs auf natriumgekühlte schnelle Brutreaktoren beschränkt, mit der Forderung nach hochwarmfesten Stählen und Legierungen. Zahlreiche wassergekühlte Forschungs- und Testreaktoren enthalten Strukturmaterialien wie Aluminium und seine Legierungen. Das besondere Interesse an diesen Werkstoffen liegt vor allem an den niedrigen Absorptionsquerschnitten für thermische und schnelle Neutronen ($\sigma_{n\gamma}(\text{therm}) = 0.23 \text{ b}$, $\sigma_{n\gamma}(E > 0.1 \text{ MeV}) = 4 \text{ mb}$), der relativ guten Festigkeit und der Korrosionsbeständigkeit bei Temperaturen unterhalb von 150°C (siehe auch Kap. 5.4.1). Als Beispiel für die Verwendung von Aluminium sei der Reaktorkessel des Hochflußreaktors in Petten genannt. Die auf ihn entfallende totale Neutronendosis beträgt bis zur Zeit etwa 3×10^{22} Neutronen cm^{-2} ($E > 0.1 \text{ MeV}$) bei einer Temperatur von ca. 70°C /WHE 74/. Ein Schwellen aufgrund der strahleninduzierten Porenbildung von etwa 2 bis 4% muß dabei erwartet werden.

Die experimentellen Parameter waren sowohl durch die Fragestellung dieser Arbeit als auch durch die Wahl des Probenmaterials bestimmt. Da die Zusammensetzung des hochreinen Materials durch die Bestrahlung mit Ionen nicht geändert werden sollte, wurden alle Bestrahlungsexperimente mit Selbst-Ionen, d.h. Al-Ionen durchgeführt. Die Ionenenergie ergab sich aus den experimentellen Bedingungen, wobei der Einfluß der freien Oberfläche im Zusammenhang mit der Eindringtiefe und der elektronenmikroskopisch durchstrahlbaren Schicht berücksichtigt werden mußte.

Der untersuchte Temperaturbereich erstreckte sich von $0.3 T_s$ bis $0.6 T_s$, dem Temperaturbereich, in dem aufgrund theoretischer und experimenteller Ergebnisse Porenbildung erwartet wird. Unterhalb von $0.3 T_s$ ist das Porenwachstum durch die geringe Leerstellenbeweglichkeit begrenzt, während oberhalb von etwa $0.5 T_s$ der Quotient aus strahleninduzierter und thermischer Leerstellenkonzentration gegen 1 geht und damit keine strahleninduzierte Leerstellenübersättigung mehr vorliegt. Die Untersuchungen über einen großen Temperaturbereich gestatten auch, Aussagen über eventuelle Temperaturverschiebungen des Schwellmaximums zu finden, um so den Einfluß der Defekterzeugungsrate und den Einfluß von Ausscheidungen im Zusammenhang mit den bestehenden theoretischen Modellvorstellungen diskutieren zu können. Die Ionendosis wurde von $8 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ bis $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ variiert. Die Hochdosisbestrahlung entspricht hierbei einer Bestrahlung in schnellen Reaktoren ($E_{\text{Neutron}} > 0.1 \text{ MeV}$) von etwa drei Jahren. Auch hier erlaubt der Vergleich des Schwellens als Funktion der Dosis mit bekannten Daten aus Neutronenstrahlexperimenten eine Überprüfung der theoretischen Modelle. Darüber hinaus lassen sich vor allem in Verbindung mit kohärenten und inkohärenten Ausscheidungen aufgrund der Porenkonzentration und der Porengröße als Funktion der Dosis und der Temperatur Annahmen treffen über Keimbildungsprozesse und Wachstumsraten.

5.2 Experimentelle Untersuchungsmethoden

5.2.1 Präparation der Proben

Das in dieser Arbeit untersuchte Reinstaluminium wurde von der Firma Degussa bezogen. Der Reinheitsgrad beträgt nach Angaben des Herstellers 99.999%. Die Legierung AlMgSi lag in stöchiometrischer Zusammensetzung vor und hatte einen Gehalt von Mg_2Si von 1.54 Gew.%. Das Ausgangsmaterial* waren Rundstäbe mit einem Durchmesser von 0.8 cm, die in kleinen

* (die Legierung wurde freundlicherweise vom Institut für Material- und Festkörperforschung 2 der Gesellschaft für Kernforschung, Karlsruhe, zur Verfügung gestellt)

Zwischenschritten mit anschließendem Glühen bei 400°C für 1 Stunde auf 0.02 cm heruntergewalzt wurden. Die Fremdelementanalyse für beide Materialien zeigt Tabelle 1.

Tab. 1: Fremdelementanalyse für Reinstaluminium und Aluminium-Magnesium-Silizium.(Gew.%)

Fremdelement	Reinstaluminium	AlMgSi
Si	< 2 ppm	< 0.61 %
Mn	< 1 ppm	< 0.005 %
Cr	< 1 ppm	< 0.001 %
Co	< 1 ppm	< 0.001 %
V	< 1 ppm	< 0.005 %
Fe	< 5 ppm	< 0.01 %
Cu	< 5 ppm	< 0.001 %
B		< 1-2ppm
Mg	< 5 ppm	< 0.9 %
Zn	< 2 ppm	< 0.005 %

Alle Proben wurden aus 0.02 cm Folien mechanisch oder elektrolytisch ausgestanzt. Der Probendurchmesser betrug einheitlich 0.3 cm. Die Reinstaluminiumproben wurden vor der Bestrahlung 3 Stunden bei 350°C geglüht. Die Legierung wurde 4 Stunden bei 560°C lösungsgeglüht und anschließend in Eiswasser abgeschreckt ($t < 1s$). Im Anschluß hieran erfolgten Warmauslagerungen bei 140°C, 170°C, 200°C und 260°C über verschiedene Zeiträume. Die Messungen des spezifischen elektrischen Widerstands bei 77 K ergaben bei Proben sowohl mit einer Dicke von 0.02 cm als auch von 0.1 cm keinen Unterschied. Die beobachteten Entmischungsvorgänge und Phasenumwandlungen können daher als repräsentativ für die Vorgänge in Massivmaterial angesehen werden (siehe auch Kap. 5.4). Alle Glühungen wurden im Hochvakuum $< 10^{-4}$ Pa ausgeführt. Für die kürzeren Zeiten der Warmauslagerung (<30 Minuten) erfolgte die Alterung im Ölbad. Die Wärmebehandlung erfolgte mit einer Genauigkeit in Öl von $\pm 0.5^\circ C$, in Vakuum von $\pm 2^\circ C$.

Die Präparation der Folien für die Durchstrahlungselektronenmikroskopie (TEM) erfolgte elektrolytisch mit einem Doppelstrahldünngerät der Firma Struers. Hierbei wird die Probe als Anode geschaltet und beidseitig durch einen Elektrolytstrahl gedünnt, bis ein Loch in der Folie entsteht (s. Abb. 5.1). Bei geeigneter Wahl der Elektrolyseparameter entsteht ein hinreichend dünner Rand, der bei Verwendung von 100 KeV Elektronen eine einwandfreie Durchstrahlung der Proben ermöglicht. Bei Aluminium sollte die Dicke nicht mehr als 2000 Å betragen. Typische Parameter für die elektrolytische Dünnung zeigt Tab. 2.

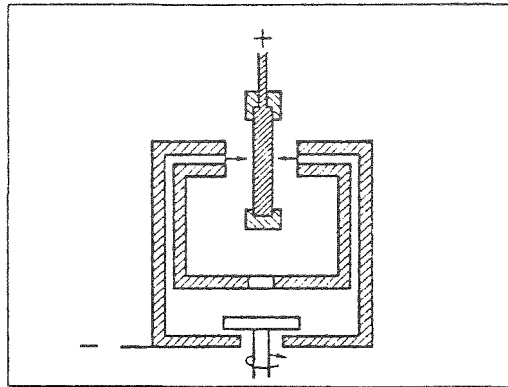


Abb. 5.1: Prinzipschaubild für die elektrolytische Dünnung nach dem Doppelstrahlverfahren. Die Probe ist hierbei als Anode geschaltet.

Tab. 2: Parameter für die Elektrolyse im Doppelstrahl-Dünngerät für Aluminium und die Legierung AlMgSi

Material	Elektrolyt	Spannung/Strom	Temperatur
Al reinst	15% HClO ₄ + 85% CH ₃ COOH	12V/80mA	-15°C
AlMgSi	30% HNO ₃ (65%)+ 70%CH ₃ COOH	15V/2.2A	-15°C

Die für die Bestrahlung vorgesehenen Proben wurden nur einseitig elektropoliert. Beim Dünnvorgang wurde die gegenüberliegende Seite mit säurefestem Klebeband abgedeckt. Für die Präparation der bestrahlten Proben wurde die polierte und implantierte Oberfläche mit säurefestem Lack (Lacomit der Firma Cannin, England) abgedeckt und die Probe von der gegenüberliegenden Seite elektrolytisch gedünnt, bis eine für die elektronenmikroskopische Durchstrahlung geeignete Schichtdicke von 1000-2000 Å erreicht war, Abb. 5.2.

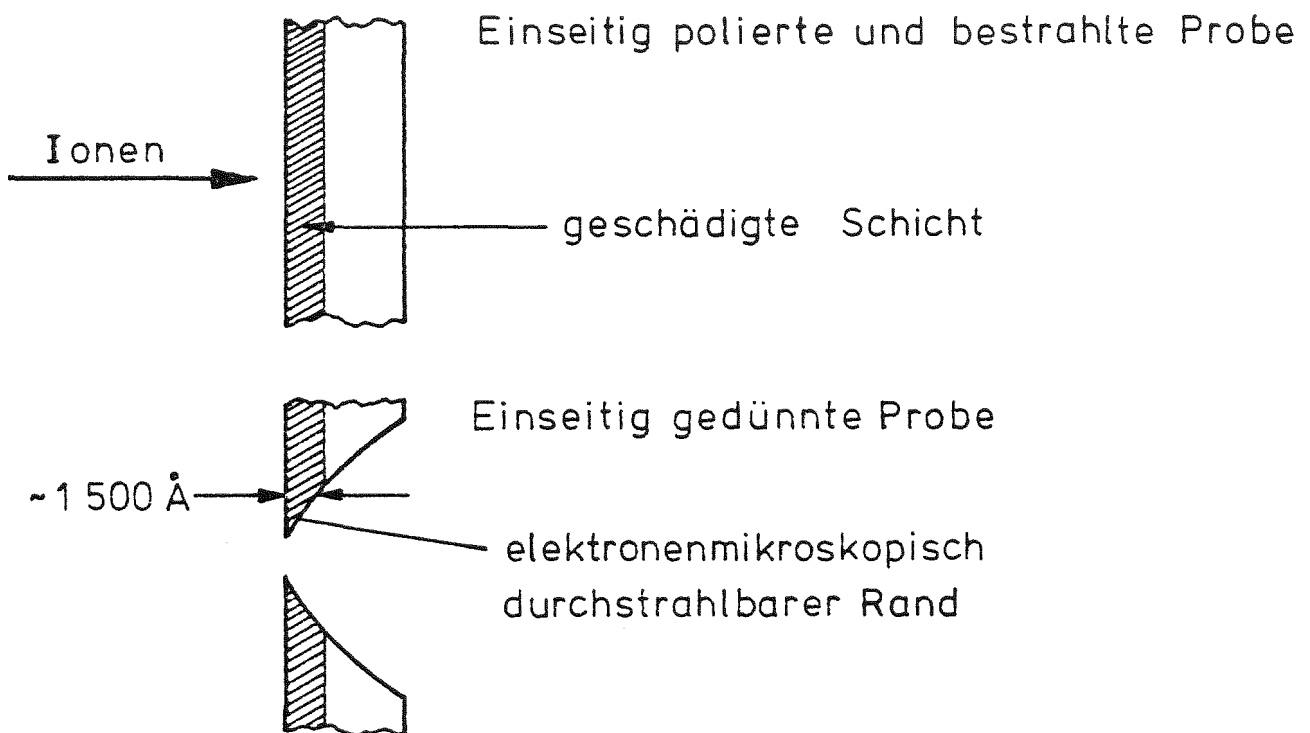
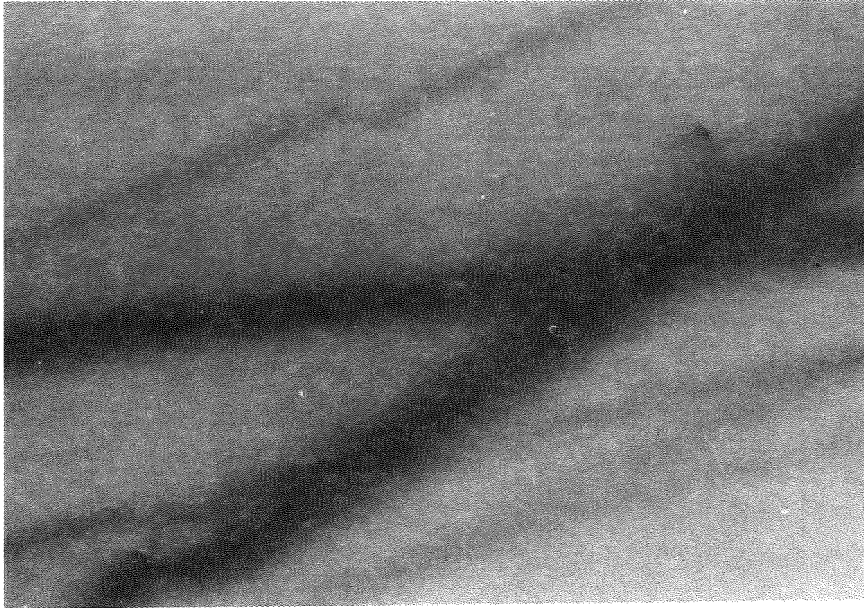


Abb. 5.2: Folienpräparation für die Bestrahlung und anschließende Transmissionselektronenmikroskopie

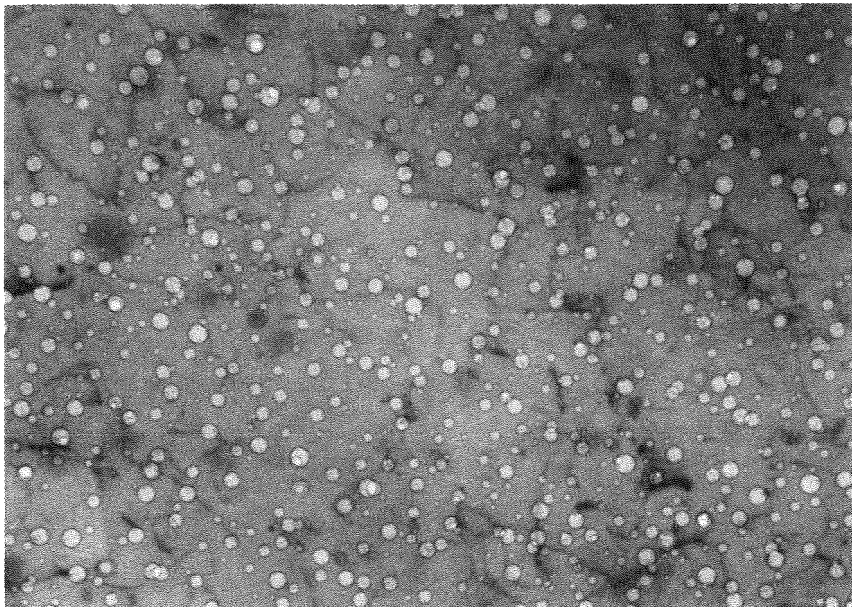
5.2.2 Die elektronenmikroskopische Untersuchung

Die Untersuchung der Defektstrukturen in Reinstaluminium und der ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi sowohl vor als auch nach Ionenbestrahlung erfolgte mit Hilfe der Durchstrahlungselektronenmikroskopie. Die Untersuchungen wurden an einem Siemens-Elmiskop 1 durchgeführt. Für Beugungsaufnahmen und Stereoaufnahmen stand zeitweise auch ein Gerät der Firma JEOL (200 A) und der Firma Philipps (EM 300) zur Verfügung. Beide Geräte sind mit einem Goniometerprobenhalter ausgerüstet, der es gestattet, die Proben um begrenzte Winkel zum Elektronenstrahl zu kippen. Die elektronenmikroskopische Untersuchung des Ausscheidungsverhaltens der Legierung AlMgSi wird in Kap. 5.4.2 ausführlich untersucht. Der primär in dieser Arbeit systematisch untersuchte Defekt sowohl in Bezug auf die Bestrahlungsparameter wie Temperatur, Dosis, Energie und Ionenfluß als auch auf den Materialzustand wie Reinheitsgrad, Legierungselemente und kohärente bzw. inkohärente Ausscheidungen ist die strahleninduzierte Porenbildung als Volumendefekt. Die Versetzungsstruktur wurde nur insoweit untersucht, als ihre Dichte Einfluß auf die Porenbildung besitzt. Abbildung 5.3 a und b zeigt Poren und Versetzungslinien in bestrahltem Reinstaluminium im Vergleich zu unbestrahltem rekristalisiertem Material.

Je nach Dichte und Größe der Poren wurden bei einer Standardvergrößerung von 40 000:1 fünf bis fünfzehn fotografische Aufnahmen hergestellt, die zur statistischen Auswertung auf 160 000:1 nachvergrößert wurden. Bei sehr kleinen Poren wurde bei einer Originalvergrößerung von 80 000:1 gearbeitet. Bei sehr geringen Porendichten $< 5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ wurde die Dichte am Leuchtschirm des Mikroskops bestimmt.



a) \longleftarrow $0,2 \mu\text{m}$

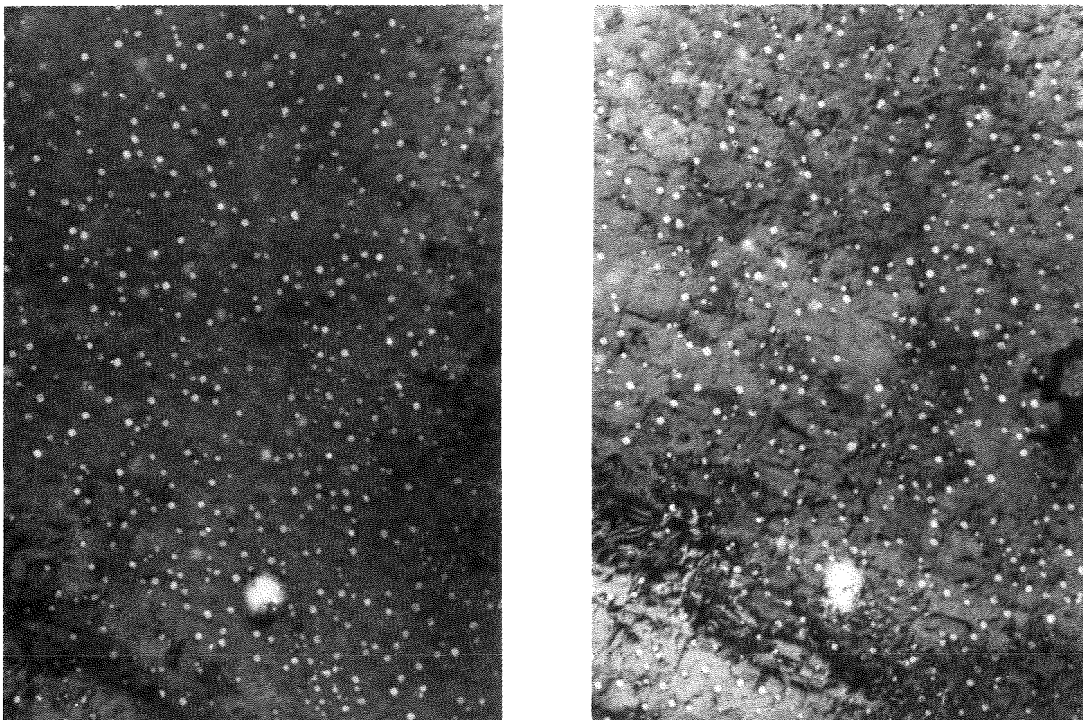


b) \longleftarrow $0,2 \mu\text{m}$

Abb. 5.3 a + b: Elektronenmikroskopische Aufnahmen von hochreinem Aluminium
a) unbestrahlter Zustand
b) Porenstrukturen nach Bestrahlung mit $8 \times 10^{16} \text{ } 100 \text{ KeV Al}^+$ -Ionen cm^{-2} bei einer Temperatur von 100°C

5.2.3 Bestimmung der geschädigten Schicht mit Hilfe der elektronenmikroskopischen Stereotechnik

Um quantitative Aussagen für den Bereich der Porenbildung innerhalb der Probe zu erhalten, wurden von den untersuchten Gebieten Stereopaare hergestellt, wobei von einer Probenstelle zwei Aufnahmen mit unterschiedlicher Orientierung der Probe zum Elektronenstrahl aufgenommen werden, Abbildung 5.4 /N 63/, /HO 54/. Die Auswertung dieser Aufnahmen erlaubt Aussagen über die Dicke der elektronenmikroskopisch untersuchten Schicht.



— 1 μ m

Abb. 5.4: Elektronenmikroskopische Stereoaufnahmen von Reinstaluminium nach Beschuß mit 100 KeV Al^+ -Ionen und einer Dosis von $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ bei der Temperatur $T=150^\circ\text{C}$. Der Kippwinkel beträgt $\pm 4^\circ$

Ausgehend von geometrischen Beziehungen, Abbildung 5.5, ergibt sich nach Garrod und Nankivell (vergl. /R 67/) folgende Gleichung für die Dicke der untersuchten Schicht

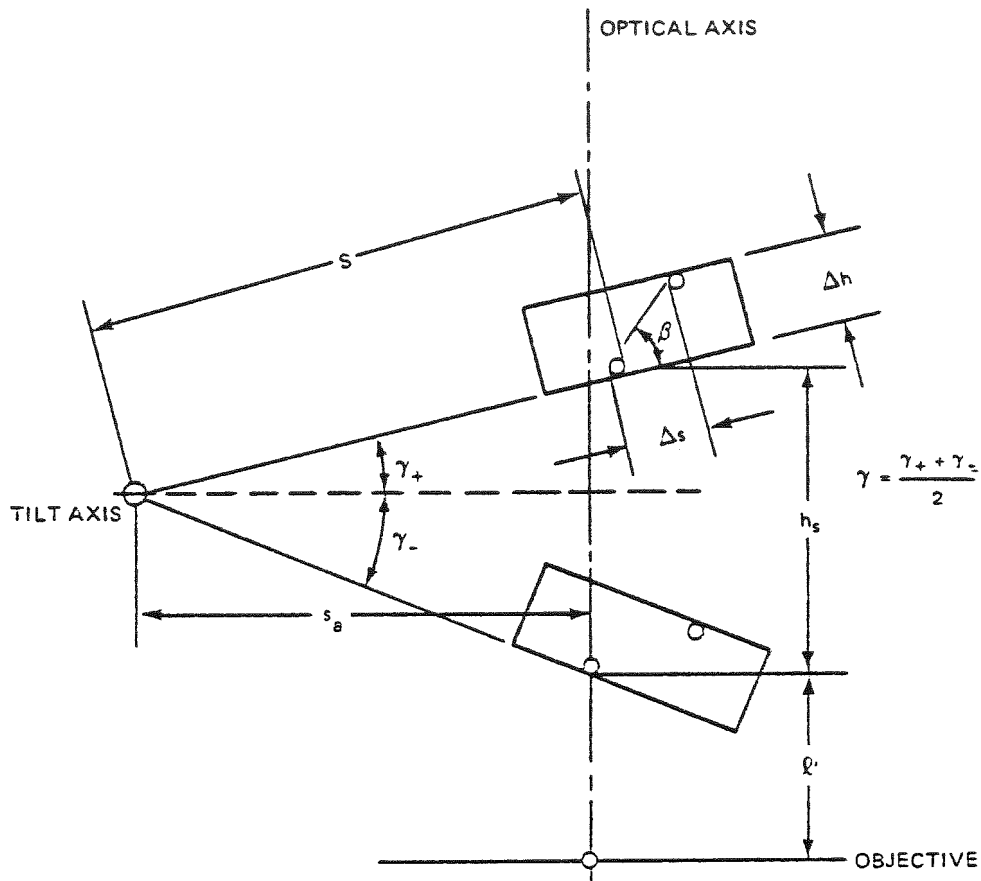


Abb. 5.5: Position der Probe für die Aufnahme von Stereopaaren. Der Abstand zwischen der Kippachse und der optischen Achse ist s_a , Δh ist die Höhendifferenz zweier Poren. Der Kippwinkel beträgt $2\gamma = \gamma_+ + \gamma_-$. Nach Rühle /R 71/.

$$\Delta h = \frac{P}{2 V_o \sin \gamma} + \left[\underbrace{\frac{\Delta s (s_a + 2s + \Delta s) \cos \gamma}{l_o}}_{(\Delta h)_k} + \underbrace{\frac{\Delta h^2}{l'} \cos \gamma}_{(\Delta h)_p} \right] \quad (5.2.3.1)$$

P ... gemessene Paralaxe

V_o ... Gesamtvergrößerung des photographischen Abzugs

γ halbe Kippwinkel bei symmetrischer Kippung zur Nulllage

$(\Delta h)_k$ Kippfehler

$(\Delta h)_p$ Perspektivischer Fehler

Der Perspektivische Fehler ist in der Praxis nicht größer als 0.1% und somit vernachlässigbar /R 67/. Der Kippfehler kann aber bei ungünstigen Bedingungen, vor allem bei Beobachtungen am Objektivrand und weit auseinanderliegenden oberen und unteren Bildpunkten, bis zu 40% betragen /N 63/.

Bei Bestrahlung von Aluminiumproben mit 100 KeV Al-Ionen mit einer Eindringtiefe von $\sim 1200 \text{ \AA}$ hat die Oberfläche der Probe in Bezug auf die Porenbildung einen nicht zu vernachlässigenden Einfluß (siehe Kap. 5.5.4). Dies führt im Bereich der Oberfläche zu einer Poren-verdünnten Zone bzw. einer Zone, in der überhaupt keine Poren zu beobachten sind. Zur Bestimmung der Porendichte darf daher nicht die gesamte Schichtdicke der jeweils untersuchten Probenstelle herangezogen werden, sondern nur der Bereich, in dem Porenbildung zu beobachten ist. Bei der Auswertung der Stereoaufnahmen wird daher an möglichst vielen Stellen der maximale Abstand der Poren senkrecht zur Probenoberfläche ermittelt. Die untersuchten Probenstellen lagen weitgehend in der Mitte der Probe. Ausgewertet wurden nah zusammenliegende Bildpunkte. Die stereometrische Auswertung erfolgte mit einem Gerät der Firma Zeiss. Unter Berücksichtigung aller Fehlerquellen muß bei der Bestimmung der Schichtdicken mit einem Fehler von 30% gerechnet werden.

5.2.4 Statistische Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen

Die statistische Auswertung in Bezug auf Porendichte und Porengrößenverteilung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen im Maßstab 160 000:1 erfolgte am Teilchenzählgerät TZG 3 der Firma Carl Zeiss. Dieses Gerät ermöglichte die

Klassifizierung nach Anzahl N_{pi} und Durchmesser D_{pi} der Poren in 49 Klassen.

Die Form der beobachteten Poren erwies sich als ein an Ecken abgeschnittener Oktaeder. Siehe auch Kap. 5.7.1. Je nach Orientierung des untersuchten kristallinen Bereichs zur optischen Achse des Elektronenmikroskops ergeben sich daher unterschiedliche Projektionen in die Ebene der fotografischen Aufnahme. Auf eine Korrektur in Bezug auf die am Teilchenzählgerät gemessene runde Form wurde aufgrund des unverhältnismäßig hohen Aufwands durch die Bestimmung der jeweiligen kristallografischen Richtung mit Hilfe von Beugungsaufnahmen verzichtet. Bei der Auswertung wurde der äußere Durchmesser der Poren einschließlich des dunklen Randes als Maß für die wahre Porengröße gewählt /L 64/. Der Fehler aufgrund der subjektiven Zuordnung von Porendurchmesser zur Auswahlblende des Auswertegerätes ist hierbei bestimmend und kleiner als $\pm 10\%$.

Die in dieser Arbeit untersuchte strahleninduzierte Porenbildung wird im wesentlichen durch die folgenden Parameter beschrieben

1) Mittlerer Porendurchmesser

$$\bar{D}_P = \frac{1}{N_P} \sum_{i=1} N_{pi} D_{pi} \quad (5.2.4.1)$$

2) Porendichte

$$C_P = \frac{N_P}{V} \quad (5.2.4.2)$$

3) Schwellen

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\pi/6 \sum N_{pi} D_{pi}^3}{V} \quad (5.2.4.3)$$

- N_p Anzahl der Poren im ausgewerteten Probenvolumen
- N_{pi} Anzahl der Poren mit dem Durchmesser D_i in der i -ten Klasse
- V ausgewertetes Probenvolumen (siehe Kap. 5.2.3)

Beim Übergang der vom Auswertegerät gelieferten Durchmesser-
serverteilung zur Volumenverteilung gilt:

$$dV = d\left(\frac{\pi}{6} D^3\right) = \frac{\pi}{2} D^2 dD$$

(5.2.4.4)

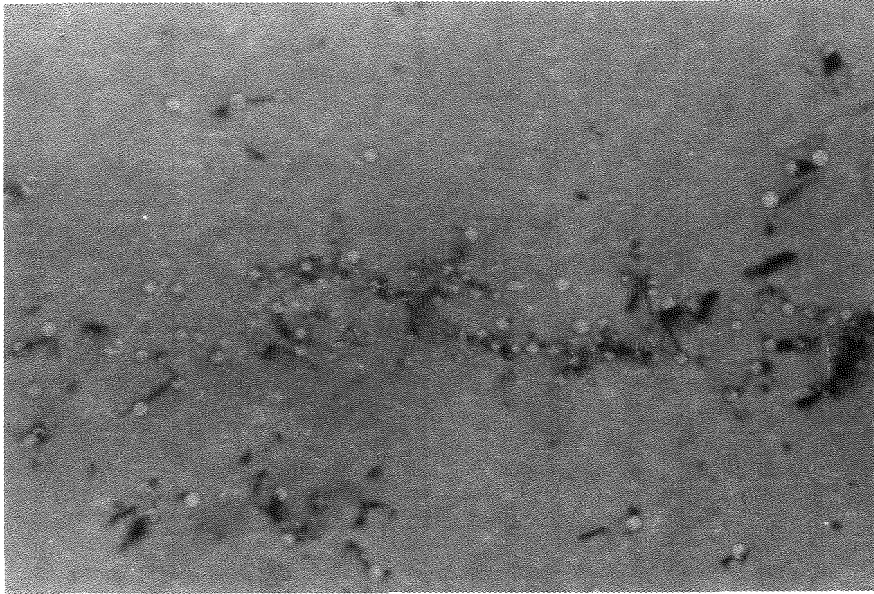
Die Ordination dN/dD der Durchmesserfunktion müssen also durch $\frac{\pi}{6} D^2$ dividiert, die Abszissen $\frac{\pi}{6} D^2$ multipliziert werden, um die Volumenfunktion zu erhalten. Die aufgrund des elektrolytischen Polierens an der Oberfläche angeätzten Poren wurden nicht zur Mittelwertbildung des Porendurchmessers herangezogen, wohl aber zur Bestimmung der Porendichte.

5.2.5 Elektronenmikroskopische Bestimmung der Versetzungsdichte

Eine der wesentlichsten Bedingungen für eine strahleninduzierte Porenbildung ist die Anwesenheit von Senken, die Zwischengitteratome bevorzugt absorbieren. Hierbei wird angenommen /BEP 70/, /HL 71/, daß Versetzungen aufgrund ihrer stärkeren Wechselwirkung Zwischengitteratome verstärkt anziehen. Der dabei entstehende relative Überschuss an Leerstellen steht damit der Ausbildung und dem Wachstum von Poren zur Verfügung. Eine verstärkte Porenbildung in Gebieten höherer Versetzungsdichte konnte auch in dieser Arbeit beobachtet werden. Abb. 5.6

Um experimentelle Daten für die in Kap. 6.2 durchgeführten

theoretischen Berechnungen zur Verfügung zu haben, wurde die Versetzungsdichte mit Hilfe der Elektronenmikroskopie bestimmt.



————— 0,5 μ m

Abb. 5.6: Poren in Verbindung mit Versetzungen nach Bestrahlung von hochreinem Aluminium mit 100 KeV Al-Ionen bei einer Temperatur von $T = 150^{\circ}\text{C}$ und einer Dosis von $8 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$

Nach Baily und Hirsch /BH 60/ ist die Versetzungsdichte definiert als Summe aller Versetzungslinien in einem Volumenbereich.

$$\Lambda = \frac{\lambda}{A \cdot d}$$

(5.2.5.1)

λ ist die Länge aller Versetzungen im Probenvolumen $A \times d$. A ist die ausgemessene Probenfläche und d die Probendicke. Aufgrund der zweidimensionalen photographischen Abbildung können aber nur die projizierten Längen der Versetzungen ausgemessen werden.

Unter der Annahme, daß die Versetzungen oder Versetzungssegmente willkürlich zur Probenoberfläche orientiert sind, ist eine Beziehung zwischen wahrer Versetzungslänge und projizierter Länge herleitbar /BH 60/.

$$\lambda = \frac{4}{\pi} \lambda_p$$

(5.2.5.2)

Die räumliche Versetzungsdichte ergibt sich also zu

$$\Lambda = \frac{4 \cdot \lambda_p}{\pi \cdot V}$$

(5.2.5.3)

wobei V das untersuchte Probenvolumen bedeutet.

Eine einfache Methode zur Bestimmung der projizierten Versetzungsfläche geben Smith und Guttman /SG 53/ an. Über die elektronenmikroskopischen Aufnahmen wird ein Kreuzgitter gelegt mit einem Linienabstand, der gleich ist der mittleren Länge der Einzelversetzung. Die Versetzungsdichte ergibt sich dann zu

$$\Lambda = \frac{2 N}{L \cdot d}$$

(5.2.5.4)

N Anzahl der Schnittpunkte der Versetzungen
mit dem Liniennetz

L Gesamtlänge des Liniennetzes

d Probendicke

Bei der Bestimmung der Versetzungsdichten unterscheidet man im wesentlichen zwei Fehlerquellen:

- 1) Den Überlappungsfehler. Er entsteht vor allem bei der Auswertung von Proben mit hoher Versetzungsdichte. Die Einzelversetzungen können, da sie sich zum Teil überdecken, nicht mehr aufgelöst werden.
- 2) Den Probenfehler. Er ist eine Folge ungeeigneter Kontrastbedingungen, bei denen ein Teil der vorhandenen Versetzungen ($\vec{g} \times \vec{b} = 0$) unsichtbar bleibt. Dieser Fehler konnte in dieser Arbeit nur verringert werden, indem elektronenmikroskopische Aufnahmen eines Zustands in verschiedenen orientierten Körnern hergestellt wurden, da ein Kippen von der Probe mit dem Durchmesser von 0.3 cm im Siemens-Elmiskop nicht möglich war und ein Ausweichen auf andere Geräte aufgrund der relativ großen Anzahl der Aufnahmen nicht praktikabel erschien.

Unter diesen Bedingungen muß mit einem Fehler von etwa 30% gerechnet werden /BH 60/.

5.3. Durchführung der Bestrahlungsexperimente

5.3.1 Das Beschleunigungssystem

Die Bestrahlungsexperimente wurden am Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung GSI in Darmstadt durchgeführt. Es handelt sich hierbei um eine Duopigatron-Hochladungsionenquelle mit einer maximalen Beschleunigungsspannung von 300 KV. Metallionen werden in dieser Anordnung in einfacher Weise durch Zerstäubung aus einem Einsatz in der Reflektoranode erzeugt. Als Hilfgas diente Argon /W 75/, /W 74/. Der Betriebsdruck war besser als 10^{-4} Pa.

Nach Separation der beschleunigten Teilchen in einem konstanten Magnetfeld mit 90° Ablenkung erfolgte die Fokussierung und Ausrichtung des Strahls mit Hilfe von Quadrupolen.

Bei geeigneter Defokussierung stand ein im Zentrum im wesentlichen homogener Strahl von $5-20 \mu\text{A cm}^{-2}$ Al^+ -Teilchen

zur Verfügung. Dies entspricht einem Teilchenfluß von $3 \times 10^{13} \text{ Al}^+ \text{ Ionen cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ bis $1.2 \times 10^{14} \text{ Al}^+ \text{ Ionen cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Der Strahlfleck hatte dabei in der Regel eine Fläche von 2 cm x 6 cm.

5.3.2 Die Bestrahlungskammer

Experimentelle Untersuchungen von Strahlenschäden mit Hilfe der Ionenplantation stellen eine Reihe von Anforderungen an die Bestrahlungseinrichtung und speziell an den Probenträger:

- 1) Die Bestrahlungen müssen im Hochvakuum durchgeführt werden.
- 2) Die Zahl der implantierten Ionen muß bekannt sein, d.h. der Ionenstrom muß integral gemessen werden können.
- 3) Der Probenträger bzw. die Proben müssen aufgeheizt und sollten gekühlt werden können.
- 4) Die Probentemperatur muß genau gemessen, geregelt und kontrolliert werden können.
- 5) Die implantierten Ionen müssen über eine definierte Fläche gleichmäßig verteilt sein (homogener Strahlfleck).
- 6) Der Probenträger sollte möglichst viele Proben aufnehmen können, um ein häufiges Wechseln und Belüften der Bestrahlungsanlage zu vermeiden.
- 7) Die Energie der Ionen muß bekannt sein.

Bis auf Punkt 7 und teilweise auch Punkt 5 mußten bei der Konstruktion und dem Bau des Probenträgers diese Anforderungen erfüllt werden, da die Energie der Ionen durch die Beschleunigungsspannung der Ionenquelle geregelt wurde

und der Strahlfleck im wesentlichen durch Justierung innerhalb des Strahlführungssystems bestimmt war. Abbildung 5.7 zeigt die Prinzipsskizze des auf der Grundlage der Punkte 1) bis 6) entwickelten Probenträgers. Abbildungen 5,8 und 5,9 zeigen den Probenträger im ausgebauten Zustand bzw. in Betrieb.

Da die gesamte Anordnung in eine der im Strahlführungssystem befindliche Diagnosebox mit angeschlossener Turbomolekularpumpe der Firma Pfeifer eingebracht werden konnte, wurde auf ein eigenes Vakuumsystem verzichtet. Der Betriebsdruck in der Bestrahlungskammer war besser als 10^{-4} Pa, ein Druck der ausreichend ist, um Kollisionen der Ionen mit dem Restgas zu vernachlässigen /CC 68/. Es konnte bei dieser Anordnung im Gegensatz zu Vorversuchen mit einer Ölrotationspumpe keine Kohlenstoffkontamination auf den polierten Probenoberflächen festgestellt werden.

Der eigentliche Probenträger hat die Form eines regulären zwölfseitigen Prismas. Die Proben werden in zwei Ebenen mit Hilfe von Lochmasken auf die plangeschliffenen Prismenflächen gedrückt. Eine spezielle Drehschiebedurchführung /GJ 74/ erlaubt die genaue Justierung der Probe zum Strahl. Der Probenhalterkopf ist durch einen Keramikflansch der Firma Ceramaseal elektrisch vom übrigen Probenhalter isoliert. Hierdurch wird eine direkte und kontinuierliche Messung des auf das Target fallenden Teilchenstroms ermöglicht. Zur Unterdrückung der bei der Bestrahlung des Targets austretenden Sekundärelektronen ist der Targetkopf von einem Abschirmmantel umgeben, auf den eine negative Vorspannung aufgebracht werden kann.

Der gesamte Kopf des Probenträgers kann mit Hilfe von zwei spiralförmig gelegten Mantelheizleitern der Firma Philips bis zu einer maximalen Temperatur von 530°C aufgeheizt werden. Um nach den Bestrahlungen den Probenhalter schnell abzukühlen, kann wahlweise Luft oder Wasser in das Innere des Targetkopfes gepumpt werden.

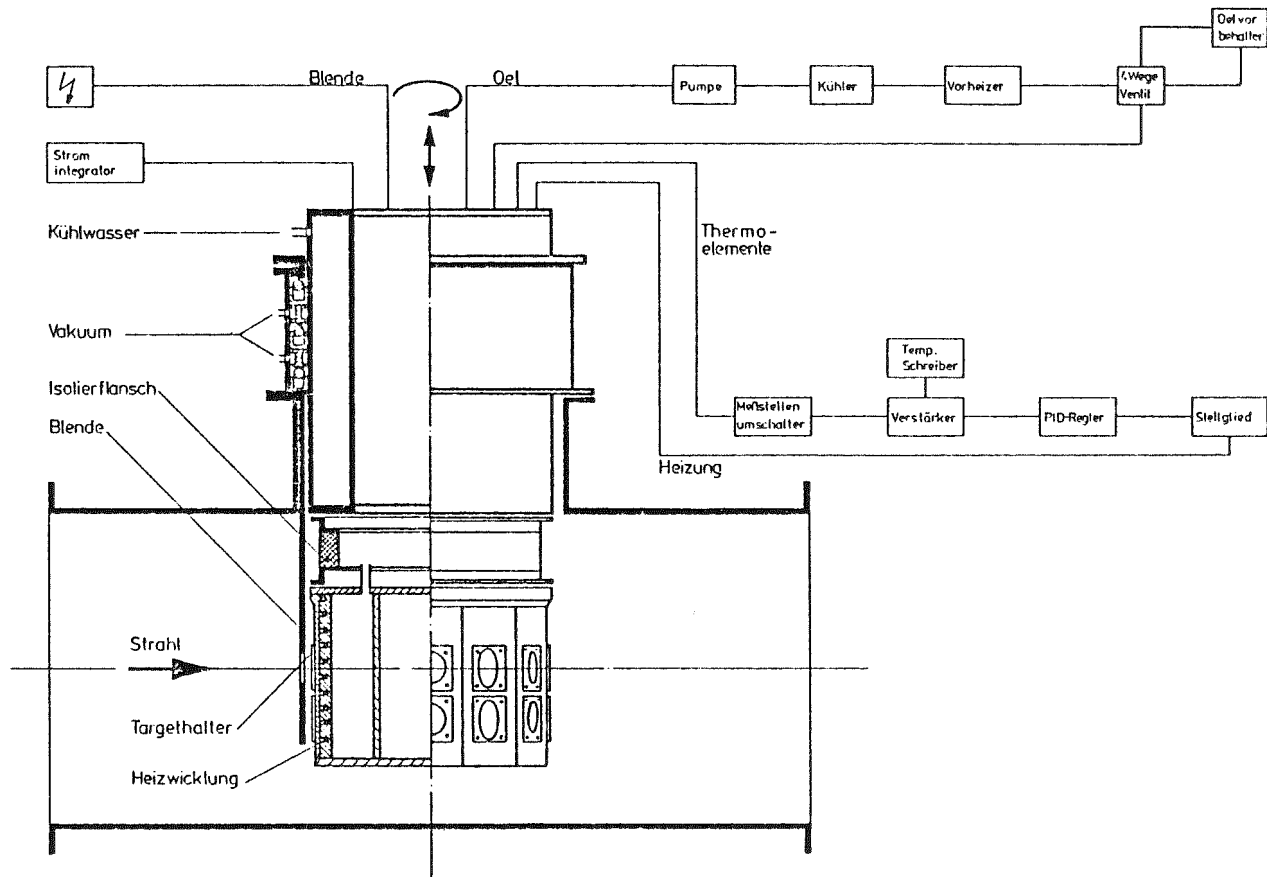


Abb. 5.7: Prinzipschaubild der Bestrahlungseinrichtung

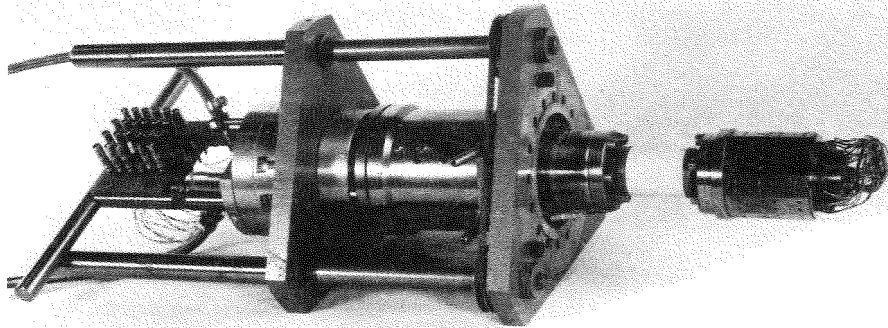


Abb. 5.8: Probenträger mit elektrisch isoliertem Probenträgerkopf im ausgebauten Zustand

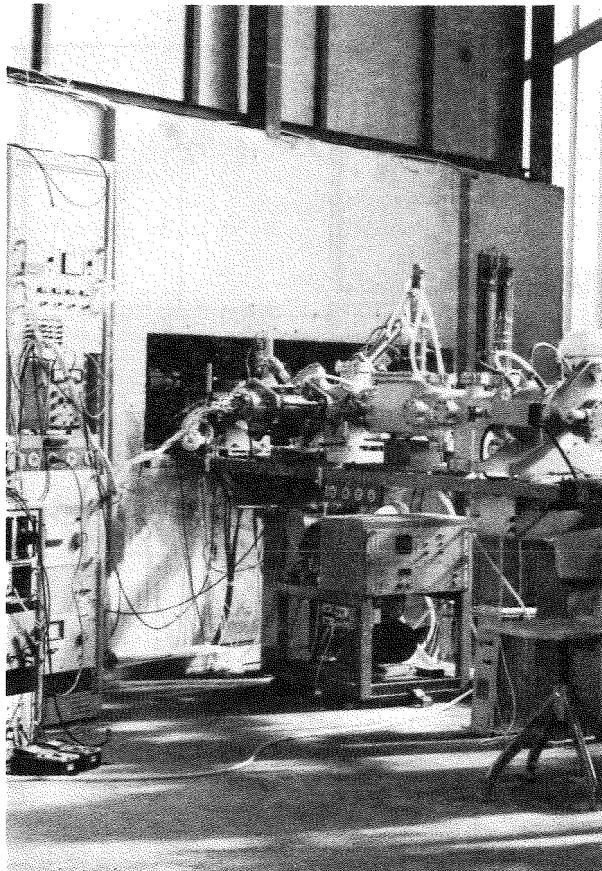


Abb. 5.9: Bestrahlungseinrichtung während des Beschleunigerbetriebs am Strahlführungssystem des Testinjektors der GSI Darmstadt

Die Messung der Temperatur erfolgt über Coax-Mantelthermoelemente der Firma Philips. Die Thermoelemente werden zentral durch die wassergekühlte Hohlwelle des Probenhalters und den Keramikflansch in das Innere des Targetkopfes geführt. Sie durchstoßen die Prismenflächen so, daß die Meßköpfe direkt unter den Proben liegen und mit ihnen durch den Anpreßdruck der Masken in gutem Kontakt stehen.

