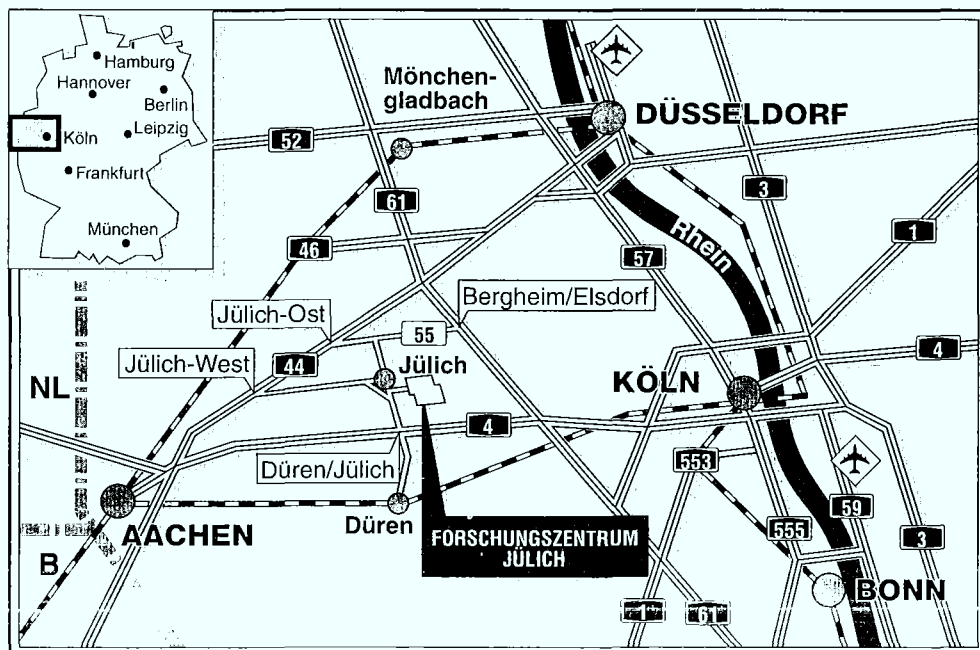


Institut für Festkörperforschung

**Mechanische Eigenschaften von
ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Quasikristallen**

Michael Feuerbacher



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 3300

ISSN 0944-2952

Institut für Festkörperforschung Jül-3300

D82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch : Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon : 02461/61-61 02 · Telefax : 02461/61-61 03 · Telex : 833 556-70 kfa d

Mechanische Eigenschaften von ikosaedrischen Al-Pd-Mn-Quasikristallen

Michael Feuerbacher

Inhalt

Einleitung	1
1. Quasikristalle	3
1.1 Einführung	3
1.2 Konstruktion quasiperiodischer Gitter	5
1.3 Reale Quasikristalle, Al-Pd-Mn	9
Struktur	9
Züchtung von Al-Pd-Mn Einkristallen	10
1.4 Defekte in Quasikristallen	12
Phason- und Phonondefekte	12
Versetzen	15
1.5 Bemerkungen zur Plastizität von Quasikristallen	15
2. Elastische und anelastische Eigenschaften von Quasikristallen	17
2.1 Elastische und anelastische Prozesse	17
2.2 Theoretische Grundlagen der anelastischen Verformung	17
2.3 Experimentelle Methoden	20
2.3.1 Probenpräparation	20
2.3.2 Meßapparaturen	20
2.3.3 Meßprozedur	22
2.4 Experimentelle Ergebnisse	23
2.4.1 Spektrum	23
2.4.2 Elastische Konstanten	25
2.4.3 Innere Reibung	27
Bestimmung der Relaxationsparameter	27
Auswertung der Form der Relaxationsmaxima	28
2.5 Diskussion	29
Elastische Konstanten	29
Innere Reibung	30
3. Plastische Eigenschaften von Quasikristallen: Makroskopische Untersuchungen	35
3.1 Plastische Verformung: Grundlagen der Theorie	35
Versetzen und Plastizität	35
Thermische Aktivierung	36
Thermodynamik	37
Meßgrößen	39
Anwendung der Methoden im Falle der Quasikristalle	40
3.2 Experimentelle Methoden	41
3.2.1 Probenpräparation	41
3.2.2 Verformungsmaschine	41
3.2.3 Meßprozeduren	42
Aufnahme von Spannungs-Dehnungs-Kurven	42
Aufnahme von Kriechkurven	42
Spannungsrelaxationsexperimente	42
Dehnungsratenwechsel	43
Lastwechsel	43
Temperaturwechselversuche	43
Dip Tests	44
3.3 Experimentelle Ergebnisse	44
Spannungs-Dehnungs-Kurven	44

Spannungsrelaxationsexperimente.....	47
Temperaturwechsel.....	51
Bestimmung der inneren Spannungen: Dip Tests.....	53
Kriechexperimente.....	55
3.4 Diskussion.....	57
Konsistenzprüfungen	63
4 Plastische Eigenschaften von Quasikristallen: Mikroskopische Untersuchungen.....	65
4.1 Experimentelle Methoden.....	65
4.1.1. Probenpräparation.....	65
4.1.2. Transmissionselektronenmikroskope	65
4.1.3. Meßverfahren und theoretische Grundlagen.....	65
4.2 Experimentelle Ergebnisse	70
Versetzungsdichte	70
Burgersvektoren	73
Gleitebenen und Gleitsysteme	78
Quantitative Auswertung der Beugungsbilder	79
4.3 In-situ Experimente	80
4.3.1 Experimentelle Methoden.....	80
Probenpräparation	80
Zugvorrichtung.....	81
Experimentelle Vorgehensweise.....	81
4.3.2 Experimentelle Ergebnisse.....	82
4.4 Diskussion.....	86
5. Modell des plastischen Verformungsmechanismus in Quasikristallen	95
Zusammenfassung.....	99
Literaturverzeichnis	101
Danksagung.....	109

Einleitung

Symmetrien sind in der Physik von großer Bedeutung. Sie werden nicht nur ausgenutzt, um Problemstellungen zu reduzieren und zu vereinfachen. Vielmehr sind sie als fundamentale Eigenschaften physikalischer Systeme und physikalischer Gesetze erkannt worden.