5.3.3 Die Bestrahlungsparameter

Das Auftreten von Poren bei Bestrahlung metallischer Werkstoffe ist sowohl von den Materialeigenschaften wie Reinheitsgrad, Zusammensetzung und Vorbehandlung als auch von den durch die Bestrahlung bestimmten Parametern abhängig. In dieser Arbeit wurde der Einfluß der Ionenenergie, des Ionenstroms, der Ionendosis und der Temperatur bei Bestrahlung von Reinstaluminium und der Legierung AlMgSi mit Al^+ Ionen systematisch untersucht.

Die Energie E_0 der beschleunigten Ionen konnte durch Änderung der Hochspannung innerhalb der Ionenquelle variiert werden. Bis auf eine Versuchsreihe, in der der Einfluß der Teilchenenergie im Zusammenhang mit ihrer Reichweite und den Einfluß der Oberfläche der Proben untersucht wurde, betrug die Energie der in dieser Arbeit verwendeten Al^+ -Ionen $100 \text{ KeV} \pm 500 \text{ eV}$.

Für die Bestrahlung der Proben wurde aus dem stark defokussierten Ionenstrahl mit Hilfe einer geerdeten Aperturblende mit einem Durchmesser von 0.35 cm ein nahezu homogener Bereich ausgeblendet. Das Strahlprofil wurde kontinuierlich mit einem Scanner der Firma High Voltage kontrolliert. Der auf das Target fallende Ionenfluß wurde direkt am elektrisch isoliert aufgehängten Probenträgerkopf mit einem Meßgerät der Firma Rhode und Schwarz gemessen und aufintegriert. Die Stromdichte betrug für alle Messungen $13 \mu \text{ A cm}^{-2}$. Die Ionendosis wurde zwischen 8×10^{14} Teilchen cm^{-2} und 8×10^{16} Teilchen cm^{-2} variiert. Die zuerst geplante Bestrahlungsdurch-

führung von Proben mit einem Durchmesser von 1.0 cm und einer Aperturblende mit dem Durchmesser von 0.7 cm mußte aufgegeben werden, da es unmöglich war, trotz guter Justierung einen homogenen Strahlfleck dieser Größe zu erzeugen. Der Probendurchmesser wurde daher auf 0.3 cm reduziert, was zugleich den Vorteil hatte, daß diese Proben nach dem Abdünnen elektronenmikroskopisch untersucht werden konnten, ohne nach der Bestrahlung noch ausgestanzt werden zu müssen. Auch für die elektronenmikroskopische Untersuchung der Mikrostruktur erwies sich diese schonende Behandlung der Proben als vorteilhaft.

Der am Target gemessene Strom entspricht nicht ausschließlich dem Strom der einfallenden positiven Ionen. Er ist ein effektiver Strom, der sich zusammensetzt aus positiven und negativen Ionen und Elektronen, die das Target erreichen, als auch aus dem Fluß sekundärer Teilchen, die das Target verlassen wie Sekundärelektronen, reflektierte Ionen und gesputterte Ionen. Der größte Anteil dieser Ströme ist auf die sekundäre Elektronenemission zurückzuführen. Dieser Stromanteil kann durch eine gegenüber dem Target negativ vorgespannte Abschirmblende unterdrückt werden. Die Blende (siehe Abb. 5.7) konnte bis zu $U_B = -1000$ V aufgeladen werden. Die Tabelle 3 zeigt den Effekt der negativ vorgespannten Blende auf den am Target gemessenen Strom, bei der Bestrahlung einer Aluminiumprobe mit 100 KeV Al^+ Ionen.

Tab. 3: Abhängigkeit des am Target gemessenen Stroms I von der negativen Vorspannung der Abschirmblende.

Spannung U_B [V]						
an der Abschirmblende	0	10	20	40	100	200
Strom						
am Target I_T [μ A]	9.5	6	4	3	3	3

Der Effekt der Sekundärelektronenemission auf den am Target gemessenen Strom konnte mit einer Blendenspannung oberhalb -50 Volt unterdrückt werden. Die Messungen wurden alle mit einer Blendenspannung von -200 Volt durchgeführt.

Der Effekt der sekundären Ionen-Emission ist sehr klein und in der Größenordnung von 10^{-2} Ion/Ion /CC 68/.

Für die Sputterrate von Aluminium geben Almen und Bruce /AB 61/ einen experimentell bestimmten Wert von 0.5 für 45 KeV Al⁺ Ion an.

Der Einfluß negativer und neutraler Teilchen aufgrund von unelastischen Ladungsaustauschstößen wird erst bei höherer Energie relevant und liegt im ungünstigsten Fall bei einigen Prozent des Strahlstromes /DFNS 73/.

Die Einflüsse der sekundären Ionen-Emission, der gesputterten Ionen und der auf das Target gelangenden negativen oder neutralen Teilchen wurden bei der Messung des Stromes vernachlässigt. Zur Kontrolle wurde während einer Bestrahlung mit 100 KeV Al⁺-Ionen mit einer Stromdichte von $13 \mu\text{A cm}^{-2}$ und einem Al-Target der Strom im Kreis der Abschirmblende gemessen. Es ergab sich ein Wert $< 0.01 \mu\text{A}$. Die Vernachlässigungen erwiesen sich damit als gerechtfertigt.

Die in dieser Arbeit beschriebenen Bestrahlungen von Reinstaluminium und der ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi wurden im Temperaturbereich von 55°C bis 300°C durchgeführt. Dies entspricht in Einheiten der absoluten Schmelztemperatur T_s [K] für Aluminium 0.35 T_s bis 0.61 T_s , dem Bereich, in dem Porenbildung erwartet wird.

Als Meßwertaufnehmer dienten Miniatur-Coax-Mantelthermoelemente der Firma Philips. Die Aufheizung der Proben erfolgte durch zwei Coax-Mantelheizleiter der Firma Philips.

Die Regelung der Temperatur erfolgte analog über ein steuerbares Gleichstromnetzgerät, wobei der Ist-Wert des Thermoelements an der jeweils bestrahlten Probe über einen ther-

mospannungsfreien Meßwertschalter eingegeben wurde. Diese Anordnung gewährleistet eine ungestörte Strommessung implantierter Ionen ohne störende induktive Effekte. Die maximale Leistung betrug bei 4A 160 Watt. Die gemessene Aufheizung des Targets bei einem 100 KeV Al⁺-Ionenstrahl von $13 \mu\text{A cm}^{-2}$ betrug $3 \pm 1^\circ\text{C}$. Bei allen angegebenen Bestrahlungstemperaturen ist dieser Effekt berücksichtigt. Die Genauigkeit der Temperaturmessung an der Probe beträgt $\pm 4^\circ\text{C}$. Um den Einfluß des Wärmeübergangs zu prüfen, wurden in Vorversuchen die Proben mit Silberzement auf dem Probenträgerkopf befestigt. Es ergab sich bei Temperaturmessungen während der Bestrahlung kein Unterschied zu denjenigen Proben, die nur mit den Masken angedrückt wurden.

5.4 Elektronenmikroskopische und resistometrische Untersuchungen der Legierung Aluminium-Magnesium-Silizium

Die eigenen elektronenmikroskopischen Untersuchungen hatten zum Ziel, die Ausscheidungsgebiete in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit für kohärente Zonen und teilweise kohärente bzw. inkohärente Stäbe zu ermitteln und die Dichte und Größenverteilungen der jeweiligen Ausscheidungen für die in dieser Arbeit verwendete Aluminium-Magnesium-Silizium Legierung zu bestimmen. Diese umfangreichen Untersuchungen waren notwendig, da sich die Angaben aus der Literatur auf sehr unterschiedliche Legierungszusammensetzungen und Alterungsbedingungen bezogen. Darüberhinaus wurde die Ausscheidungsstruktur erst nach Erreichen eines stationären Ausscheidungsstandes untersucht, d.h. auch nach längerer Alterung bei gleicher Temperatur sollte keine Änderung der Ausscheidungsichte und Ausscheidungsgröße zu beobachten sein. Dies war in Bezug auf die zu erfolgenden Bestrahlungsversuche eine notwendige Forderung, da sich bei Implantation von Al-Ionen im Temperaturbereich von 100°C bis 260°C die Ausscheidungsstruktur nicht aufgrund der Bestrahlungstemperatur verändern sollte.

Die Messungen des elektrischen Widerstandes dienten dazu, diesen stationären Ausscheidungszustand zu bestimmen und damit diejenige Alterungszeit in Abhängigkeit der Temperatur, bei der sich gemäß der Löslichkeitsgrenze nur noch ein minimaler Anteil an Fremdatomen in der Matrix in Lösung befindet.

5.4.1 Das ternäre System AlMgSi

Die Legierung Aluminium-Magnesium-Silizium gehört zu den kalt- und warmhärtenden Aluminiumlegierungen. Wie die meisten aushärtbaren AlMgSi-Legierungen liegt auch der in dieser Arbeit untersuchte Werkstoff im Bereich des quasibinären Schnitts, wo Mg und Si in der stöchiometrischen Zusammensetzung der intermetallischen Verbindung Mg_2Si vorliegen und auch eine maximale Aushärtbarkeit erreicht wird.

In Abbildung 5.10 ist das Zustandsdiagramm des quasibinären Schnitts dargestellt. Die maximale Löslichkeit bei der eutektischen Temperatur von $596^{\circ}C$ liegt bei einem Gehalt von 1.8% Mg_2Si /BK 63/.

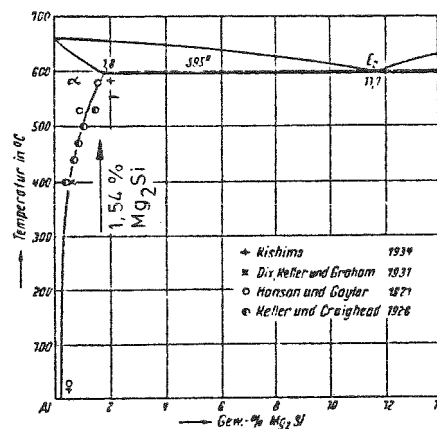


Abb. 5.10: Die Aluminiumseite des quasibinären Systems Al- Mg_2Si /HS 52/. Der Pfeil kennzeichnet die Zusammensetzung der in dieser Arbeit verwendeten Legierung

Die hier untersuchte Legierung hatte neben einem geringfügigen Prozentsatz von Verunreinigungen (siehe Analyse

Tabelle 1 in Kapitel 5.2.1) folgende Zusammensetzung:

Al	-	98.46 Gew.%
Mg	-	0.92 Gew.%
Si	-	0.62 Gew.%

Der Gehalt an Mg_2Si beträgt also 1.54%. Die Homogenisierungstemperatur liegt nach Abbildung 5.10 in der Nähe von $560^{\circ}C$. Nach einer Glühung von 4 h bei dieser Temperatur im Hochvakuum konnten bei einer elektronenmikroskopischen Untersuchung weder an den Korngrenzen noch im Inneren der Körner Ausscheidungen festgestellt werden. Die Homogenisierungstemperatur erwies sich damit als ausreichend.

Die mechanischen Eigenschaften von Aluminium und Aluminium-Magnesium-Silizium zeigt Tabelle 4.

Das Interesse an dieser Legierung für die Verwendung als Reaktorstrukturmaterial liegt danach neben den ausgezeichneten kernphysikalischen Eigenschaften vor allem in der relativ hohen Festigkeit im ausgehärteten Zustand und der Korrosionsbeständigkeit bei Temperaturen unterhalb von $150^{\circ}C$.

Temperatur [$^{\circ}C$]	Zugfestigkeit [$Kp\ mm^{-2}$]		0.2% Dehngrenze [$Kp\ mm^{-2}$]		Bruchdehnung [%]	
	Al 99	AlMgSi ausgehärtet	Al 99	AlMgSi ausgehärtet	Al 99	AlMgSi ausgehärtet
25	8.2	19.0	3.5	14.8	45	22
100	7.4	14.9	3.2	14.1	55	18
150		14.1	2.5	12.7	65	20
205	4.1	6.2	2.1	4.6	75	40
260	2.5	3.2	1.4	2.5	85	75
315	1.8	2.1	1	1.8	90	80
370	1	1.8	0.7	1.4	95	105

Tab. 4: Mechanische Eigenschaften von Al und AlMgSi in Abhängigkeit von der Temperatur /Laue, Werkstoffprobleme TH Darmstadt/

5.4.2 Die elektronenmikroskopische Untersuchung des Ausscheidungs Zustands

Die einzelnen Stadien der Entmischung in einer Aluminium-Magnesium-Silizium-Legierung in Abhängigkeit der Temperatur sind prinzipiell bekannt. Thomas /T 62/, Pashley und Mitarbeiter /PRS 66/ und Jacobs /J 72/ untersuchten das Ausscheidungsverhalten von AlMgSi-Legierungen mit Hilfe elektronenmikroskopischer Methoden. Danach läßt sich folgende Reihenfolge für die Entmischungsabläufe angeben. Zunächst entstehen charakteristische Guinier-Preston-Zonen (G.-P.-Zonen) von nadelförmigem Aussehen, die sich durch Ausprägen einer inneren Ordnung stabilisieren. Bei Erhöhung der Temperatur bilden sich Stäbe parallel zu $[100]$ -Richtungen der Matrix, die als Zwischen- oder metastabile Phase bezeichnet werden. Altern bei Temperaturen $> 280^{\circ}\text{C}$ führt schließlich zur Ausscheidung von Platten aus Mg_2Si . Diese Phase wird als Gleichgewichtsphase bezeichnet (β -Phase) und besteht aus Mg_2Si -Ausscheidungen.

Die Anfangsstadien der Entmischung

Durch Lösungsglühen und nachfolgendem Abschrecken einer AlMgSi-Legierung entsteht ein an Fremdatomen und Leerstellen übersättigter Mischkristall. Eine anschließende Lagerung bei Raumtemperatur oder kurze Wärmebehandlungen bei Temperaturen bis 170°C führen zur Ausbildung von Zonen, die durch Messung des elektrischen Widerstandes bei tiefen Temperaturen oder mit Hilfe der diffusen Röntgenstreuung bestimmt werden können. Geisler und Hill /GH 48/ zeigten mit Laue-Aufnahmen, daß diese Zonen nadelförmig entlang den $[100]$ -Richtungen wachsen. Die innere Ordnung der Zonen wächst mit zunehmender Temperatur.

Guinier-Preston-Zonen

Nach Anwachsen dieser Zonen können sie auch mit Hilfe der Durchstrahlungselektronenmikroskopie sichtbar gemacht werden. Thomas /T 62/ und Pashley /PRS 66/ leiteten aus Intensitätsverteilungen in Beugungsdiagrammen die Kohärenz dieser Zonen

ab. Jacobs /J 72/ nimmt aufgrund der Analyse der Intensitätsverteilung im Beugungsbild an, daß es sich bei der Einheitszelle dieser Zonen um eine hexagonale Zelle handelt, ähnlich der, wie sie für die größeren stabförmigen Ausscheidungen bestimmt wurde. Die durchschnittliche Dichte dieser homogen in der Matrix verteilten Zonen beträgt 2 bis $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, ihre Länge bis zu 1500 \AA .

Teilweise kohärente bzw. inkohärente Stäbe

Der Übergang von nadelförmigen Zonen zu stäbchenförmigen Ausscheidungen scheint nach den Untersuchungen von Jacobs /J 72/ ein kontinuierlicher Prozeß zu sein. Es konnten keine strukturellen Änderungen aufgrund des Beugungsdiagramms entdeckt werden. Jacobs bestimmte die Einheitszelle der Stäbe als hexagonal mit $a = 0.705 \pm 0.005 \text{ nm}$ und $c = 0.405 \pm 0.001 \text{ nm}$. Mit zunehmender Alterung und dem damit verbundenen Wachstum verlieren die Stäbe die Kohärenz entlang ihrer Achse. Die nun entstandene Einheitszelle hat die Achsen $a = 0.705 \pm 0.005 \text{ nm}$ und $c = 12.15 \pm 0.001 \text{ nm}$. Die Stäbe liegen parallel zu den Würfelachsen des Kfz-Gitters der Aluminiummatrix. Ihre Länge reicht von $0.5 \mu - 2 \mu$. Ihre Dichte reduziert sich auf etwa 10^{13} cm^{-3} . Skalicky und Oppolzer fanden /SO 72/ nach einer Alterung bei 200°C neben der vorherrschenden Stabstruktur auch schon Platten der Mg_2Si -Phase.

Gleichgewichtsphase (Mg_2Si)

Nach 3 Stunden Alterung bei 260°C entdeckt Thomas /T 62/ die ersten plattenförmigen Ausscheidungen der Gleichgewichtsphase. Die Platten bestehen aus Mg_2Si mit einer CaF_2 -Struktur und den Gitterparameter $a = 6.39 \text{ \AA}$. Die Ausscheidungen sind inkohärent. Die Platten liegen parallel zu den $\{100\}$ Ebenen der Matrix und können sowohl unabhängig entstehen als auch aus den Stäben herauswachsen. Bei genügend langer Alterungsdauer über 300°C sind in der Legierung nur noch Platten der Struktur Mg_2Si vorhanden.

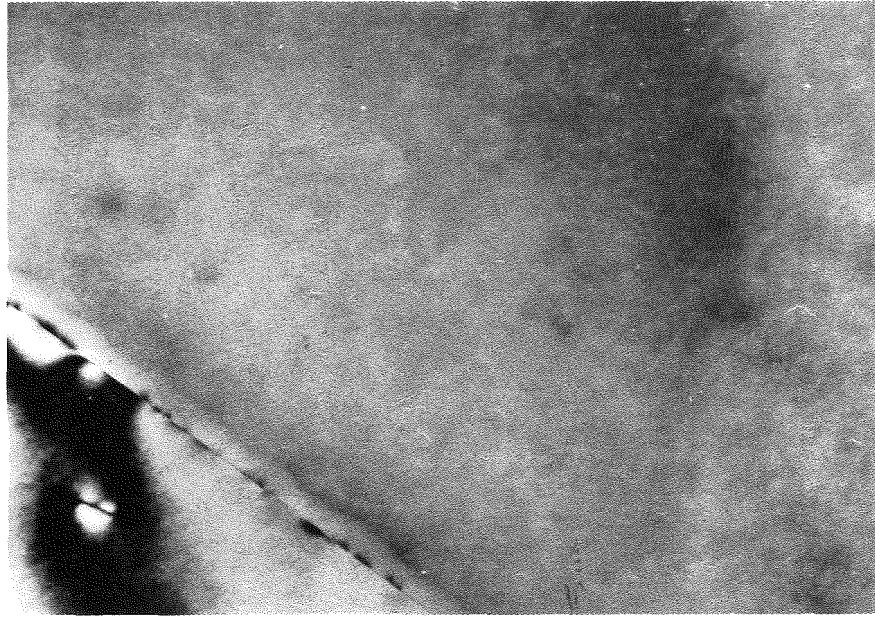
Eine Zusammenfassung der Ergebnisse der in dieser Arbeit durchgeführten und ausgewerteten elektronenmikroskopischen Untersuchungen in Bezug auf Ausscheidungsichte und Ausscheidungs-

größe zeigt Tabelle 5. Abbildung 5.11 zeigt den lösungsgeglühten und abgeschreckten Zustand. Abbildung 5.12 zeigt Gunier-Preston Zonen nach Alterung von 5×10^4 Min. bei einer Temperatur von 140°C . Die Länge der meisten Nadeln liegt zwischen 200 \AA und 400 \AA . Die Dichte beträgt $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$. Da die Nadeln in erster Linie aufgrund ihres Matrixspannungskontrastes sichtbar sind, läßt sich ein Durchmesser nur schwierig angeben. Er wird auf 50 \AA geschätzt, ein Wert, wie ihn auch Pashley und Mitarbeiter /PRS 66/ und Skalicky und Oppolzer /SO 72/ angeben.

Wenn man annimmt, daß das Spannungsfeld um die Nadeln herum zylindersymmetrisch ist und die elastischen Verschiebungen \vec{R} radialsymmetrisch sind, bedeutet das, daß für eine $[100]$ -Richtung parallel zum Elektronenstrahl im Zweistrahlfall nur jene Nadeln sichtbar werden, für die $(\vec{g} \cdot \vec{R})$ ungleich Null wird. Besonders deutlich sieht man diesen Effekt auf Abbildung 5.13. Eine Wärmebehandlung von 1×10^4 Minuten bei einer Temperatur von 170°C führt zu größeren und deutlich sichtbaren Strukturen der Nadeln, Abbildung 5.14. Die Dichte ist auf $2.0 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ gesunken und die mittlere Länge der Nadeln beträgt 1200 \AA . Einzelne Überstrukturreflexe aufgrund der Nadelstruktur in diesem Alterungsstadium konnten noch nicht nachgewiesen werden. Ebenso waren Grenzflächenversetzungen noch nicht zu beobachten. Die Nadeln können also entlang der Stabachse als kohärent angenommen werden /B 52/. Abbildung 5.15 zeigt die Ausscheidungsstruktur nach Auslagerung von 1×10^4 Min. bei 200°C . Neben der vorherrschenden Stabstruktur finden sich stellenweise auch schon Ausscheidungen der Gleichgewichtsphase Mg_2Si . Die Dichte der Stäbe beträgt $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$. Die Länge hat stark zugenommen und liegt zwischen 0.5μ und 1.3μ . Der Durchmesser beträgt etwa 300 \AA . Wie die Nadeln liegen auch die Stäbe parallel zu den Würfelachsen in $[100]$ -Richtungen. Auffallend sind die Kontraständerungen entlang der Stäbe. Sie sind in der Regel zur Stabrichtung nicht senkrecht und haben oft die Gestalt von Schraubenlinien. Skalicky und Oppolzer /SO 72/ haben diese Unregelmäßigkeiten untersucht und gefolgert, daß es sich um einen Moiré-

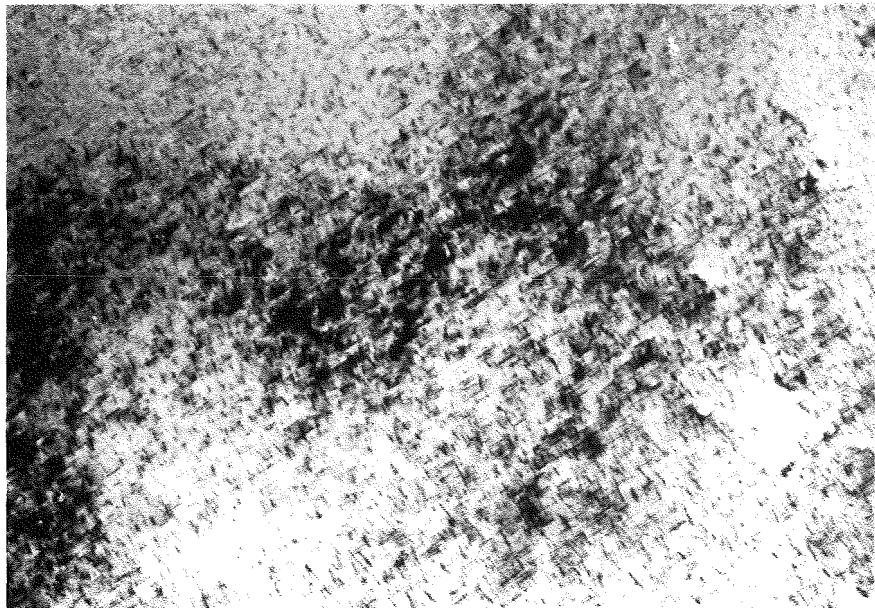
Tab.5: Ergebnisse der Auswertung von elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Ausscheidungsstruktur der AlMgSi-Legierung in Abhängigkeit der Alterungszeit und der Alterungstemperatur

Alterungs- temperatur T [°C]	Alterungs- dauer t [Min]	Ausscheidungs- länge \bar{x} [Å]	Ausscheidungs- querschnitt D [Å]	Dichte [cm ⁻³]
140	1 000	-	-	-
140	5 000	300	50	
140	10 000	300	50	2.5x10 ¹⁶
170	1 140	750	100	
170	5 000	1 000	260	
170	10 000	1 200	300	2.0x10 ¹⁴
200	10	900	250	
200	240	1 100	250	
200	1 125	1 800	350	
200	10 000	7 500	600	1.0x10 ¹³
260	80	1 600	300	
260	800	2 300	300	
260		14 000	800	
260	10 000	14 000	800	4.0x10 ¹²



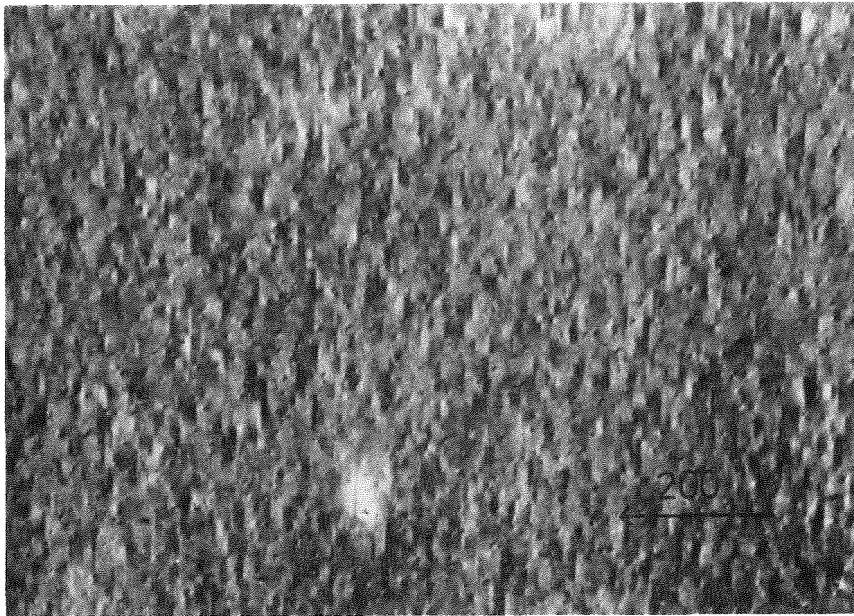
— 0,5 μ m

Abb. 5.11: TEM Aufnahme des homogenisierten Zustands der AlMgSi-Legierung



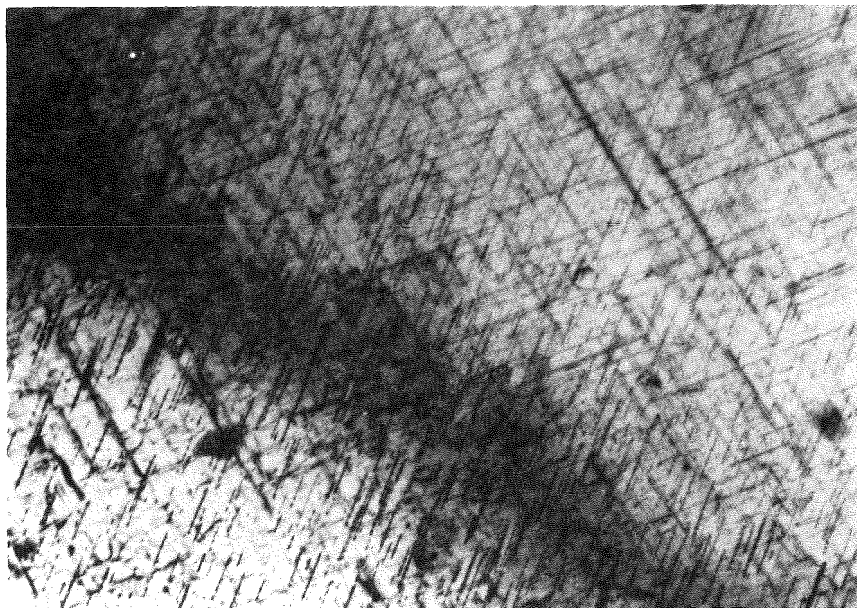
— 0,5 μ m

Abb. 5.12: TEM Aufnahme der Legierung AlMgSi nach Alterung bei 140°C für 5x10⁴ Minuten



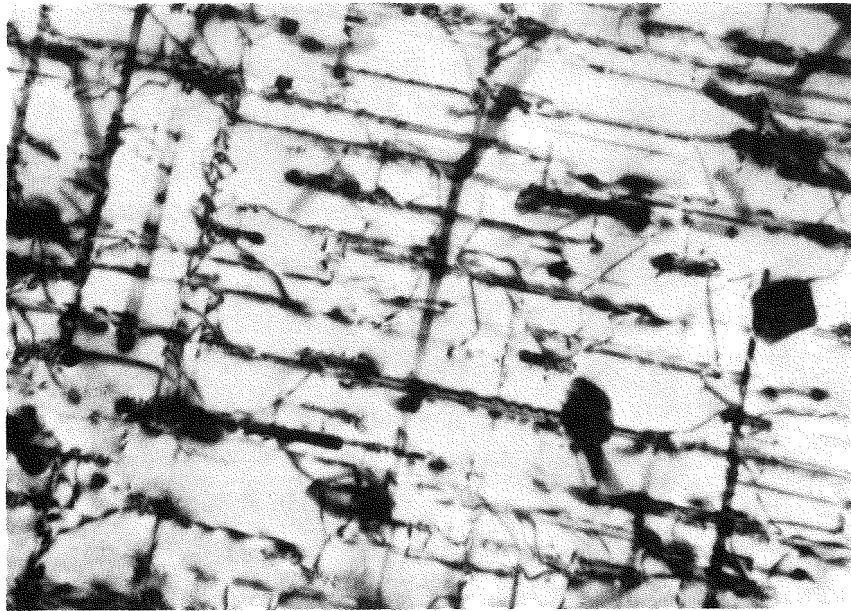
————— 0,25 μ m

Abb. 5.13: TEM Aufnahme der Legierung AlMgSi nach Alterung bei 140°C für 5×10^4 Minuten. Es sind alle Nadeln ausgelöscht, die nicht senkrecht auf dem reziproken Gittervektor stehen



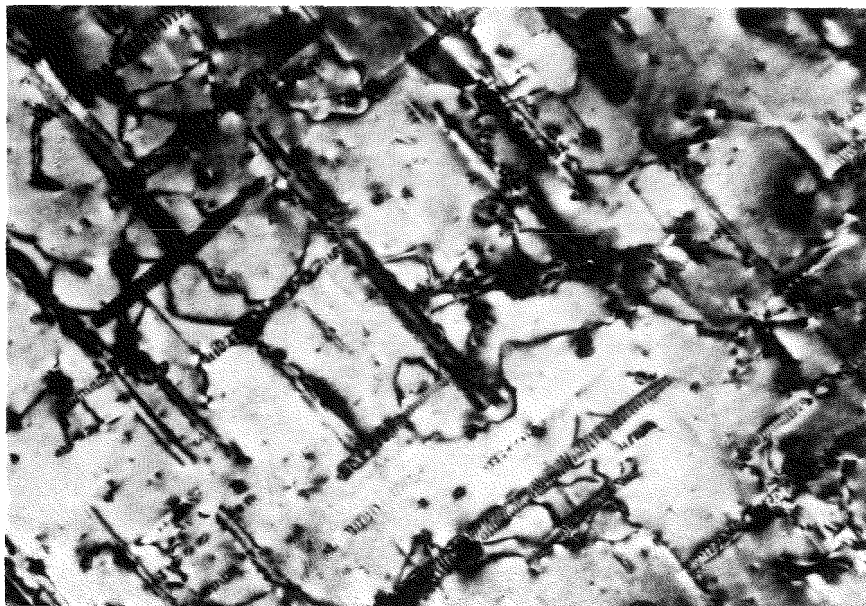
————— 0,5 μ m

Abb. 5.14: TEM Aufnahme der Legierung AlMgSi nach Alterung bei 170°C für 1×10^4 Minuten



— 0,5 μ m

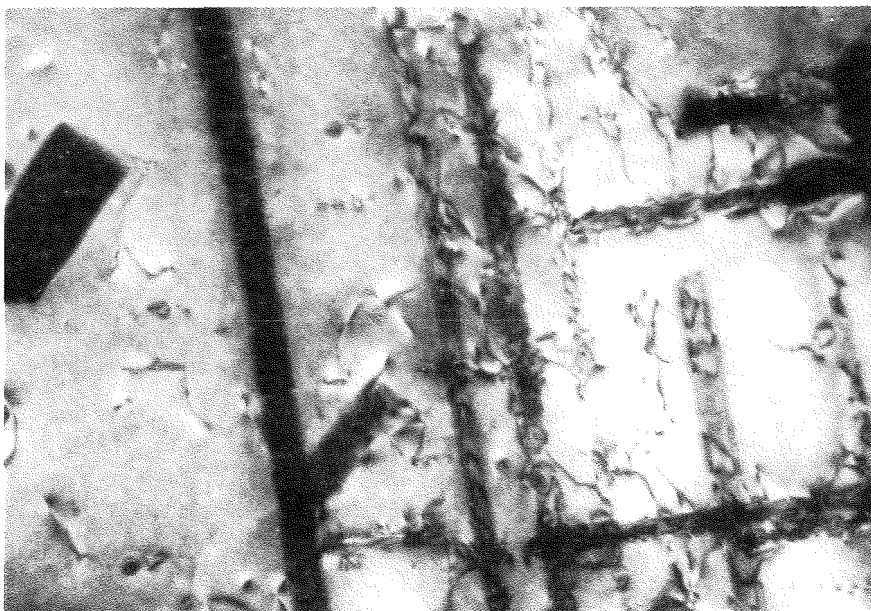
Abb. 5.15: Ausscheidungsstruktur der Legierung AlMgSi nach Alterung bei 200°C für 1×10^4 Minuten. Es finden sich sowohl Stäbe als auch Ausscheidungen der Gleichgewichtsphase Mg_2Si



— 0,5 μ m

Abb. 5.16: Grenzflächenversetzungen an den Stäben nach einer Alterung bei 200°C für 1×10^4 Minuten

Effekt oder um den Kontrast von Grenzflächenversetzungen handeln muß. Das Vorhandensein zahlreicher Versetzungen an den Ausscheidungen Abbildung 5.16 spricht für die Annahme von Grenzflächenversetzungen und damit für die zumindest teilweise Inkohärenz der Ausscheidungen im Einklang mit den Beobachtungen von Jacobs /J 72/. Die Erhöhung der Auslagerungstemperatur auf 260°C , bei einer Auslagerungszeit von 1×10^3 Minuten, läßt die Dichte der Ausscheidungen nur noch geringfügig sinken auf $4 \times 10^{12} \text{cm}^{-3}$. Die Länge der Stäbe liegt zwischen 0.8μ und 1.8μ . Der Durchmesser der Stäbe ist auf etwa 800 \AA angewachsen, Abbildung 5.17. Sowohl die Stäbe nach einer Alterung bei 200°C , als auch die Stäbe nach der Alterung bei 260°C weisen im Beugungsbild diskrete Reflexe auf, deren Auswertung nach Jacobs auf eine hexagone Einheitszelle führt. Die Stäbe sind danach entlang der Achse inkohärent. Dies kann auch durch die große Zahl der Grenzflächenversetzungen bestätigt werden.



— 0,5 μ m

Abb. 5.17: Ausscheidungsstruktur der Legierung AlMgSi nach einer Alterung bei 260°C

5.4.3 Messung des elektrischen Widerstands

Messungen des elektrischen Widerstands reagieren im Vergleich zu Methoden der diffusen Röntgenstreuung und elektronenmikroskopischen Untersuchungsmethoden noch empfindlicher auf strukturelle Veränderungen innerhalb des Kristallgefüges. Unter der Voraussetzung, daß der Widerstandsanteil der thermischen Schwingungen der einzelnen Gitterbausteine unabhängig von der Konzentration der gelösten Atome bzw. Segregate ist, gilt die Matthiessensche Regel:

$$R_G = R_T + R_O$$

(5.4.3.1)

Der Anteil des elektrischen Widerstands R_T resultiert aus der thermischen Bewegung der Atome, während sich R_O zusammensetzt aus den Widerstandsteilen bei $T = 0$ K aufgrund der Streuung der Elektronen an Verunreinigungen, Gitterstörungen oder Leerstellen /B 40/. Eine willkürliche Verteilung gelöster Atome führt im Vergleich zu Reinstmaterialien zu einer deutlichen Erhöhung des Widerstands R_O , während kristalline Segregate oder metallische Verbindungen wie Mg_2Si einen relativ niedrigen Widerstandsanteil R_O zur Folge haben /KN 63/. Mott und Jones /MJ 36/ konnten zeigen, daß der Widerstandsanteil von Punktdefekten oder festen Lösungen direkt proportional der Konzentration dieser Defekte ist. Die Alterung eines übersättigten Mischkristalls und die Ausscheidung einzelner kristalliner Phasen führt also zu einer Erniedrigung des elektrischen Widerstands. Der Widerstand einzelner Leerstellen in Aluminium wurde von Reale /R 62/ zu $3.4 \mu\Omega \text{ cm/at\%}$ bestimmt. Der Widerstandsanteil von Versetzungen liegt nach Seeger und Stehle /SS 56/ in der Größenordnung von $1 \times 10^{-14} \mu\Omega \text{ cm/N}$, wobei N die Dichte der Versetzungen ist. Beim Altern abgeschreckter Aluminiumproben ergibt sich daher eine maximale Widerstandsänderung von etwa $1 \times 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$ bis $1 \times 10^{-3} \mu\Omega \text{ cm}$ aufgrund des Ausheilens von Leerstellen und Versetzungen. Unter der Annahme, daß der Widerstands-

anteil gelöster Fremdatome in der Größenordnung desjenigen der Leerstellen liegt /KN 63/, ergibt sich aufgrund der höheren Konzentration gelöster Silizium- und Magnesiumatome (vergleiche Kap. 5.4.1) eine um Größenordnungen höhere Widerstandsänderung. Die in dieser Arbeit gemessene Abnahme des elektrischen Widerstands kann daher im wesentlichen auf die Ausscheidungsprozesse von Magnesium und Silizium zurückgeführt werden. Sehr kleine Ausscheidungen oder Zonen in der Größe der Wellenlänge der Elektronen ($\sim 10\text{\AA}$) können jedoch aufgrund einer stärkeren Streuung zu einem leichten Anstieg des Widerstands führen /B 40/. Dieses Maximum des elektrischen Widerstands bei kurzen Alterungszeiten und einer Temperatur $< 80^\circ\text{C}$ konnte auch im Fall einer Aluminium - 1.4% Mg_2Si -Legierung von Panseri und Federighi nachgewiesen werden /PF 66/, Abbildung 5.18.

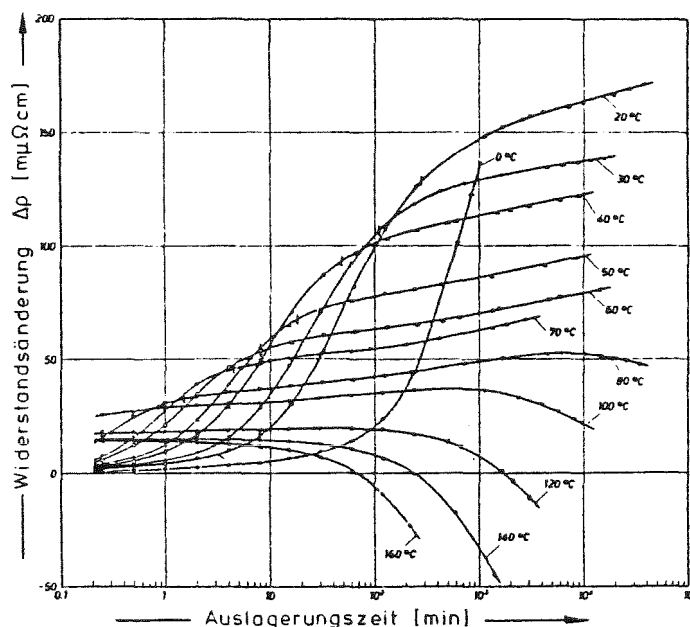


Abb. 5.18: Verlauf des elektrischen Widerstands bei verschiedenen Auslagerungstemperaturen in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit. Gemessen bei $T = 77\text{ K}$ /PF 66/

In dieser Arbeit wurden für die elektrischen Widerstandsmessungen 0.015 cm dicke Streifen der 1.54% Mg_2Si -Al-

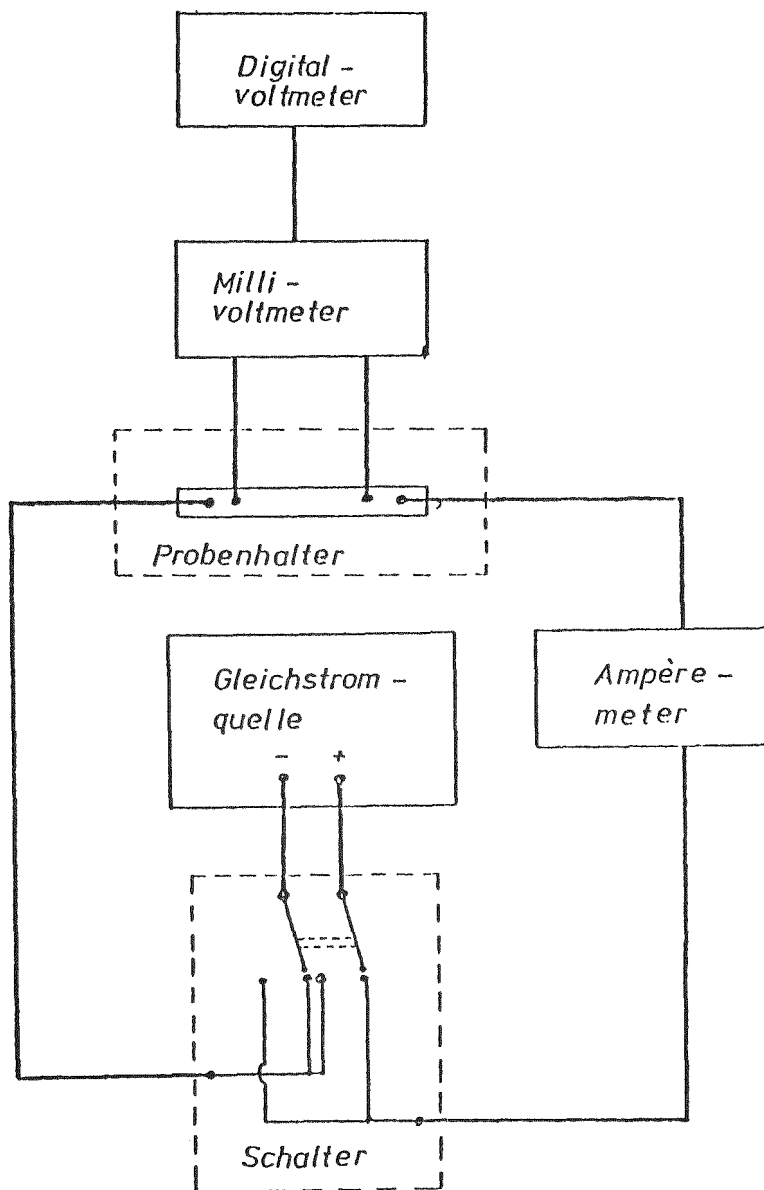


Abb. 5.19: Schaltskizze zur Messung des elektrischen Widerstands nach dem Wechselstromverfahren

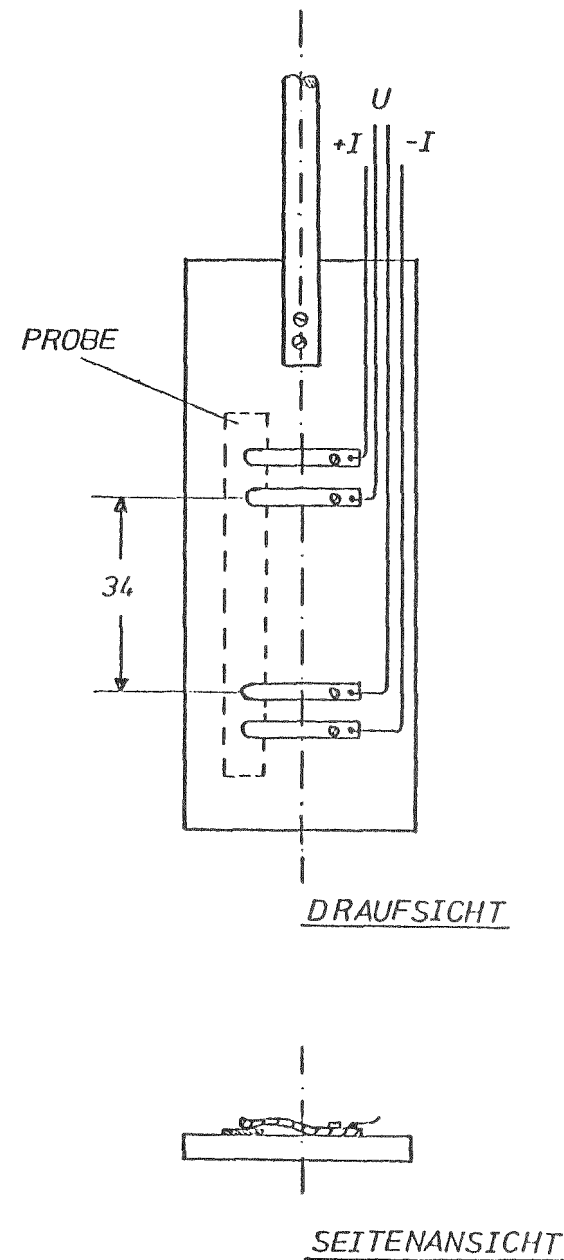


Abb. 5.20: Skizze des Probenhalters zur Messung des elektrischen Widerstands

Legierung verwendet mit einer Breite von 0.4 cm und einer Länge von etwa 6 cm, die im Ölbad bzw. Vakuum ausgelagert wurden. Die Messungen erfolgten nach einem Wechselstromverfahren, um Thermospannungen zu eliminieren, die bei Gleichstrom an den Kontaktflächen auftreten, und bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs, $T = 77 \text{ K}$, um die thermischen Anteile des Widerstands soweit wie möglich auszuschalten (Abb. 5.19, 5.20). Alle Proben wurden vier Stunden bei 560°C im Vakuum $< 10^{-4} \text{ Pa}$ homogenisiert und in Eiswasser abgeschreckt. Die Auslagerung erfolgte für die kurzen Zeiten ($t < 30$ Minuten) in Öl, für die längeren Glühzeiten in Vakuum.

Als Vergleichswiderstand diente eine homogenisierte und abgeschreckte Probe. Die durch das Abschrecken in Eiswasser gebildete Oxidschicht wurde vor der Messung elektrolytisch entfernt. Ein Maximum des elektrischen Widerstands kann aufgrund relativ hoher Auslagerungstemperaturen und der damit schnell ablaufenden Reaktionen nicht beobachtet werden.

Die Ergebnisse der elektrischen Widerstandsmessungen sind in Bild 5. 21 zusammengestellt: ρ_t / ρ_0 ist als Funktion der Zeit für verschiedene Auslagerungstemperaturen aufgetragen. ρ_0 bezeichnet den spez. elektronischen Widerstand des übersättigten Mischkristalls nach Lösungsglügen bei 4 Stunden bis 560°C und anschließendes Abschrecken in Eiswasser und ρ_t den spez. Widerstand nach der Alterungszeit t . Die Widerstandsänderung bei der 140°C -Alterung erfolgt sehr langsam, während höhere Temperaturen den Ausscheidungsprozeß wesentlich beschleunigen.

Abbildung 5.22 zeigt die Zuordnung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen zu den jeweiligen Punkten der Kurve des relativen Widerstands in Abhängigkeit der Auslagerungszeit bei einer Alterungstemperatur von 200°C . Das Anwachsen der Ausscheidungen und das damit verbundene Absinken der Konzentration der Magnesium- und Siliziumatome in der übersättigten Matrix im Zusammenhang mit dem dadurch verbundenen Absinken des elektrischen Widerstands ist deutlich zu erkennen.

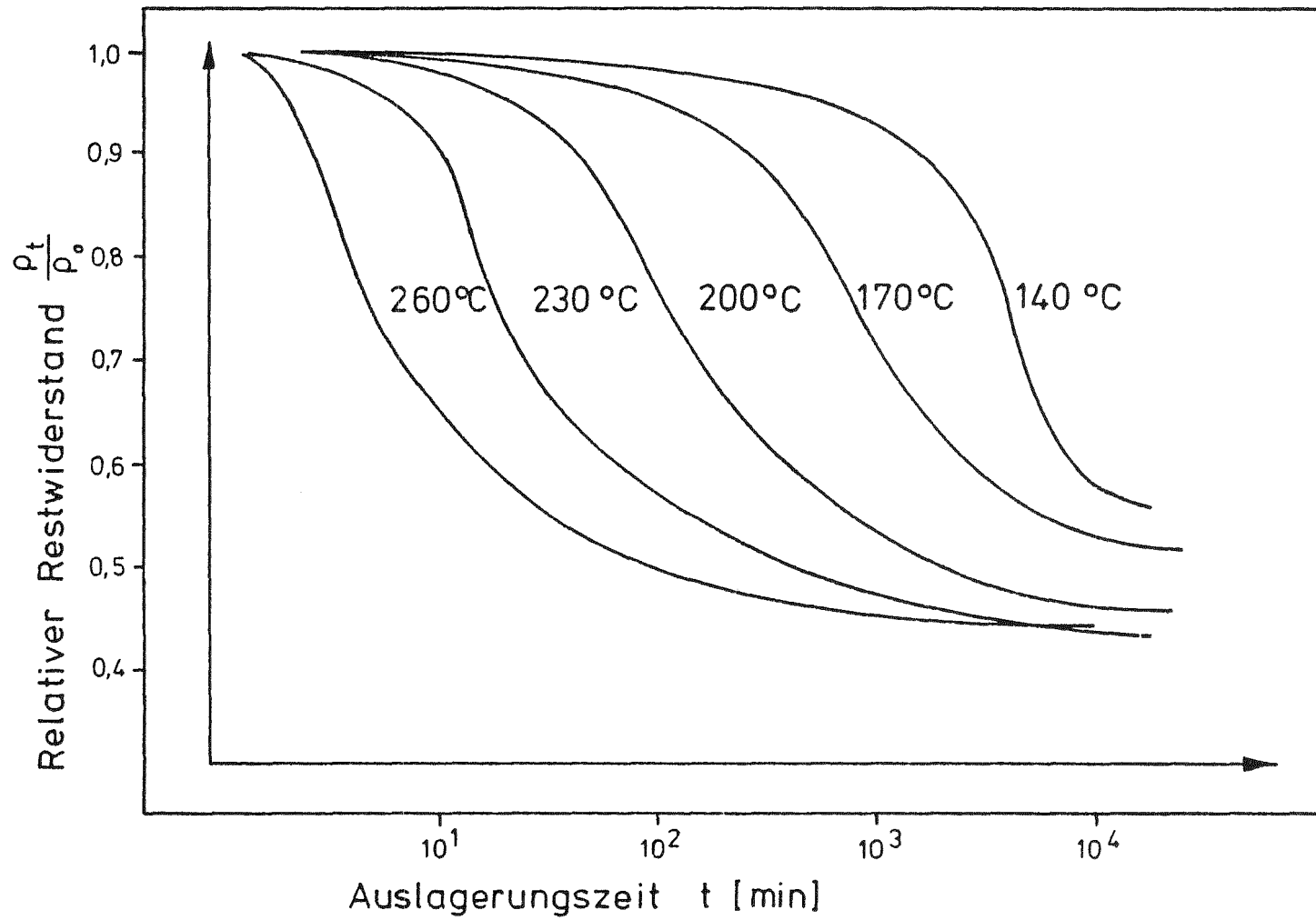


Abb. 5.21: Relativer elektrischer Widerstand nach Alterung bei verschiedenen Temperaturen als Funktion der Alterungszeit, Meßtemperaturen $T = 77$ K

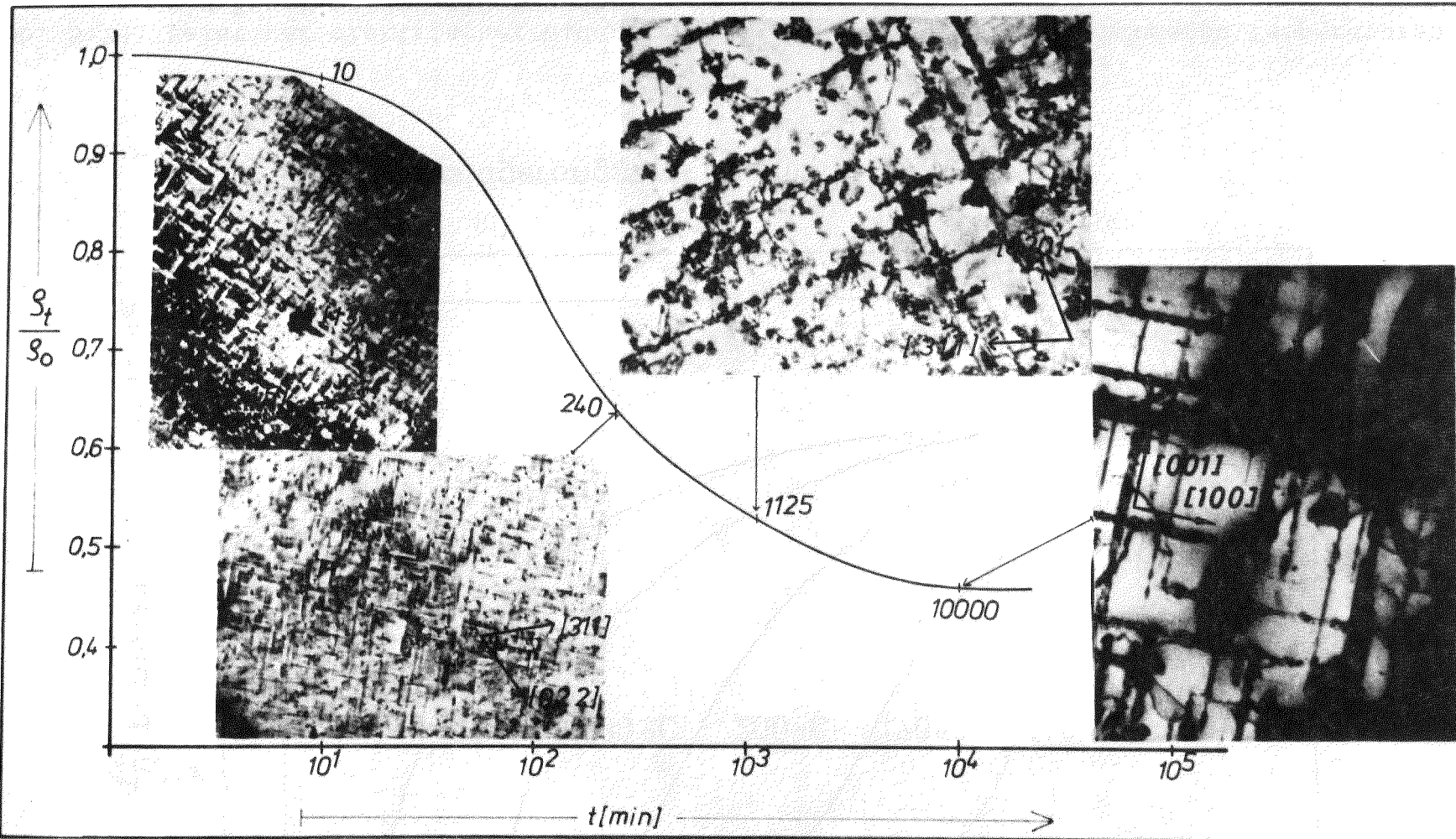


Abb. 5.22: Zuordnung des relativen Widerstands zu den jeweiligen elektronenmikroskopisch bestimmten Ausscheidungsstrukturen bei einer Alterungstemperatur von 200°C

5.5. Experimentelle Ergebnisse der Bestrahlungen von hochreinem Aluminium, Diskussion

Zur systematischen Untersuchung der strahleninduzierten Defektstrukturen in hochreinem Aluminium wurden die Bestrahlungsparameter Temperatur, Dosis und Ionenenergie variiert. Die Untersuchung des Einflusses der Ionenenergie erfolgte im wesentlichen zur Optimierung der Bestrahlungs- und Präparationsbedingungen im Hinblick auf die Lage der geschädigten Zone. Es lassen sich aber aus diesen Experimenten auch Rückschlüsse auf den Einfluß der freien Oberfläche ziehen. Die Kenntnis der Temperatur- und Dosisabhängigkeiten erlaubt grundlegende Aussagen über den Mechanismus der Porenbildung und ist Voraussetzung für den Vergleich dieser Simulationsexperimente mit Ergebnissen aus Neutronen-Bestrahlungsversuchen.

In diesem Kapitel werden die experimentellen Ergebnisse dargestellt und diskutiert. Die modelltheoretische Analyse erfolgt in Kap.6. Tabelle 6 zeigt die Bestrahlungsparameter.

Tab. 6: Variation der Bestrahlungsparameter bei der Bestrahlung von hochreinem Aluminium mit Al^+ -Ionen

Temperatur	$55^{\circ}\text{C} - 300^{\circ}\text{C}$
Ionendosis	$8 \times 10^{14} \text{ Ionen cm}^{-2} - 8 \times 10^{16} \text{ Ionen cm}^{-2}$
Ionenenergie	$20 \text{ KeV} - 200 \text{ KeV}$
Reichweite $\text{Al}^+ \text{ Al}$	$1274 \text{ \AA} \text{ (100 KeV Al-Ionen)}$
Defekterzeugungsrate	0.08 dpa s^{-1}

Die quantitative Beschreibung der Porenbildung und der Versetzungsstrukturen in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei einem Fluß von $13 \mu\text{A cm}^{-2}$ zeigt Tabelle 7.

Tab. 7: Ergebnisse der Auswertung von Elektronenmikroskopischen Aufnahmen von hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al⁺-Ionen für verschiedene Bestrahlungsparameter bei einem konstanten Fluß von 13 μ A cm⁻²

Dosis [cm ⁻²]	Porendichte [10 ¹⁵ cm ⁻³]	Mittlerer Poren- durchmesser [Å]	Schwellen $\Delta V/V$ [%]	Versetzungs- dichte [cm ⁻²]
Bestrahlungstemperatur T = 55 ^o C				
8x10 ¹⁶	4.9	105	0.35	4x10 ¹⁰
2x10 ¹⁶	3.4	85	0.15	3x10 ¹⁰
8x10 ¹⁴	-	-	-	1x10 ¹⁰
Bestrahlungstemperatur T = 100 ^o C				
8x10 ¹⁶	4.7	168	1.5	3x10 ¹⁰
8x10 ¹⁵	2.1	142	0.35	2.5x10 ¹⁰
8x10 ¹⁴	0.6	107	0.04	1x10 ¹⁰
Bestrahlungstemperatur T = 150 ^o C				
8x10 ¹⁶	0.39	525	3.37	1.8x10 ¹⁰
8x10 ¹⁵	0.12	400	0.47	-
8x10 ¹⁴	0.03	207	0.02	-

Dosis	Porendichte	Mittlerer Porendurchmesser	Schwellen $\Delta V/V$	Versetzungsdichte
[cm^{-2}]	[10^{15} cm^{-3}]	[\AA]	[%]	[cm^{-2}]
Bestrahlungstemperatur T = 190°C				
8×10^{16}	0.02	1040	1.22	0.8×10^{10}
8×10^{15}	0.35	509	0.27	-
8×10^{14}	0.1	205	0.005	-
Bestrahlungstemperatur T = 250°C				
8×10^{16}	0.001	783	0.03	0.3×10^{10}
8×10^{15}	-	-	-	-
Bestrahlungstemperatur T = 300°C				
8×10^{16}	-	-	-	-

5.5.1 Der Einfluß der Bestrahlungstemperatur

Der Einfluß der Bestrahlungstemperatur im Bereich von 55°C bis 300°C ($0.35 T_s$ bis $0.61 T_s$) auf die Porenbildung und die Versetzungsstruktur in hochreinem Aluminium zeigen die Abbildungen 5.23 und 5.24. Die Stromdichte betrug hierbei $13 \mu A cm^{-2}$, die Ionendosis $8 \times 10^{16} Al^+$ -Ionen cm^{-2} . Die Ergebnisse der statistischen Auswertung der strahleninduzierten Porenbildung in Abhängigkeit der Temperatur lassen sich wie folgt zusammenfassen.

Die Porendichte

Die Porendichte bleibt im unteren Temperaturbereich annähernd konstant, um dann bei höheren Temperaturen stark exponentiell abzufallen. Qualitativ entspricht dieser Verlauf der homogenen Keimbildungstheorie von Russel /R 71/ als auch Katz und Wiedersich /KW 71/.

Diese Modelle berechnen die homogene Keimbildungsrate für Poren in Abhängigkeit der Leerstellenübersättigung. Die Keimbildungsrate ist danach bei tieferen Temperaturen hoch und nimmt mit steigender Temperatur außerordentlich schnell ab. (Vergleiche auch Wiedersich /W 75/).

Bei Temperaturen oberhalb von 150°C müssen aber auch Ausheil-effekte nach Beendigung der Bestrahlung und während der Abkühlzeit der Probe berücksichtigt werden. Packan und Brasky wie auch Jostsons und Mitarbeiter /PB 70/, /JLSFB 72/, /JL 72/ berichten über Ausheilversuche an Neutronen-bestrahltem Aluminium. Packan und Brasky führten ihre Untersuchungen an gedünnten Proben durch. Die Auswertung erfolgte während der Temperaturbehandlung im Mikroskop. Die von ihnen ermittelte Ausheilcharakteristik am Beispiel von 16 Poren in Neutronenbestrahltem hochreinem Aluminium zeigt Abb. 5.27. Danach heilen bei einer Temperatur ab 150°C die kleinsten Poren relativ schnell aus. Jostsons und Mitarbeiter untersuchten das Ausheilverhalten von Poren in Aluminium im Massivmaterial Abb. 5.25. Bei Temperaturen unterhalb von 200°C konnte hier-

bei nur ein sehr geringes Ausheilen von Poren beobachtet werden, bei Temperaturen zwischen 250°C und 275°C verschwanden alle kleinere Poren (200 \AA Durchmesser). Bei Temperaturen von 300°C waren alle Poren ausgeheilt. Die Volumenzunahme oberhalb von 350°C beruht auf der Bildung von Gasblasen. Die Gase wurden während der Bestrahlung mit Neutronen als Transmutationsprodukte erzeugt.

Houston und Farrell konnten nach Ausheilversuchen von Aluminiumproben nach Neutronenbestrahlung mit $1.6 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ feststellen, daß ab etwa 250°C kleinere Poren ausheilten, aber die größeren zum Teil noch weiter anwuchsen /HF 71/.

In der vorliegenden Arbeit betrug die mittlere Verweilzeit der Proben nach Beendigung der Bestrahlung bei der jeweiligen Bestrahlungstemperatur 3 Stunden bei den Hochdosisbestrahlungen (8×10^{16} Ionen cm^{-2}) und 0.5 Stunden, bei den Tiefdosisbestrahlungen (8×10^{14} Ionen cm^{-2}). Die Abkühlzeiten auf 100°C betragen im Mittel 1 Stunde. Die Lage der geschädigten Schicht nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen entspricht eher der Situation in einer gedünnten Probe als der im Massivmaterial. Auf Grundlage der beschriebenen Ausheilversuche in Aluminium können diese Effekte bis zu einer Temperatur von 150°C vernachlässigt werden. Bei höheren Bestrahlungstemperaturen führt dieser Ausheilmechanismus zu einer Reduzierung der kleineren Poren und damit zu einer geringeren beobachteten Porendichte. Bestätigt wird diese Annahme durch die ermittelten Verteilungskurven der Porendichte, Abb. 5.32 bis 5.35 (Seite 68,69). Bei hohen Dosiswerten und der damit verbundenen längeren Verweilzeit bei der jeweiligen Bestrahlungstemperatur verschieben sich die Anfänge der Porendichte-Verteilungskurven mit höheren Temperaturen zu größeren Porendurchmessern, die ausgewertete Porendichte nach Bestrahlung bei 190°C mit 8×10^{16} Ionen cm^{-2} hat wieder abgenommen.

Der Porendurchmesser

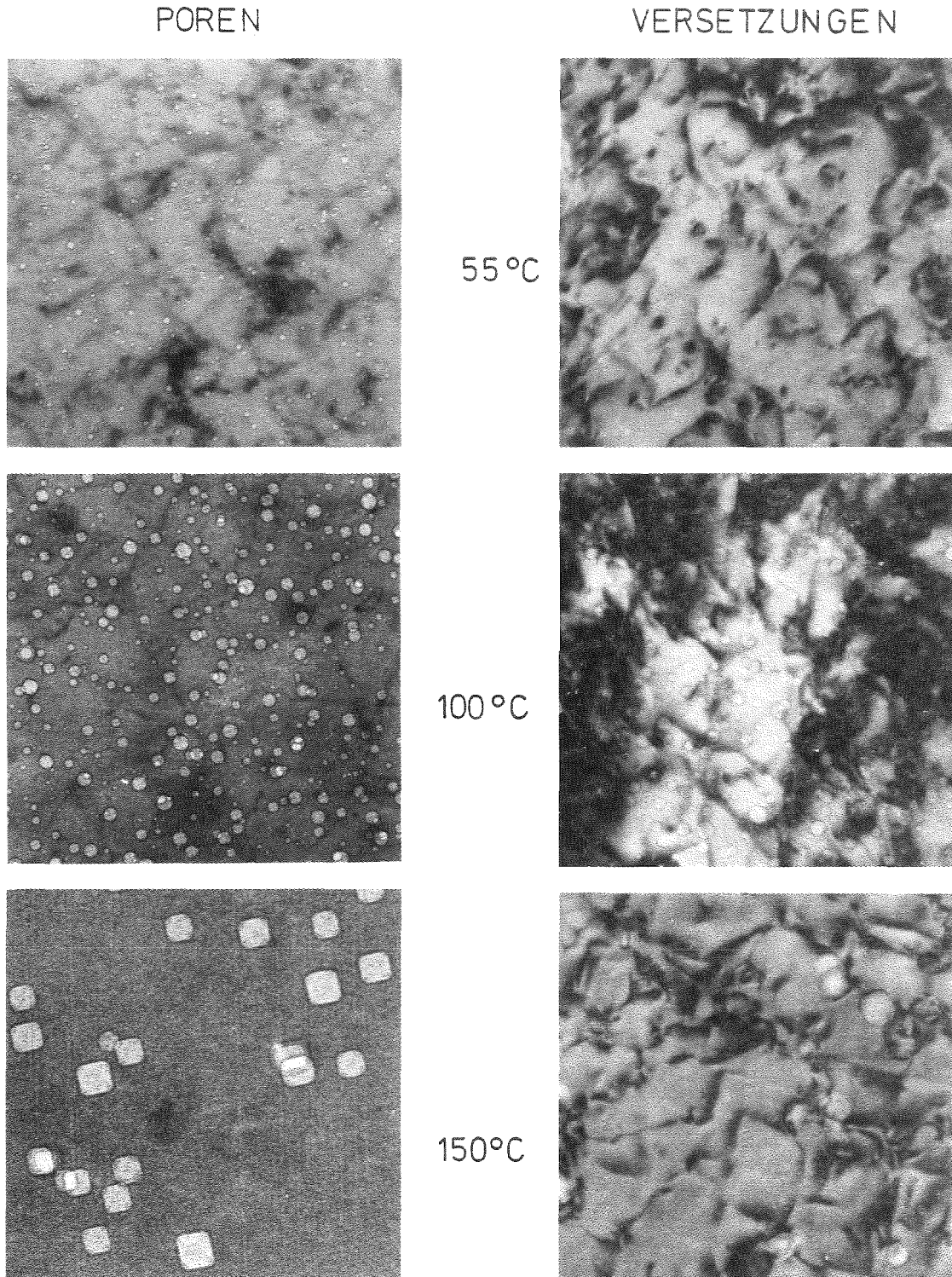
Die mittleren Porendurchmesser steigen bis zu Bestrahlungstemperaturen von 200°C an. Bei der Bestrahlungstemperatur von 250°C hat der mittlere Porendurchmesser gegenüber dem Maximal-

wert wieder abgenommen, Abb. 5.28. Mit steigender Temperatur steigt die Beweglichkeit der Leerstellen und damit auch die Wachstumsrate der einzelnen Poren (siehe auch Kap. 6.2). Bei sehr hohen Temperaturen dagegen ($T \sim 0.6 T_g$) macht sich die stark anwachsende Konzentration der thermischen Leerstellen bemerkbar, was zu einer Verringerung der Leerstellenübersättigung und zu geringeren Wachstumsraten führt. Nach Abb. 5.25 müssen bei 250°C Bestrahlungstemperatur aber auch Ausheil-effekte bei größeren Poren berücksichtigt werden. Eine Wichtung dieser Einflüsse ist prinzipiell nur möglich durch "in situ" Untersuchungen im Mikroskop, d.h. Untersuchungen der Defekte während der Bestrahlung oder aber durch sofortige Kühlung der bestrahlten Proben nach Beendigung der Ionenimplantation auf Raumtemperatur (siehe Kap. 7).

Das Schwellen

Die Abb. 5.29 zeigt den relativen Volumenzuwachs aufgrund der strahleninduzierten Porenbildung für verschiedene Ionendosiswerte als Funktion der Temperatur. Zum Vergleich sind Schwellendaten aus Neutronenschädigungsexperimenten eingetragen (siehe auch Tab. 13). Eine eingehende modelltheoretische Analyse dieser Kurven erfolgt in Kap. 6.2. Als allgemeine Tendenz zeigt sich bei allen Kurven ein ausgeprägtes Maximum. Mit ansteigender Temperatur sinkt die Keimbildungsrate und die mittlere freie Weglänge der diffundierenden Defekte steigt an. Damit überwiegt bei niedrigen Temperaturen, bei geringer Beweglichkeit der Punktdefekte und hoher Leerstellenkonzentration die Rekombination (siehe Kap. 6.2). Die Reduzierung des Schwellens bei hohen Temperaturen ist eine Folge der hohen thermischen Leerstellenkonzentration und der damit verschwindenden Leerstellenübersättigung. Das Maximum des Schwellens liegt bei Bestrahlung von hochreinem Aluminium mit 100 KeV Al-Ionen bei den Dosiswerten von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} , 8×10^{15} Ionen cm^{-2} und 8×10^{14} cm^{-2} bei etwa 150°C . In Angaben der absoluten Schmelztemperatur entspricht dies einem Wert von $0.45 T_g$. Bei der Bestrahlungstemperatur von 55°C waren bei einer Dosis von 8×10^{14} Ionen cm^{-2} keine Poren zu beobachten. Bei der Bestrahlungstemperatur von 250°C waren nur nach einer Dosis von

8×10^{16} Ionen cm^{-2} Poren zu beobachten. Bei einer Bestrahlungstemperatur von 300°C trat auch bei Hochdosisbestrahlung keine Porenbildung auf.



└───┘ 0,2 μm

Abb. 5.23: Poren und Versetzungen in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei einem Fluß von $13 \mu\text{A cm}^{-2}$ und einer Dosis von $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ als Funktion der Temperatur

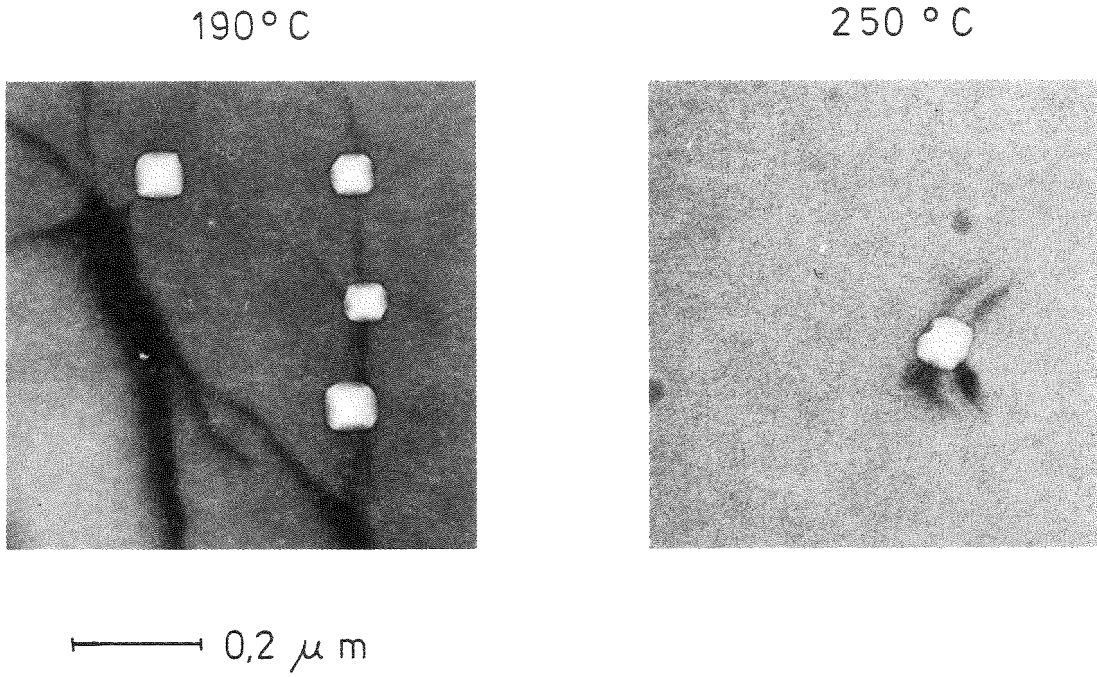


Abb. 5.24: Poren in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei einem Fluß von $13 \mu A \text{ cm}^{-2}$ und einer Dosis von $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$

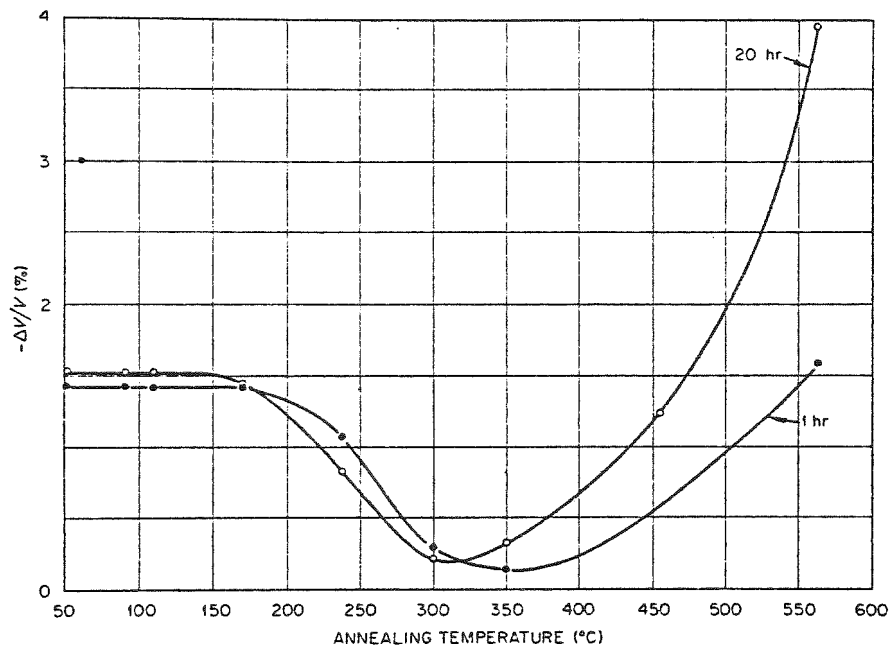


Abb. 5.25: Effekt der isochronen Alterung auf das Schwellen in 99% technischem Aluminium nach einer Neutronenbestrahlung von $3 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ /JL 72/

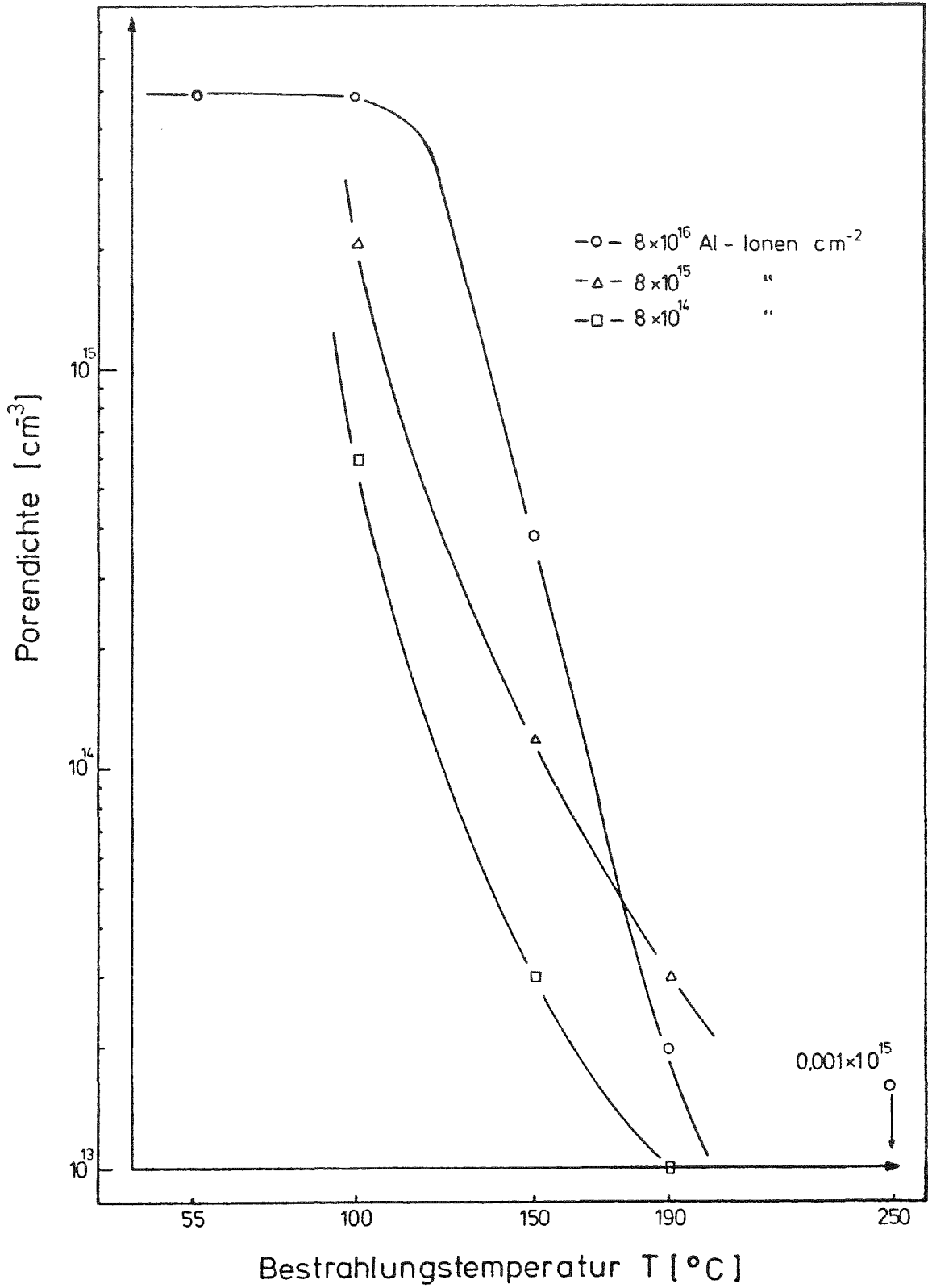


Abb. 5.26: Porenkonzentration als Funktion der Temperatur in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen

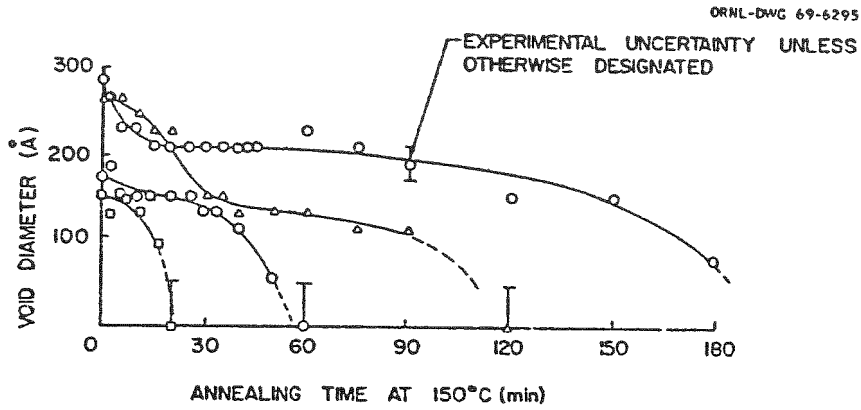


Abb. 5.27: Ausheilcharakteristik in hochreinem Aluminium bei einer Temperatur von 150°C /PB 70/

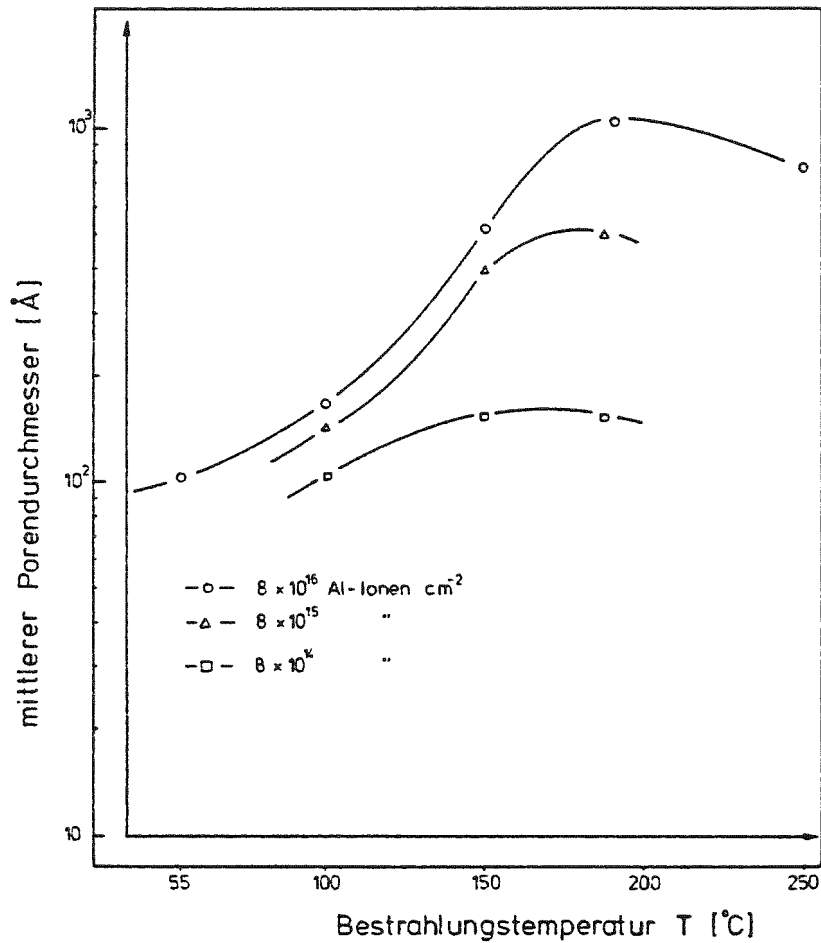


Abb. 5.28: Mittlerer Porendurchmesser als Funktion der Bestrahlungstemperatur in hochreinem Aluminium

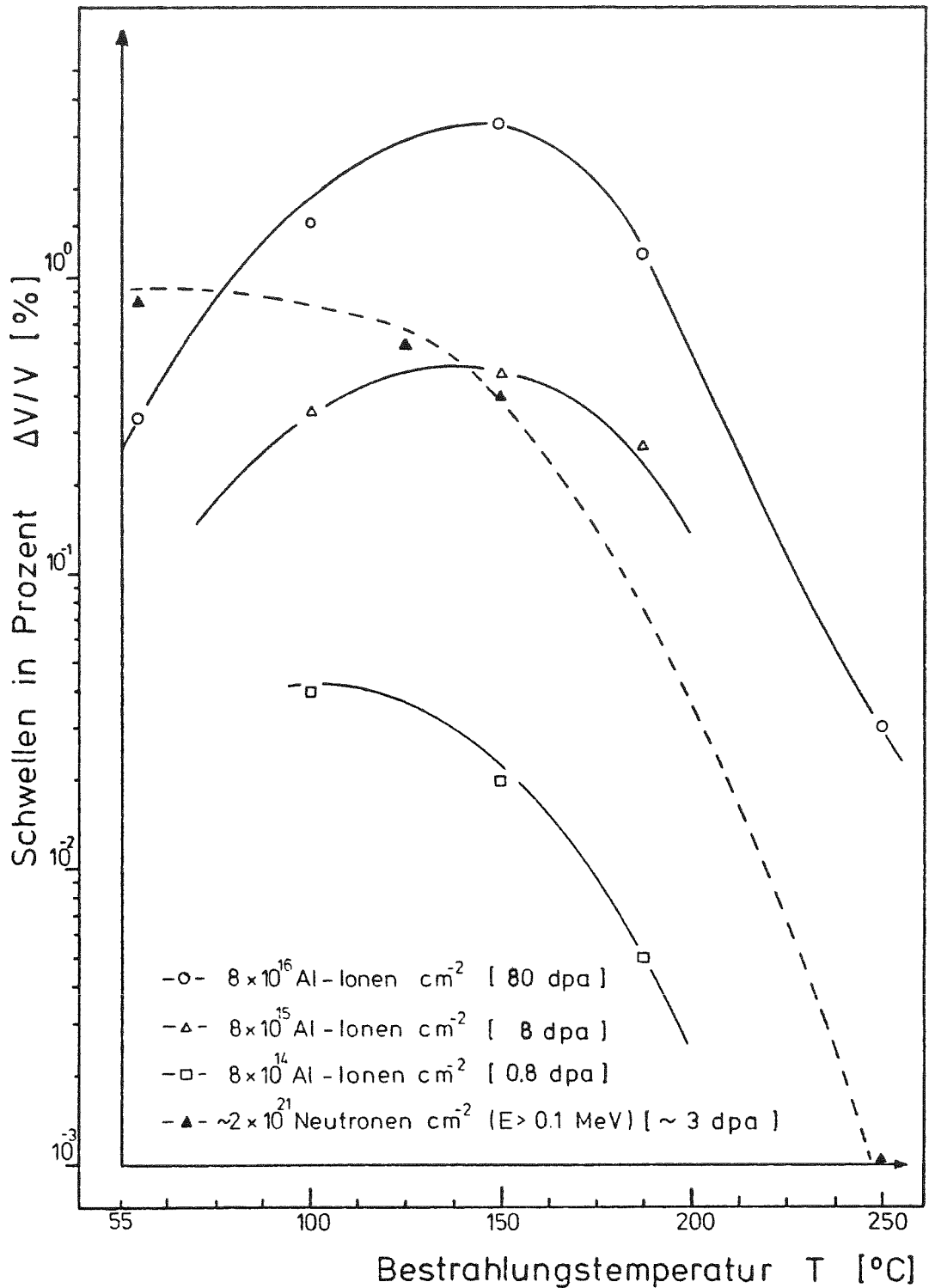


Abb. 5.29: Relativer Volumenzuwachs $\Delta V/V$ in Prozent in Aluminium als Funktion der Temperatur nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen. Zum Vergleich sind Werte aus Neutronenbestrahlungsexperimenten eingetragen (vergl. Tab. 14, Seite 136)

5.5.2 Einfluß der Bestrahlungsdosis

Im untersuchten Temperaturbereich wurde die Ionendosis zwischen 8×10^{14} Ionen cm^{-2} und 8×10^{16} Ionen cm^{-2} variiert. Allgemein ergaben sich mit steigender Dosis sowohl ein Anwachsen des mittleren Porendurchmessers als auch eine Zunahme der Porenkonzentration und damit ein stärkeres Schwellen des Materials. Abbildung 5.30 zeigt dieses Verhalten am Beispiel elektronenmikroskopischer Aufnahmen von hochreinem Aluminium, das bei einer Temperatur von 100°C bestrahlt worden war.

Die Porendichte

Abbildung 5.31 zeigt die Porendichte als Funktion der Bestrahlungsdosis bei verschiedenen Bestrahlungstemperaturen. Die Dichte nimmt bei allen Temperaturen mit Ausnahme der Hochdosisbestrahlung bei 190°C zu und verläuft in erster Näherung nach einem Potentgesetz $N \sim (\Phi t)^a$ mit $a=0.5$. Die geringe Dichte der Poren nach Bestrahlung mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} und einer Bestrahlungstemperatur von 190°C ergibt sich aus Abbildung 5.35. Da die Proben nach Beendigung der Bestrahlung bei hohen Dosiswerten noch relativ lange bei der jeweiligen Bestrahlungstemperatur gehalten werden mußten, spielen Ausheileneffekte gerade bei hohen Bestrahlungstemperaturen eine bedeutende Rolle. Bei 190°C müssen nach Abbildung 0.35 sowohl die kleinen als auch die mittleren Poren vollständig ausgeheilt sein, wobei ein Anwachsen der großen Poren nicht ausgeschlossen werden kann (vergl. /HF 71/). Wie man aus Abbildung 5.34 erkennt, spielt dieser Effekt bei der Bestrahlungstemperatur 150°C nur eine untergeordnete Rolle und tritt bei 100°C und 55°C (Abb. 5.33 und Abb. 5.32) überhaupt nicht mehr auf. Die Ergebnisse der Bestrahlungen bei 190°C können daher speziell bei hohen Dosiswerten nur mit einem breiten Vertrauensintervall angegeben werden.