Die Symmetrie, welche die Festkörperphysik am nachhaltigsten prägt, ist die Translationssymmetrie in der Anordnung der Atome, die Periodizität. Diese definiert in der klassischen Kristallographie gleichsam den Begriff "Kristall" oder "kristalliner Festkörper" und wurde seither intuitiv mit dem Begriff der räumlichen Ordnung verknüpft.

Das Einbeziehen der amorphen Materialien in die Festkörperphysik führte zur Entwicklung einiger neuer Konzepte, die nicht auf der Periodizität beruhen. Aber auch hier konnte der Ordnungsbegriff unverändert beibehalten werden, denn amorphe Festkörper zeigen keine Fernordnung. Es existiert lediglich eine Nahordnung in einem geringen Grad.

Die Entdeckung einer neuen, dritten Form der kondensierten Materie durch Shechtman, Blech, Gratias und Cahn im Jahre 1984 stellt dieses Verständnis nun in Frage. Shechtman *et al.* fanden in einer schnell abgekühlten Al-Mn Legierung eine Phase, deren Beugungsbilder scharfe Reflexe in einer ikosaedersymmetrischen Anordnung zeigen. Eine solche Symmetrie beinhaltet fünfzählige Rotationsachsen, deren Vorhandensein jedoch definitiv nicht mit einer Translationssymmetrie vereinbar ist. Das Dogma der klassischen Kristallographie, eine langreichweitige Ordnung sei an eine Periodizität gebunden, führt hier unweigerlich zu einem Widerspruch, da das Auftreten scharfer Beugungsreflexe das Vorhandensein einer langreichweitigen Ordnung trotz der "verbotenen" Rotationssymmetrie eindeutig belegt.

In den vergangenen zwölf Jahren seit der Entdeckung dieser ersten ikosaedrischen Phase sind viele weitere in anderen Legierungssystemen gefunden worden, was zeigt, daß es sich nicht um einen exotischen Sonderfall, sondern um eine neue Klasse von Materialien handelt. Diese Materialien wurden "quasiperiodische Kristalle" oder kurz "Quasikristalle" getauft. Man findet nicht nur fünfzählige, sondern auch andere "verbotene" Symmetrien, wie z.B. zehnzählige in dekadagonalen Quasikristallen und zwölfzählige in dodekadagonalen Quasikristallen. In modernen Lehrbüchern der Kristallographie werden Quasikristalle mittlerweile erwähnt (z.B. Giacomazzo *et al.*, 1992) und es wurde von der *International Union of Crystallography* eine neue Definition des Begriffs "Kristall" vorgeschlagen (siehe Senechal, 1995):

A crystal is any solid with an essentially discrete diffraction diagram.

Dies schließt die Quasikristalle voll mit ein¹.

Quasikristalline Materialien zeigen eine ganze Reihe von außergewöhnlichen physikalischen Eigenschaften, die teilweise zu technischen Anwendungsmöglichkeiten führen (Dubois, 1994). So findet man sehr hohe elektrische Widerstände mit negativem Temperaturkoeffizienten, obwohl die Legierungen meist aus Metallen bestehen, oftmals mit einem Aluminiumanteil um 70 at%. Man findet hohe Wärmekapazitäten und niedrige Wärmeleitfähigkeiten, eine hohe Korrosionsbeständigkeit sowie niedrige Haftreibungskoeffizienten der Oberfläche.

Die vorliegende Arbeit hat die Beschreibung der mechanischen Eigenschaften ikosaedrischer Quasikristalle zum Thema, die am Beispiel der ikosaedrischen Phase im System Al-Pd-Mn untersucht wurden. Sie zeichnet sich dadurch aus, daß es erstmals gelang, zusammenhängende, umfassende Untersuchungen an einquasikristallinem Material durchzuführen. Effekte von Verunreinigungen, Fremdphasen oder Korngrenzen konnten somit ausgeschlossen werden, sodaß erstmals die intrinsischen mechanischen Eigenschaften bestimmt werden konnten. Insbesondere bei der Plastizität zeigen sich erstaunliche Konsequenzen der besonderen Struktur des Materials. Während man bei Raumtemperatur eine große Sprödigkeit findet, setzt

¹Trotzdem wird in dieser Arbeit weiterhin die Bezeichnung "Quasikristall" verwendet.

bei großen homologen Temperaturen eine ausgeprägte Duktilität ein. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigt im gesamten Temperaturbereich, in dem sich das Material plastisch verformen läßt, keine Verfestigung. Vielmehr sinkt die Fließspannung mit steigender Dehnung kontinuierlich. Dieses Phänomen, das als Verformungsentfestigung (*work softening*) bezeichnet werden soll, unterscheidet die Quasikristalle in ihrer Plastizität von allen anderen Materialien. Die Untersuchung dieses außergewöhnlichen Verhaltens mit Hilfe makroskopischer und mikroskopischer Ansätze steht, neben der Untersuchung der elastischen und anelastischen Eigenschaften sowie der Züchtung großer Al-Pd-Mn Einquasikristalle, im Mittelpunkt der Arbeit.

Das erste Kapitel gibt eine Einführung in das Thema der Quasikristalle. Ein allgemeiner Konstruktionsformalismus zur Erzeugung quasiperiodischer Strukturen wird beschrieben, der als Grundlage für die Entwicklung von Strukturmodellen in dieser Materialklasse dient. Die Ideal- und Realstruktur der ikosaedrischen Phase im System Al-Pd-Mn wird vorgestellt. Außerdem werden Defekte in Quasikristallen beschrieben, wobei die besondere Betonung auf Versetzungen und Phasonen — einer neuen Defektart in quasikristallinen Materialien — gelegt wird, da diese für die anelastischen und die plastischen Eigenschaften von großer Bedeutung sind.

Das zweite Kapitel befaßt sich mit den elastischen und anelastischen Eigenschaften des Materials. Hier werden Ergebnisse von Messungen der mechanischen Spektroskopie, die Erkenntnisse über die elastischen Moduln und über anelastische Relaxationsprozesse liefern, vorgestellt.