Bei einer Bestrahlungstemperatur von 55°C konnte bei einer Dosis von 8×10^{14} Ionen cm^{-2} keine Porenbildung beobachtet werden. Die Dichte der Versetzungsringe betrug hierbei $3 \times 10^{14} \text{cm}^{-3}$.

Der Porendurchmesser

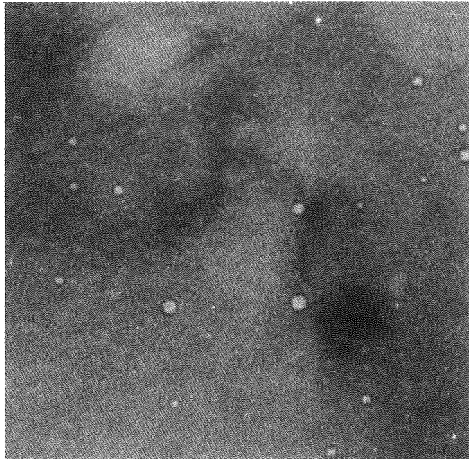
Der mittlere Porendurchmesser steigt mit zunehmender Dosis im gesamten untersuchten Temperaturbereich an (Abb.5.36). Die gemittelten Porendurchmesser bei den Bestrahlungstemperaturen von 190°C und 250°C bei einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} entsprechen aufgrund der besprochenen Ausheileffekte vermutlich nicht den realen mittleren Porendurchmessern. Die relative starke Zunahme des Porendurchmessers bei der Bestrahlungstemperatur von 190°C könnte ein Hinweis auf Koaleszenzprozesse sein.

Das Schwellen

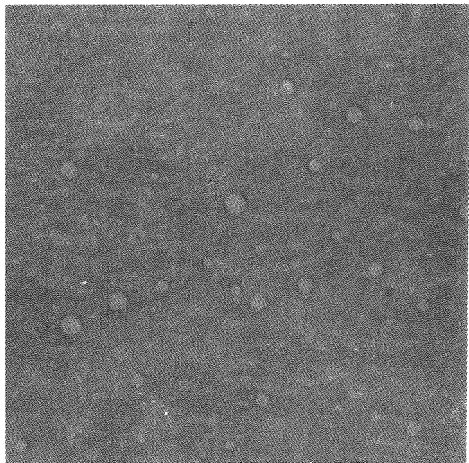
Abbildung 5.37 zeigt die relative Volumenänderung $\Delta V/V$ in Prozent als Funktion der Dosis. Danach ist bei allen Bestrahlungstemperaturen ein leichter Sättigungseffekt festzustellen. Dieses Ergebnis steht auch im Einklang mit Ergebnissen von Packan in neutronenbestrahltem Aluminium bei 55°C /P 71/. Während Ausheileffekte bei der Bestrahlungstemperatur von 150°C aufgrund des Fehlens sehr kleiner Poren das Schwellen nur geringfügig beeinflussen, fällt die in dieser Arbeit bestimmte Volumenänderung bei den Bestrahlungstemperaturen von 190°C und 250°C bei einer Bestrahlungsdosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} zu gering aus. Ein Faktor 2 scheint hier auf Grundlage der Häufigkeitsverteilung (siehe auch Abb. 5.35) realistisch.

Die Grenzdosis, d.h. diejenige Dosis, bei der Porenbildung auftritt, liegt bei einer Bestrahlungstemperatur von 55°C etwa bei 1×10^{15} Ionen cm^{-2} (1 dpa), bei den Bestrahlungstemperaturen von 100°C und 150°C etwa bei 2×10^{14} Ionen cm^{-2} (0.2dpa) bzw. 6×10^{14} Ionen cm^{-2} (0.6dpa). Bei der Bestrahlungstemperatur von 190°C kann aufgrund der geschilderten Ausheileffekte keine Grenzdosis festgestellt werden.

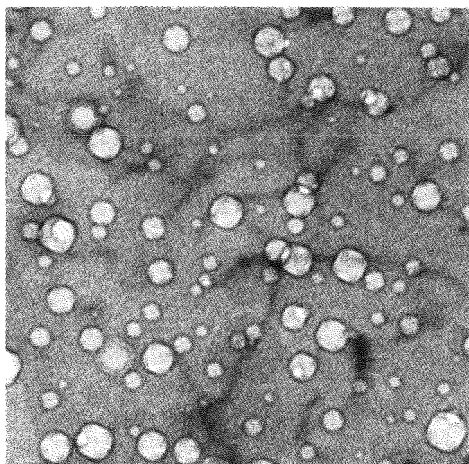
Die Versetzungsdichte nahm im gesamten untersuchten Temperaturbereich mit steigender Dosis leicht zu. Die bei den geringen Dosiswerten vorhandenen Versetzungsringe erweiterten sich und bildeten bei hohen Dosiswerten ein mehr oder weniger dichtes Versetzungsnetzwerk. Der Typus der Versetzungen wurde nicht bestimmt.



8×10^{14} IONEN cm^{-2}



8×10^{15} IONEN cm^{-2}



8×10^{16} IONEN cm^{-2}

0,5 μm

Abb. 5.30: Poren in hochreinem Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei einer Temperatur von 100°C in Abhängigkeit der Dosis

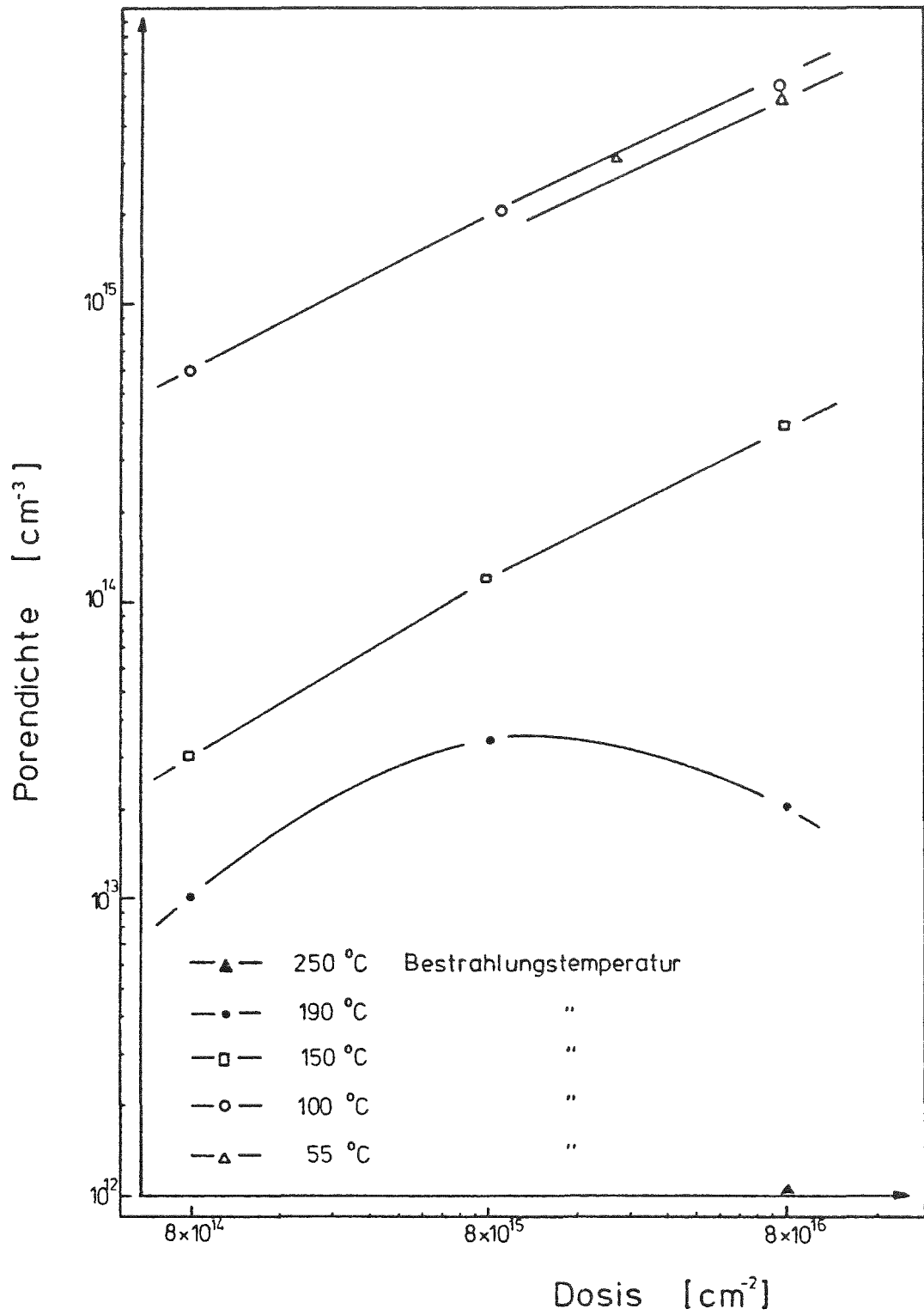


Abb. 5.31: Porendichte in hochreinem Aluminium als Funktion der Dosis

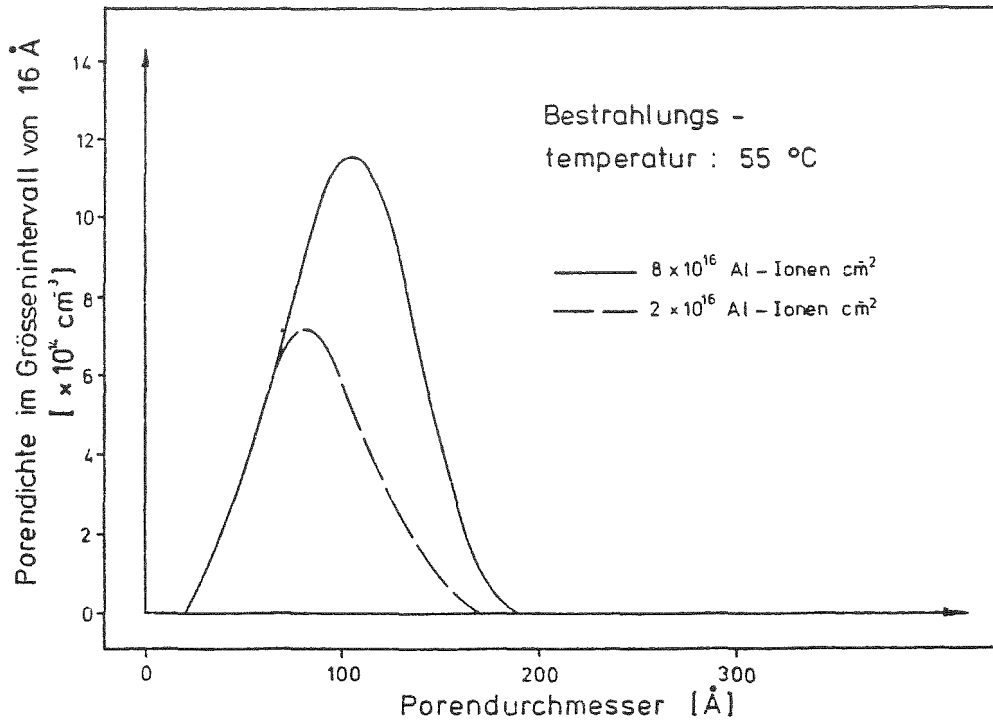


Abb. 5.32: Porenverteilungen nach einer Bestrahlungstemperatur von 55°C

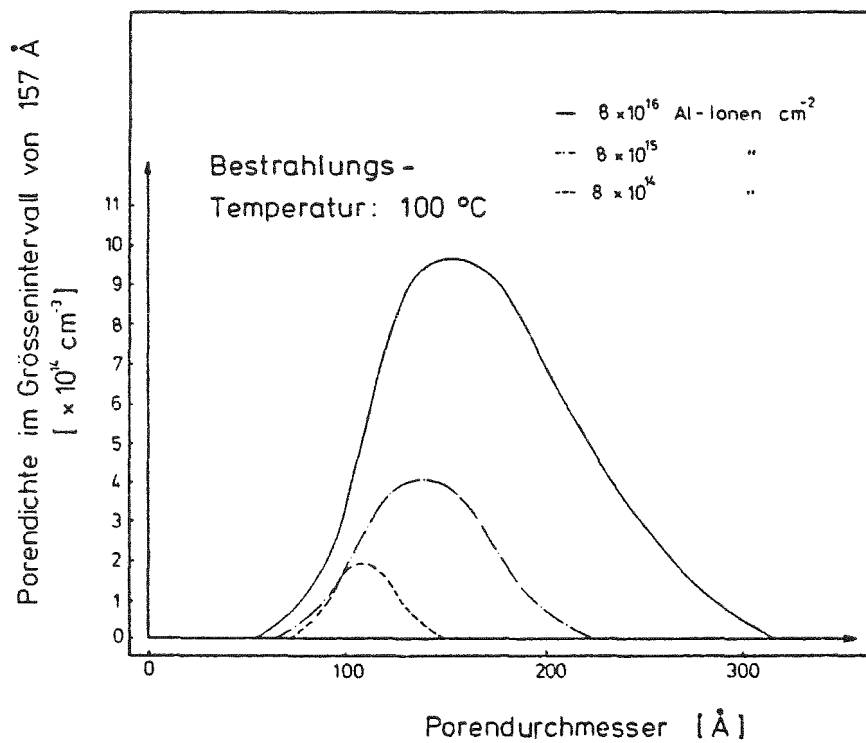


Abb. 5.33: Porenverteilungen nach einer Bestrahlungstemperatur von 100°C

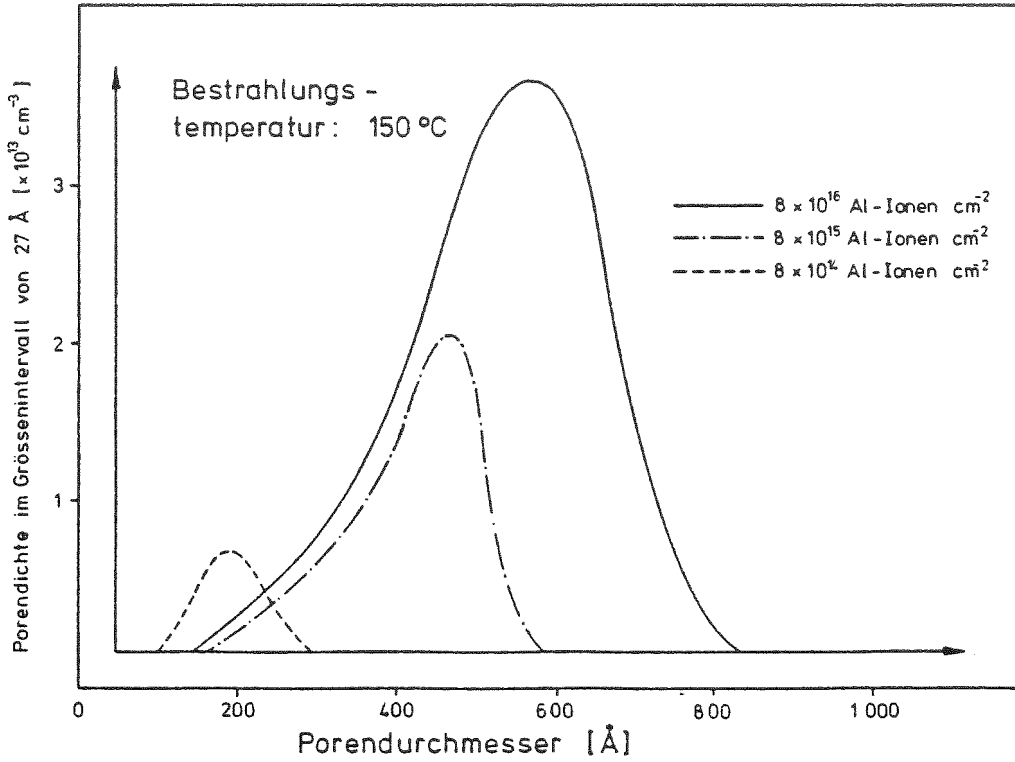


Abb. 5.34: Porenverteilungen nach einer Bestrahlungstemperatur von 150°C

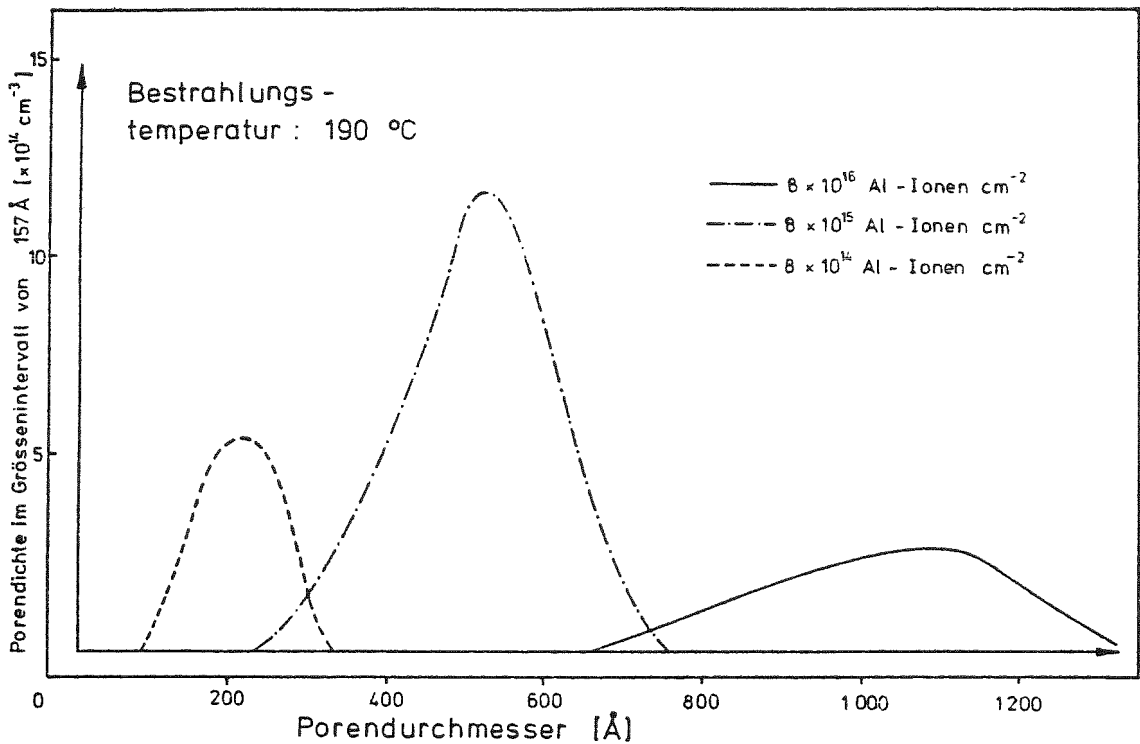


Abb. 5.35: Porenverteilungen nach einer Bestrahlungstemperatur von 190°C

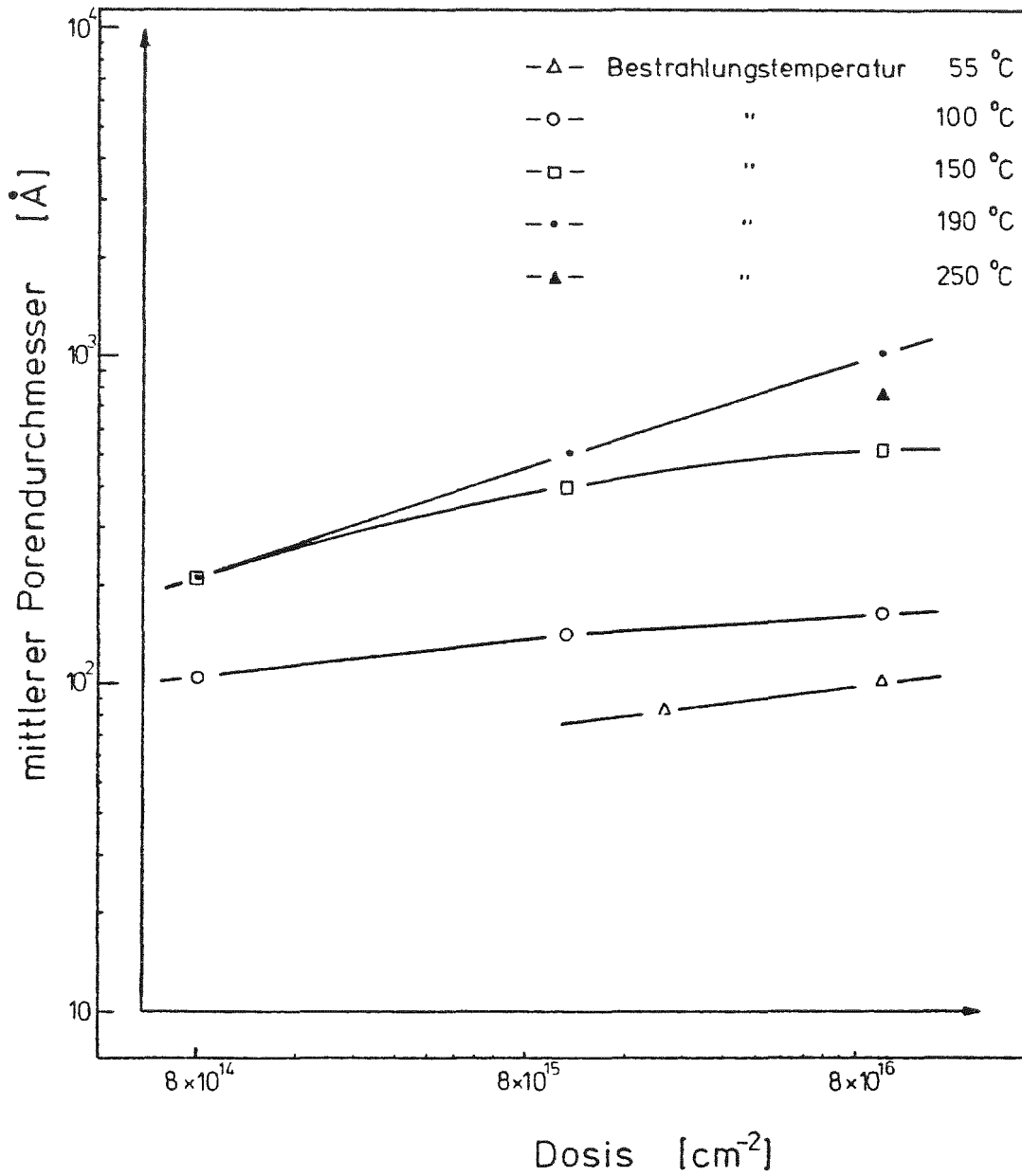


Abb. 5.36: Mittlere Porendurchmesser als Funktion der Dosis in hochreinem Aluminium

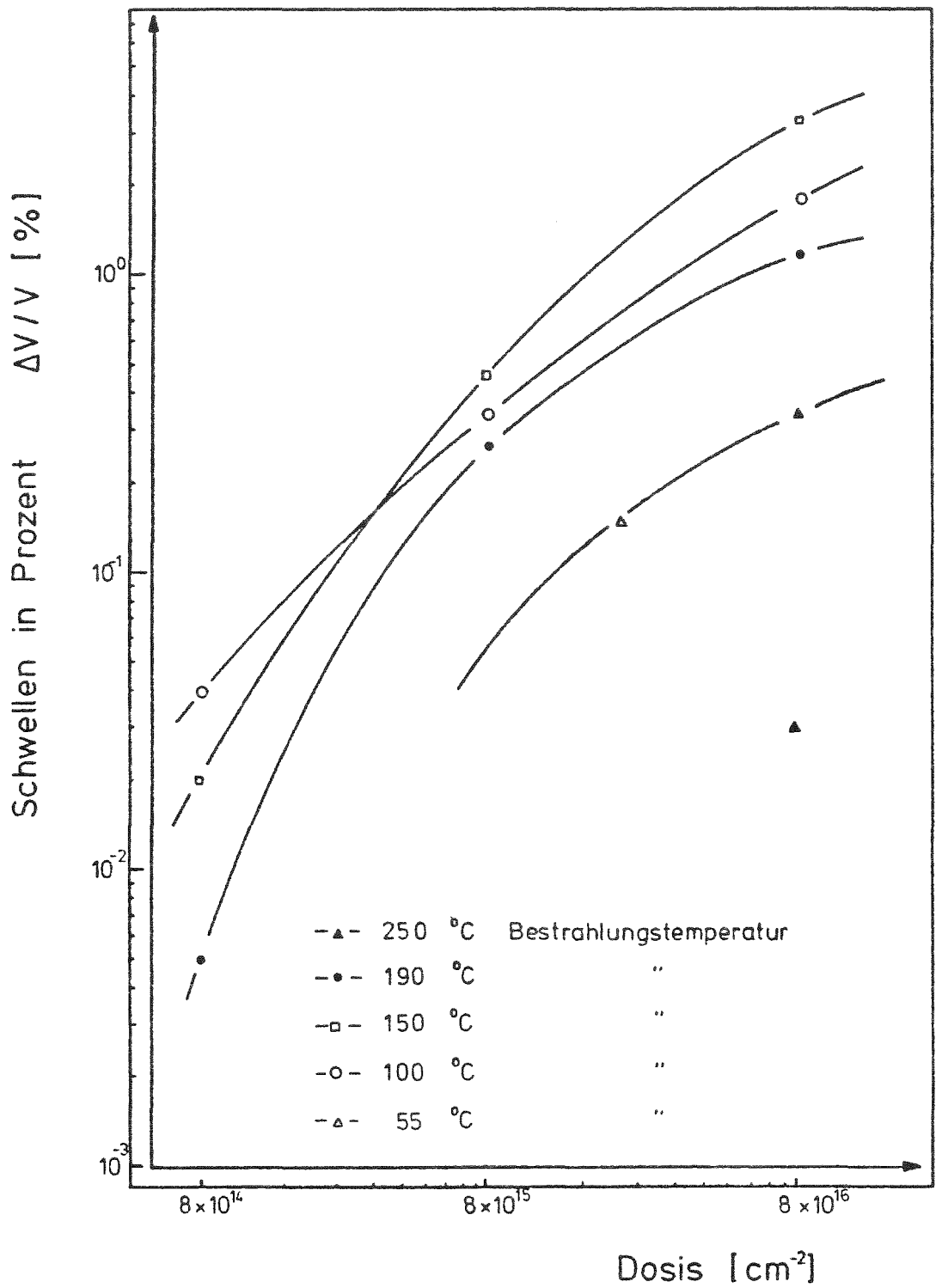


Abb. 5.37: Relativer Volumenzuwachs als Funktion der Dosis in hochreinem Aluminium

5.5.3 Einfluß der Bestrahlungsenergie

Die Energie der Al^+ -Ionen wurde im Intervall von 20 KeV bis 150 KeV bei einem Fluß von $8.2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ und einer Dosis von $8 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ variiert. Die Bestrahlungstemperatur betrug 100°C . Ziel dieser Versuchsreihe war einmal die Bestimmung einer optimalen Bestrahlungsenergie in Bezug auf die berechneten Reichweiten und der mit 100 KeV Elektronen im Transmissionsverfahren noch gut durchstrahlbaren Probendicke bei kontrastreicher Abbildung, zum anderen die Abschätzung des Einflusses der freien Oberfläche auf die Porenbildung (siehe auch Kap. 5.5.4).

Tabelle 8 zeigt die Ergebnisse dieser Untersuchungen.

Energie E_0 [KeV]	Projizierte Eindring- tiefe R_p [Å]	Porendichte [$\times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$]	Mittlerer Poren- durchmesser [Å]	Schwellen $\Delta V/V$ [%]
20	256	-	-	-
50	621	1.7	134	0.24
100	1274	2.1	142	0.35
150	1943	2.0	142	0.34

Tab. 8: Schwellen, Porendichte und mittlerer Porenradius als Funktion der Ionenenergie E_0 nach 8 Verlagerungen pro Atom. Die Defekterzeugungsrate betrug $8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ bis auf die Bestrahlung bei 20 KeV mit $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Abbildung 5.38 zeigt die projizierte Eindringtiefe von Al-Ionen in Aluminium in Abhängigkeit der Energie E_0 der eingeschossenen Teilchen auf der Grundlage der Energie-Reichweitenbeziehung von Lindhard, Scharf und Schitt /LSS 63/. Die Werte finden sich tabelliert bei Channing und Turnbull /CT 68/.

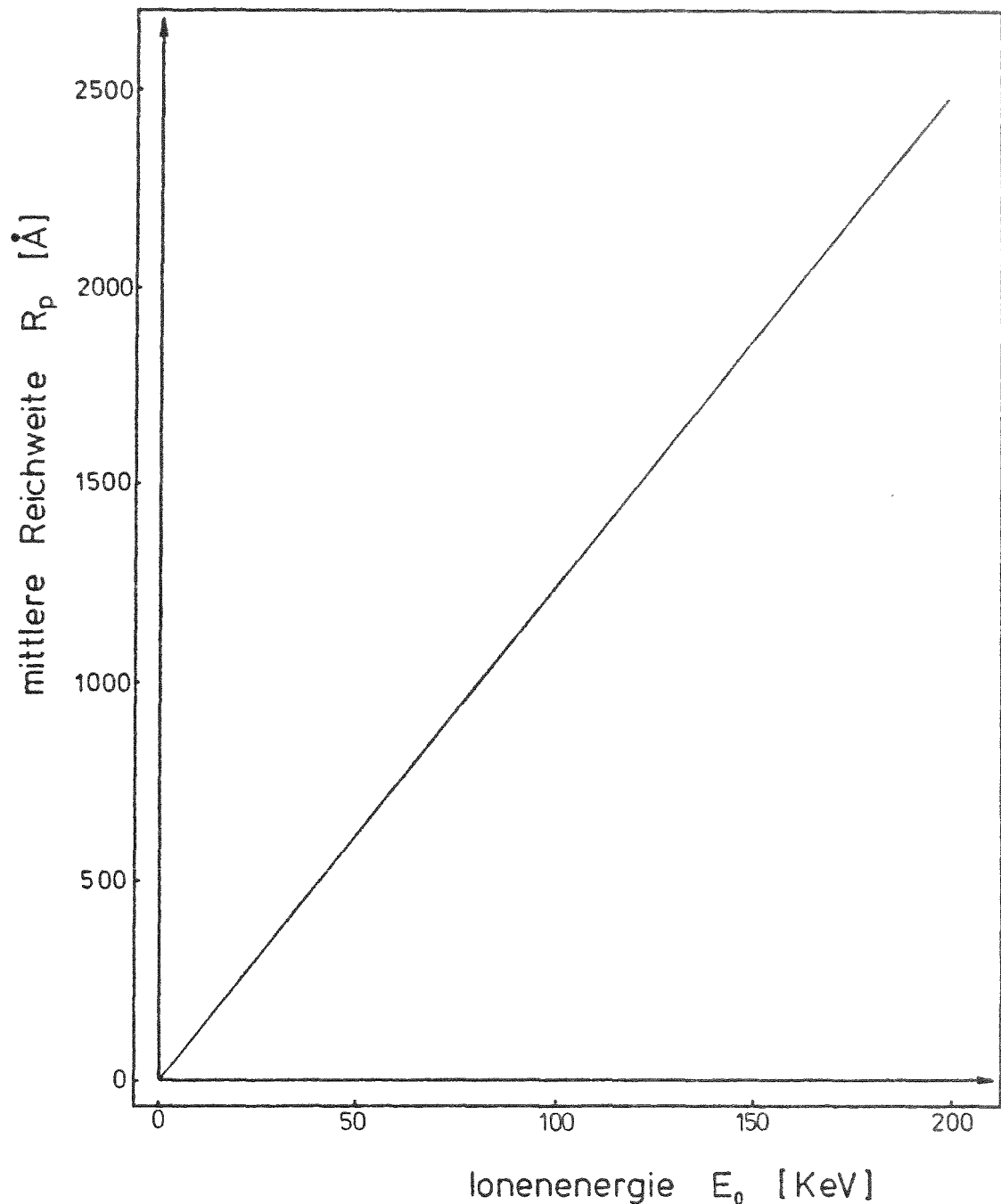


Abb. 5.38: Mittlere projizierte Reichweite von Al-Ionen in Aluminium als Funktion der Energie

5.5.4 Einfluß der freien Oberfläche und der Korngrenzen

Sowohl Korngrenzen als auch freie Oberflächen beeinflussen zum Teil drastisch die strahleninduzierte Porenbildung in ihrer nächsten Umgebung /N 72/. Der Einfluß der freien Oberfläche spielt dabei vor allem bei der Analyse von Bestrahlungseffekten nach Experimenten mit niederenergetischen Ionen aufgrund ihrer geringen Eindringtiefe eine wesentliche Rolle. Die Oberfläche wirkt hierbei als Senke für Punktdefekte, Leerstellen, aber auch für Versetzungen /M 71/. Die Folge ist eine porenfreie Zone in Abhängigkeit der Temperatur in der Nähe der Oberfläche. Um den Einfluß dieses Oberflächeneffektes auf die in dieser Arbeit ermittelten Kennwerte der Porenbildung abzuschätzen, wurde die Tiefe dieser Schicht sowohl nach einem theoretischen Modell von Foreman /F 72/ berechnet als auch experimentell bestimmt.

Auf Grundlage von eindimensionalen Diffusionsgleichungen für Leerstellen und Zwischengitteratomen im stationären Fall gibt Foreman eine Näherungslösung für eine Schichtdicke an, in der die Konzentration der Leerstellen auf einen Wert von 5% unter den Wert im Inneren des Materials abgesunken ist. Tabelle 9 zeigt die Ergebnisse der Abschätzung nach Foreman /F 72/ und die experimentell ermittelten Werte.

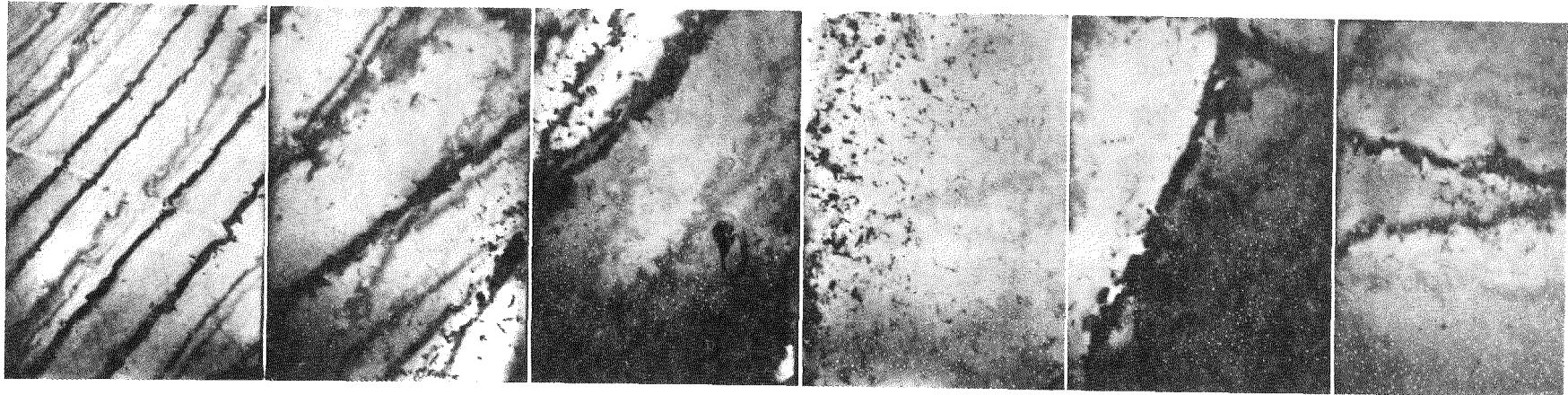
Die experimentelle Bestimmung der porenfreien Zone erfolgt mit Hilfe elektronenmikroskopischer Stereoaufnahmen und der Untersuchung der Porenkonzentration in Abhängigkeit der Probendicke. Die Auswertung dieser Aufnahmen ergab z.B. bei einer Bestrahlungstemperatur von 100°C eine porenfreie Zone von $300 + 100 \text{ \AA}$. Ein etwas größerer Bereich also, als er sich nach der Abschätzung Foremans ergibt. Dies kann mit dem relativ einfachen Ansatz Foremans erklärt werden, bei dem der Einfluß einer verdünnten Zone der Versetzungsdichte an der Oberfläche /M 71/ nicht berücksichtigt wird. Weiter konnte in dieser Arbeit gezeigt werden, daß in einem gewissen Übergangsbereich von etwa 300 \AA nicht nur die Porenkonzentration, sondern auch der mittlere Porenradius bis zu

einem konstanten Wert ansteigen. Abbildung 5.39, Abbildung 5.40 und Tabelle 10. Ob dieser Effekt auf den Einfluß der freien Oberfläche als Senke für Punkteffekt oder auf die geringe Versetzungsdichte in der Nähe der Oberfläche und damit auf das Fehlen geeigneter Senken für Zwischengitteratome zurückzuführen ist, oder inwieweit sich beide Einflüsse überlagern, konnte aufgrund der komplexen Struktur nicht geklärt werden.

Die in Bezug auf Porendichte und Porenradius ausgewerteten elektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden alle im Bereich konstanter Porendichte aufgenommen. Als Schichtdicke zur Berechnung der Porendichte wurde die mit Hilfe von Stereoaufnahmen bestimmte, tatsächlich geschädigte Schicht herangezogen. Unter diesen Voraussetzungen ist der Einfluß der porenfreien Zone an der Oberfläche auf die in dieser Arbeit angegebenen Porenkennwerte zu vernachlässigen.

Temperatur °C	53	100	150	200	250
Dicke /Å/ der poren- freien Zone berechnet	96	207	402	615	1030
Dicke /Å/ der poren- freien Zone experimentell	100 ± 50	300 ±100	500 ±100	800 ±200	-

Tab. 9: Tiefe der porenfreien Zone in Abhängigkeit der Temperatur in Aluminium bei Bestrahlung mit 100 KeV Al⁺-Ionen mit einer Defekterzeugungsrate von $K = 10^{-1}$ nach Foreman /F 72/. Die porenfreie Zone bei der Bestrahlungstemperatur von 250°C konnte aufgrund der geringen Porenkonzentration nicht ermittelt werden.



1,5 μ m

BILD No.: 1

2

3

4

5

6

Abb. 5.39: Poren in hochreinem Aluminium in Abhängigkeit der Entfernung vom Probenrand in einer gedünnten Probe

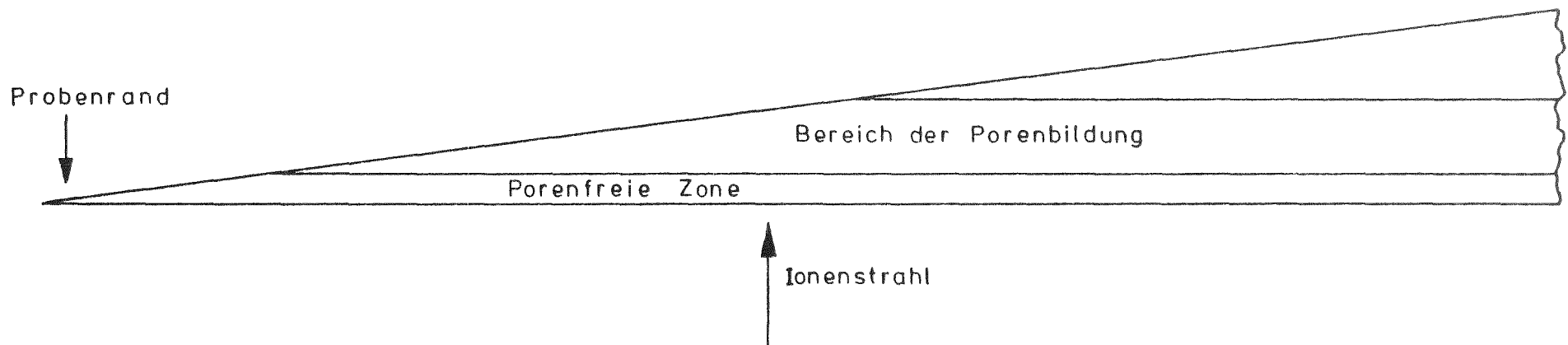


Abb. 5.40: Prinzipskizze der bestrahlten Probe nach einseitigem Abdünnen und nach Bestrahlung

Bild No	Schwellen $\Delta V/V$ [%]	Dichte $[\times 10^{15} \text{ cm}^{-3}]$	Mittlere Porendurchmesser $[\text{Å}]$
1	0.04	0.6	107
2	0.18	1.4	121
3	0.24	1.6	125
4	0.40	1.9	145
5	0.38	1.8	142
6	0.4	1.9	145

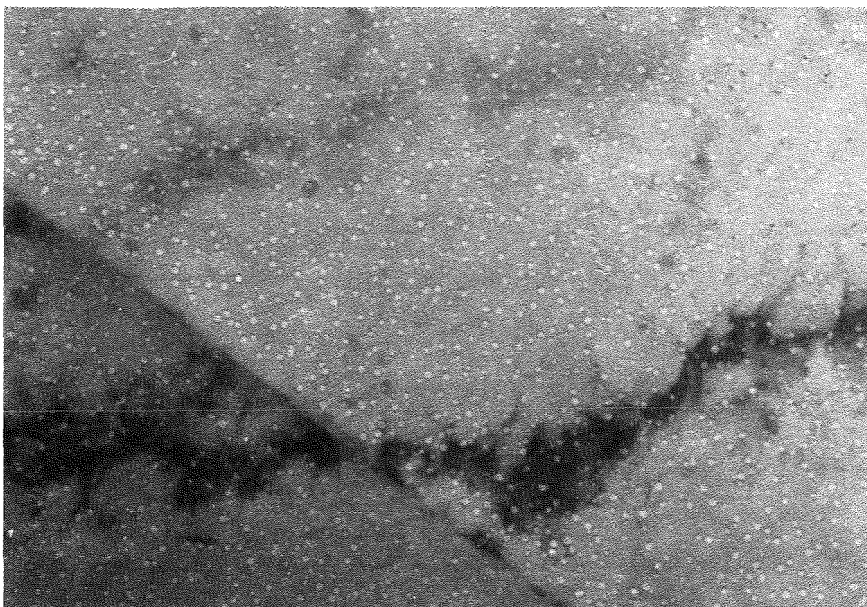
Tab. 10: Schwellen, Dichte und mittlerer Porendurchmesser als Funktion vom Probenrand (siehe Abbildung 5.39)

Die Porenfreie Zone entlang von Korngrenzen ergab sich bei einer Bestrahlungstemperatur von 100°C zu $300\text{-}500^{\circ}\text{C}$ auf beiden Seiten der Korngrenze (Abbildung 5.41).

Am Rand der porenfreien Zone konnte nach Bestrahlung bei 100°C ein Anwachsen des mittleren Porendurchmessers und der Porendichte beobachtet werden (Abbildung 5.41). Dies steht im Einklang mit Ergebnissen von Farrell und Mitarbeitern /FHWKJ 72/ bei neutronenbestrahltem Aluminium. Tabelle 11 zeigt den in dieser Arbeit gemessenen Effekt. Farrell und Mitarbeiter nehmen an, daß Zwischengitteratome an Korngrenzen aus einem größeren Umkreis als Leerstellen absorbiert werden und es dadurch in einem Übergangsbereich zu einer höheren Leerstellenübersättigung und damit auch zu verstärktem Schwellen kommt.

	Schwellen $\Delta V/V$ [%]	Porendichte [$\times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$]	Mittlerer Porendurch- messer [\AA]
Korn	1.58	5.9	168
Korngren- zen nahen Schicht	2.2.	7.3	175

Tab. 11: Einfluß der Korngrenze auf die strahleninduzierte Porenbildung



— 0,5 μm

Abb. 5.41: Struktur der Porenbildung entlang einer Korngrenze. Aluminium nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei 100°C mit 8×10^{16} Ionen cm^{-2} .

5.6. Experimentelle Ergebnisse der Bestrahlungen der ausscheidungshärtenden Legierung AlMgSi, Diskussion

Zur Untersuchung des Einflusses von Ausscheidungen auf die strahleninduzierten Porenbildung wurde die Legierung AlMgSi mit folgenden Ausscheidungszuständen bestrahlt

- 1) Lösungsgeglühter Zustand (übersättigter Mischkristall)
- 2) Zustand nach Alterung bei 140°C (kohärente Ausscheidungen)
- 3) Zustand nach Alterung bei 170°C (kohärente Ausscheidungen)
- 4) Zustand nach Alterung bei 200°C (teilweise kohärente Ausscheidungen)
- 5) Zustand nach Alterung bei 260°C (teilweise bzw. inkohärente Ausscheidungen)

Bestrahlt wurde mit Al-Ionen bei einem Fluß von $13 \mu\text{A cm}^{-2}$ und einer Ionenenergie von 100 KeV. Die Bestrahlungsdosis betrug 8×10^{16} Ionen cm^{-2} .

Die Bestrahlungstemperatur variierte zwischen 55°C und der jeweiligen Auslagerungstemperatur. Die Mikrostruktur der bestrahlten Proben wurde sowohl im Hinblick auf die Porenbildung, auf die Versetzungsstruktur und mögliche Änderungen im Ausscheidungszustand elektronenmikroskopisch untersucht. Im folgenden werden diese Ergebnisse dargelegt und im Anschluß diskutiert.

Tabelle 12 zeigt die Ergebnisse der experimentellen Auswertung.

Tab. 12) Ergebnisse der Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen bei einem konstanten Fluß von $13 \mu A cm^{-2}$ in Abhängigkeit der Bestrahlungstemperatur und des Ausscheidungsstands. Die in Klammern angegebenen Werte beziehen sich auf das Schwellen aufgrund von äquiaxialen Poren zusätzlich der stäbchenförmigen Poren in den Ausscheidungen.

Bestrahlungs- temperatur °C	Dosis [cm^{-2}]	Porendichte [$10^{15} cm^{-3}$]	Mittlerer Porendurchmesser [Å]	Schwellen $\Delta V/V$ [%]	Versetzungs- dichte [cm^{-2}]
Lösungsgeglühter Zustand					
55°C	-	-	-	-	
100°C	-	-	-	-	3.5×10^{10}
150°C	-	-	-	-	2.5×10^{10}
Alterungstemperatur 140°C					
140°C	-	-	-	-	2×10^{10}
100°C	-	-	-	-	3×10^{10}
55°C	-	-	-	-	3.5×10^{10}
Alterungstemperatur 170°C					
140°C	-	-	-	-	2×10^{10}
100°C	-	-	-	-	3×10^{10}
55°C	-	-	-	-	3×10^{10}

|
∞
|

Bestrahlungs- temperatur °C	Dosis [cm ⁻²]	Porendichte [10 ¹⁵ cm ⁻³]	Mittlerer Porendurchmesser [Å]	Schwellen ΔV/V [%]	Versetzungs- dichte [cm ⁻²]
Alterungstemperatur 200°C					
250°C	8x10 ¹⁶	-	-	-	1x10 ¹⁰
200°C	8x10 ¹⁶	-	-	(0.01)	1x10 ¹⁰
150°C	8x10 ¹⁶	0.2	247	0.21 (0.25)	2x10 ¹⁰
100°C	8x10 ¹⁶	6.6	120	0.7	3x10 ¹⁰
	8x10 ¹⁶	6.5	146	1.3 (Korngrenze)	
55°C	8x10 ¹⁶	6.7	103	0.46	
Alterungstemperatur 260°C					
200°C	8x10 ¹⁶	-	-	(0.005)	1x10 ¹⁰
150°C	8x10 ¹⁶	0.1	232	0.08	1x10 ¹⁰
100°C	8x10 ¹⁶	4.0	103	0.3	3x10 ¹⁰
		6.1	133	0.9 (Korngrenze)	
55°C	8x10 ¹⁶	5.7	94	0.3	3.5x10 ¹⁰

5.6.1 Einfluß der Bestrahlung auf den lösungsgeglühten Zustand

Abbildung 5.42 zeigt den lösungsgeglühten Zustand der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} bei einer Temperatur von 140°C .



— 0,5 μm

Abb. 5.42: Elektronenmikroskopische Aufnahme des lösungsgeglühten und in Eiswasser abgeschreckten Zustands der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} bei einer Bestrahlungstemperatur von 140°C . (Vergleiche den unbestrahlten Zustand Abb. 5.11, Seite 43)

Die Dichte der Versetzungen beträgt hierbei $2.5 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$. Nach Bestrahlung des lösungsgeglühten Zustands bei einer Temperatur von 100°C beträgt die Versetzungsdichte $3.5 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$. Die Struktur der Versetzungen ist bei beiden Bestrahlungstemperaturen gleich. Es finden sich nur wenige Versetzungsringe. Geöffnete Versetzungsringe und Versetzungselemente überwiegen.

Trotz sorgfältiger elektronenmikroskopischer Untersuchung

unter verschiedenen Kontrastbedingungen konnten bis zu Vergrößerungen von 100 000 fach weder nach Bestrahlungen bei 55°C, 100°C noch bei 140°C Poren gefunden werden. Ebenso ergaben sich keinerlei Hinweise auf die Bildung von Ausscheidungen während der Bestrahlung.

Das porenresistente Verhalten des lösungsgeglühten Zustands kann daher nicht auf eventuell während der Bestrahlung gebildete Ausscheidungen zurückgeführt werden.

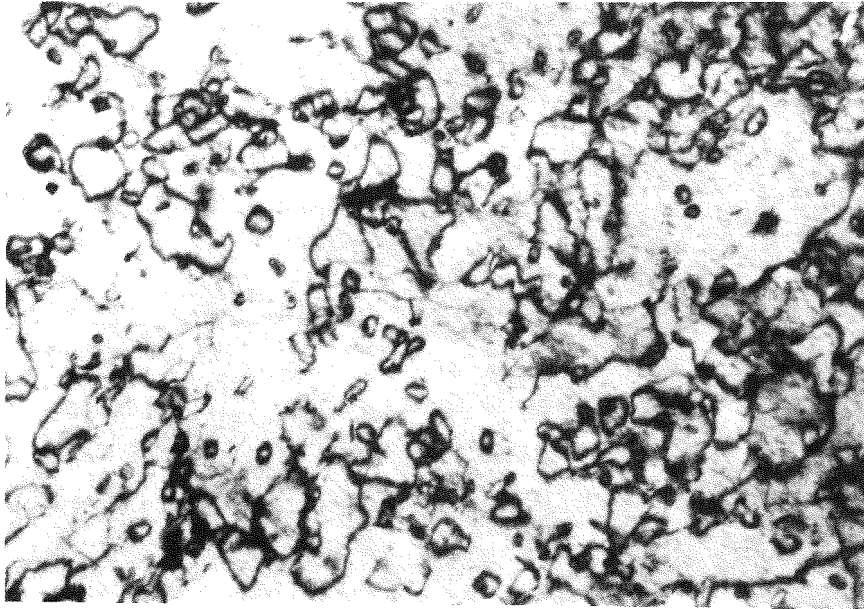
5.6.2 Einfluß kohärenter Ausscheidungen auf die Porenbildung

In Kapitel 5.4.2 konnte gezeigt werden, daß die metallographischen Zustände sowohl nach Glühung bei 140°C als auch nach Glühung bei 170°C kohärente Ausscheidungen in hoher Dichte aufweisen. Beide Alterungszustände wurden bei der hohen Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} im Temperaturbereich des maximal zu erwartenden Schwellens ($0.35 T_s \leq T \leq 0.44 T_s$) mit 100 KeV Al-Ionen bestrahlt.

Poren konnten weder im Alterungszustand nach Glühung von 140°C noch im Alterungszustand nach Glühung bei 170°C gefunden werden. Eine eingehende Untersuchung bei hohen Vergrößerungen sowohl am Schirm des Mikroskops als auch auf stark nachvergrößerten Mikrographien ergab keine Hinweise auf eine Porenbildung. Auflösungserscheinungen der Ausscheidungen, wie sie nach Bestrahlung bei Raumtemperatur nachgewiesen wurden /VB 74/, konnten in keinem der bestrahlten Zustände beobachtet werden.

Die Versetzungsstruktur im 140°C - Ausscheidungszustand weist eine relative hohe Dichte von Versetzungsringen und noch nicht vollständig geöffneten Versetzungsringen auf. Sie beträgt nach Bestrahlung bei 100°C $2.5 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ und $2.0 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ nach Bestrahlung bei 150°C. Das Wachstum der Versetzungen wird ganz offensichtlich durch die hohe Dichte der vorhandenen kleinen kohärenten Ausscheidungen behindert. Abbildung 5.43 zeigt als Beispiel eine elektronen-

mikroskopische Aufnahme des 140°C - Alterungszustands nach Bestrahlung bei 100°C. Die Versetzungsdichte im 170°C - Alterungszustand betrug nach Bestrahlung bei 100°C und 150°C $3 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ bzw. $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.



— 0,5 μm

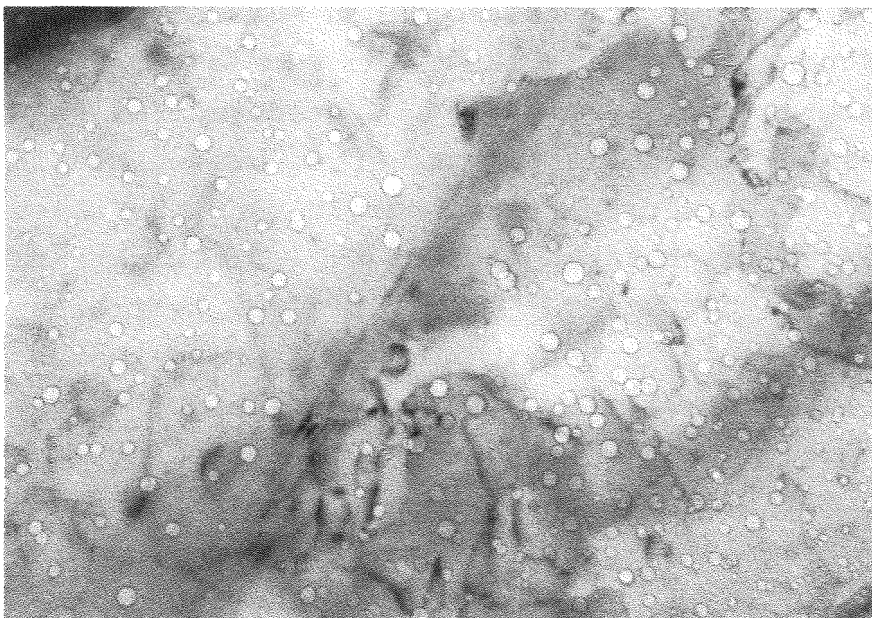
Abb. 5.43: Versetzungsstruktur im 140°C - Alterungszustand der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit Al-Ionen bei einer Temperatur von 100°C. Die Dosis betrug $8 \times 10^{16} \text{ Ionen cm}^{-2}$ (vergleiche den unbestrahlten Zustand Abb. 5.12 auf Seite 43)

5.6.3 Einfluß teilweise kohärenter bzw. inkohärenter Ausscheidungen auf die Porenbildung

Wie Tabelle 11 ausweist, konnten im untersuchten Temperaturbereich ($0.35 T_s \leq T \leq 0.5 T_s$ nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen sowohl im 200°C - Alterungszustand als auch im 260°C - Alterungszustand Poren nachgewiesen werden. Lediglich bei einer Bestrahlungstemperatur von 250°C wurden im 260°C - Alterungszustand keine Poren mehr beobachtet. Da sich die Porenstruktur in beiden Alterungszuständen in Bezug auf Porengröße und Dichte nur unwesentlich unterscheiden, werden sie im folgenden gemeinsam behandelt.

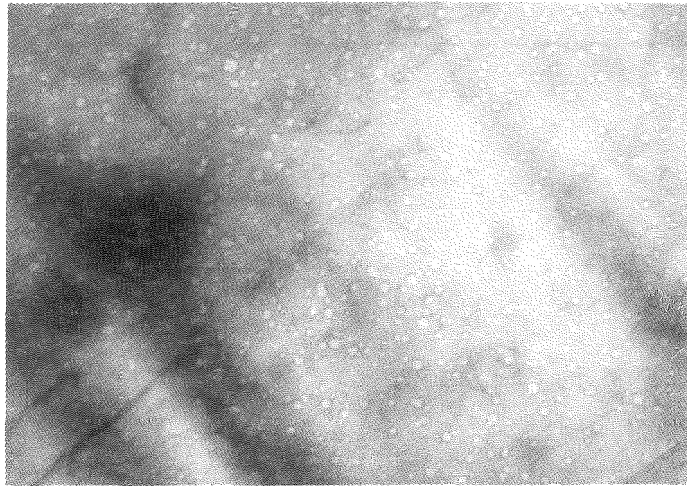
Abbildung 5.45 zeigt elektronenmikroskopische Aufnahmen der Porenstrukturen nach Bestrahlung im 260^o - Alterungszustand. Die Porenbildung nach Bestrahlungen bei 55^oC und 100^oC ist im wesentlichen homogen. Die teilweisen Inhomogenitäten im 260^oC - Auslagerungszustand waren in keinem Fall mit Ausscheidungen in Verbindung zu bringen. Auffallend ist in beiden Alterungszuständen ein verstärktes Schwellen mit höheren Porendichten und mittlerem Porendurchmesser in der Nähe der porenfreien Zonen entlang der Korngrenzen, Abbildung 5.44. Die porenfreie Zone betrug im Mittel 400 Å (siehe auch Kap. 5.5.4). Der Bereich verstärkten Schwellens betrug etwa 4000 Å. Bei der Bestrahlungstemperatur von 150^oC war in beiden Alterungszuständen die Porenbildung wesentlich inhomogener, der mittlere Porendurchmesser wuchs etwa auf den doppelten Wert gegenüber den 100^oC Bestrahlungen. Außer diesen aquiaxialen Poren konnten vereinzelt auch Poren in Verbindung mit Ausscheidungen beobachtet werden. Die Poren wuchsen innerhalb der stäbchenförmigen Ausscheidungen und hatten im wesentlichen eine längliche Form entlang der Ausscheidungsachsen in 100 -Richtung. In einigen Fällen waren die Ausscheidungen vollständig von Poren ausgehöhlt. Eine Facettierung dieser Poren konnte nur in wenigen Fällen festgestellt werden (siehe auch Kap. 5.7.1). Die Dichte dieser Poren betrug weniger als 10¹² cm⁻³. Bei der Bestrahlungstemperatur von 200^oC traten in beiden Alterungszuständen keine aquiaxiale Poren mehr auf. Es konnten nur noch vereinzelt Poren innerhalb der Ausscheidungen beobachtet werden, die entlang der Stäbchenachse wuchsen. Die Abbildungen 5.46, 5.57, 5.48 zeigen Porendichte, mittleren Porendurchmesser und Schwellen als Funktion der Bestrahlungstemperatur. Das Schwellen weist bei etwa 75^oC ein Maximum auf, wobei der 200^oC - Alterungszustand bei allen Bestrahlungstemperaturen eine etwas stärkere Volumenänderung zeigt. Bei einer Bestrahlungstemperatur von 250^oC konnte im 260^oC - Ausscheidungszustand keine Porenbildung mehr beobachtet werden, der 200^oC - Alterungszustand wurde nicht bei dieser Temperatur bestrahlt. Eine modelltheoretische Analyse dieser Kurven er-

folgt in Kap. 6.2. Die Porenradien nehmen in beiden Alterungszuständen mit zunehmender Temperatur als Folge der erhöhten Beweglichkeit der Punktdefekte und einem damit verbundenen stärkeren Wachstum zu. Die Durchmesser der Poren innerhalb der Ausscheidungen wurden in diesem Diagramm nicht mit einbezogen, da sie aufgrund ihrer speziellen Struktur und der vermutlich vorliegenden Koaleszenz innerhalb der Ausscheidungen nicht genau bestimmt werden können. Ihre Durchmesser reichen von 200 \AA bis 800 \AA . Ihre Länge erreichte oft 8000 \AA innerhalb der stäbchenförmigen Ausscheidungen. Die Porendichte nimmt aufgrund der verminderten Keimbildung mit zunehmender Temperatur ab. Die Poren innerhalb der Ausscheidungen sind in diesem Diagramm ebenfalls nicht berücksichtigt. Die Werte in den Diagrammen beziehen sich auf die Porenbildung im Inneren der Körner und nicht auf die Gebiete in der Nähe der Korngrenzen.

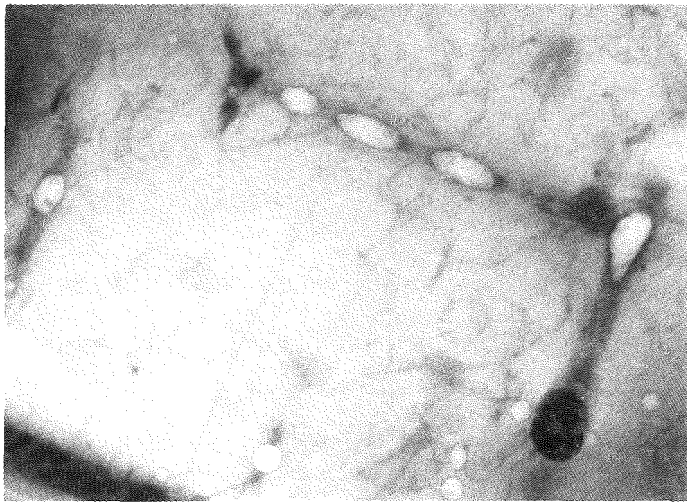


————— $0,2 \mu\text{m}$

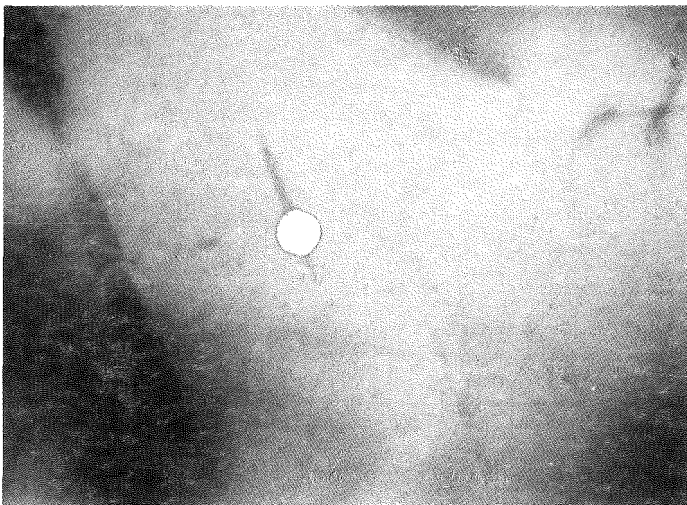
Abb. 5.44: Elektronenmikroskopische Aufnahme von Poren in in der Nähe einer Korngrenze im 200°C -Alterungszustand der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen mit einer Dosis von $8 \times 10^{16} \text{ Ionen cm}^{-2}$ bei einer Bestrahlungstemperatur von 100°C



a)



b)



c)

— 0,25 μ m

Abb. 5.45: Porenstrukturen im 260^oC -Alterungszustand der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit 100 KeV Al-Ionen mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} bei einer Bestrahlungstemperatur in Bild a) von 100^oC, in Bild b) von 140^oC und Bild c) von 200^oC

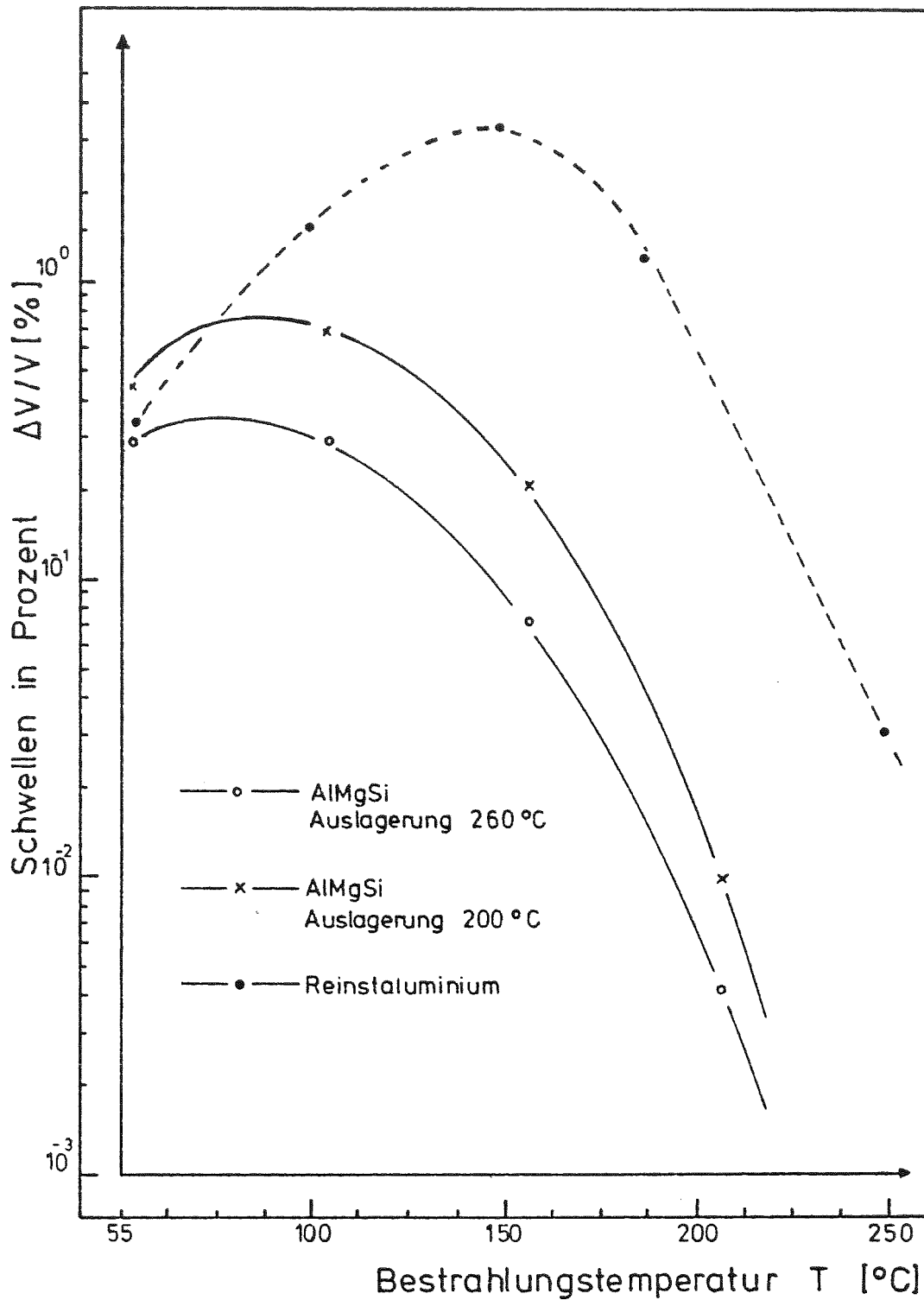


Abb. 5.46: Schwellen $\Delta V/V$ in Prozent als Funktion der Temperatur im 200°C bzw. 260°C -Auslagerungszustand der Legierung AlMgSi nach Bestrahlung mit Al-Ionen mit einer Dosis von $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Zum Vergleich sind die Schwellwerte von Reinstaluminium eingetragen (vergl. Abb. 5.29 auf Seite 63)

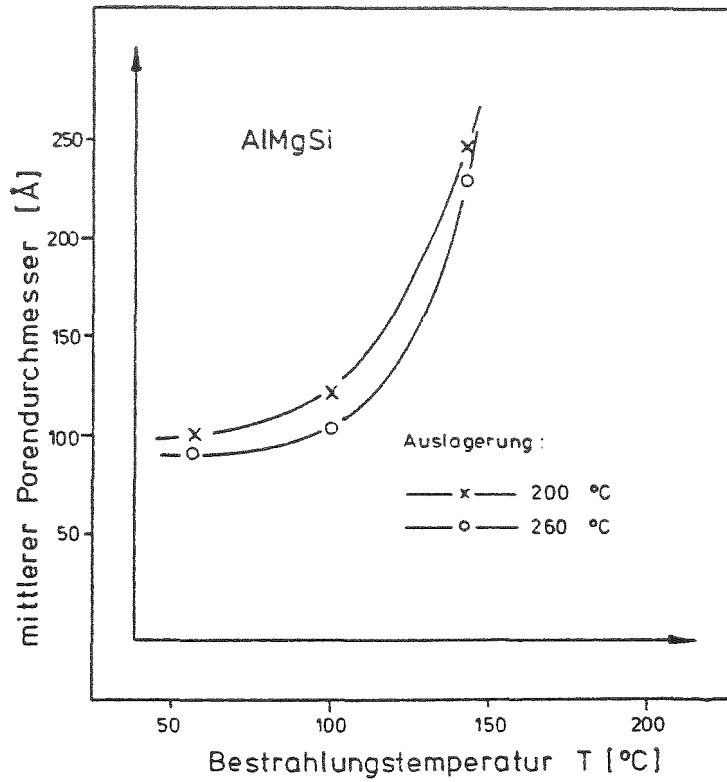


Abb. 5.47: Mittlerer Porendurchmesser als Funktion der Bestrahlungstemperatur im System AlMgSi nach Bestrahlung mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2}

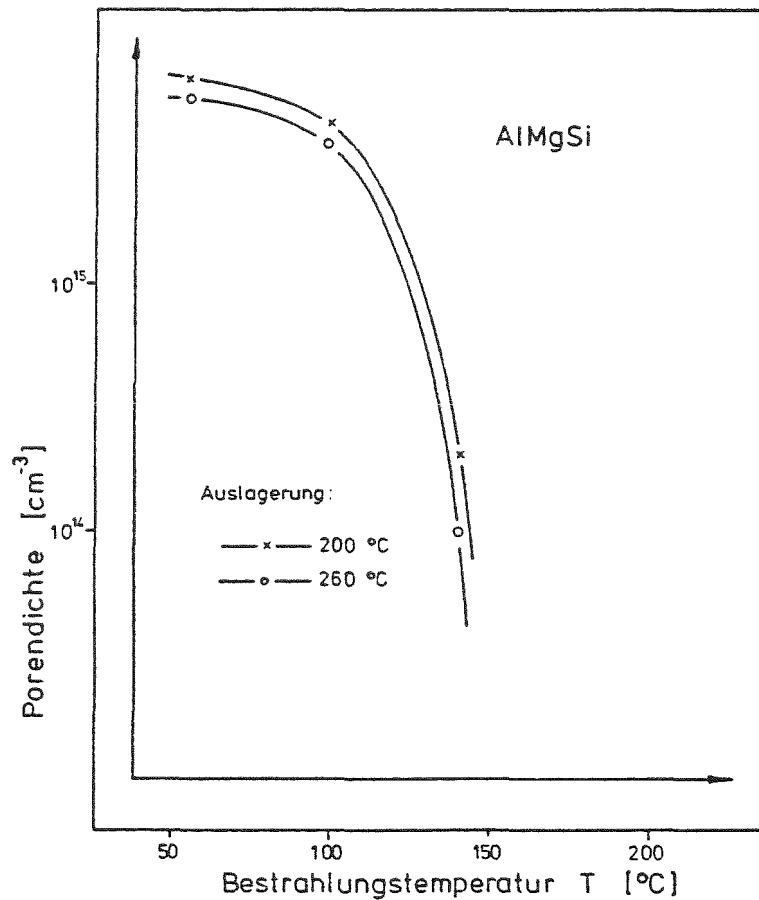


Abb. 5.48: Porendichte als Funktion der Bestrahlungstemperatur im System AlMgSi nach Bestrahlung mit einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2}

5.6.4 Diskussion

Neutronenbestrahlte Proben des Werkstoffs AlMgSi (6061, 6063 nach amerikanischer Bezeichnung, bis 1.2 Mg, 0.8 Si) sind sowohl von Farrell und Mitarbeitern am Oak Ridge Laboratorium /FKJ 73/, /FHWKJ 71/, /KFR 73/ als auch von Sturcken und Mitarbeitern am Savannah River Laboratorium /SKA 73/ untersucht worden. Farrell konnte in voll ausgehärteten Proben bis zu einer Dosis von $1.6 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ ($E > 0.1 \text{ MeV}$) bei 55°C keinerlei Porenbildung beobachten. In überalterten Proben trat geringe Porenbildung ab $4 \times 10^{22} \text{ n cm}^{-2}$ ($E > 0.1 \text{ MeV}$) auf. Sturcken und Mitarbeiter untersuchten AlMgSi-Proben aus Strukturkomponenten. Bis zu einer maximalen Dosis von $5.8 \times 10^{21} \text{ n cm}^{-2}$ ($E > 0.8 \text{ MeV}$) konnten keine Poren beobachtet werden.

Allen genannten Bestrahlungsversuchen gemeinsam war:

- 1) eine unzureichend bekannte Ausscheidungsstruktur der Werkstoffe vor der Bestrahlung
- 2) die Erzeugung von Silizium durch die Reaktion mit thermischen Neutronen $^{27}\text{Al}(n,\gamma)$, $^{28}\text{Al}(\beta)$ ^{28}Si
- 3) die Erzeugung von Wasserstoff durch die Reaktion mit schnellen Neutronen $^{27}\text{Al}(n,p)$ $^{27}\text{Mg}(\beta)$ ^{27}Al
- 4) die Erzeugung von Helium durch die Reaktion mit schnellen Neutronen $^{27}\text{Al}(n,\alpha)$ $^{24}\text{Na}(\beta)$ ^{24}Mg

Die sich hieraus ergebenden Probleme konnten in der vorliegenden Arbeit vermieden werden:

- 1) die Ausscheidungszustände der untersuchten Legierung AlMgSi wurden vor der Bestrahlung elektronenmikroskopisch und resistometrisch eindeutig bestimmt.
- 2) durch Bestrahlung mit Al^+ Ionen wurde weder die Zusammensetzung der Legierung geändert noch die Keimbildung durch zusätzliche Gasproduktion beeinflusst.

Die Ergebnisse zeigen, daß fein verteilte kohärente Ausscheidungen in der Legierung AlMgSi Porenbildung bis zu Dosiswerten von 8×10^{16} Al-Ionen cm^{-2} (80 dpa) vollständig verhindern. Ebenso konnten im lösungsgeglühten, homogenisierten Zustand, d.h. Magnesium und Silizium sind voll gelöst, keine Poren beobachtet werden. Dagegen trat bei Alterungszuständen mit größeren (5000 \AA) stäbchenförmigen und teilweise inkohärenten Ausscheidungen Porenbildung auf. Darüber hinaus fanden sich in diesen Ausscheidungszuständen vereinzelt große Poren innerhalb der Ausscheidungen.

Die wesentlichen Unterschiede dieser Zustände liegen in der Ausscheidungsdichte, der Teilchenabstände und der Morphologie der Ausscheidungen, aber auch im Prozentsatz der gelösten Anteile von Magnesium und Silizium.

Schwellen aufgrund strahleninduzierter Porenbildung kann nur bei einer genügend hohen Überschußkonzentration von Leerstellen (Leerstellenübersättigung) und bei Vorhandensein geeigneter Keime für die Nukleation der Poren auftreten. Der genaue Mechanismus der Keimbildung ist unbekannt, man weiß jedoch, daß Gase als Verunreinigung die Keimbildung wesentlich beeinflussen /NMH 71/. Da in den bei höheren Temperaturen gealterten Zuständen der Legierung AlMgSi Poren beobachtet wurden und hierbei die Konzentration gelöster Gase eher abnimmt, kann davon ausgegangen werden, daß die Porenresistenz der 140°C und 170°C -Alterungszustände als auch des lösungsgeglühten Zustands auf eine zu geringe Leerstellenübersättigung zurückgeführt werden kann. Die Porenbildung beruht nach den Diskussionen von Bullough /B 72/ und Wiederlich /W 75/ im wesentlichen auf zwei Faktoren:

- 1) eine höhere Beweglichkeit der Zwischengitteratome im Gegensatz zu Leerstellen und
- 2) eine stärkere anziehende Wechselwirkung von Versetzungen und Zwischengitteratomen.

Die Folge ist, daß Zwischengitteratome schneller agglomerieren und Versetzungsringe bilden. Diese verstärkte Ausbil-

dung von Versetzungsringen vor der Bildung von Poren konnte in dieser Arbeit bei der Bestrahlung von hochreinem Aluminium bei einer Bestrahlungstemperatur von 55°C und einer Dosis von 8×10^{16} Ionen cm^{-2} beobachtet werden. Die so gebildeten Versetzungen ziehen weitere Zwischengitteratome an und wachsen zu einem dichten Versetzungsnetzwerk weiter, während ein hoher Überschuß an Leerstellen zurückbleibt. Der in dieser Arbeit berechnete Leerstellenüberschuß C_V/C_V^{th} bei Bestrahlungen von hochreinem Aluminium lag bei einer Temperatur von 100°C in der Größenordnung von 10^5 .

Reduziertes Schwellen in Anwesenheit einer hohen Dichte kohärenter Ausscheidungen kann nun nach Bullough /B 72/ als Folge eines Trapping-Mechanismus von Leerstellen an den kohärenten Grenzflächen der Ausscheidungen betrachtet werden. Leerstellen, die aufgrund von Kohärenzspannungen in diese Grenzflächen wandern, werden verzögert und können mit den schneller diffundierenden Zwischengitteratomen rekombinieren. Thomas nimmt an /T 62/, daß die Atome in den Ausscheidungen die gleichen Plätze wie in der Matrix einnehmen. Eine einschichtige Zone von drei Atomen Breite, d.h. zwei Magnesium Reihen und eine Silizium Reihe, haben bei dichtester Packung eine Breite von 8.743 \AA und ersetzen so drei Aluminiumreihen mit einer Breite von 8.586 \AA . (Die Atomdurchmesser von Aluminium, Magnesium und Silizium sind 2.862 \AA , 3.196 \AA und 2.351 \AA). Die Folge hiervon ist eine etwa 2% Ausdehnung senkrecht zu den Nadelachsen und damit ein Zustand zylindrischer Kompression, der sich auch im Kontrast elektronenmikroskopischer Aufnahmen zeigt (siehe Abb. 5.13, Kap. 5.4.2). Diese verhältnismäßig große Gitterparameteränderung ist positiv und führt damit zu einer stärker anziehenden Wechselwirkung zwischen Ausscheidungen und Leerstellen. Entscheidend hierfür scheint aber nicht nur die Kohärenz der Grenzflächen zu sein, sondern auch die hohe Dichte der kohärenten Ausscheidungen und die damit verbundenen großen effektiven Oberflächen. Dies folgt aus einer verstärkten Porenbildung in den 200°C bzw. 260°C Alterungszuständen in denen die Ausscheidungen zunächst noch teilweise kohärent sind, aber in wesentlich geringerer Dichte vorliegen.

Das Maximum des Schwellens im Alterungszustand nach Glühung bei 260°C liegt etwas tiefer als im 200°C-Alterungszustand. In beiden Zuständen tritt maximales Schwellen bei einer Bestrahlungstemperatur von etwa 75°C auf und ist damit um 75°C gegenüber Reinstaluminium zu tieferen Temperaturen verschoben. Bei gleichen Dosiswerten liegt das Schwellmaximum in der Legierung um etwa den Faktor 3 bis 4 niedriger als im Reinstmaterial. Die aktive Oberfläche der teilweise kohärenten Ausscheidungen beträgt in beiden Alterungszuständen pro Volumeneinheit $1.4 \times 10^4 \text{ cm}^{-1}$ im Vergleich zu $1.1 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ nach Auslagerung bei 140°C für 1×10^4 Minuten. Auch die Dichte der Ausscheidungen unterscheidet sich nur unwesentlich. Bis auf die vereinzelt auftretenden Poren innerhalb der stäbchenförmigen Ausscheidungen konnte keine Abweichung der Porenbildung in der Nähe von Ausscheidungen von derjenigen in der Matrix beobachtet werden. Diese Beobachtungen legen den Schluß nahe, daß der Einfluß der teilweise kohärenten Ausscheidungen in Bezug auf die Porenbildung bei den Alterungszuständen nach Glühung bei 200°C bzw. 260°C eine untergeordnete Rolle spielt. Vielmehr kann angenommen werden, daß der bei diesen Alterungszuständen vorhandene relativ hohe Anteil an gelöstem Silizium und Magnesium die Porenbildung beeinflusst und zu niedrigeren Schwellraten führt. Mayer und Mitarbeiter /MM 74/ bestrahlten die Legierung Al-Si mit verschiedenen Si-Konzentrationen und stellten eine außerordentlich starke Reduzierung der Porenbildung mit steigendem Siliziumgehalt fest. Schon ein Anteil von 0.004% Silizium reduziert das Schwellen auf über die Hälfte, bei 0.4% Silizium konnte keine Porenbildung mehr festgestellt werden, Abbildung 5.49. Mazey und Mitarbeiter /MBB 76/ konnten in einer Legierung Al-2.95%Mg nach Bestrahlung mit 400 KeV Al^+ Ionen bis zu einer Dosis von 1.4×10^{17} Ionen cm^{-2} (146 dpa) ebenfalls keine Porenbildung beobachten. Dies steht auch im Einklang mit dem Ergebnis dieser Arbeit, daß in lösungsgeglühtem Zustand mit einer Konzentration von 0.6% gelöstem Silizium und 0.9%Mg keine Porenbildung beobachtet wurde. Smidt und Mitarbeiter /SS 73/ gehen davon aus, daß gelöste

Atome Leerstellen für eine begrenzte Zeit an sich binden und damit die Rekombination erhöhen. Die Folge ist eine geringere Leerstellenübersättigung und damit verbunden ein geringeres Schwellen. Die hohe Bindungsenergie Silizium-Leerstellen von 0.25 eV /JLSFB 71/ hat hierbei einen ausschlaggebenden Einfluß (siehe Kap. 5.2). Dagegen kann aufgrund der geringen Bindungsenergie der in Lösung befindlichen Magnesiumatome an Leerstellen (< 0.1 eV) /MR 71/ das schwellresistente Verhalten der AlMg-Legierung nicht mit einem Einfangmechanismus erklärt werden. Venker und Ehrlich /VE 76/ nehmen an, daß hierbei den partiellen Diffusionskoeffizienten eine ausschlaggebende Rolle zukommt.

Der Siliziumanteil in Lösung bei den 140°C und 170°C Anlagerungszuständen ist geringer als 0.01% gegenüber 0.03% nach Altern bei 200°C und 0.06% nach Altern bei 260°C , wobei diese Angaben einen maximalen Ausscheidungsgrad voraussetzen, für den die Alterungszeit in dieser Arbeit durch Widerstandsmessungen bestimmt wurde. Unter dem alleinigen Einfluß der gelösten Siliziumatome müßte demnach bei den 140°C und 170°C -Zuständen eine stärkere Porenbildung zu beobachten sein. Das völlige Fehlen jeglicher Poren kann daher eindeutig dem Einfluß der in hoher Dichte vorliegenden kohärenten Ausscheidungen zugeschrieben werden. Der Anteil gelöster Silizium- und Magnesiumatome ist im lösungsgeglühten Zustand mit 1.54% am höchsten. Die Ergebnisse von Mayer /MM 74/ in AlSi und Mazey /MBB 76/ in AlMg lassen den Schluß zu, daß diese hohen Anteile gelöster Fremdatome die Ursache für das schwellresistente Verhalten des lösungsgeglühten Zustands sind. Der Einfluß sehr kleiner elektronenmikroskopisch nicht auflösbarer Mg_2Si -Kluster, wie sie Panseri und Federighi aufgrund resistometrischer Messungen (vergleiche Kap. 5.4.3, Abb. 5.18) vermuten, kann aber im Fall der Legierung AlMgSi nicht völlig ausgeschlossen werden.

Abbildung 5.50 zeigt die Löslichkeit der einzelnen Legierungsbestandteile und den Ausscheidungsgrad als Funktion der Temperatur. Für ein besseres Verständnis der Verhält-

nisse sind die Bereiche der verschiedenen Ausscheidungsstrukturen und die jeweils bestrahlten Zustände gekennzeichnet.

Die in sehr geringer Dichte ($<10^{12} \text{ cm}^{-3}$) beobachtete Porenbildung innerhalb der stäbchenförmigen Ausscheidungen ist nicht voll geklärt. Die Tatsache, daß diese Poren nur sehr selten zu beobachten waren, legt die Vermutung nahe, daß es sich hier um Stabilisierungsmechanismen von gelösten Gasverunreinigungen handelt, die an einzelne Ausscheidungen gebunden sind, ähnlich dem Verhalten von Gasen an Korngrenzen.

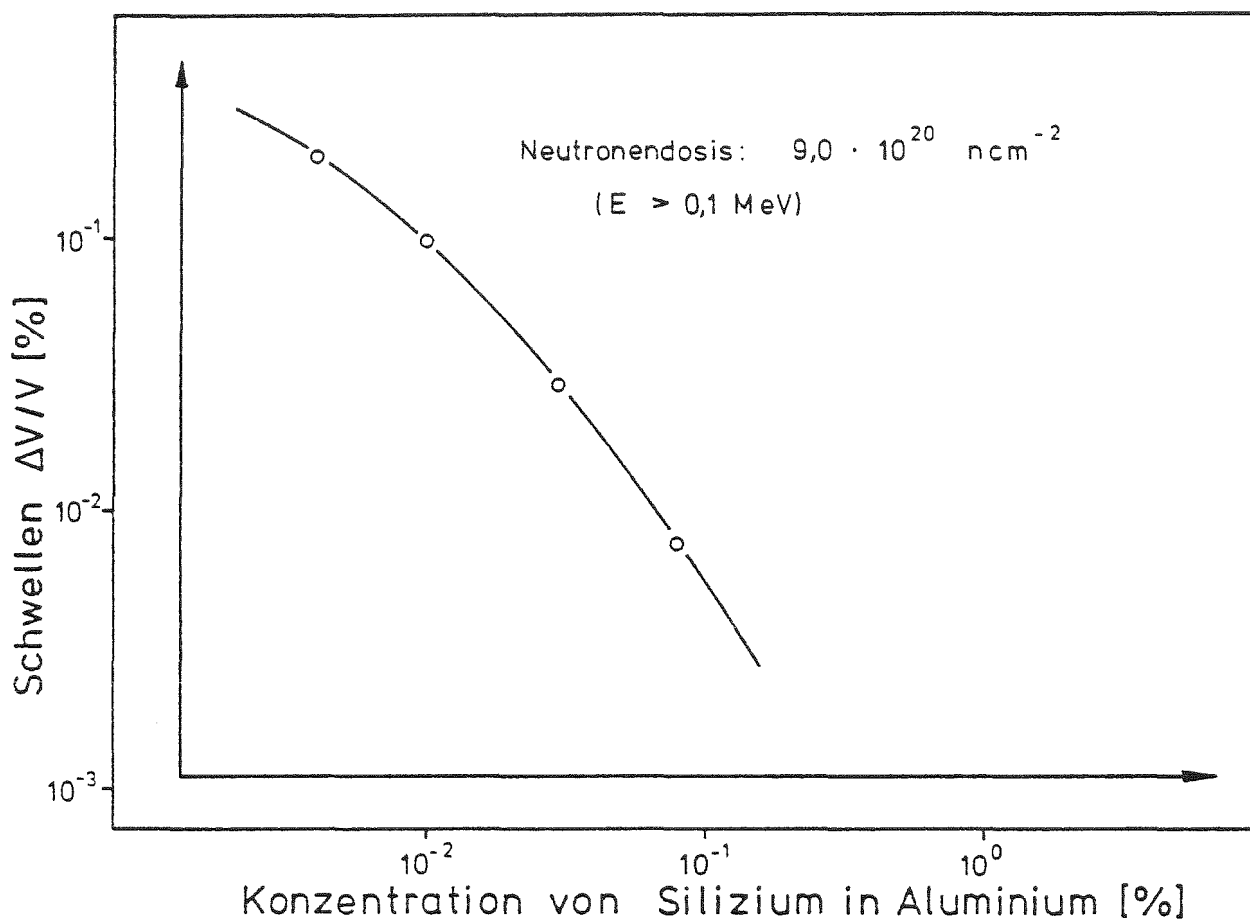


Abb. 5.49: Schwellen $\Delta V/V$ in Prozent als Funktion der Konzentration von Silizium in Aluminium nach Neutronenbestrahlung /MM 74/

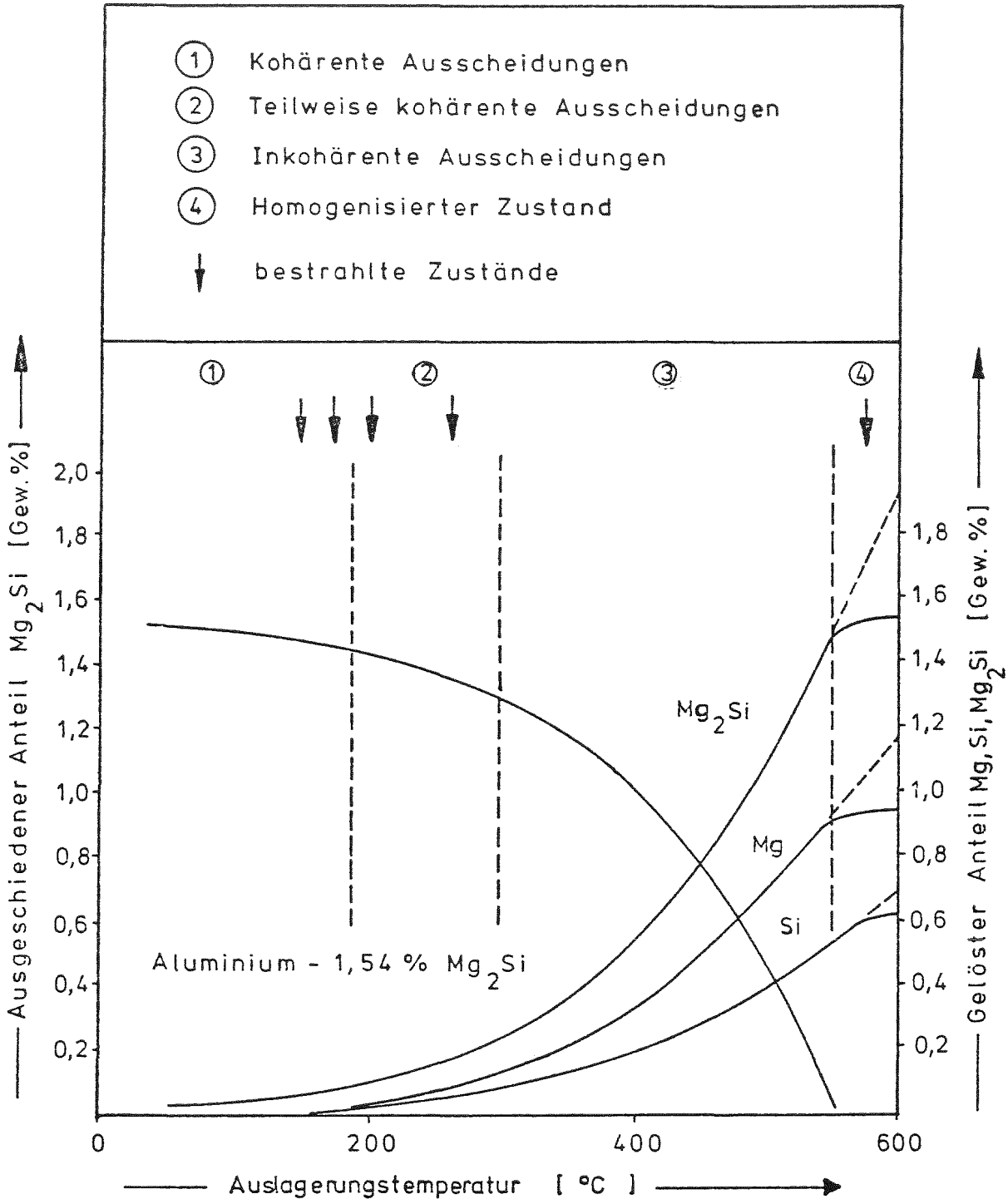


Abb. 5.50: Löslichkeit von Silizium und Magnesium in Aluminium und maximaler Ausscheidungsgrad in Abhängigkeit von der Temperatur /W 73/. Die durchgezogenen Linien beziehen sich auf die in dieser Arbeit untersuchten Legierung Al-1.54% MgSi. Die Pfeile kennzeichnen die bestrahlten Zustände.