Die Kapitel drei und vier beinhalten den Hauptteil der Arbeit. Hier werden die plastischen Eigenschaften von ikosaedrischem Al-Pd-Mn beschrieben, unterteilt in mikroskopische und makroskopische Aspekte. Beide Kapitel enthalten eine Einführung in die Theorie bzw. eine Beschreibung der angewandten Methoden.

Kapitel drei befaßt sich mit der Thermodynamik der plastischen Verformung des Materials. Es werden dynamische Druckversuche und Kriechversuche sowie inkrementale Tests zur Bestimmung der thermodynamischen Aktivierungsparameter beschrieben. Eine erste, direkte Interpretation der Ergebnisse wird gegeben.

Kapitel vier umfaßt eine umfassende Studie der Mikrostruktur verformter Proben. Wichtige Parameter der plastischen Verformung, wie z.B. die Versetzungsdichte und Burgersvektoren von Versetzungen, werden in ihrer Abhängigkeit der Verformungstemperatur und der Dehnung dargestellt. Außerdem werden in diesem Kapitel *in-situ* Dehnungsexperimente beschrieben, die die direkte Beobachtung der Versetzungsbewegung und von Wechselwirkungs- und Multiplikationsprozessen sowie Versetzungsquellen zulassen.

In Kapitel fünf wird schließlich ein qualitatives Modell für den Verformungsprozeß in ikosaedrischen Quasikristallen vorgestellt, das die Ergebnisse der makroskopischen und der mikroskopischen Experimente einbezieht.

1. Quasikristalle

1.1 Einführung

Ein perfekter Kristall besteht aus einem unendlichen Satz von Atomen, die auf einem Gitter angeordnet sind. Dieses Gitter läßt sich durch periodische Fortsetzung einer Einheitszelle konstruieren, wodurch der Kristall eine langreichweitige Translations- und Orientierungsordnung erhält. Im dreidimensionalen Raum existieren 14 symmetrisch nicht äquivalente Gittertypen, die Bravais-Gitter, die wiederum sieben verschiedenen Kristallsystemen zugeordnet werden können. Die physikalische Kristallstruktur ergibt sich durch die Zuordnung einer Basis, also eines Einzelatoms oder einer Anordnung von Atomen, zu bestimmten Gitterpunkten der Einheitszelle. Die Zahl der Raumgruppen, d.h. der Gruppen von Symmetrieeoperationen, die die gesamte Kristallstruktur invariant lassen, beträgt 230 und ist damit, wegen der erlaubten niedrigen Symmetrien der Basis, wesentlich größer als die Zahl der Bravais-Gitter.

In der klassischen Kristallographie werden durch die grundsätzliche Annahme einer Gitterperiodizität die möglichen Orientierungssymmetrien auf ein-, zwei-, drei-, vier- und sechszählige Achsen eingeschränkt (Kepler, 1619). Eine langreichweitige Ordnung ist dann fest mit einer Periodizität des Gitters verknüpft. Diese Annahme beschränkt, wie durch die Entdeckung der Quasikristalle deutlich wurde, die Allgemeinheit in unnötiger Weise.

Im Jahre 1984 wurde von Shechtman *et al.* eine Arbeit veröffentlicht, die von der Entdeckung einer metastabilen Phase in einer Al-Mn Legierung berichtet, deren Beugungsbilder eine Ikosaedersymmetrie zeigen. Diese Symmetrie beinhaltet sechs fünfzählige Rotationsachsen (Abb. 1.1) und schließt damit eine Translationssymmetrie aus. Dennoch zeigten die Beugungsbilder scharfe Maxima, was eindeutig das Vorhandensein einer langreichweitigen Ordnung beweist.

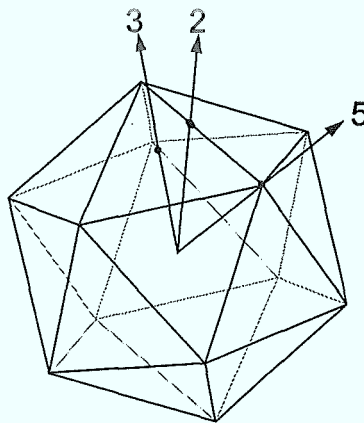


Abb. 1.1: Ikosaeder. Drei-, zwei- und fünfzählige Symmetrieachsen sind eingezeichnet.

Nach diesem ersten Quasikristall wurden über 200 weitere quasikristalline Phasen entdeckt. Einige davon sind metastabil, jedoch gibt es auch eine ganze Reihe von Systemen, die stabil sind und eine perfekte, nahezu defektfreie Struktur aufweisen (*perfekte Quasikristalle*). Überwiegend handelt es sich dabei um binäre oder ternäre metallische Legierungen, zumeist auf der Basis von Aluminium.

Quasikristalle stellen somit neben den amorphen und den kristallinen Festkörpern einen dritten Zustand der kondensierten Materie dar. Der Begriff umfaßt nicht nur die ikosaedrischen Phasen, die eine quasiperiodische Ordnung in drei Raumrichtungen zeigen (Systeme Al-Mn, Shechtman *et al.*, 1984, Al-Cu-Li: Sainfort und Dubost, 1986, Al-Cu-Fe: Tsai *et al.*, 1987, Al-Pd-Mn: Tsai *et al.*, 1990, usw.), sondern auch die sogenannten zweidimensionalen (2D) und

eindimensionalen (1D) Quasikristalle. Die Atomanordnung in den 2D-Quasikristallen ist in zwei Raumrichtungen quasiperiodisch und senkrecht dazu periodisch. Die Struktur kann also als eine periodische Stapelung quasiperiodischer Ebenen aufgefaßt werden. In dieser Klasse unterscheidet man dekadonale Quasikristalle, die eine zehnzählige Rotationssymmetrie entlang der periodischen Raumrichtung aufweisen (Systeme Al-Cu-Co, Al-Ni-Co: Tsai *et al.*, 1989a, Al-Pd-Mn, Beeli *et al.* 1991, usw.), dodekagonale Quasikristalle mit einer zwölfzähligen (Systeme Cr-Ni: Ishimasa *et al.*, 1988, V-Ni, V-Ni-Si: Chen *et al.*, 1988, usw.) und oktagonale Quasikristalle mit einer achtzähligen Rotationssymmetrie (Systeme Mn-Si: Cao *et al.*, 1988, Mn-Si-Al: Wang *et al.*, 1988, usw.). Die 1D-Quasikristalle bestehen aus einer quasiperiodischen Stapelung periodischer Ebenen (Systeme Al-Pd: Chattopadhyay *et al.*, 1987, Al-Ni-Si, Al-Cu-Mn: He *et al.*, 1988, usw.).