5.7 Randprobleme

5.7.1 Morphologie der beobachteten Poren in hochreinem Aluminium

In allen Proben wurde eine Facettierung der strahleninduzierten Poren beobachtet (Abb. 5.52). In Übereinstimmung mit Ergebnissen anderer Autoren /WHE 74/ konnte gezeigt werden, daß es sich in flächenzentriertem Aluminium um Oktaeder mit $\{111\}$ Ebenen handelt, die in den meisten Fällen an den Ecken durch $\{100\}$ Flächen beschnitten waren (Abb. 5.51). Andere Formen, vor allem Verlängerungen in $[110]$ Richtungen, wie sie nach Neutronenbestrahlung in hochreinem Aluminium häufig auftreten /WHE 74/, werden nach den in dieser Arbeit durchgeführten Bestrahlungen mit 100 KeV Al^+ -Ionen nur sehr vereinzelt beobachtet. Ob es sich hierbei um eine spezielle Wachstumsform einer Pore handelt oder um eine Koaleszenz benachbarter Poren, ist ungeklärt. Da diese Porenform aber nur in Proben mit relativ hoher Porendichte und großen Poren auftrat, scheint die Annahme der Koaleszenz gerechtfertigt.

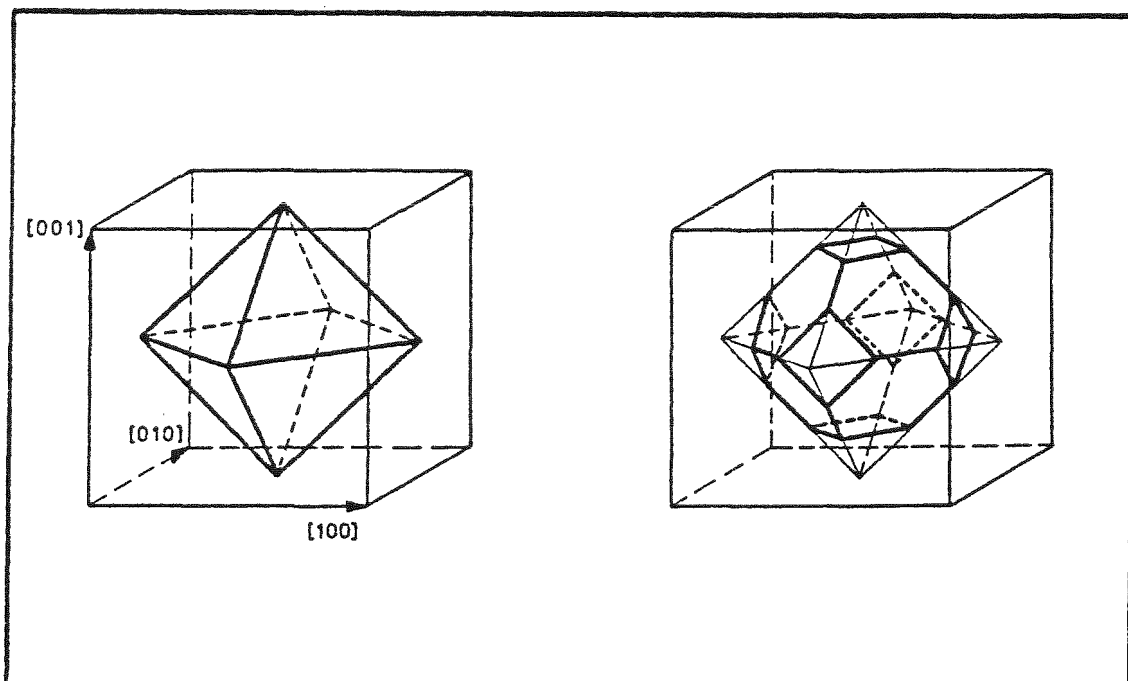
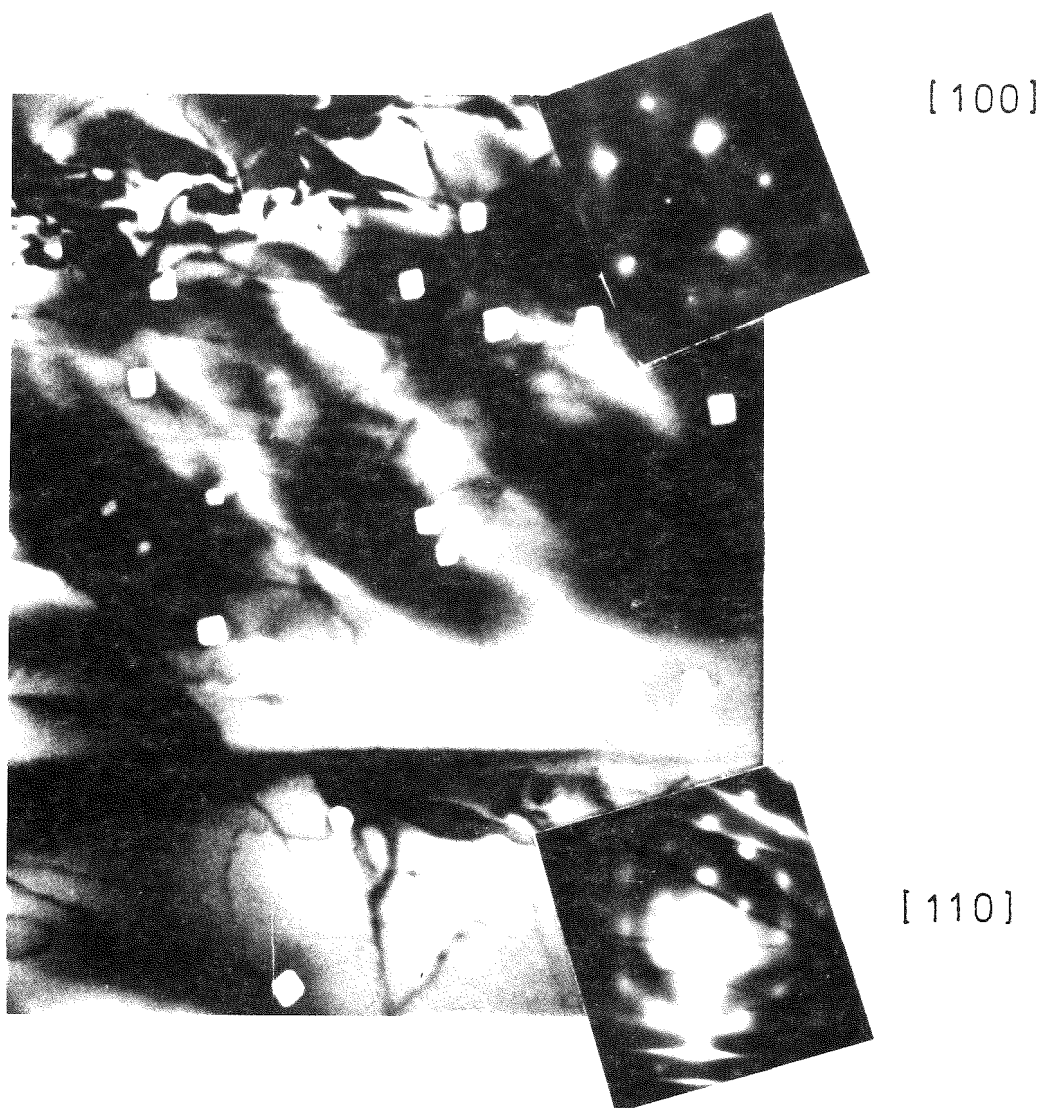


Abb. 5.51: Morphologie der Poren in Aluminium



— 0,4 μm

Abb. 5.52: Elektronenmikroskopische Aufnahme von Poren in Aluminium in zwei verschiedenen kristallographischen Orientierungen, $[100]$ -Richtung bzw. $[110]$ -Richtung

5.7.2 Einfluß der Oxydhaut

Unter dem Einfluß von Sauerstoff bedeckt sich Aluminium mit einer schützenden Oxydschicht aus Al_2O_3 . Die Dicke dieser Oxydhaut beträgt auf elektropolierten Proben nach einigen Sekunden 0.001μ , nach einem Tag 0.003μ bis 0.005μ und nach dreißig Tagen 0.01μ /GM 71/. Da nach dem elektrolytischen Poliervorgang die Proben sofort unter Vakuum besser als 10^{-4} Pa aufbewahrt wurden, beträgt die Oxydschicht der Folien kurz vor Bestrahlung höchstens 50 \AA . Jespersgard und Davies /JD 67/ untersuchten die Reichweiten von Natrium in Al_2O_3 . Die von ihnen angegebenen Werte des mittleren Reichweitenquotienten $R_p(\text{in } \text{Al}_2\text{O}_3)/R_p(\text{in Al}) = 0.87$ auf Aluminiumionen übertragen zeigen, daß bei einer Schichtdicke von 50 \AA der Einfluß der Oxydhaut auf die Reichweitenbeziehung (siehe Kap. 6.1) von Al-Ionen auf Aluminium vernachlässigt werden kann.

5.7.3 Einfluß der Zerstäubungsrate

Aufgrund elastischer Wechselwirkung werden beim Auftreffen energetischer Teilchen Targetatome aus der bestrahlten Oberfläche herausgeschlagen, wodurch eine gewisse Schicht der Probenoberfläche abgetragen wird. Da bei der relativ geringen Eindringtiefe von 100 KeV Al-Ionen bei hoher Zerstäubungsrate auch Bereiche mit Porenbildung abgetragen werden könnten und somit die Auswertung verfälscht werden kann, ist es notwendig, die durch Zerstäubung abgetragenen Schichten abzuschätzen. Für die Zerstäubungsrate gilt nach Sigmund /S 72/

$$S(E) = \frac{I_z}{I_0} = 0.042 \times 10^{16} \frac{\alpha \left[\frac{dE}{dx} \right] e}{n_0 U_0} \quad (5.7.3.1)$$

wobei I_z die Anzahl der zerstäubten Atome bedeutet und I_0 die Anzahl der einfallenden Teilchen. α ist eine dimen-

sionslose Größe, die vom Massenverhältnis des Targetatoms und des einfallenden Ions abhängt, $\alpha = 0.26$ /S 72/. $[dE/dx]_e$ ist der elastische Energieverlust [eV/cm], n_0 die Targetatomdichte /cm⁻³/, U_0 ist die Sublimationsenergie, die für Aluminium 3.12 eV beträgt /AB 61/. Für 45 KeV Al-Ionen auf Aluminium geben Almen und Bruce /AB 61/ einen experimentellen Wert für die Zerstäubung von 0.5 an. Da $S(E)$ proportional dem elastischen Energieverlust ist und dieser mit steigender Energie der einfallenden Ionen sinkt, kann $S(E) < 0.5$ angenommen werden. Bei einer Dosis von 10^{17} Ionen cm⁻² ergibt sich daher ein Schichtdickenabtrag

$$\Delta x < 80 \text{ \AA} \quad (5.7.3.2)$$

und damit sicherlich weniger als die porenfreie Zone entlang der freien Oberfläche. Ein Einfluß der Zerstäubung auf die Auswertung kann daher ausgeschlossen werden. $S(E)$ nach Gleichung ergibt für 100 KeV Al-Ionen auf Aluminium einen Wert von 1.8. Diese Diskrepanz zwischen gemessenem Wert und Theorie beruht mit hoher Wahrscheinlichkeit auf dem Einfluß der festen Oxydhaut aus Al₂O₃.

6. Theoretische Berechnungen

In diesem Kapitel erfolgt die modelltheoretische Beschreibung und Analyse der strahleninduzierten Defekterzeugung und der durch die Porenbildung sich ergebenden Schwellraten. Die in Kapitel 5.5 dargelegten statistischen Meßdaten, die Bestrahlungsparameter und Materialeigenschaften werden in Ratengleichungen erfaßt und können damit quantitativ interpretiert werden.

6.1 Erzeugung von Punktdefekten

Für die Diskussion der Porenbildung ist die Anzahl der strahleninduzierten Punktdefekte, also Leerstellen und Zwischengitteratome, von grundlegendem Interesse. Diese

Strahlenschädigung beginnt mit dem elastischen Energieübertrag im atomaren Stoßprozeß zwischen einem einfallenden Teilchen und einem Gitteratom des bestrahlten Metalls. Elektronische Anregung und Ionisation spielen hierbei keine Rolle, obwohl sie ebenfalls gerade bei hohen Energien wesentlich zum Energieverlust der eindringenden Teilchen beitragen. Die beim elastischen Stoß übertragene kinetische Rückstoßenergie auf das Gitteratom (primäres Rückstoßatom) wird durch weitere Atomstöße innerhalb einer Kaskade dissipiert, während das Strahlungsteilchen je nach mittlerer freier Weglänge durch nachfolgende sekundäre, tertiäre usw. Stöße zur Ruhe kommt. In Abbildung 6.1 ist dieser Verlauf schematisch dargestellt.

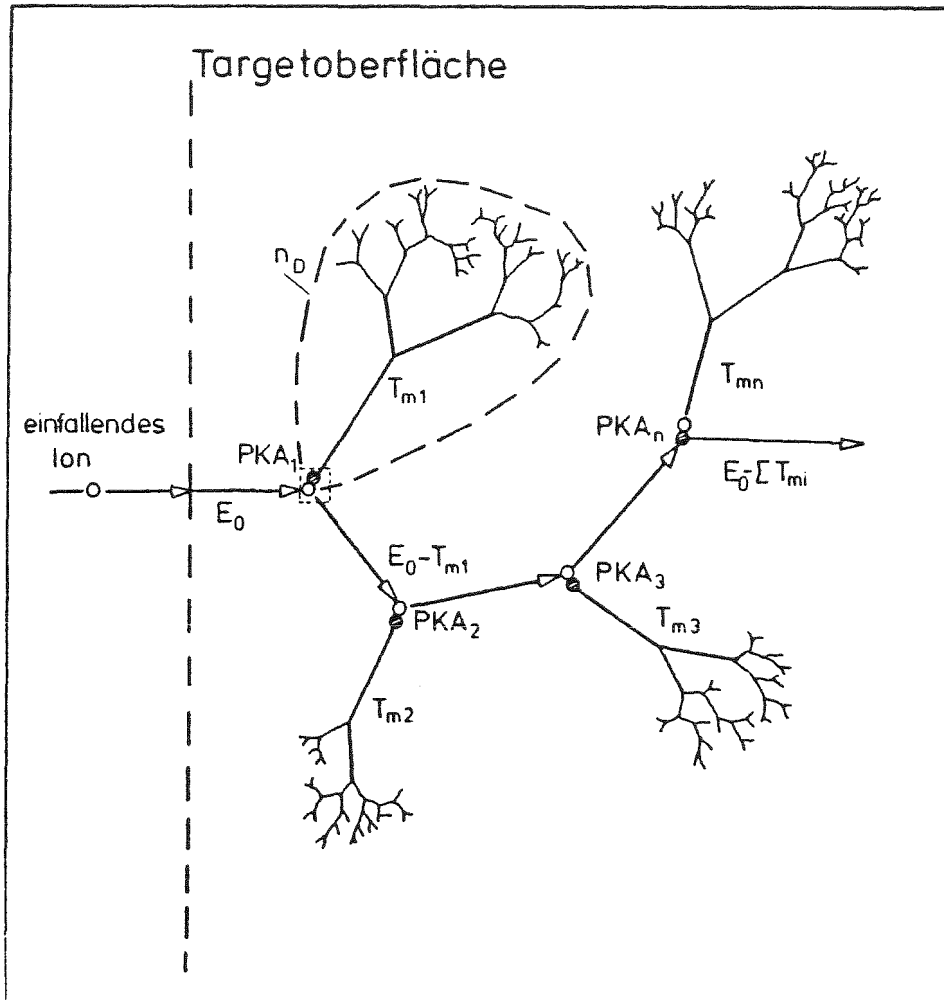


Abb. 6.1: Bildung von Leerstellen und Zwischengitteratomen als Folge der elastischen Wechselwirkung eines Ions mit Gitteratomen

Der Ablauf der Defekterzeugung läßt sich danach im wesentlichen in zwei Schritte unterteilen

- 1) Wechselwirkung zwischen Strahlungsteilchen und Gitteratom (Primärstoß). Sie wird durch einen differentiellen Wirkungsquerschnitt $d\sigma/dT$ beschrieben.
- 2) Energiedissipation des primären, sekundären usw. Rückstoßatoms innerhalb einer Kaskade. Die Anzahl der hierbei erzeugten Defekte wird durch einen Kaskadenfaktor $n_D(T)$ bestimmt. Er gibt an, wieviele Verlagerungen, d.h. Frenkeldefekte ein Rückstoßatom der Energie T erzeugt.

Die Anzahl der durch diese Stoßprozesse erzeugten Leerstellen und Zwischengitteratome pro einfallendem Teilchen kann durch einen integralen Wirkungsquerschnitt angegeben werden,

$$\sigma_D = \int_{E_D}^{E_{max}} n_D(E) d\sigma \quad (6.1.1)$$

wobei E_D eine Schwellenenergie bedeutet, die mindestens übertragen werden muß, damit ein stabiles Zwischengitteratom erzeugt wird. E_D ist im allgemeinen gitteranisotrop. Für die Rechnungen in dieser Arbeit wird $E_D = 25\text{eV}$ benutzt /SU 75/
 E_{max} ist die je nach Wechselwirkung festgelegte maximal übertragbare Energie beim Stoß des Strahlungsteilchens mit einem Gitteratom.

Bei Kenntnis der Energie des Strahlungsteilchens in Abhängigkeit des im Gitter zurückgelegten Weges läßt sich der integrale Wirkungsquerschnitt als Funktion der Eindringtiefe bestimmen.

Eine wichtige Größe beim Vergleich verschiedener Bestrahlungsarten und bei der Berechnung der Schwellraten ist die Defekterzeugungsrate $K \text{ s}^{-1}$. Sie gibt die Zahl der Verlagerungen pro Gitteratom und Sekunde an (dpa s^{-1})

$$K = \sigma_0 \cdot \phi \tag{6.1.2}$$

wobei ϕ den Fluß der Teilchen angibt.

6.1.1 Der Stoßprozeß

Bei Kenntnis des Wechselwirkungspotentials des untersuchten Stoßprozesses läßt sich auf Grundlage der Erhaltungssätze der Energie und des Drehimpulses der differentielle Wirkungsquerschnitt berechnen. Er definiert die Anzahl der in ein bestimmtes Energieintervall $T + dT$ bzw. Winkelintervall $\theta + d\theta$ gestreuten Teilchen mit den Stoßparametern $p + dp$

$$d\sigma = 2\pi p(T) \frac{dp(T)}{dT} dT \tag{6.1.1.1}$$

Geschlossene Lösungen findet man hierbei nur für einige einfache Wechselwirkungspotentiale wie das Coulombpotential $V(r) = Z_1 Z_2 e^2 / r$, das quadratische Inverspotential $V(r) \sim 1/r^2$ und das harte Kugelpotential. Lindhard und Mitarbeiter geben auf der Grundlage des realistischeren Thomas-Fermipotentials $V(r) = Z_1 Z_2 e^2 \phi_{TF}(r/a) / r$, wobei ϕ_{TF} die sogenannte Thomas-Fermi-Abschirmfunktion ist, eine numerische Lösung in Form von tabellierten Parametern an /LNS 68/. Bei niedrigen Energien schwerer Ionen kann das harte Kugelpotential als ausreichende Näherung verwendet werden. Der differentielle Wirkungsquerschnitt ergibt sich damit zu

$$d\sigma = \frac{\pi R(T)^2}{T_{max}} dT \tag{6.1.1.2}$$

$R(T)$ ist hierbei ein effektiver Harte-Kugel-Radius, der sich aus der kleinsten Annäherung bei einem zentralen Stoß ergibt /CC 68/.

6.1.2 Das Kaskadenmodell

Zur Berechnung der Anzahl der Verlagerungen n_D in einer Kaskade durch ein primäres Rückstoßatom (siehe auch Abb. 6.1) bekannter Energie T lassen sich mehrere Modelle angeben. Das einfachste von Kinchin und Pease /KP 55/ entwickelte Modell nimmt eine isotrope Energieübertragung T für die stoßenden Teilchen auf Grundlage der Harten-Kugel-Näherung an.

$$\begin{array}{rcc}
 & 0 & T \quad E_D \\
 & 1 & E_D \leq T \quad 2E_D \\
 n_D = & & \text{für} \\
 & T/2E_D & 2E_D \leq T \quad E_I \\
 & E_I/2E_D & E_I \leq T
 \end{array} \tag{6.1.2.1}$$

E_I ist eine obere Grenzenergie (Ionisationsenergie), oberhalb der keine elastische Wechselwirkung mehr auftritt. Für metallische Proben gilt in erster Näherung

$$E_I \approx M_2 \text{ /KeV/} \tag{6.1.2.2}$$

wobei M_2 die Massenzahl des gestoßenen Teilchens bedeutet /CC 68/. Bei scharfer Verlagerungsenergie E_D ist die maximale Zahl der verlagerten Teilchen $n_{D(\max)} = T/E_D$, wenn das Rückstoßatom gerade die Energie E_D überträgt, die kleinste Zahl der Verlagerungen ist $n_{D(\min)} = 1$ falls das Rückstoßatom bei seinen Stößen eine geringere als E_D überträgt. Für n_D ergibt sich daher im Mittel $T/2E_D$.

Im TRN-Modell nach Norgett, Robinson und Torrens /TRN 72/ wird nur der elastische Anteil der Energie des Rückstoßatoms berücksichtigt. Die Anzahl der Verlagerungen wird hier definiert als

$$n_D = \frac{\kappa \left(T - T_{\text{inelastisch}} \right)}{2E_D} = \frac{T_S \cdot \kappa}{2E_D} \quad (6.1.2.3)$$

Der Potentialformfaktor κ , der im Kinchin-Pease-Modell gleich 1 gesetzt wurde, beschreibt im wesentlichen die Abweichung vom Hart-Kugel-Potential, wenn physikalisch realistische Potentiale für den Stoßprozeß benutzt werden. Robinson /R 69/ gibt einen Wert von 0,8 an. Dieser Wert wird auch in dieser Arbeit verwendet. Die elastische Schadensenergie T_S wird nach einem Kaskadenmodell von Lindhard und Mitarbeitern /LSS 63/ angegeben als Funktion der reduzierten Energie $g = g(Z,T)$. Robinson gibt hierfür eine Näherungslösung an /R 69/

$$T_S = \frac{T}{\left[1 + k_L g(T/E_L) \right]}$$

$$k_L = 0.133745 Z^{2/3} / M_2^{1/2}$$

$$E_L = 86.931 Z^{7/3} \text{ eV}$$

$$g(\epsilon) = 3.4008 \epsilon^{1/6} + 0.40244 \epsilon^{3/4} + \epsilon \quad (6.1.2.4)$$

Für die Bestrahlung von Aluminium mit Aluminiumionen zeigt Abbildung 6.2 den für die elastische Wechselwirkung zur Verfügung stehenden Anteil der Energie des Rückstoßatoms T_S / T . Man sieht, daß hochenergetische Rückstoßatome sehr ineffektiv für Verlagerungsprozesse sind.

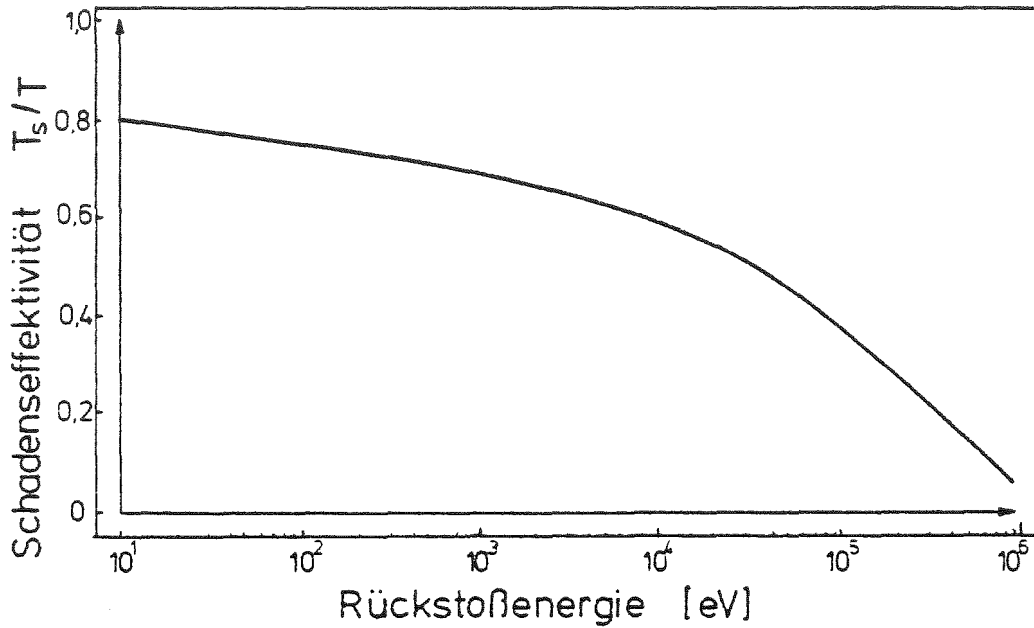


Abb. 6.2: Schadens effektivität als Funktion der Energie des verlagerten Teilchens

Abbildung 6.3 zeigt den Verlauf des Kaskadenfaktors als Funktion der Energie des Rückstoßatoms für das Wechselwirkungssystem Aluminium-Aluminium mit einer Verlagerungsenergie von $E_D = 25$ eV nach Kinchin-Pease und TRN.

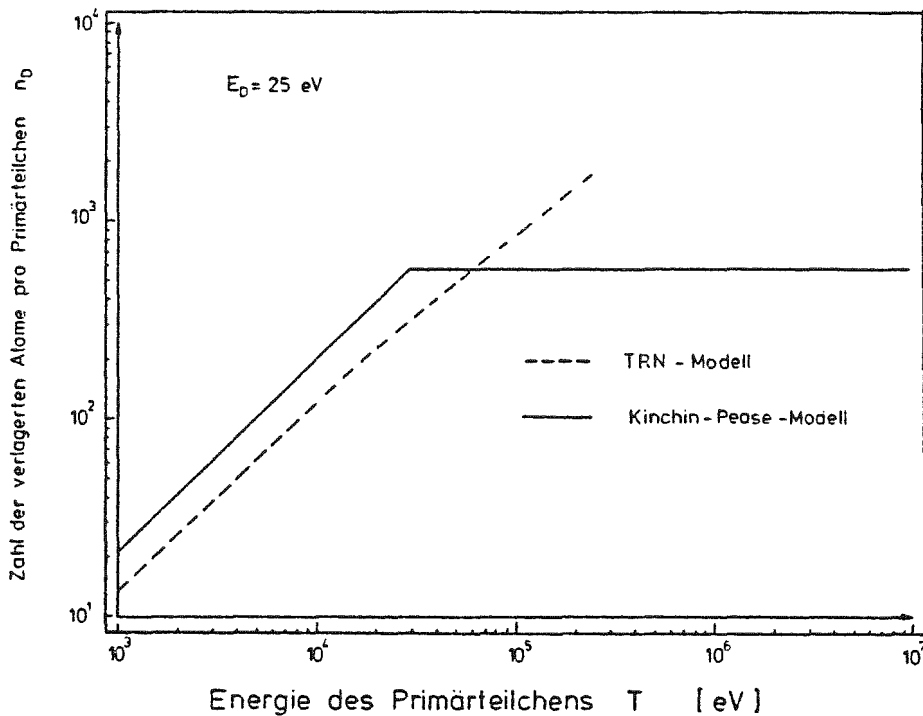


Abb. 6.3: Kaskadenfaktor n_D als Funktion der Energie des Rückstoßatoms

6.1.3 Der Verlagerungsquerschnitt

Auf Grund der relativ guten Übereinstimmung zwischen dem HK-Modell und dem TRN-Modell im unteren Energiebereich wurde für die Berechnung des integralen Wirkungsquerschnitts σ_D in dieser Arbeit das einfachere KP-Modell herangezogen. Zur Berechnung des differentiellen Wirkungsquerschnitts wird die Harte-Kugel-Näherung verwendet. Der integrale Wirkungsquerschnitt ergibt sich damit zu

$$\sigma_D = \int_{E_D}^{T_{\max}} \frac{R^2 \pi}{T_{\max}} n_D dT \quad (6.1.3.1)$$

Abbildung 6.4 zeigt die Ergebnisse für Bestrahlung von Aluminium mit Aluminiumionen in Abhängigkeit der Energie des einfallenden Ions.

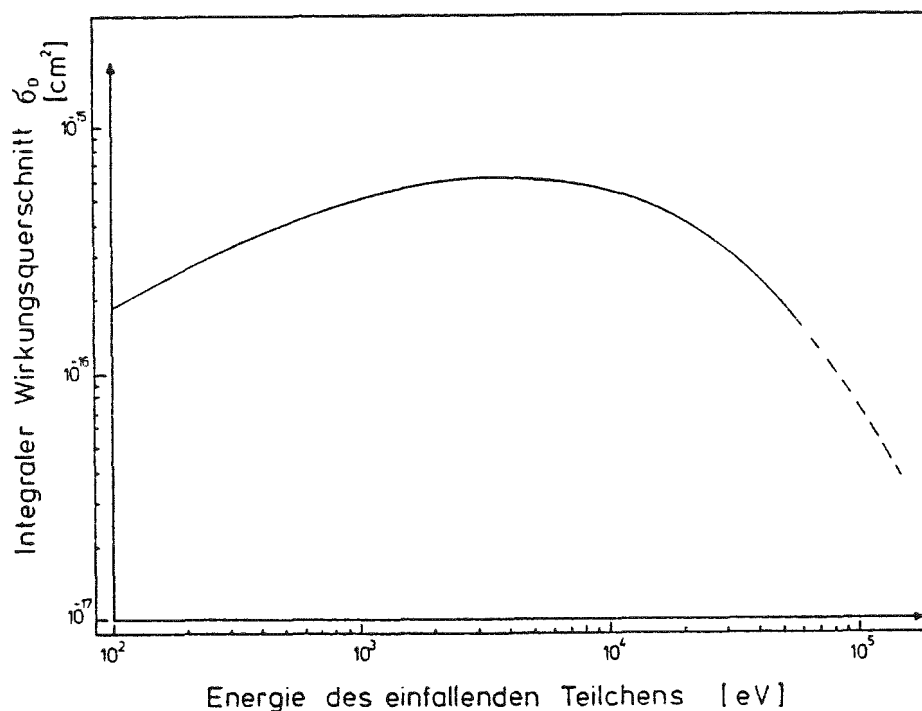


Abb. 6.4: Integraler Wirkungsquerschnitt als Funktion der Energie des einfallenden Teilchens in Harter-Kugel-Näherung für das System Aluminium-Aluminium

Zur Berechnung des Verlagerungsquerschnitts entlang der Stoßfolge des Ions ist die Kenntnis der Energie als Funktion des zurückgelegten Weges erforderlich. Diese Funktion ergibt sich aus dem totalen Energieverlust

$$dE/dx = n_0 \int_{T_{\min}}^{T_{\max}} T d\sigma(E,T) \quad (6.1.3.2)$$

wobei n_0 die Atomdichte bedeutet. Die Werte dE/dx wurden auf Grundlage der Theorie von Lindhard und Mitarbeiter /LSS 63/ von Kaletta berechnet /K 75/, Abbildung 6.5.

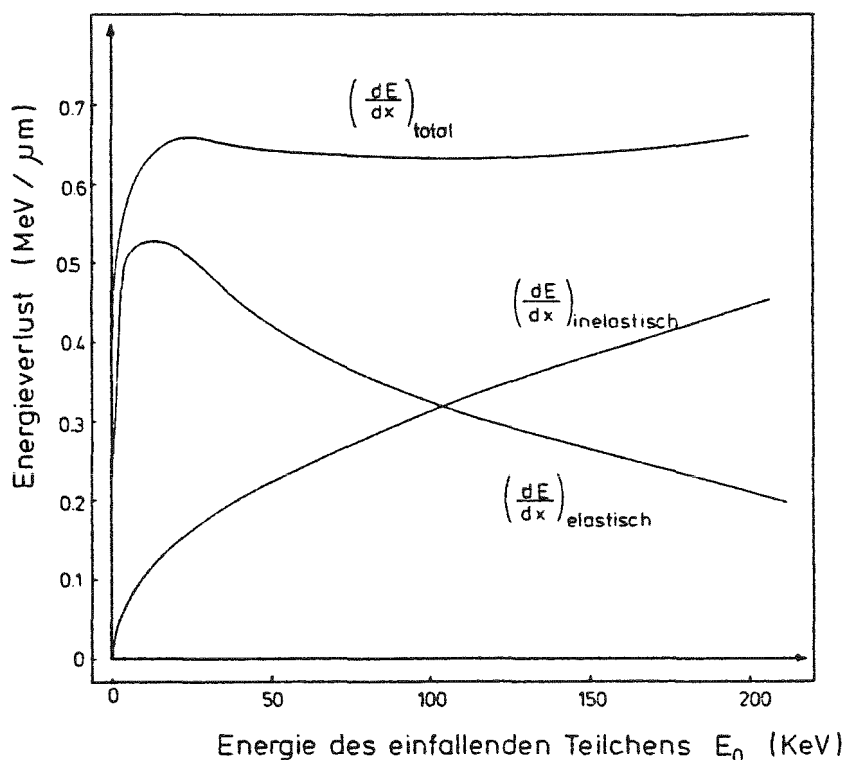


Abb. 6.5: Energieverlust als Funktion der Energie des eingeschossenen Teilchen

Abbildung 6.6 zeigt die Energie als Funktion des zurückgelegten Weges. Diese Funktion gilt für ein mittleres Ion, d.h. für ein Ion mit der mittleren projizierten Reichweite R_p . Die Abhängigkeit des integralen Wirkungsquerschnitts als Funktion des zurückgelegten Weges eines mittleren Al-Ions mit der Anfangsenergie $E_0 = 100$ KeV zeigt Abbildung 6.7. Danach steigt die Anzahl der erzeugten Frenkeldefekte leicht an, um dann steil abzufallen.

Die Berechnung der Gesamtzahl der erzeugten Frenkelpaare n_D pro einfallenden Strahlungsteilchen erfolgt nach Gleichung (6.1.2.1). Hierbei wird die Schadensverteilung entlang des Ionenweges als eine Stoßkaskade aufgefaßt. Die Defekterzeugungsrate K ergibt sich damit zu

$$K = n_D \phi N_S^{-1} [s^{-1}]$$

(6.1.3.3)

wobei N_S die Anzahl der Gitteratome im effektiven Schadensvolumen angibt. In erster Näherung gilt

$$N_S = R_p n_0$$

(6.1.3.4)

n_0 ist die Atomdichte. Für die Bestrahlung von Aluminium mit 100 KeV Al-Ionen bei einem Fluß von $13 \mu A cm^{-2}$ ergibt sich damit eine Defekterzeugungsrate von $K = 0.08 s^{-1}$.

Im weiteren wird in dieser Arbeit mit einer Defekterzeugungsrate von $K = 10^{-1} s^{-1}$ gerechnet.

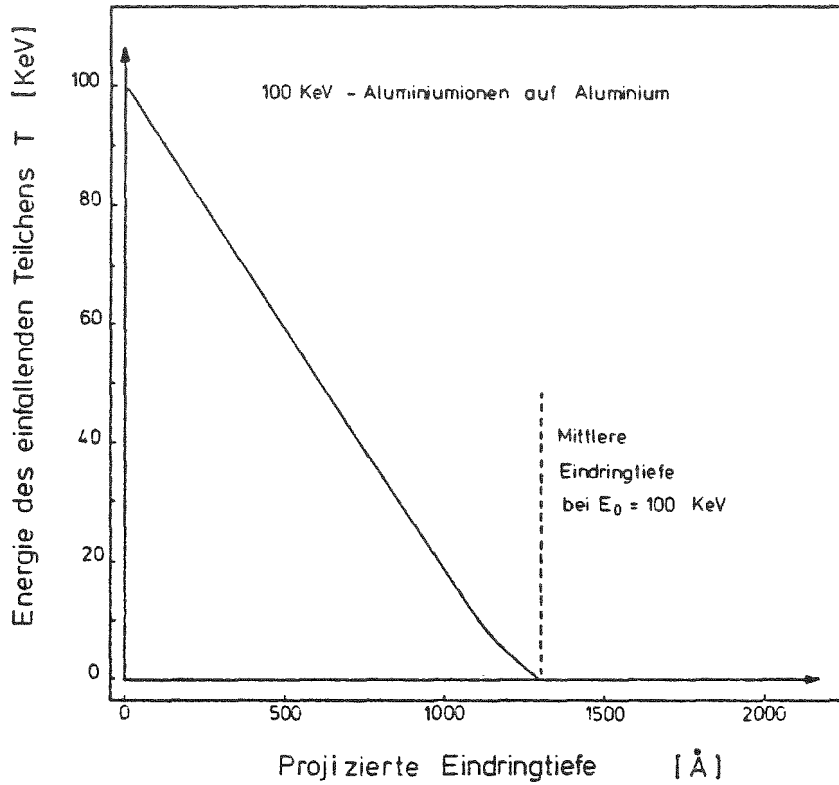


Abb. 6.6: Energie des einfallenden Teilchens als Funktion des zurückgelegten Weges

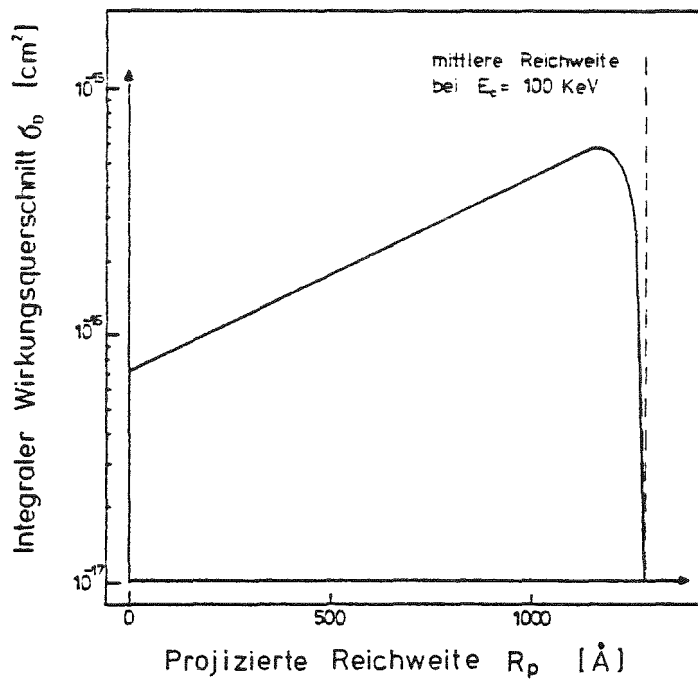


Abb. 6.7: Integraler Wirkungsquerschnitt der einfallenden Ionen als Funktion des zurückgelegten Weges

6.2 Das Porenwachstum

Die Berechnung der Schwellraten erfolgt in dieser Arbeit nach einem modelltheoretischen Ansatz von Wiedersich /W 72/. Nach Einbeziehung der gewonnenen Meßdaten, der Bestrahlungsparameter und Materialeigenschaften von hochreinem Aluminium und der Legierung AlMgSi, wird dieser Ansatz auf stäbchenförmige Ausscheidungen erweitert. Wiedersich geht davon aus, daß Punktdefekte, Leerstellen und Zwischengitteratome statistisch im Material erzeugt werden. Die Ausbildung von Leerstellenclustern in Stoßkaskaden wird nicht berücksichtigt. Die erzeugten Punktdefekte wandern willkürlich durch das Gitter, bis sie durch Rekombination oder Aufnahme in Senken wie Versetzungen, Korngrenzen oder Poren vernichtet werden. Ausgehend von einem stationären Gleichgewicht werden Ratengleichungen aufgestellt und für die vorliegenden Bedingungen gelöst.

6.2.1 Die Ratengleichungen

Die Änderungsrate der Leerstellen bzw. Zwischengitteratome ist gegeben durch

$$\frac{dN_v}{dt} = \dot{N}_{pv} - \nu_v N_v a_v c_i - \nu_i N_i a_i c_v - \nu_v N_v p_v \quad (6.2.1.1)$$

$$\frac{dN_i}{dt} = \dot{N}_{pi} - \nu_i N_i a_i c_v - \nu_v N_v a_v c_i - \nu_i N_i p_i \quad (6.2.1.2)$$

Hierbei bedeuten:

$\dot{N}_{pv} = \dot{N}_{pi}$	Totale Produktionsrate für Leerstellen
ν_v, ν_i	Sprungfrequenzen von Leerstellen und Zwischengitteratomen
c_v, c_i	Atomare Konzentration von Leerstellen und Zwischengitteratomen

N_v, N_i	Totale Anzahl der Leerstellen und Zwischengitteratome
p_v, p_i	Wahrscheinlichkeit, daß der Sprung eines Punktdefektes zur Vernichtung führt
a_v, a_i	Geometrische Faktoren

Der zweite Term auf der rechten Seite der Gleichung (6.2.1.1) beschreibt den Verlust von Leerstellen durch einen Sprung auf einen von a_v Plätzen in der nächsten Umgebung eines Zwischengitteratoms, was zu einer spontanen Rekombination führt. Der dritte Term beschreibt den Verlust eines wandernden Zwischengitteratoms mit einer stationären Leerstelle. Der vierte Term beschreibt den Leerstellenverlust durch Vernichtung in Senken. Man sieht, daß die Verlustterme in Gleichung (6.2.1.1) proportional sind, der Anzahl der Sprünge der jeweiligen Punktdefekte νN und der Wahrscheinlichkeit, daß ein solcher Sprung zur Vernichtung in einer Senke bzw. Rekombination führt p_v bzw. a_c .

Nach Übergang zu atomarer Konzentration, d.h. nach Division durch n_0 , gilt im thermischen Gleichgewicht ohne strahleninduzierte Defekte

$$\frac{dc_v^{th}}{dt} = \dot{n}_{pv} - (\nu_i a_i + \nu_v a_v) c_v^{th} c_i^{th} - \nu_v p_v c_v^{th} \quad (6.2.1.3)$$

und

$$\frac{dc_i^{th}}{dt} = \dot{n}_{pi} - (\nu_i a_i + \nu_v a_v) c_v^{th} c_i^{th} - \nu_i p_i c_i^{th} \quad (6.2.1.4)$$

Die Differenzen zwischen Gleichung (6.2.1.1) und (6.2.1.3) bzw. (6.2.1.2), (6.2.1.4) ergeben die grundlegenden Raten-gleichungen für Leerstellen und Zwischengitteratome unter Bestrahlung

$$\frac{dc_v}{dt} = K - (\nu_i a_i + \nu_v a_v)(c_v c_i - c_v^{th} c_i^{th}) - \nu_v p_v (c_v - c_v^{th}) \quad (6.2.1.5)$$

und

$$\frac{dc_i}{dt} = K - (\nu_i a_i - \nu_v a_v)(c_v c_i - c_v^{th} c_i^{th}) - \nu_i p_i (c_i - c_i^{th}) \quad (6.2.1.6)$$

wobei

$$K = \dot{n}_{pv} - \dot{n}_{pv}^{th} = \dot{n}_{pi} - \dot{n}_{pi}^{th} \quad (6.2.1.7)$$

die strahleninduzierte Defekterzeugungsrate ist

Mit den Abkürzungen $\Delta c_v = c_v - c_v^{th}$ und $A = \nu_i a_i + \nu_v a_v$ ergibt sich als Lösung der Gleichungen (6.2.1.5) und (6.2.1.6)

$$c_v = c_v^{th} + \Delta c_v = c_v^{th} + \frac{1}{2} C \left[\left(1 + 4 \frac{K \nu_i p_i}{A \nu_v p_v c_v^{th}} \right)^{1/2} - 1 \right] \quad (6.2.1.8)$$

mit

$$C = \nu_i p_i / A + c_v^{th} + c_i^{th} \nu_i p_i / \nu_v p_v \quad (6.2.1.9)$$

und

$$c_i = \Delta c_v \nu_v p_v / \nu_i p_i + c_i^{th} \quad (6.2.1.10)$$

Mit einem Ansatz von Smidt und Sprague /SS 73/ können diese Gleichungen für den Einfluß gelöster Fremdatome erweitert werden. Dabei wird angenommen, daß gelöste Fremdatome Leer-

stellen für eine gewisse Zeit an sich binden und somit die freie Leerstellenkonzentration vermindern. Dies führt zu einer geringeren Leerstellenübersättigung und damit zu vermindertem Schwellen. Die Sprungfrequenz der eingefangenen Leerstellen ist gegeben durch

$$\nu_v^T = \nu_v^F \exp \left\{ - E_B / kT \right\} \quad (6.2.1.11)$$

wobei ν_v^F die Sprungfrequenz für freie Leerstellen bedeutet und E_B die Bindungsenergie Leerstelle - gelöstes Fremdatom. Die Ratengleichungen für Punktdefekte können nun nach Smidt und Sprague formuliert werden

$$\frac{dN_v^F}{dt} = N_{pv} - \nu_v^F N_v a_v c_i - \nu_i N_i a_i c_v^{F+T} - \nu_v^F N_v \rho_v \quad (6.2.1.12)$$

$$\frac{dN_i}{dt} = N_{pi} - \nu_i N_i a_i c_v^{F+T} - \nu_v^F N_v a_v c_i - \nu_i N_i \rho_i \quad (6.2.1.13)$$

$$\frac{dN_v^T}{dt} = (a_v c_s - c_v^T) \nu_v^F N_v^F - \nu_v^T N_v^T - a_i c_i \nu_i N_v^T \quad (6.2.1.14)$$

Die Gleichungen (6.2.1.12), (6.2.1.13) entsprechen den Gleichungen (6.2.1.1), (6.2.1.2), nur wurde c_v durch c_v^F ersetzt, die Konzentration der freien Leerstellen. Der erste Term von Gleichung (6.2.1.14) auf der rechten Seite beschreibt die Bildung von gefangenen Leerstellen an möglichen Einfangplätzen um ein gelöstes Atom. Die Anzahl der möglichen Plätze um ein Atom ist im kubischflächenzentrierten Gitter $a_i = a_v = 12$. Der zweite Term beschreibt das thermische Befreien einer gefangenen Leerstelle, und der dritte Term beschreibt den Ver-

lust von eingefangenen Leerstellen durch Rekombination. In dem für Schwellvorgänge interessierenden Temperaturbereich ($0.3T_S \leq T \leq 0.6 T_S$) überwiegt thermisches Befreien die Rekombination

$$v_v^T N_v^T \gg \alpha c_i v_i N_v^T \quad (6.2.1.15)$$

Weiterhin gilt, daß die Zahl der freien Plätze um gelöste Atome herum viel größer ist, als die Zahl der durch Leerstellen besetzten Plätze

$$\alpha c_s \gg c_v^T \quad (6.2.1.16)$$

Damit reduziert sich Gleichung (6.2.1.14) im stationären Zustand d.h. $dN_v^T/dt = 0$ zu

$$N_v^T = \alpha N_v^F c_s \exp \left\{ E_B / kT \right\} \quad (6.2.1.17)$$

Nach Berücksichtigung der thermischen Defekte gemäß Gleichung (6.2.1.3) und Übergang auf atomare Konzentrationen ergibt sich

$$\frac{dc_v^{\bar{F}+T}}{dt} = K - \left[\alpha v_v^F + \alpha v_i (1 + \alpha c_s \exp \{ E_B / kT \}) \right] (c_v^{\bar{F}} c_i - c_v^{\bar{F},th} c_i^{th}) - v_v^F p_v (c_v^{\bar{F}} - c_v^{\bar{F},th}) \quad (6.2.1.18)$$

$$\frac{dc_i}{dt} = K - \left[\alpha v_v^F + \alpha v_i (1 + \alpha c_s \exp \{ E_B / kT \}) \right] (c_v^{\bar{F}} c_i - c_v^{\bar{F},th} c_i^{th}) - v_i p_i (c_i - c_i^{th}) \quad (6.2.1.19)$$

Unter der Voraussetzung eines geringen Unterschieds von p_i und p_v und der vernachlässigbaren thermischen Zwischengitteratomkonzentration c_i^{th} ergibt sich eine quadratische

Gleichung mit der Lösung

$$\Delta c_v = c_v^F - c_v^{F,th} = \frac{1}{2} \left[\left(\frac{P}{a(1 + a c_s \exp\{E_B/kT\})} + c_v^{F,th} \right) \left\{ 1 + \frac{P}{a v_v^F (1 + a c_s \exp\{E_B/kT\})} \frac{P}{a(1 + a c_s \exp\{E_B/kT\})} \right\}^{1/2} - 1 \right] \quad (6.2.1.20)$$

mit

$$c_v^{F,th} = \frac{c_v^{th}}{1 + a c_s \exp\{E_B/kT\}} \quad (6.2.1.21)$$

6.2.2 Berechnung der Schwellraten

Porenbildung und das damit verbundene volumenmäßige Schwellen unter Bestrahlung kann nur auftreten, wenn mehr als ein Senkentyp vorhanden ist. Darüber hinaus muß eine dieser Senken mehr Zwischengitteratome absorbieren als Leerstellen. Dies folgt aus der Tatsache, daß Leerstellen und Zwischengitteratome zu gleichen Anteilen während einer Bestrahlung erzeugt werden und die Rekombination gleiche Anteile vernichtet. Im Gleichgewicht muß daher auch die gleiche Anzahl beider Defekte an Senken absorbiert werden. Als solche diskriminierende Senken gelten Versetzungen /BN 70/ /B 69/. Dieser Einfluß der Senken wird durch unterschiedliche Senkenwahrscheinlichkeiten p^k berücksichtigt. Die Verlustrate von Leerstellen und Zwischengitteratomen kann damit ausgedrückt werden als

$$R_v = \gamma_v \Delta c_v p_v = \gamma_v \Delta c_v p_v^P + \gamma_v \Delta c_v \sum_{k \neq P} p_v^k \quad (6.2.2.1)$$

und

$$R_i = \gamma_i \Delta c_i p_i = \gamma_i \Delta c_i p_i^P + \gamma_i \Delta c_i \sum_{k \neq P} p_i^k \quad (6.2.2.2)$$

Die Schwellrate, d.h. die Anzahl der Leerstellen, die in der Zeiteinheit schon vorhandene Poren erreichen abzüglich der Anzahl der Zwischengitteratome, die die Poren erreichen, ergibt sich damit zu

$$\delta = \nu_v \Delta c_v P_v^P - \nu_i \Delta c_i P_i^P \quad (6.2.2.3)$$

Die Senkenwahrscheinlichkeiten setzen sich wie folgt zusammen

$$P_v = P_v^P + P_v^V + P_v^A + P_v^O \quad (.2.2.4)$$

und

$$P_i = P_i^P + P_i^V + P_i^A + P_i^O \quad (6.2.2.5)$$

dabei bedeuten:

P_i^P, P_v^P Wahrscheinlichkeit für den Verlust einer Leerstelle bzw. eines Zwischengitteratoms an Poren

P_i^V, P_v^V Wahrscheinlichkeit für den Verlust einer Leerstelle bzw. eines Zwischengitteratoms an Versetzungen

P_i^A, P_v^A Wahrscheinlichkeit für den Verlust einer Leerstelle bzw. eines Zwischengitteratoms an Ausscheidungen

P_i^O, P_v^O Wahrscheinlichkeit für den Verlust einer Leerstelle bzw. eines Zwischengitteratoms an anderen Senken, die nicht zwischen Leerstellen und Zwischengitteratomen unterscheiden

Die Tatsache, daß Zwischengitteratome an Versetzungen bevorzugt absorbiert werden, wird ausgedrückt durch

$$p_i^V = (1 + \beta) p_v^V$$

(6.2.2.6)

Damit ergibt sich nach Umformung die Schwellrate zu

$$\delta = \frac{p_v^P}{p_v} \cdot \frac{\beta p_v^V}{p_i} \cdot K \cdot S = \Delta \cdot K \cdot S$$

(6.2.2.7)

wobei S den Senkenverlustanteil bedeutet

$$S = \Delta c_v \gamma_v p_v / K$$

(6.2.2.8)

6.2.3 Berechnung der Senkenvernichtungswahrscheinlichkeit

Die Senkenvernichtungswahrscheinlichkeit p^k wird definiert als die Wahrscheinlichkeit, daß der Sprung eines Defekts zu seiner Vernichtung an der Senke des Typs k führt. Man erhält sie, indem man die Nettoverlustrate der Defekte $\gamma p^k (c_v - c_v^{th})$ integriert über das Volumen V, gleichsetzt dem Nettofluß dieser Defekte zu allen Senken des Typs k in diesem Volumen

$$\int_V \gamma p (c - c^{th}) dV = \int_A J dA$$

(6.2.3.1)

Die rechte Seite ist das Integral des Defektflusses J durch die Oberfläche A, in der alle Senken des Typs k enthalten sind. Mit dem ersten Fick'schen Gesetz folgt für eine mitt-

lere Senkenvernichtungswahrscheinlichkeit

$$p^k = \frac{\int_{R^k} D \nabla c \, dA}{V} \int_V (c - c^{th}) \, dV \quad (6.2.3.2)$$

Mit Hilfe des zweiten Fick'schen Gesetzes im stationären Gleichgewicht bei einer Produktionsrate K und dem Verlust durch Rekombination

$$\frac{dc}{dt} = 0 = D \nabla^2 c + K - B c_i c_v = D \nabla^2 c + K_{eff} \quad (6.2.3.3)$$

mit B als Rekombinationskoeffizient und dem Gauß-Theorem folgt

$$p^k = \frac{\int_V -K_{eff} \, dV}{V} \int_V (c - c^{th}) \, dV = \bar{K}_{eff} / V \bar{\Delta c} \quad (6.2.3.4)$$

Hierbei wurden in erster Näherung die Integrale durch eine mittlere effektive Defekterzeugungsrate bzw. eine mittlere Überschußkonzentration im betrachteten Volumenbereich ersetzt.

Für Poren und Korngrenzen wird Kugelsymmetrie angenommen. Die Diffusionsgleichung lautet dann

$$D \left(\frac{\partial^2 c}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial c}{\partial r} \right) + \bar{K}_{eff} = 0 \quad (6.2.3.5)$$

Mit der allgemeinen Lösung

$$c(r) = a/r + b - (\bar{K}_{eff}/6D) r^2 \quad (6.2.3.6)$$

und den Randbedingungen für Poren

$$\left(\frac{\partial c}{\partial \tau}\right)_{\tau=R} = 0$$

(6.2.3.7)

und

$$c(\tau_0) = c^{th}$$

(6.2.3.8)

folgt

$$c(\tau) = c^{th} + \frac{\bar{K}_{eff} R^2}{6D} \left[2 \left(\frac{R}{\tau_0} - \frac{R}{\tau} \right) - \left(\frac{\tau_0}{R} \right)^2 - \left(\frac{\tau}{R} \right)^2 \right]$$

(6.2.3.9)

wobei r_0 der Porenradius ist und R der Radius eines repräsentativen Volumens ist, das sich aus der Porendichte ergibt, $R = 0.5 n^{-1/3}$.

Die mittlere Überschußkonzentration $\bar{\Delta c}$ im betrachteten Volumen ergibt sich damit zu

$$\bar{\Delta c} = V^{-1} \int_V \Delta c \, dV = \frac{\bar{K}_{eff} R^2}{3D(1-\beta^3)} \cdot \frac{1}{\beta} \left\{ 1 - \frac{9}{5}\beta + \beta^3 - \frac{1}{5}\beta^6 \right\}$$

(6.2.3.10)

mit

$$\beta = \tau_0/R$$

(6.2.3.11)

Für Korngrenzen gelten die Randbedingungen

$$C(R) = C^{th} \quad (6.2.3.12)$$

$$\left(\frac{\partial c}{\partial r}\right)_{r=0} = 0 \quad (6.2.3.13)$$

Daraus folgt für

$$\bar{\Delta c} = \frac{\bar{k}_{eff} R^2}{15 D} \quad (6.2.3.14)$$

Für stäbchenförmige Ausscheidungen wird Zylindersymmetrie angenommen. Die Diffusionsgleichung im stationären Zustand hat damit die Form

$$D \left(\frac{\partial^2 c}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial c}{\partial r} \right) + \bar{k}_{eff} = 0 \quad (6.2.3.15)$$

Die Randbedingungen sind

$$C(r_0) = C^{th} \quad (6.2.3.16)$$

und

$$\left(\frac{\partial c}{\partial r}\right)_{r=R} = 0 \quad (6.2.3.17)$$

r_0 ist hierbei der Radius der Ausscheidung. R ergibt sich aus der Dichte der Ausscheidungen und ihrer mittleren Länge nach $R = 1/(2\sqrt{n_{eff}})$ mit einer effektiven Ausscheidungs-
dichte $n_{eff} = \bar{L} \times n$, wobei L die mittlere Länge der Ausscheidungen ist und n die tatsächliche Dichte.

Die Lösung der Gleichung ergibt

$$C(\tau) = C^{th} + \frac{\bar{k}_{eff} R^2}{4D} \left\{ 2 \ln \frac{\tau}{\tau_0} + \left(\frac{\tau_0}{R^2} \right)^2 - \left(\frac{\tau}{R} \right)^2 \right\} \quad (6.2.3.18)$$

Daraus folgt für die mittlere Konzentration

$$\bar{\Delta C} = \frac{\bar{k}_{eff} R^2}{4D(1-g^2)} \left\{ \ln \left(\frac{1}{g} \right) - 1 + \frac{1}{2} g^2 (3 - g^2) \right\} \quad (6.2.3.19)$$

Für Versetzungen wird ebenfalls Zylindersymmetrie angenommen mit einem festen inneren Radius $r_0 = 10^{-7} \text{ \AA} / B_{68}$ um den Versetzungskern, von dem aus spontane Vernichtung der Defekte erfolgt. Die mittlere Konzentration ergibt sich dann zu

$$\bar{\Delta C} = \frac{\bar{k}_{eff} R^2}{4D} \left\{ \ln \left(\frac{1}{g} \right) - 1 \right\} \quad (6.2.3.20)$$

wobei $g \ll 1$ angenommen wurde.

Mit Gleichung (6.2.3.4) ergibt sich damit für die Senkenvernichtungswahrscheinlichkeiten

$$P^k = 1 / \left\{ (R/b)^2 g^k(g) \right\} \quad (6.2.3.21)$$

wobei der Diffusionskoeffizient durch den Ausdruck für isotrope Diffusion ersetzt wurde

$$D = b^2 \nu / 6 \quad (6.2.3.22)$$

mit b als Sprungentfernung.

Die Funktion $g^k(\rho)$ ist abhängig von der Diffusionsgeometrie und dem Verhältnis zwischen innerem Radius der Senke und einem äußeren repräsentativen Volumen. Damit ergibt sich für Poren

$$g^p(\rho) = 2 \left\{ 1/\rho - 1.8 + \rho^2 - 0.2 \rho^5 \right\} / (1 - \rho^3)$$

(6.2.3.23)

für Korngrenzen

$$g^k(\rho) = 2/5$$

(6.2.3.24)

für Versetzungen

$$g^v(\rho) = \frac{3}{2} \left(\ln(1/\rho) - 1 \right)$$

(6.2.3.25)

für stäbchenförmige Ausscheidungen

$$g^R(\rho) = \frac{3}{2} \left\{ \ln(1/\rho) - 1 + 0.5 \rho^2 (3 - \rho^2) \right\} / (1 - \rho^2)$$

(6.2.3.26)

Zur Interpretation der Ergebnisse soll Abbildung 6.8 verwendet werden, die die Resultate für Aluminium zusammenfaßt. Man sieht, daß bei konstanter Porendichte die Senkenvernichtungswahrscheinlichkeit an Poren mit wachsendem Porendurchmesser größer wird. Bei einem bestimmten Wert für $\xi = r_0/R$ wird der Nenner der Gleichung (6.2.3.21) Null, d.h., daß das Verhältnis der Radien r_0/R nur für einen begrenzten Wertebereich definiert ist, was auch von der Geometrie anschaulich klar ist. Ebenso klar ist, daß mit steigender Porendichte die Senkenwahrscheinlichkeit steigt. Die Senkenvernichtungswahrscheinlichkeit an Versetzungen steigt mit zunehmender Versetzungsdichte, sinkt dagegen mit größer werdendem Korn.

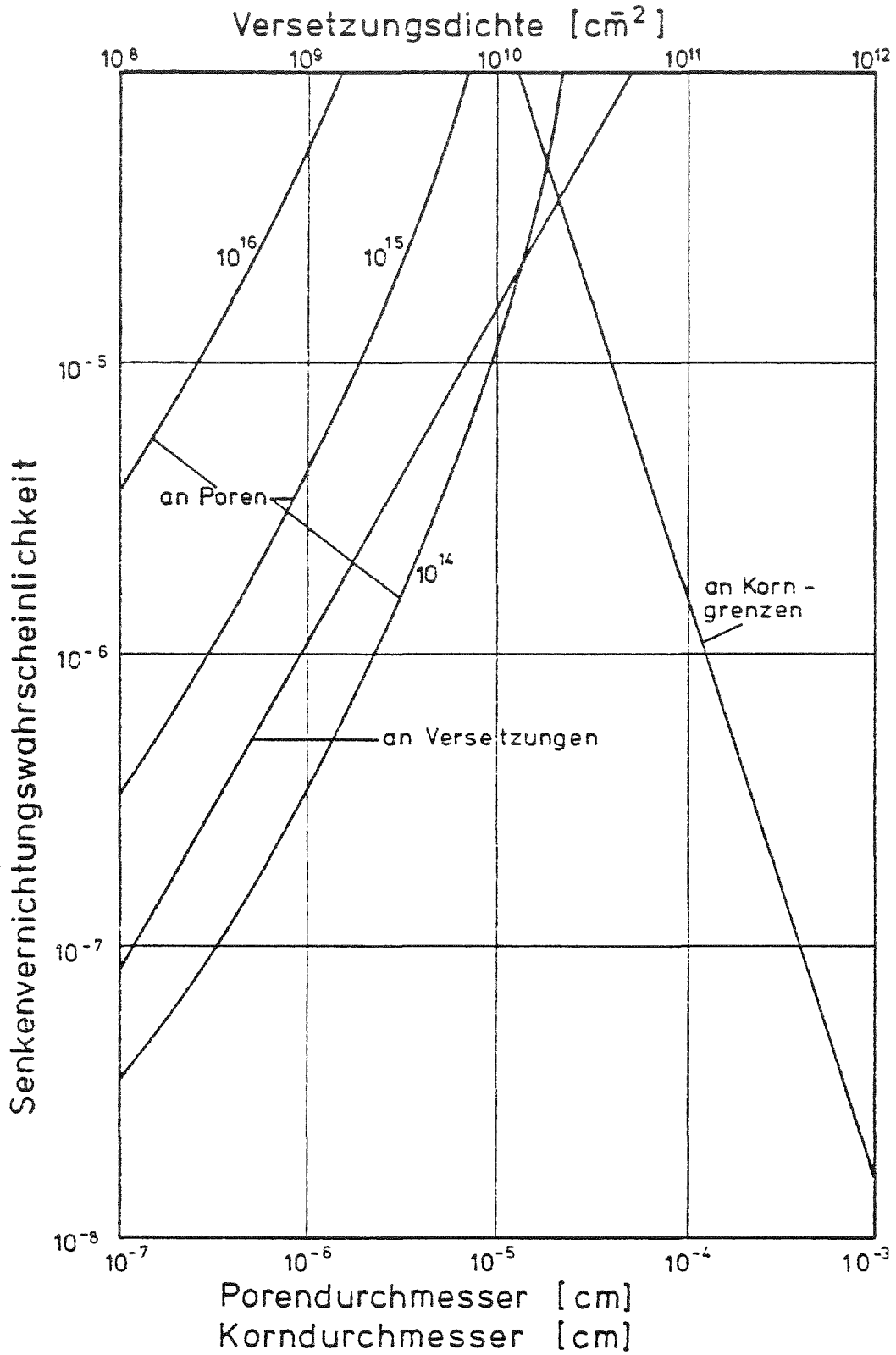


Abb. 6.8: Senkenvernichtungswahrscheinlichkeiten an Poren, Versetzungen und Korngrenzen für Aluminium

6.2.4 Ergebnisse und Diskussion

Der in den vorangegangenen Abschnitten entwickelte Formalismus wird in diesem Kapitel auf Reinstaluminium und das System AlMgSi angewendet. Dabei soll zunächst in Form einer Parameterdiskussion bei konstanten Senkenverlustwahrscheinlichkeiten für Poren, Versetzungen und Korngrenzen der Einfluß der Ausscheidungen, der gelösten Atome und der Defekterzeugungsrate diskutiert werden, um im Anschluß daran die Schwellraten mit Hilfe der aktuellen Parameter zu berechnen. Die theoretischen Ergebnisse werden mit den experimentellen Werten dieser Arbeit als auch mit Daten aus Neutronenschädigungsexperimenten verglichen. Die Tabelle 13 zeigt die in den Berechnungen verwendeten Gitterdaten für Aluminium.

Tab. 13: Gitterdaten für Aluminium

b	Sprungentfernung	2.86×10^{-8} cm	/K 69/
E^f	Bildungsenergie	0.76 eV	/SB 60/, /KM 71/
E^m	Wanderungsenergie	0.72 eV	/KM 71/
a	Rekombinationsfaktor	12	/K 69/
ν_0	Sprungfrequenzvorfaktor	10^{15} s^{-1}	/DD 58/
S	Wanderungsentropie	2.4xk	/SB 60/

Die Abbildung 6.9a und 6.9b zeigen die nach der Gleichung (6.2.1.20) berechneten Konzentrationen der freien Leerstellen mit der Bindungsenergie und der Konzentration gelöster Fremdatome als Parameter. Sowohl eine hohe Konzentration als auch eine hohe Bindungsenergie Leerstelle-Fremdatom führen zu einer Verminderung der Konzentration der freien Leerstellen und damit zu einer geringeren Leerstellenübersättigung c_v^F / c_v^{th} . Die Ergebnisse zeigen aber, daß erst ab Bindungsenergien von 0.25 eV und Konzentrationen $\geq 10^{-2}$ ein deutli-

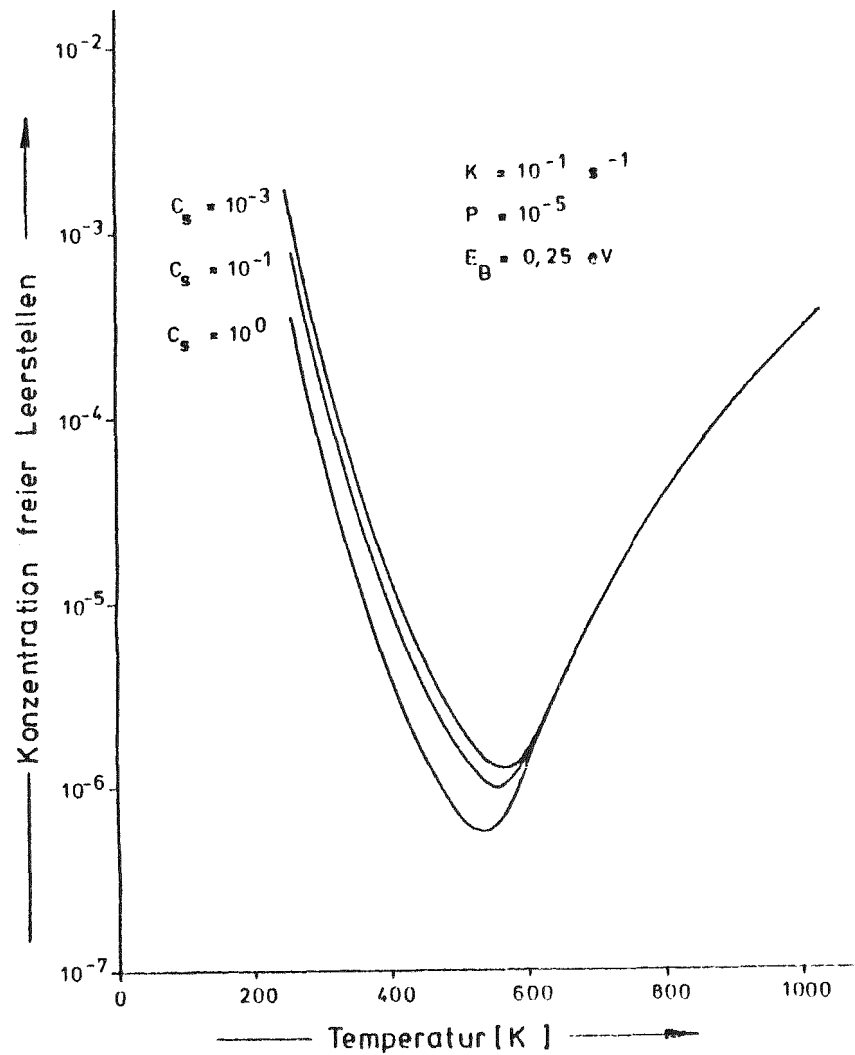


Abb. 6.9a: Einfluß der Konzentration gelöster Fremdelemente in Aluminium mit einer Bindungsenergie Leerstelle-Fremdatom von 0.25 eV auf die Konzentration der freien Leerstellen

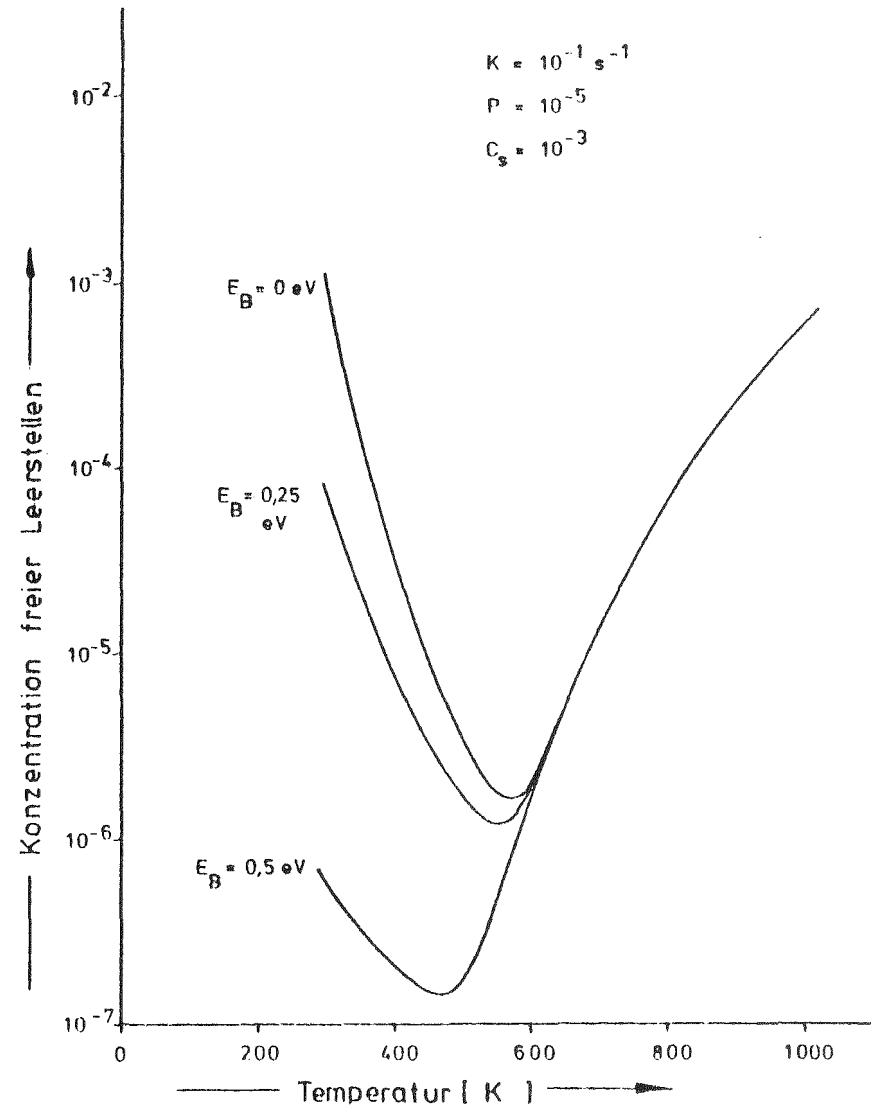


Abb. 6.9b: Einfluß der Bindungsenergie Leerstelle-Fremdatom auf die Konzentration der freien Leerstelle bei einer Konzentration von 10^{-3} at %

cher Effekt zu erwarten ist. Die Bindungsenergie im System Al-Si beträgt 0.25eV /JLSFB 71/. Die Konzentration der gelösten Siliziumatome im homogenisierten Zustand der Legierung AlMgSi beträgt 0.57 at % und im 200°C bzw. 260°C-Alterungszustand 0.058 at % bzw. 0.029 at %. Der Einfluß der in Lösung befindlichen Magnesiumatome kann in diesem Modell aufgrund der geringeren Bindungsenergie an Leerstellen vernachlässigt werden /MR 71/.

Die Abbildung 6.10a und 6.10b zeigen den Einfluß der Senkenverlustwahrscheinlichkeit und Defekterzeugungsrate auf die Konzentration der freien Leerstellen. Unter der Annahme, daß Ausscheidungen ideale Senken für Punktdefekte bilden, d.h. diese vernichten, ergibt sich für die Senkenverlustwahrscheinlichkeit p^A im Fall des 140°C-Auslagerungs Zustands etwa ein Wert von $p^A \approx 10^{-3}$. Eine hohe Dichte fein verteilter Ausscheidungen und einer damit verbundenen großen effektiven Oberfläche vermag danach die Leerstellenübersättigung deutlich zu senken.

Auch eine geringe Defekterzeugungsrate wie sie bei Neutronenschädigung in schnellen Reaktoren auftritt ($K \approx 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) führt aufgrund der geringen Zahl der erzeugten Punktdefekte zu einer niedrigen Konzentration der freien Leerstellen.

Die Abbildung 6.11a und 6.11b sowie 6.12a und 6.12b zeigen die Senkenverlustanteile S nach Gleichung 6.2.2.8, d.h. denjenigen Bruchteil der strahleninduzierten Defekte die in vorhandenen Senken vernichtet werden. Sie ist damit auch ein Maß für die in Poren annihilierten Leerstellen. Die Temperatur am Maximum ist im wesentlichen unabhängig von der Senkenverlustwahrscheinlichkeit p. Daraus folgt, daß allein mit dem Vorhandensein von Ausscheidungen eine Temperaturverschiebung des Schwellmaximums nicht erklärt werden kann. Höhere Defekterzeugungsraten verschieben das Maximum zu höheren Temperaturen, aber mit geringeren Werten. Dieses Verhalten wird am Ende dieses Kapitels eingehender diskutiert. Der Einfluß gelöster Fremdatome macht sich in einer Verschiebung zu tie-

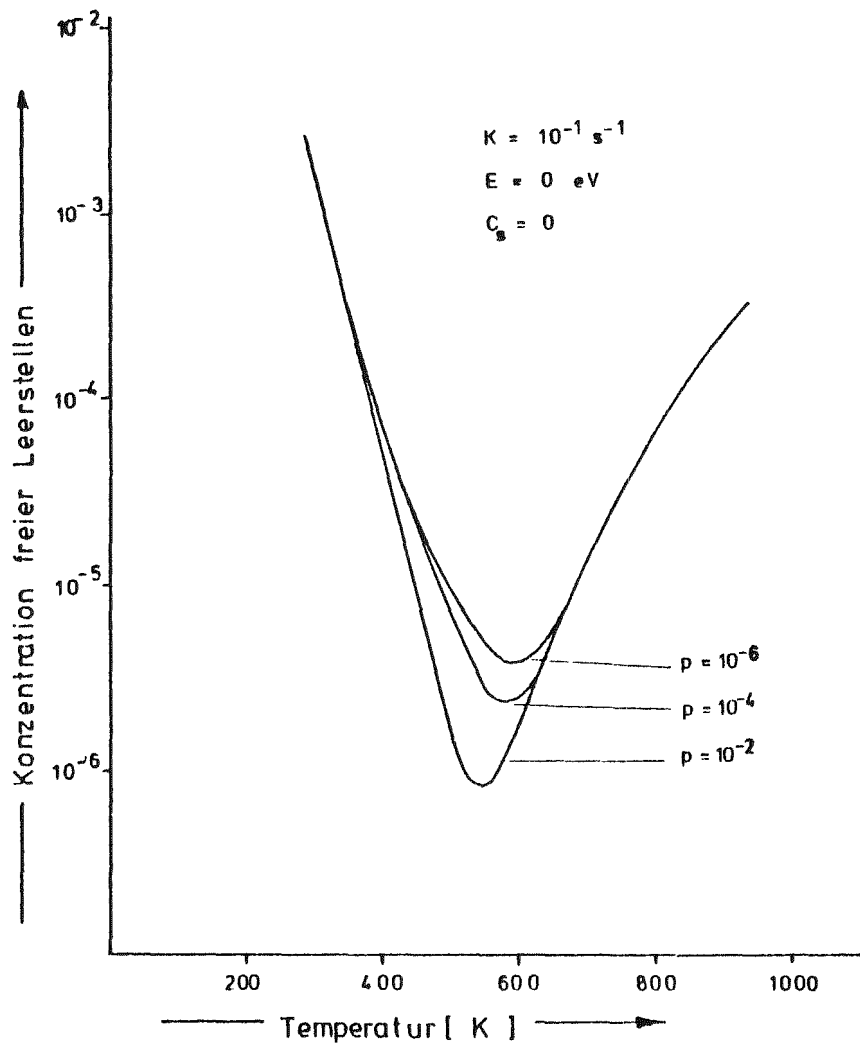


Abb. 6.10a: Einfluß der Senkenverlustwahrscheinlichkeit auf die Konzentration der freien Leerstelle

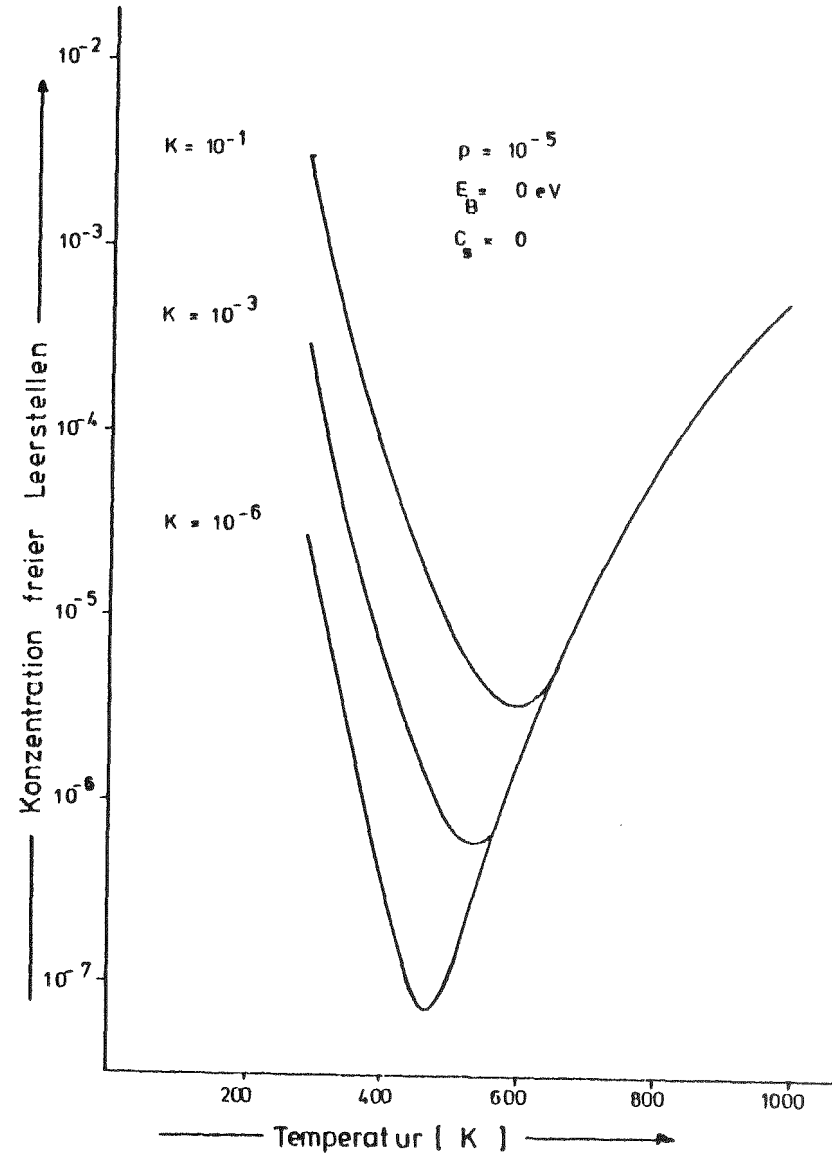


Abb. 6.10b: Einfluß der Defekterzeugungsrate auf die Konzentration der freien Leerstelle

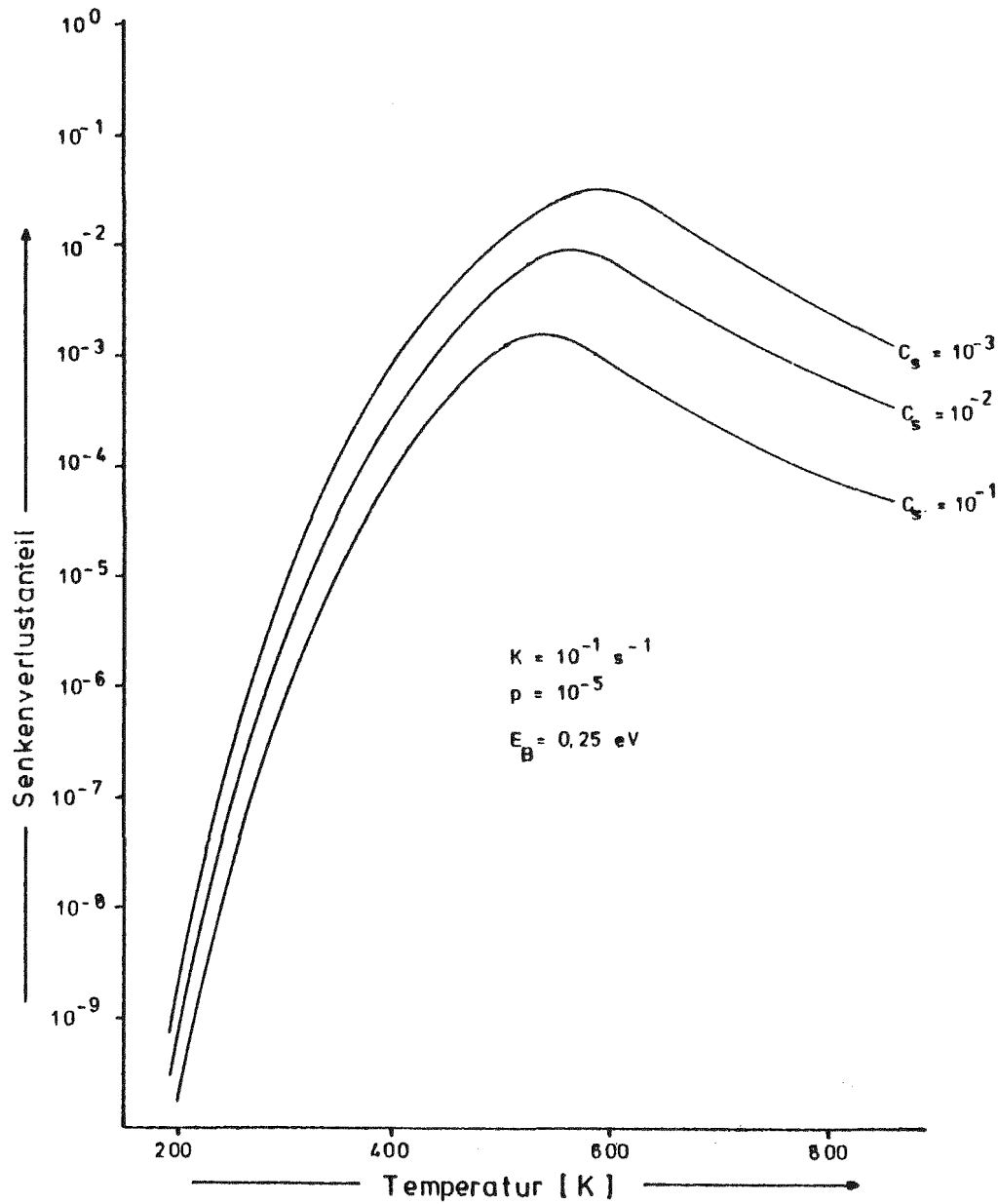


Abb. 6.11a: Einfluß der Konzentration gelöster Fremdelemente in Aluminium auf den Senkenverlustanteil

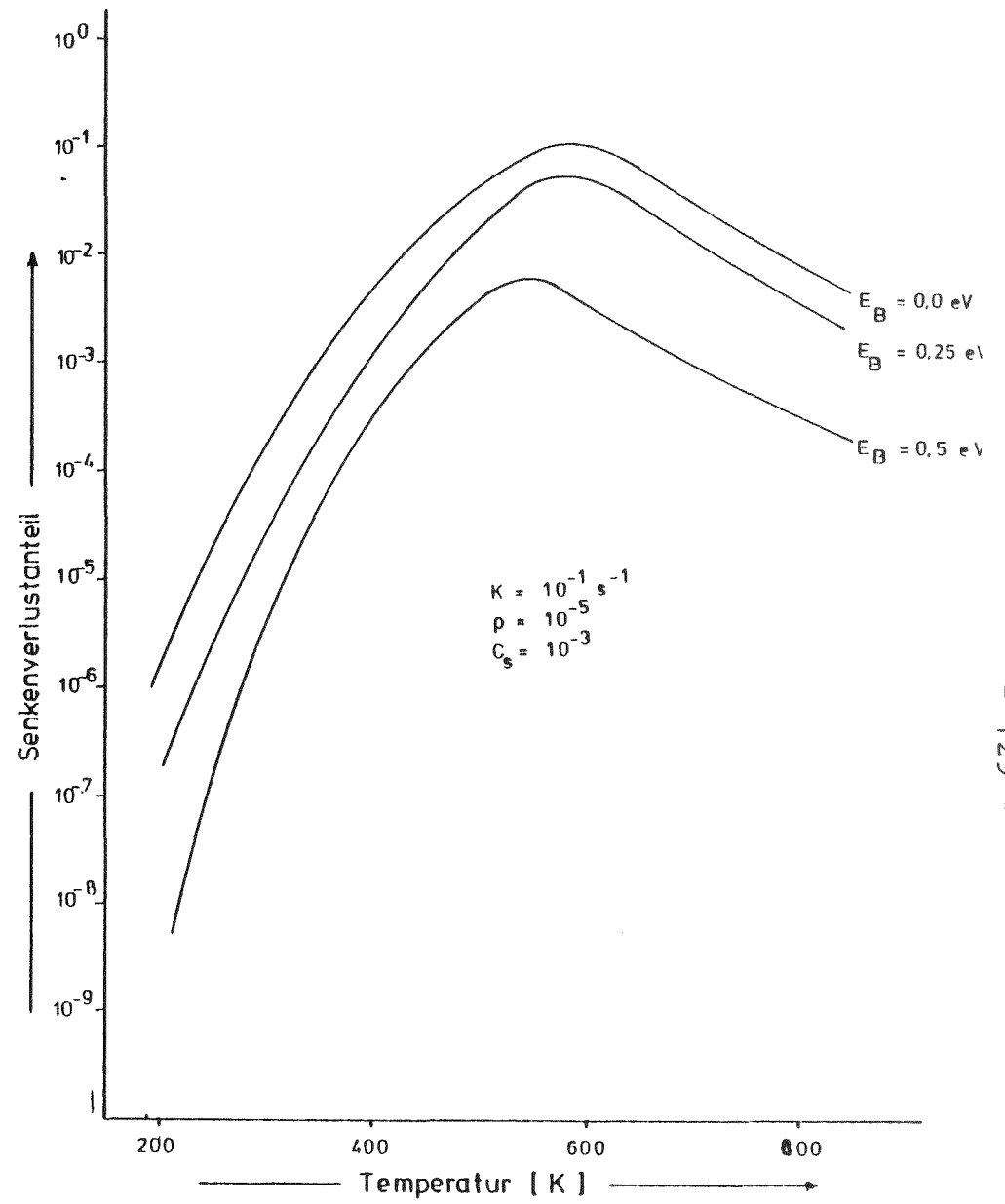


Abb. 6.11b: Einfluß der Bindungsenergie Leerstelle-Fremdatome auf den Senkenverlustanteil