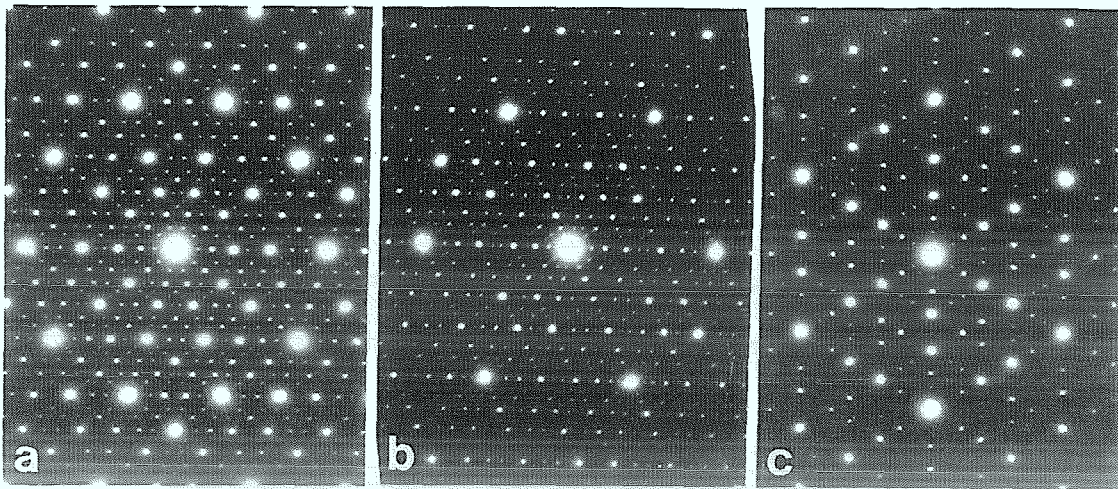


Abb. 1.2: Elektronenbeugungsbilder entlang einer fünfzähligen (a), zweizähligen (b) und dreizähligen (c) Symmetrierichtung eines Al-Pd-Mn Quasikristalls.

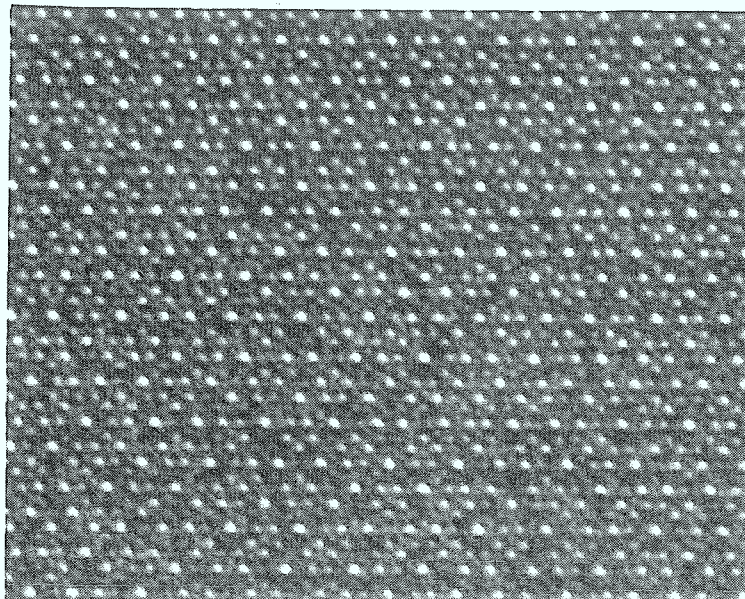


Abb. 1.3: Elektronenmikroskopische Hochauflösungsaufnahme eines Al-Pd-Mn Quasikristalls entlang einer fünfzähligen Symmetrierichtung. Der Balken mißt 5 nm.

Abb. 1.2 zeigt Elektronenbeugungsbilder entlang verschiedener Symmetrierichtungen eines ikosaedrischen Al-Pd-Mn Quasikristalls (Abschnitt 1.3). Die Winkel zwischen den Zonenachsen entsprechen den Winkeln zwischen den Hauptsymmetrierichtungen des Ikosaeders (Abb. 1.1). In Abb. 1.3 ist eine transmissionselektronenmikroskopische Hochauflösungsaufnahme entlang einer fünfzähligen Richtung dargestellt, die die nichtperiodischen Struktureigenschaften zeigt.

1.2 Konstruktion quasiperiodischer Gitter

Die fehlende Translationssymmetrie verbietet die Konstruktion eines Quasigitters durch periodisches Fortsetzen einer Einheitszelle. Das Einbeziehen eines *periodischen* Gitters in einem höherdimensionalen Raum (*Hyperspace*), in den der physikalische Raum eingebettet ist, ermöglicht jedoch eine analoge Vorgehensweise in der mathematischen Konstruktion eines Quasikristallgitters. Janner und Janssen, 1977, 1979, stellten erstmals einen solchen Formalismus für modulierte, inkommensurable Phasen vor. Die Methode wurde von Duneau und Katz, 1985, und Kalugin *et al.*, 1985, zur Erzeugung quasiperiodischer Gitter angewandt.

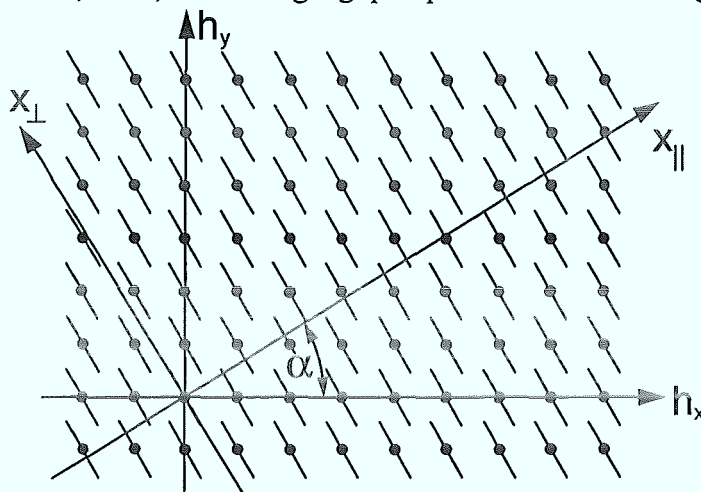


Abb. 1.4: Konstruktion eines eindimensionalen Quasikristalls nach der Schnitt- und Projektionsmethode.

Abb. 1.4 veranschaulicht die Vorgehensweise an Hand der Konstruktion einer 1D-quasiperiodischen Kette durch das Einbetten in einen 2D-Hyperraum. Der Hyperraum ist ausgefüllt durch ein 2D quadratisches Punktgitter (Koordinatensystem h_x, h_y), durch dessen Ursprung ein zweites orthogonales Koordinatensystem mit den Achsen $x_{||}$ und $x_{\perp}$ gelegt wird. Dieses ist um den Ursprung so gedreht, daß der Tangens des Winkels α zwischen $x_{||}$ und h_x eine irrationale Zahl ist. Zur Konstruktion des 1D-Quasikristalls wird $\tan \alpha = \tau^{-1}$ gewählt, wobei $\tau = (\sqrt{5} + 1)/2 \approx 1,61803 \dots$ die Zahl des Goldenen Schnitts ist. Die Gerade $x_{||}$ hat damit eine irrationale Steigung, d.h. außer dem Ursprung liegt kein anderer Hypergitterpunkt auf $x_{||}$. Auf $x_{||}$ liegt der 1D-Quasikristall im physikalischen Raum $E_{||}$, der auch *paralleler Raum* genannt wird. $x_{\perp}$ befindet sich im *orthogonalen* bzw. *senkrechten Raum* $E_{\perp}$. Die Konstruktion des Quasikristalls erfolgt über die Projektion der Hypergitterpunkte auf $x_{||}$. Wegen der irrationalen Steigung $\tan \alpha$ würde jedoch die Projektion aller Hypergitterpunkte zu einem unendlich dichten Gitter in $E_{||}$ führen. Um unphysikalisch dichte Abstände zu vermeiden, muß folglich eine Auswahl getroffen werden. Dies kann durch die Einführung eines Auswahlstreifens um $x_{||}$ geschehen, dessen Breite der Projektion der Wigner-Seitz-Zelle des Hypergitters auf die $x_{\perp}$ -

Richtung entspricht. Nur diejenigen Hypergitterpunkte, die sich innerhalb des Auswahlstreifens befinden, werden projiziert (*strip-projection technique*). Äquivalent dazu ist die hier dargestellte Methode der Dekoration jedes Hypergitterpunkts mit einer atomaren Hyperfläche. Dies ist ein Hyperraumobjekt, das nur eine Ausdehnung in $E_{\perp}$ hat. Die Länge entspricht der Breite des Auswahlstreifens (Abb. 1.4). Die Schnittpunkte der atomaren Hyperflächen und der Geraden $x_{\parallel}$ ergeben dann die Atompositionen im physikalischen Raum (*cut-technique*: Katz und Duneau, 1986).

Das Ergebnis dieses Verfahrens ist in Abb. 1.5 a) dargestellt. Der 1D-Quasikristall ist nicht periodisch, besitzt jedoch durch den streng deterministischen Konstruktionsformalismus eine langreichweitige Ordnung. Das Quasigitter ist nicht aus einer Einheitszelle aufgebaut, sondern aus zwei Elementarbausteinen (Abb. 1.5 b)), die in einem irrationalen Längenverhältnis von $1:\tau$ zueinander stehen, und nicht beliebig sondern nach strengen Aufbauregeln (*matching rules*) angeordnet sind. Diese bewirken beispielsweise, daß niemals zwei kurze oder drei lange Geradenstücke direkt aufeinander folgen.

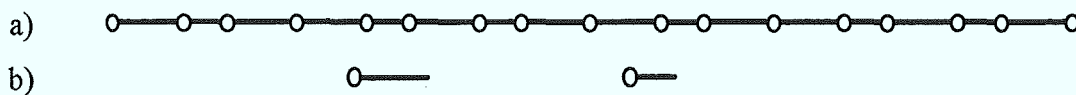


Abb. 1.5: Eindimensionaler Quasikristall (a) mit den zwei Einheitszellen (b).

Das 1D-Quasigitter ist isomorph zu der bekannten Fibonacci-Folge. Ersetzt man das lange Geradenstück durch "L" und das kurze durch "S", so bekommt man die Fibonacci-Sequenz LSLLSLSLSLSLSLSLS... Die Fibonacci-Folge ist rekursiv definiert, d.h., eine unendlich lange Folge läßt sich aus einem gegebenen Anfangszustand heraus durch wiederholtes Ausführen einer Deflationsvorschrift konstruieren. Die Vorschrift lautet hier $S \rightarrow L, L \rightarrow LS$, d.h., in jedem Iterationsschritt wird jedes kurze Geradenstück durch ein langes, und jedes lange durch ein langes und ein kurzes ersetzt. Dies führt zu einer aperiodischen LS-Folge, die vollständig determiniert ist und folglich eine langreichweitige Ordnung besitzt. Überträgt man die Deflationsvorschrift auf den Fall des 1D-Quasigitters, so führt dies zu einer zweiten, der Projektionsmethode vollständig äquivalenten Konstruktionsmöglichkeit für Quasikristalle. Von z.B. dem langen Geradenstück ausgehend kommt man mit den übertragenen Deflationsvorschriften $\text{---} \rightarrow \text{---} \text{---}$ und $\text{---} \rightarrow \text{---} \text{---}$ nach fünf Schritten zu einem Gitter, daß das in Abb. 1.5 a) dargestellte Quasigitter enthält. Die Atomanordnung erhält man durch Dekoration des Quasigitters.