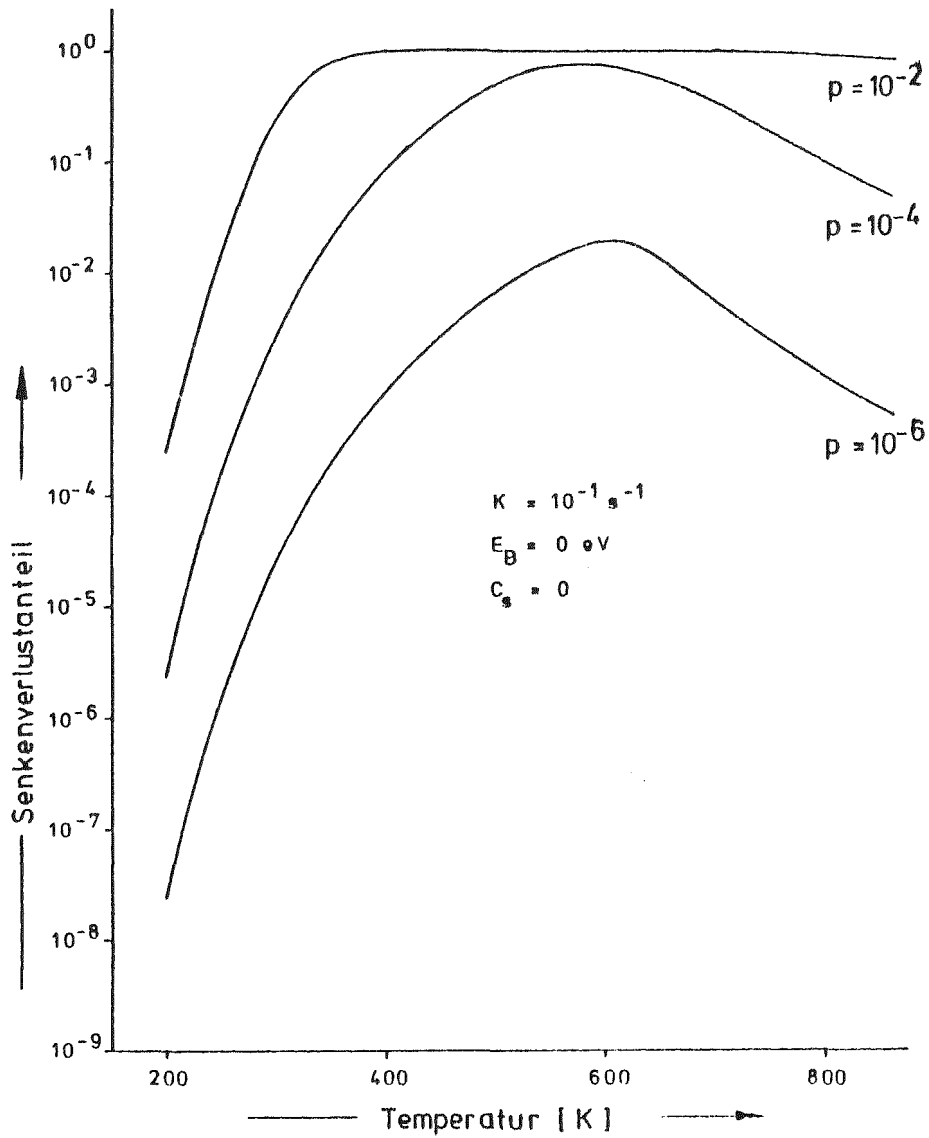


Abb. 6.12a: Einfluß der Senkenverlustwahrscheinlichkeit auf den Senkenverlustanteil

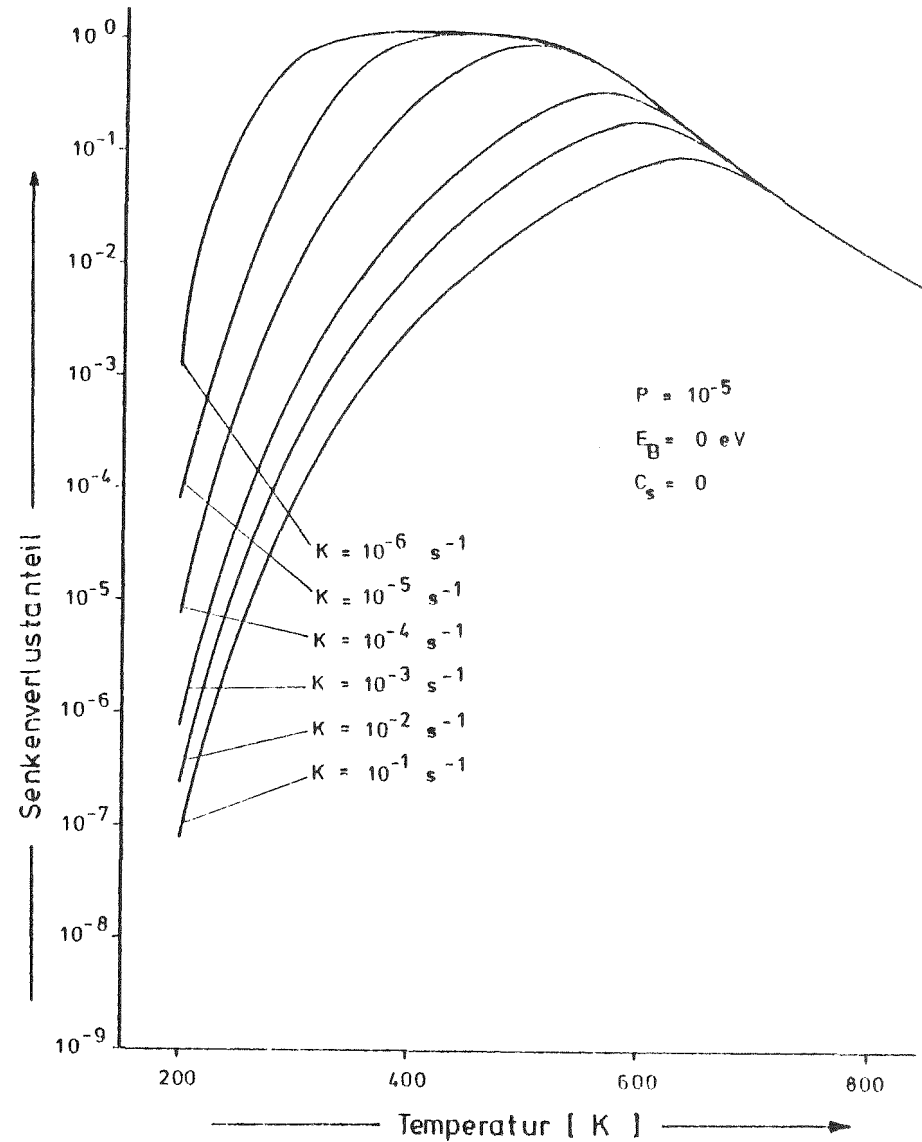


Abb. 6.12b: Einfluß der Defekterzeugungsrate auf den Senkenverlustanteil

feren Temperaturen und in einem Absenken des Maximums mit steigender Konzentration bzw. Bindungsenergie bemerkbar. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, daß die geringeren Schwellraten und die Verschiebung des Schwellmaximums im Vergleich zu Reinstaluminium bei den 200°C und 260°C-Alterungszuständen der Legierung AlMgSi eine Folge des in Lösung befindlichen Siliziums sind, während der Einfluß der Ausscheidungen und die damit verbundene höhere Senkenverlustwahrscheinlichkeit p nur zu einem Absenken des Maximums führt. Silizium in Aluminium sollte nach diesen Berechnungen ab Konzentrationen von 10^{-3} at % einen stark reduzierenden Einfluß auf die strahleninduzierte Porenbildung besitzen. Die Ergebnisse dieser Arbeit bestätigen dieses Verhalten.

Abbildung 6.13 zeigt die nach Gleichung 6.2.2.7 berechneten Schwellraten für Reinstaluminium und das System AlMgSi im 260°C- und 140°C-Auslagerungszustand mit konstanten Senkenverlustwahrscheinlichkeiten für Versetzungen, Poren und Korngrenzen und mit den aktuellen Werten für die Ausscheidungsdichten und gelösten Anteile von Silizium. Das Maximum der Schwellrate für den 260°C-Auslagerungszustand liegt tiefer als für Reinstaluminium und ist zu niedrigen Temperaturen verschoben. Die Schwellrate für den 140°C-Auslagerungszustand ist wesentlich geringer und erklärt damit das schwellresistente Verhalten dieses Alterungszustandes. Aufgrund der konstanten Senkenverlustwahrscheinlichkeiten können an dieser Abbildung aber nur Tendenzen sichtbar werden.

Die Berechnung der Schwellraten unter Einbeziehung der errechneten Senkenverlustwahrscheinlichkeiten auf Grundlage der experimentellen Ergebnisse führt zu realistischeren Kurvenverläufen (Abb. 6.14). Die Maximalwerte der errechneten Schwellraten fallen nahezu mit der experimentell in dieser Arbeit ermittelten maximalen Volumenänderung zusammen. Abbildung 6.15 zeigt die experimentell ermittelte Volumenänderung $\Delta V/V$ in Prozent für Reinstaluminium im Vergleich zu den errechneten Schwellraten auf 1 normiert. Die berechneten Maxi-

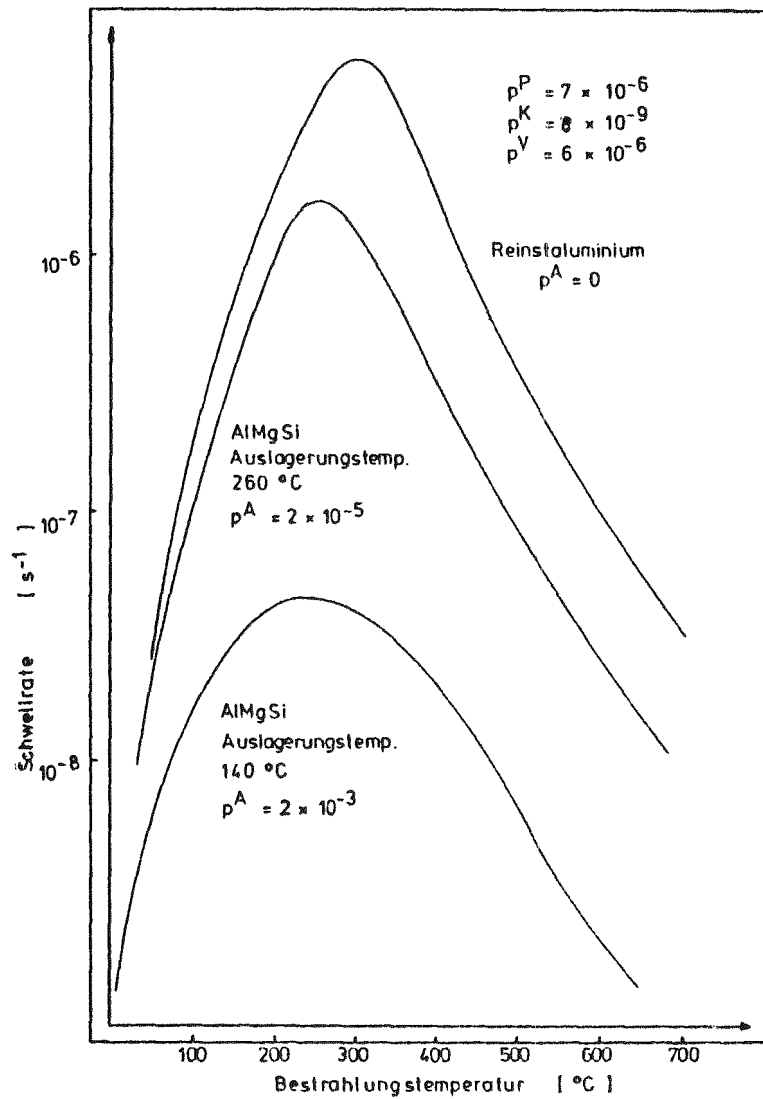


Abb. 6.13 : Berechnete Schwellraten für konst. Senkenverlustwahrscheinlichkeiten in Abhängigkeit der Ausscheidungsstruktur als Funktion der Temperatur

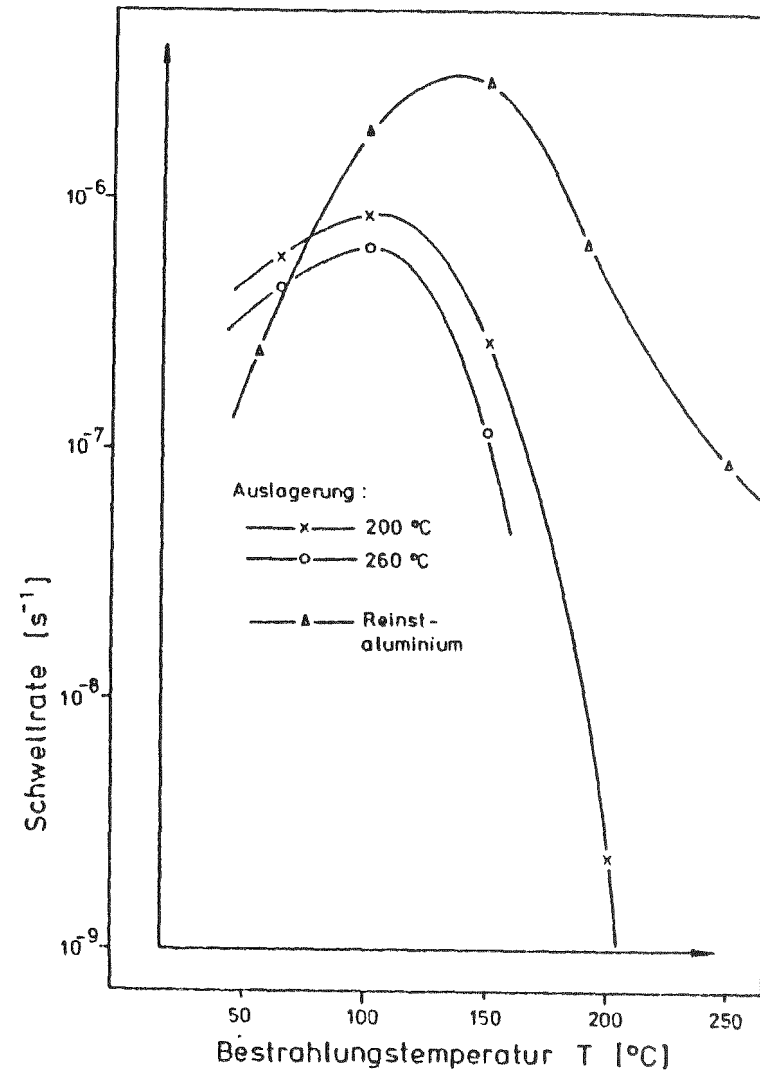


Abb. 6.14: Berechnete Schwellraten für die aktuellen Senkenverlustwahrscheinlichkeiten für Reinstaluminium und AlMgSi als Funktion der Bestrahlungstemperatur

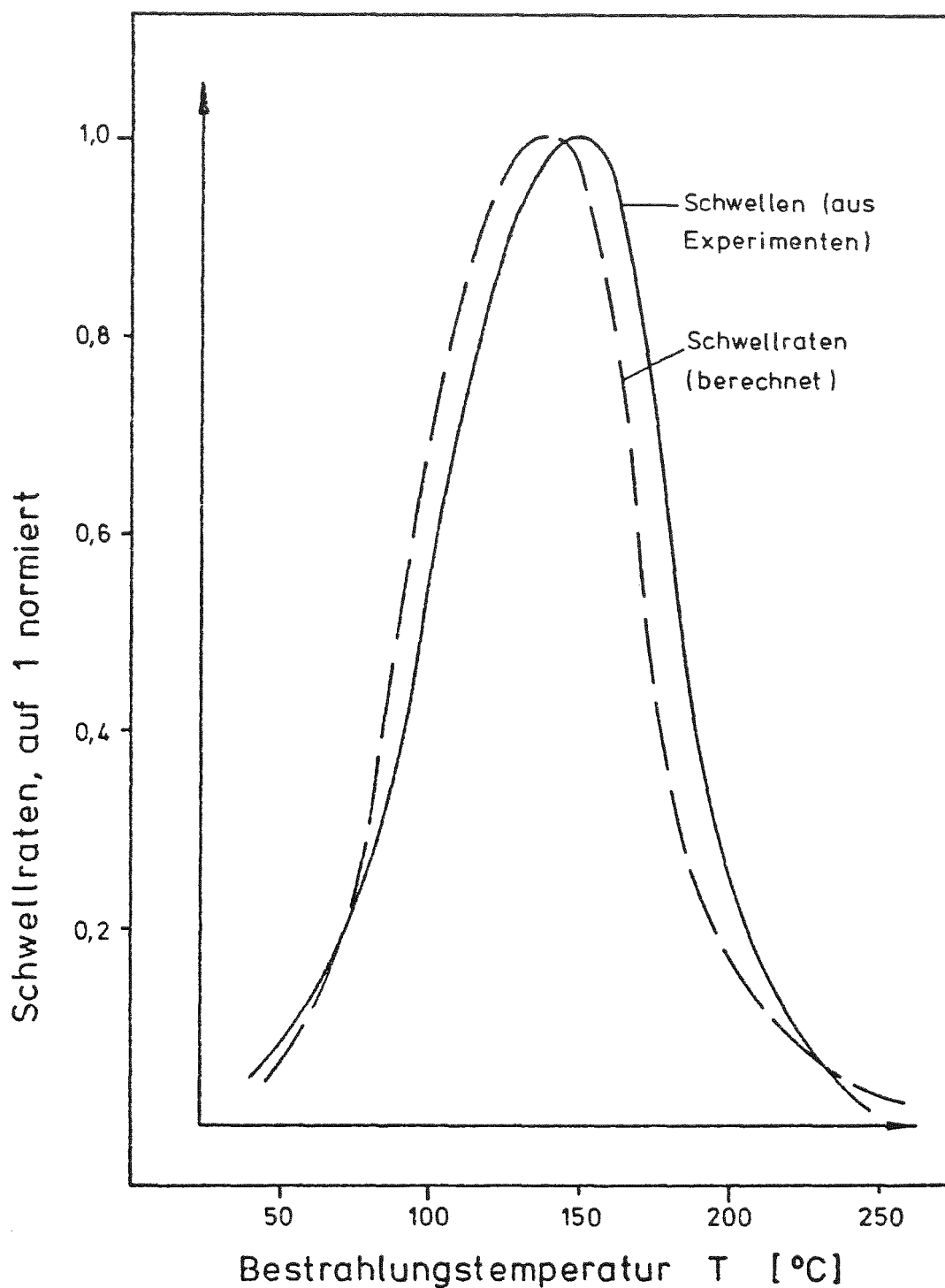


Abb. 6.15: Vergleich der Temperaturabhängigkeit des beobachteten Schwellens in Aluminium mit den berechneten Schwellraten nach der Theorie von Wiedersich /W 75/ mit aktuellen Senkenverlustwahrscheinlichkeiten. Die Kurven sind auf Bruchteile der Maximalwerte bezogen

malwerte für Reinstaluminium liegen danach bei 140°C und für das System AlMgSi bei etwa 100°C im 200°C bzw. 260°C Auslagerungszustand im Vergleich zum experimentell ermittelten Wert von 75°C . Die Berechnungen liegen damit in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen.

Mazey und Mitarbeiter konnten zeigen, daß in einer AlMg-Legierung nach Bestrahlung mit Al-Ionen bis zu 200 Verlagerungen pro Atom keine Porenbildung auftritt /MBB 76/. Der theoretische Ansatz von Wiedersich /W 75/ kann diesen Effekt aufgrund der geringen Bindungsenergie nicht erklären. Mazey und Mitarbeiter vermuten einen effektiven Leerstellenausheilmechanismus, der an kleinen, möglicherweise während der Bestrahlung gebildeten, Ausscheidungen auftritt. Elektronenmikroskopische Untersuchungen dieser Arbeit gaben aber keinerlei Hinweise auf das Vorhandensein während der Bestrahlung gebildeten Vorausscheidungen.

Venker und Ehrlich /VE 76/ nehmen an, daß die partiellen Diffusionskonstanten einen maßgeblichen Einfluß auf das schwellresistente Verhalten haben. Sie konnten zeigen, daß zahlreiche Legierungen mit Fremdelementen hoher Beweglichkeit kein oder geringeres Schwellen bei Bestrahlung mit Neutronen zeigen. Das porenresistente Verhalten des homogenisierten Zustands der Legierung AlMgSi mit relativ hohen gelösten Anteilen von Magnesium und Silizium als auch die Ergebnisse von Mazey und Mitarbeitern stützen diese Annahme. Abbildung 6.16 zeigt die partiellen Diffusionskonstanten für Magnesium und Silizium in Aluminium im Vergleich zur Selbstdiffusion.

Das porenresistente Verhalten des 140°C -Auslagerungszustands mit einer hohen Dichte sehr kleiner Ausscheidungen und sehr geringen Anteilen gelöster Magnesium- und Siliziumatome läßt sich aber eindeutig auf das Vorhandensein dieser Ausscheidungen zurückführen. Es wird angenommen, daß nicht nur die Kohärenz sondern auch die große effektive Oberfläche dieser fein verteilten Ausscheidungen maßgeblich für die Reduzierung der Konzentration der freien Leerstellen verantwortlich sind.

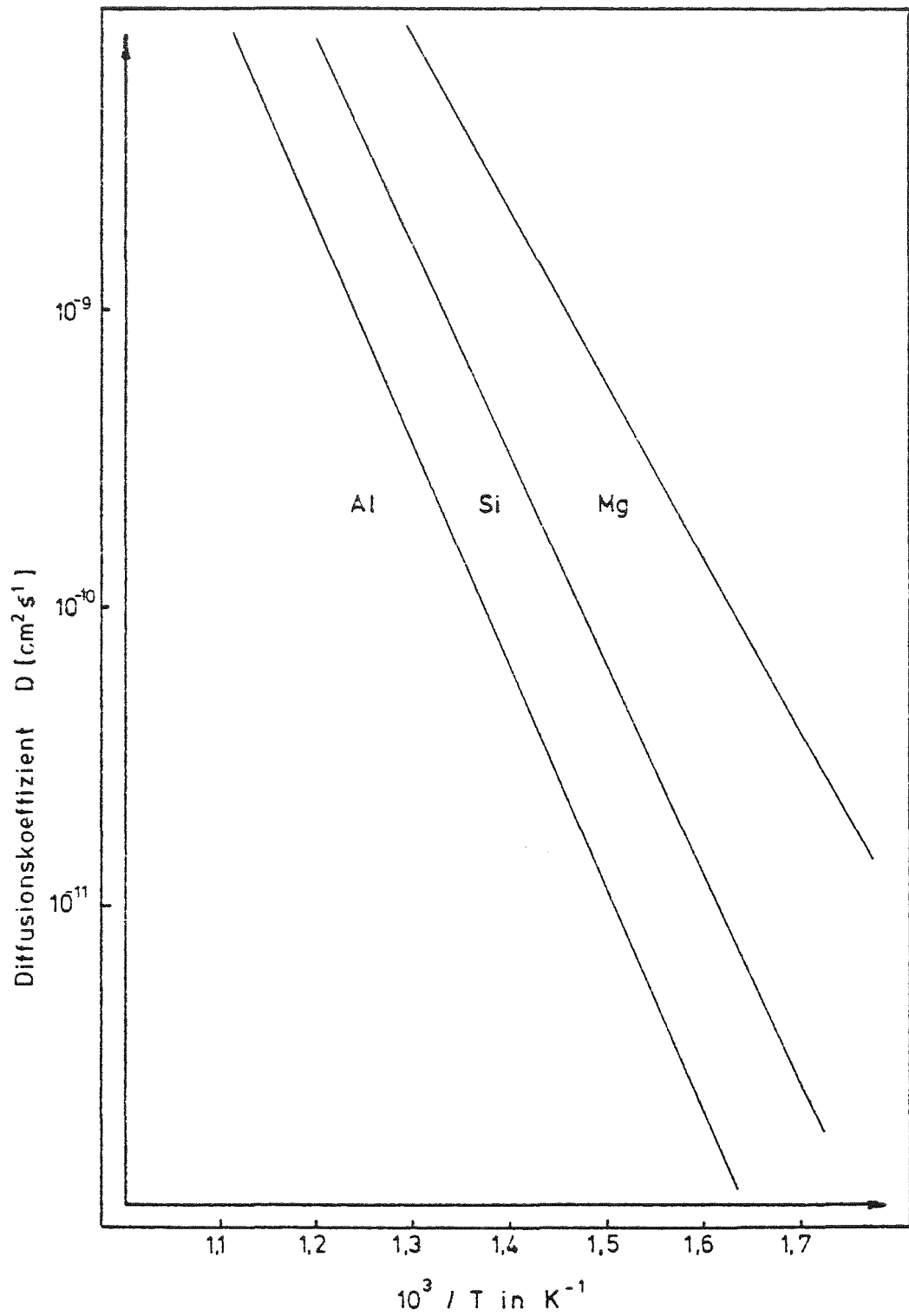


Abb. 6.16: Temperaturabhängigkeit der Fremddiffusion von Magnesium und Silizium in Aluminium nach /B 72/

Eines der wesentlichen Ziele der Schwerionenbestrahlung von Metallen ist die Simulation der Effekte von Hochfluß-neutronenbestrahlungen in sehr kurzer Zeit. Die in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse in hochreinem Aluminium sollen daher mit Daten aus Neutronenschädigungsexperimenten von Adda /A 71/, Stiegler /S 71/ und Packan /P 71/ verglichen werden. Tabelle 14 zeigt die Werte der Reaktorbestrahlungen.

Bestrahlungstemperatur	Dosis	Schwellen	Porenkonzentration	Mittlerer Porendurchmesser	Referenz
[°C]	[n cm ⁻²]	[%]	[cm ⁻³]	[Å]	
55	5x10 ²⁰	0.15	2x10 ¹⁴	240	/A 71/
55	5x10 ²⁰	0.19	1.1x10 ¹⁴	299	/P 71/
55	1.6x10 ²¹	0.86	3.9x10 ¹⁴	329	/P 71/
125	2x10 ²¹	0.6	2.8x10 ¹⁴	700	/S 71/
150	2x10 ²¹	0.4	1.2x10 ¹²	1700	/S 71/
220	5x10 ²⁰	0.1	10 ¹³	570	/A 71/
250	5x10 ²⁰	0	0	0	/A 71/

Tab. 14: Einfluß der Bestrahlungstemperatur auf das Schwellen in Neutronen-bestrahltem Aluminium

Das Schwellen als Funktion der Temperatur nach Neutronenbestrahlungen bei einer Dosis von etwa 10²¹ n cm⁻² ist zusammen mit den Ergebnissen dieser Arbeit in Abbildung 5.29 auf Seite 63 dargestellt. Das Maximum des Schwellens bei Ionenbestrahlung ist zu höheren Temperaturen verschoben, wie es auch für größere Defekterzeugungsraten erwartet wird /BB 72/. Auch die theoretischen Berechnungen dieser Arbeit nach Wiedersich /W 75/ zeigen eine Temperaturverschiebung der Schwellraten zu höheren Temperaturen mit zunehmender Defekterzeugungsraten (siehe Abb. 6.12b). Die sich hierbei ergebende Verschiebung beträgt 180 K bei einer Defekterzeugungsraten von 2.75x10⁻⁶ s⁻¹ für Neutronen (EBR II /KS 72/) und 0.08 s⁻¹ für Ionen (diese Arbeit). Die experimentell

bestimmte Temperaturverschiebung ergibt sich zu etwa 100 K. Auch die Maximalwerte der Schwellraten liegen bei höheren Temperaturen als das experimentell ermittelte Schwellmaximum. Diese Diskrepanzen lassen sich auch auf die modelltheoretischen Ansätze zurückführen, bei denen nur Wachstumsprozesse berücksichtigt werden /W 75/. Bei hohen Temperaturen wird aber die Keimbildung stark reduziert /R 71/. Die theoretischen Kurven der Schwellraten werden also bei hohen Temperaturen zu große Werte aufweisen.

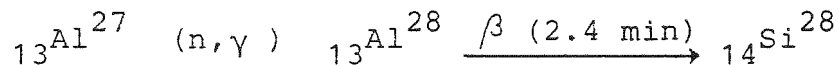
Wie Abbildung 5.29 zeigt, liegen die experimentell ermittelten Schwellwerte nach Neutronenbestrahlung im Gegensatz zu Ionenbestrahlung bei vergleichbarem dpa-Wert um etwa einen Faktor 10 höher. Unter der vereinfachenden Annahme, daß die Senkenverlustwahrscheinlichkeiten durch die Bestrahlung nicht geändert werden, kann die Lage des Maximums der berechneten Schwellraten mit dem der experimentell ermittelten Schwellwerte verglichen werden. Abbildung 6.12b zeigt den Einfluß der Defekterzeugungsrate auf den Senkenverlustanteil. Die Wachstumsrate ist unter den genannten Voraussetzungen eine lineare Funktion des Senkenverlustanteils (siehe Formel 6.2.2.7). Man sieht, daß der Senkenverlustanteil und damit auch die Wachstumsrate bei Bestrahlung mit Neutronen um den Faktor 10 höher liegt als nach Ionenbeschuß. Von ähnlichen Ergebnissen im Kupfer berichtet auch Adda /A 71/.

Diese gute Übereinstimmung zwischen Theorie und experimentellen Ergebnissen ist auch ein Hinweis darauf, daß Oberflächendefekte während der Bestrahlung in Aluminium keine übermäßige Rolle spielen sollten, da sie auch im theoretischen Ansatz unberücksichtigt bleiben.

Die Ergebnisse zeigen, daß der Vergleich von Neutronenschädigungsexperimenten und Ionensimulationsexperimenten nicht allein über die allgemein verwendete Angabe von dpa-Werten erfolgen darf.

7. Ausblicke

Die Untersuchung des Einflusses von Ausscheidungen auf die strahleninduzierte Porenbildung wird erschwert durch die in jedem Fall vorhandenen gelösten Legierungselementen. Bei Neutronenschädigungsexperimenten entsteht zusätzlich aufgrund der Reaktion



Silizium. Dies führt bei Bestrahlung von AlMg zu fein verteilten kohärenten Ausscheidungen des Typs Mg_2Si , wonach bei dieser Legierung keine Porenbildung beobachtet werden konnte. Die Ionensimulationsversuche sollten daher gezielt auf binäre Legierungen erweitert werden. Hierbei sollten vor allem der Einfluß der Bindungsenergie Leerstelle-Fremdatom, der Einfluß der Konzentration der gelösten Elemente und der partiellen Diffusionskonstanten näher untersucht werden.

Geeignete Legierungen mit niedrigen Bindungsenergien wären AlCu, AlAg, AlMg und AlZn. Magnesium, Silber und Zink sind in Aluminium relativ schnell diffundierende Elemente, während die Diffusion von Kupfer vergleichbar der Selbstdiffusion ist. Für mittlere Bindungsenergie, aber sehr kleiner Diffusionskonstanten, bieten sich Mangan und Chrom in Aluminium an. Hohe Bindungsenergien und große partielle Diffusionskonstanten haben Silizium und Germanium in Aluminium. Tabelle 15 und Abbildung 6.17 zeigen die Werte für Bindungsenergien Leerstelle-Fremdatom bzw. für Fremddiffusion in Aluminium.

Die Untersuchung der strahleninduzierten Porenbildung in den genannten Legierungen mit unterschiedlichen Konzentrationen würde eine differenzierte Trennung und Wichtung der einzelnen Einflüsse ermöglichen und damit zu einem besseren Verständnis des Einflusses von Ausscheidungen führen.

Tab. 15: Bindungsenergien Leerstelle-Fremdatom in Aluminium

gelöstes Element	Bindungsenergie /eV/	Referenz
Cu	0	/MR 71/
Ag	0.08	/MR 71/
Mg	0	/MR 71/
Zn	0.06	/MR 71/
Ge	0.33	/MR 71/
Si	0.25	/JLSFB 71/

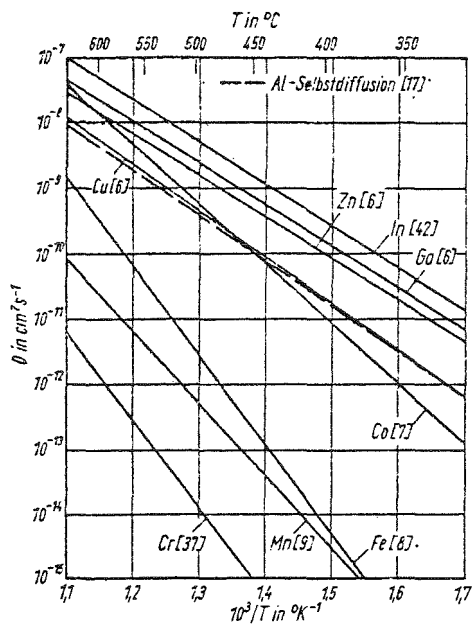


Abb. 6.17: Temperaturabhängigkeit der Fremddiffusion in Aluminium (nach Bergner /B 72/)

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, daß Ausheileneffekte nach Beendigung der Bestrahlungen bei Temperaturen über 150°C in Aluminium einen wesentlichen Einfluß haben. Der prinzipielle Aufbau der verwendeten Bestrahlungseinrichtung gestattet aber keine wesentliche Verkürzung der Abkühlzeiten. Eine Bestrahlungskammer mit Schleusensystem, bei dem nur die jeweils bestrahlte Probe aufgeheizt wird und nach Beendigung der Bestrahlung sofort mit flüssigem Stickstoff auf Raumtemperatur oder tiefer abgekühlt werden kann, wurde nach dem Prinzip des Diawechselmechanismus konzipiert, konnte aber im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr zum Einsatz kommen. Die Bestrahlungseinrichtung gestattet Experimente im Temperaturbereich von $\sim -150^{\circ}\text{C}$ bis 800°C . Die Strahldiagnose wurde wesentlich verbessert.

Literaturverzeichnis

- /A 71/ Y. Adda in Ref. /CI 71/ Seite 31
- /AW 73/ K.W. Appleby, U.E. Wolff, Am. Soc. Test. Mater. Spec. Publ. No 529, 122-136 (73), ASTM - SP - 529
- /AB 61/ O. Almen, G. Bruce, Nucl. Instr. Meth. 11 (1961) 279
- /B 40/ J. Bardeen, J. Appl. Phys. 11 (1940) 88
- /B 52/ H. Brooks, Metal Interfaces A.S.M. Cleveland, (1952) 20
- /B 68/ H. Böhm, Einführung in die Metallkunde B. I. Mannheim Bd. 196
- /B 69/ R. Bullough, AERE Report TP - 375 (1969)
- /B 72/ D. Bergner, Neue Hütte 17, 12 (1972) 705
- /B 75/ A. D. Brailsford, J. Nucl. Mater. 56 (1971) 7
- /BB 72/ A. D. Brailsford, R. Bullough, J. Nucl. Mater. 44 (1972) 121
- /BBC 71/ K. Q. Bagley, J. I. Bramman, C. Cawthorne in Lit. /PLN 71/ Seite 1
- /BCFS 71/ J. I. Bramman, C. Cawthorne, E. J. Fulton, W. D. J. Sinclair in Lit. /PLN 71/ Seite 27
- /BEP 70/ R. Bullough, B. L. Eyre, R. C. Perrin, Nucl. Appl. Technol. 9 (1970) 345

- /BH 60/ J. A. Bailey, P. B. Hirsch, Phil. Mag. 5
(1960) 485
- /BK 63/ H. Borchers, M. Kainz, Metall 17, 5 (1963)
- /BN 70/ R. Bullough, R. C. Newman, Rep. Prog. Phys.
33 (1970) 101
- /CC 68/ G. Carter, J. Colligon, Ion Bombardement of
Solids (Heimann, London)
- /BC 73/ E. Cyrener, D. Bergner, Neue Hütte 18, 6
(1973) 356
- /CF 66/ C. Cawthorne, E. J. Fulton, Nature 216 (1967)
- /CFBLS 71/ C. Cawthorne, E. J. Fulton, I. J. Bramman,
G. A. B. Linekar, R. M. Sharpe in Lit.
/PLN 71/ Seite 35
- /CI 71/ J. W. Corbett, L. C. Ianniello (Hersg.)
Radiation Induced Voids in Metals, Albany N.Y.
USA (1971) AEC Symposium Series (Conf. 710601)
- /CT 68/ D. A. Channing, J. A. Turnbull, (1968) C.E.G.B.
Berkeley Nucl. Lab. Rep. RD/B/N 1114
- /DD 58/ G. J. Dienes, A. C. Damask, J. Appl. Phys.
29, 12 (1958)
- /DFNS 73/ G. Dearnaley, J. H. Freeman, R. S. Nelson,
J. Stephen: Ion Implantation Defects in
Crystalline Solids Vol. 8 (1973) 108
Am. Elsevier Publishing Company
- /ER 74/ K. Ehrlich, G. Raule, European Conference on
Irradiation Behaviour and Core Component
Materials, Karlsruhe (1974)

- /F 72/ A. J. E. Foreman, Rad. Eff. 14 (1972) 175
- /FHWKJ 72/ K. Farrell, J. T. Houston, A. Wolfenden, R. T. King, A. Jostsons in Lit /CI 71/ Seite 376
- /FKJ 73/ K. Farrell, R. T. King, A. Jostsons, ORNL - TM 4139
- /GH 48/ A. H. Geisler, J. K. Hill, Acta Cryst. 1 (1948) 238
- /GJ 74/ P. Giesecke, B. Jahnke, GSI Bericht PB - 2 - 74
- /GM 71/ H. Gömer, S. Marx, Aluminium Handbuch VEB - Verlag Technik, Berlin (1971)
- /HB 71/ P. R. Huebotter, T. R. Bump in Lit. /CI 71/ Seite 84
- /HF 71/ J. T. Houston, K. Farrell, J. Nucl. Mater. 40 (1971) 225
- /HL 71/ S. D. Harkness, C. Y. Li, Met. Trans. 2 (1971) 1457
- /HO 54/ J. G. Helmke, H. J. Orthmann, Optik 11 (1954) 12
- /HMN 71/ J. A. Hudson, D. J. Mazey, R. S. Nelson in Lit. /PLN 71/ Seite 215
- /HS 52/ H. Hanemann, A. Schrader: Ternäre Legierungen des Aluminiums. In: Atlas Metallographicus Bd. 3, Teil 2, Seite 216, 1952. Verlag Stahl Eisen, Düsseldorf
- /J 72/ M. H. Jacobs, Phil. Mag. 26 (1972) 1
- /JD 67/ P. Jespergard, J. A. Davies, Can. J. Phys. 45 (1967) 2983
- /JL 72/ A. Jostsons, E. L. Long, Rad. Eff. 16 (1972) 83

- /JLSFB 71/ A. Jostons, E. L. Long, J. O. Stiegler,
K. Farrell, D. N. Braksi in ORNL - TM - 3494
- /K 69/ C. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik,
Seite 742. Oldenburg Verlag, München 1969
- /K 75/ D. Kaletta, pers. Mitteilung
- /KB 73/ G. L. Kulcinsky, J. L. Brimhall. In: Effects
of radiation on substructure and mechanical
properties of metals and alloys. Seventy-fifth
annual meeting, American Society for Testing
and Materials, Los Angeles, Calif. 25-30 June
1972, ASTM Special Technical Publication 529
- /KFR 73/ R. T. King, K. Farrell und A. E. Richt:
Symposium on Materials Performance in Operating
Nuclear Systems, Ames, Iowa, August 28-30, 1973,
M. S. Wechsler und W. H. Smith, eds., Seite 133-
152, CONF-730801, Ames Laboratory, Iowa State
University, Ames, Iowa, 1973
- /KJF 72/ R. T. King, A. Jostsons, K. Farrell:
Symposium on the effects of radiation on struc-
tural materials, Los Angeles, Calif, USA,
26-28 June 1972
- /KM 71/ H. Kimura, R. Maddin:
Quench Hardening in Metals [Defects in Crystalline
Solids, Vol. 3, 1971] North-Holland Publishing
Company Amsterdam
- /KN 63/ A. Kelley, R. B. Nicholson, Progress in Materials
Science 10 (1963) 151
- /KP 55/ G. H. Kinchin, R. S. Pease, Pep. Progr. Phys.
18,1 (1955)
- /KW 71/ J. I. Katz, H. Wiedersich, J. Chem. Phys.
55 (1971) 1414
- /L 64/ V. Levy: CEA-R 2431 (1964)

- /LNS 68/ J. Lindhard, V. Nielsen, M. Scharff,
Matt. Fys. Medd 36, 10 (1968)
- /LSS 63/ L. Lindhard, M. Scharff, H. Schiøtt,
Mat. Fys. Medd Dansk. Vid. Selsk. 30, 10 (1963)
- /M 71/ M. J. Makin: AERE-R 6957 (1971)
- /MJ 36/ N. F. Mott und H. Jones, Theory of the
Properties of Metals and Alloys, Oxford (1936)
- /MBB 75/ D. J. Mazey, R. Bullough, A. D. Brailsford,
J. Nucl. Mat. 62 (1976) 73
- /MM 74/ R. M. Mayer, E. T. Morris, European Conference
on Irradiation Behaviour and Core Component
Materials Karlsruhe (1974)
- /MR 71/ N. H. Marck, J. S. Rousseau, Crystal Lattice
Defects 2 (1971) 1
- /N 72/ D. I. R. Norris, Rad. Effects 15 (1972)
- /N 63/ J. F. Nankivell, Optik 20, 4, (1963)
- /NMH 71/ R. S. Nelsen, D. J. Mazey, J. A. Hudson
in Lit. (CI 71) Seite 430
- /P 71/ N. H. Packan, J. Nucl. Mater. 40 (1971) 1
- /PB 70/ N. H. Packan, D. N. Braski, J. Nucl. Mater.
34 (1970) B 307
- /PF 66/ C. Panseri, T. Federighi, J. Inst. Metals
94 (1966) 99
- /PLN 71/ S. F. Pugh, M. H. Loretto, D. I. R. Norris
(Hersg.), Voids Formed by Irradiation of
Reactormaterials Reading U. K. 1971 British
Nuclear Energie Society
- /PROC 75/ Proceedings of the International Conference
on Fundamental Aspects of Radiation Damage
in Metals, Gatlinburg, Tennessee 1975

- /PRS 66/ D. W. Pashley, J. W. Rhodes, A. Sendorek,
J. Inst. Metals 94 (1966) 41
- /R 62/ C. Reale, Physics Letters 2, 268 (1962)
- /R 67/ L. Reimer, Elektronenmikroskopische Unter-
suchungs- und Präparationsmethoden,
Springer Verlag (1967)
- /R 69/ M. T. Robinson, S. N. E. S. Nuclear Fusion
Reactor Conference at Culham Lab. (1969)
- /R 71/ Russel, Acta Metallurgica Vol. 19, (1971)
- /S 71/ J. O. Stiegler in Ref. /CI 71/ Seite 292
- /S 72/ P. Sigmund, Phys. Rev. Vol. 184, 2 (1969) 283
- /SB 60/ R. O. Siomons, R. B. Balluffi, Phys. Rev.
117, 1 (1960)
- /SFDBK 69/ J. O. Stiegler, K. Farrell, C. K. H. DuBose,
R. T. King, Symposium Proc. Vienna 1969,
Vol. II IAEA Vienna (STI/PUB/230)
- /SG 53/ C. S. Smith, L. Guttman, AIME Trans.,
197 (1953) 81
- /SKA 73/ E. F. Sturcken, C. W. Krapp, G. B. Alewine
Symposium on materials performance in
operating nuclear systems, M. S. Wechsler,
W. H. Smith (eds.) AMES, Iowa, August
28-30, 1973
- /SO 72/ P. Skalicky, H. Oppolzer Zeitschrift für
Metallkunde 63 (1972) 73
- /SS 556/ A. Seeger, H. Stehle, Z. Physik 146,
(1956) 242
- /SS 73/ F. A. Smidt, J. A. Sprague, Scripta Met.
Vol. 7 (1973) 495

- /SSS 62/ D. Schuhmacher, W. Schüle, A. Seeger,
Zeitschrift f. Naturforschung 17a (1962) 228
- /SU 75/ W. Schilling, H. Ullmeier GSI-72-75 Seite 8
- /T 62/ G. Thomas, J. Inst. Metals 90 (1962) 57
- /TRN 72/ J. M. Norgett, M. T. Robinson, T. M. Torrens,
A proposed standard for calculating displacement dose rates in: IAEA-Meeting, Radiation Damage Clinics, Okt./Nov. 1972, Seattle, Wash. USA
- /VB 74/ W. V. Vaidia, H. Böhm, European Conf. on Irradiation Behaviour of Fuel cladding and core component Materials, Karlsruhe 1974
- /VE 76/ H. Venker, K. Ehrlich, Inst. f. Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe, persönl. Mitteilung
- /W 72/ H. Wiedersich, Rad. Effects 12 (1972) 111
- /W 73/ L. A. Willey, Metals Handbook 8 (1973) 396
American Society for Metals, Metals Park, Ohio
- /W 75/ H. Wiedersich, Theory of defect clustering and void formation, Conf. 751160-3 (Argonne Nat. Lab. III 1975)
- /WHE 74/ W. van Witzenburg, G. Hamburg, J. D. Elen,
Voids in fast Neutron Irradiated Aluminium
RCN-74-198
- /W 74/ H. Winter, GSI-Bericht PB-1-74
- /W 75/ B. H. Wolf, GSI-Bericht PB-3-75