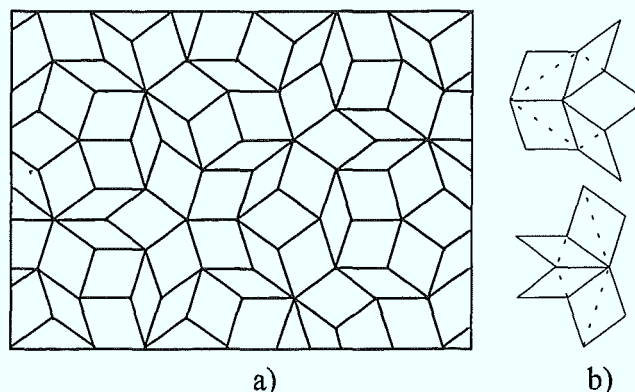


Abb. 1.6: Zweidimensionales Quasigitter (a). Dieses "Penrose-Muster" ist aus einer dünnen und einer dicken Raute aufgebaut. In (b) sind die Deflationsregeln dargestellt.

Diese Konstruktionsmethoden lassen sich direkt auf den Fall des 2D bzw. 3D-Quasikristalls verallgemeinern. 2D-Quasikristalle können durch Projektion aus einem 4D-Hyperraum erzeugt werden. Der orthogonale Raum ist dann ebenfalls 2D und enthält 2D Hyperflächen. Abb. 1.6 a) zeigt einen Ausschnitt aus einem 2D-Quasigitter, dem sog. Penrose Gitter (Penrose, 1974), das nach den entsprechenden Deflationsvorschriften (Abb. 1.6 b)), aus einer dünnen und einer dicken Raute aufgebaut wird. Das 3D-Quasigitter wird aus einem 6D-Hypergitter abgeleitet. Auch hier gibt es zwei Einheitszellen (Abb. 1.7), aus denen das entsprechende 3D-Penrose-Gitter (Kramer und Neri, 1984) nach strengen Regeln aufgebaut wird. Im 3D-Fall wird in der Praxis zur Modellierung der atomaren Struktur selten die Deflationsmethode mit anschließender Dekoration des Quasigitters mit Atomen gemäß der Stöchiometrie der Legierung benutzt. Hier hat sich die Projektionsmethode als wesentlich effektiver erwiesen.

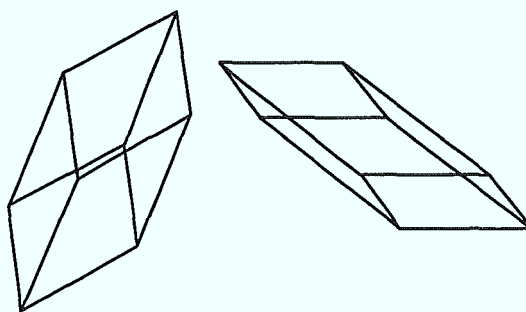


Abb. 1.7: Einheitszellen des dreidimensionalen Quasigitters.

Man beachte, daß aus der Äquivalenz der Projektionsmethoden und der Deflationsmethoden folgt, daß die quasikristalline Struktur selbstähnlich, d.h. in hierarchischer Weise aus skalierten Elementen aufgebaut ist.

Der reziproke Raum eines Quasigitters wird in analoger Weise mit Hilfe eines reziproken Hyperraums konstruiert. Die reziproken Hypergitterpunkte werden mit der Fouriertransformierten der atomaren Hyperflächen dekoriert. Dies ist in Abb. 1.8 für den 1D-Fall dargestellt. Die Intensität der Beugungsreflexe ergibt sich durch den Betrag der Fouriertransformierten der atomaren Hyperfläche (hier eine $\sin(q_{\perp})/q_{\perp}$ -Funktion) an der Stelle des Schnittpunktes mit der $q_{\parallel}$ -Achse. Die Beugungsmaxima liegen folglich unendlich dicht auf $q_{\parallel}$, jedoch nimmt deren Intensität mit steigendem $q_{\perp}$ ab. Eine Erhöhung der Belichtungszeit bei der Aufnahme eines Beugungsbildes bewirkt entsprechend das Erscheinen von immer mehr intensitätsschwachen Reflexen mit großer $q_{\perp}$ -Komponente. Die Verallgemeinerung auf den 2D- bzw. 3D-Fall erfolgt analog.

Da die Reflexindizierung des Beugungsbildes eines Quasikristalls über das reziproke Hypergitter erfolgt, benötigt man zur Indizierung der Reflexe eines n-dimensionalen Quasikristalls $2n$ ganzzahlige Indizes. Für ikosaedrische Quasikristalle ist das Indizierungssystem von Cahn *et al.*, 1985, weitverbreitet, bei dem die 6D-orthonormalen Basisvektoren auf die sechs fünfzähl-

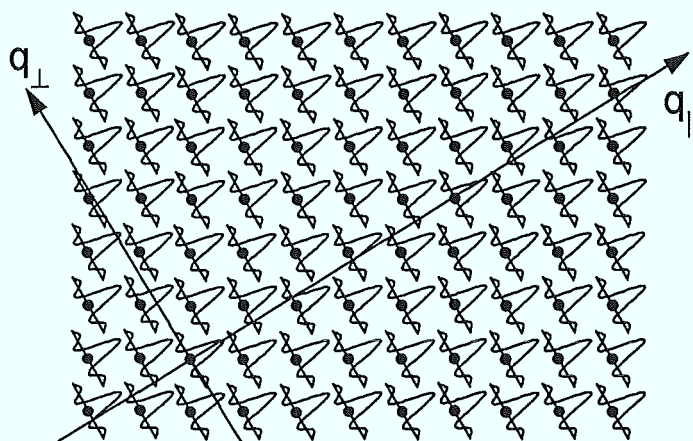


Abb. 1.8: Zweidimensionaler reziproker Hyperraum zur Konstruktion eines eindimensionalen reziproken Quasigitters.

gen Achsen eines Ikosaeders im physikalischen Raum abgebildet werden. Für die Umrechnung der 6D-Gittervektoren in die 3D-Komponenten im physikalischen bzw. orthogonalen reziproken Unterraum folgt die Vorschrift

$$\bar{g}_{\parallel} = a' \begin{pmatrix} (m_1 - m_4) + \tau(m_2 + m_5) \\ (m_3 - m_6) + \tau(m_1 + m_4) \\ (m_2 - m_5) + \tau(m_3 + m_6) \end{pmatrix} = a' \begin{pmatrix} h + \tau h' \\ k + \tau k' \\ l + \tau l' \end{pmatrix} \equiv (h/h' \ k/k' \ l/l') \quad (1.1)$$

bzw.

$$\bar{g}_{\perp} = a' \begin{pmatrix} (m_2 + m_5) - \tau(m_1 - m_4) \\ (m_1 + m_4) - \tau(m_3 - m_6) \\ (m_3 + m_6) - \tau(m_2 - m_5) \end{pmatrix} = a' \begin{pmatrix} h' - \tau h \\ k' - \tau k \\ l' - \tau l \end{pmatrix} \equiv (h'/\bar{h} \ k'/\bar{k} \ l'/\bar{l}) \quad (1.2)$$

mit $a' = (a_0 \sqrt{2(2+\tau)})^{-1}$ und der 6D-Gitterkonstante a_0 . Die Wahl des Projektionsverfahrens legt also sowohl eindeutige Beziehungen zwischen dem reziproken Hypergitter und dem physikalischen reziproken Raum als auch zwischen den Punkten des parallelen und orthogonalen reziproken Unterraums fest. Die Indizierung der Gitterrichtungen im direkten Gitter erfolgt entsprechend. Ein weiteres, weniger verbreitetes Indizierungssystem wurde von Elser, 1985a, entwickelt.

Neben dieser deterministischen Konstruktionsweise, die jede einzelne Atomposition eines Quasikristalls festlegt (man spricht daher von einem deterministischen Quasikristall) gibt es zwei weitere Ansätze zur Beschreibung quasikristalliner Strukturen. Zum einen wurde ein *random tiling* Modell vorgeschlagen (Elser, 1985b, Henley, 1987), dessen Grundannahme sich am besten im Vergleich mit dem (deterministischen) Penrose Gitter darstellen läßt. Dieses erfüllt in seiner idealen Form zwei Bedingungen: Erstens füllen die beiden Einheitszellen die Ebene vollständig aus, zweitens tun sie dies nach strengen Aufbauregeln. In einem *random tiling* Modell wird die zweite Bedingung gelockert, das Quasigitter nach diesem Modell kann folglich als mit Verletzungen der Aufbauregeln behafteter, deterministischer Quasikristall betrachtet werden. Der Ansatz wurde verfolgt, um der in einem deterministischen Modell auftauchenden Problematik der langreichweitigen Koordination zu begegnen, wofür das Konzept des *phason strain* (siehe Abschnitt 1.4) eingeführt wurde. Außerdem, eng mit dieser Problematik verwandt, sollte das Modell das Wachstum realer Quasikristalle besser erklären (Elser, 1988). Beugungsexperimente (Guryan *et al.*, 1989, Calvayrac *et al.*, 1990) und Untersuchungen mittels hochauflösender Elektronenmikroskopie (Hiraga *et al.*, 1988, Audier *et al.*, 1990) an perfekten Quasikristallen ergeben Resultate zugunsten des deterministischen Modells, so daß der *random tiling* Ansatz derzeit nur als Modell für den Hochtemperaturbereich in Frage kommt. Einige theoretische Modelle beinhalten einen Phasenübergang zwischen einer deterministischen und einer *random tiling* Phase (z.B. Dotera und Steinhart, 1994).

Daneben gibt es noch das Modell des ikosaedrischen Glases (Stephens und Goldman, 1986), in dem Atomagglomerate mit Ikosaedersymmetrie unter Beibehaltung einer Orientierungsbeziehung zwischen den Agglomeraten zusammengefügt werden. Dies führt zwangsweise zu Lücken oder unphysikalisch dichten Atomabständen. Nach der Entdeckung der ersten perfekten Quasikristalle wurde dieser Ansatz, mit dem nur Beugungsbilder mit endlichen Reflexbreiten erzeugt werden konnten, verworfen.

Eng mit den Quasikristallen verwandt sind die sog. *Approximanten*. Dies sind kristalline Strukturen, die Beugungsbilder zeigen, die denen der Quasikristalle sehr stark ähneln. Diese Kristalle weisen teilweise sehr große Elementarzellen auf, die mehrere tausend Atome umfassen können. Die Bezeichnung "Approximant" rührt daher, daß diese Strukturen in einer Hyperraumkonstruktion dargestellt werden können, wobei die Steigung der Schnittgeraden nicht zu τ , sondern als rationale Approximation von τ gewählt wird. In vielen

Legierungssystemen, in denen eine quasikristalline Phase gefunden wird existieren auch eine oder mehrere Approximantenphasen. Einen Überblick über bekannte Phasen und deren Klassifizierung findet der Leser bei Tamura, 1996.

1.3 Reale Quasikristalle, Al-Pd-Mn

Struktur

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ausschließlich die ikosaedrische Phase im System Al-Pd-Mn untersucht. Deshalb wird in diesem Abschnitt die Anwendung der Projektionsmethode zur Strukturbestimmung eines realen Quasikristalls in der Praxis am Beispiel dieser Phase beschrieben. Die reale Struktur im physikalischen Raum wird genauer dargestellt, da diese insbesondere einen dramatischen Einfluß auf die plastischen (siehe Kap.5) und die elektronischen Eigenschaften hat (Janot, 1995a, 1995b).

Die Strukturbestimmung erfolgt mit Hilfe von Röntgen- und Neutronenbeugungsexperimenten. (Boudard *et al.*, 1991, bzw. de Boissieu *et al.*, 1994b, Boudard *et al.*, 1992). Durch den Vergleich von gemessenen Röntgen- und Neutronendiffraktogrammen mit solchen die nach 6D-Strukturmodellen berechnet wurden, wird aus der besten Anpassung auf die reale Struktur geschlossen. Parameter sind dabei die 6D-Gitterkonstante, die Form und Größe der atomaren Hyperflächen und die Besetzung der Hypergitterpunkte mit bestimmten Atomsorten zugeordneten Hyperflächen.

De Boissieu *et al.*, 1994b, finden die in Abb. 1.9 dargestellte 6D-Einheitszelle. Die Abbildung stellt einen Schnitt in der durch die Richtungen $[01111\bar{1}]$ und $[100000]$ im 6D-Raum aufgespannten Ebene dar, die eine fünfzählige Richtung im physikalischen Raum ($A5_{||}$) enthält.

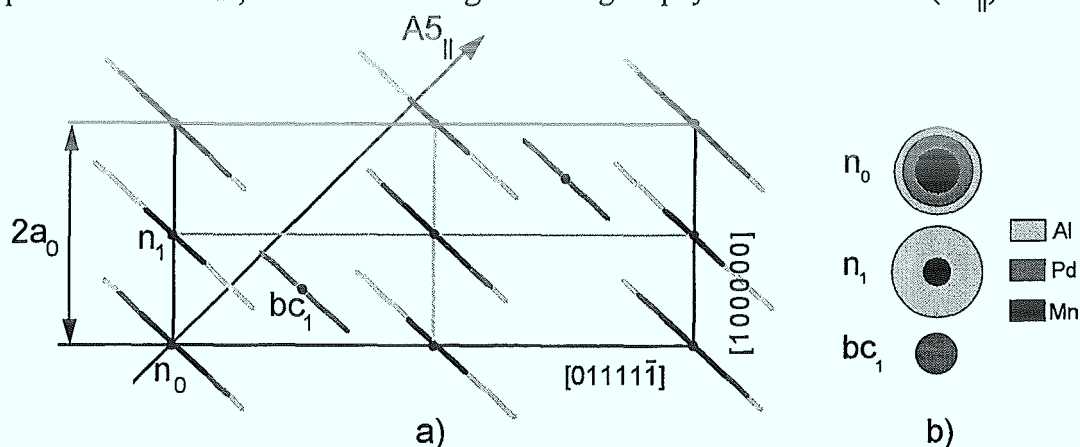


Abb. 1.9: (a) Einheitszelle im 6D-Hyperraum nach de Boissieu *et al.*, 1994b. (b) Atomare Hyperflächen der Plätze n_0 , n_1 und bc_1 der 6D-Einheitszelle.

Die Flächenzentrierung¹ des Hypergitters resultiert aus einer geordneten Überstruktur eines primitiven Gitters, dessen Punkte mit zwei unterschiedlichen atomaren Hyperflächen alternierend besetzt sind (Abb. 1.9 a), hellgraue Linien). Die Kantenlänge der Elementarzelle beträgt $2a_0$, jedoch wird die Struktur üblicherweise in Einheiten von a_0 diskutiert, da dann die Zuordnung der Quasigitterkonstanten zu den hellsten Beugungsreflexen wie in primitiven Hypergittern beibehalten werden kann. Die gesamte Einheitszelle wird so formal als Überstruktur, die entsprechenden Beugungsreflexe als Überstrukturreflexe behandelt. In diesem Strukturmodell werden die triakontaederförmigen Hyperflächen (aus der Projektion der 6D-Wigner-Seitz-Zelle

¹ Bei den meisten stabilen, ternären Quasikristallen findet man flächenzentrierte Hypergitter, während den metastabilen Phasen meist primitive Hypergitter zugrunde liegen.

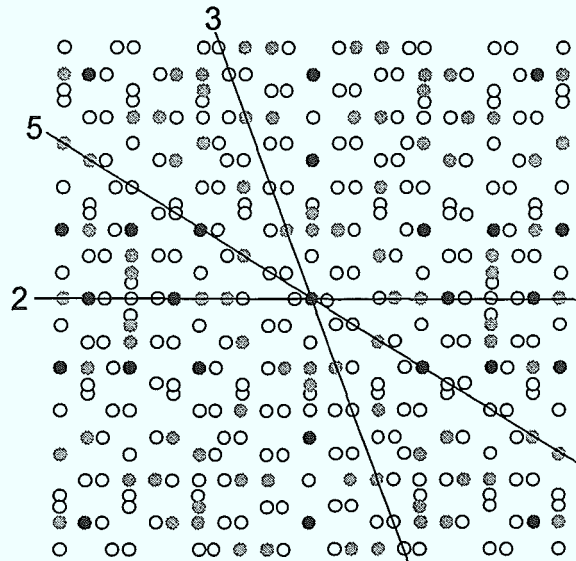


Abb. 1.10: Projektion der Atomanordnung in Al-Pd-Mn entlang einer zweizähligen Richtung. Die Linien stellen Ebenen dar, deren Normalenvektoren in zwei-, drei- bzw. fünfzählige Symmetrierichtungen weisen. Atomsorten Al(O), Pd (●), Mn(⊙). (Nach Tamura, 1995).

auf die Richtungen des orthogonalen Raums) der Einfachheit halber als sphärisch angenommen (Abb. 1.9b). Hyperflächen verschiedener Atomsorten müssen nicht auf verschiedenen Hypergitterplätzen angeordnet sein. Die dargestellten Dekorationen der Einheitszelle werden aus Bereichen aufgebaut, die verschiedenen Atomspesies zugeordnet sind.

Die aus dieser Hyperkristallstruktur durch Projektion abgeleitete Quasikristallstruktur besteht aus einer hochkomplizierten Atomanordnung im physikalischen Raum. Diese wird aus Struktureinheiten, den Pseudo-Mackay-Clustern (Abb. 5.1), aufgebaut, die im Mittel aus 51 Atomen bestehen. Ein solcher Pseudo-Mackay-Cluster setzt sich schalenartig zusammen aus einem Zentralatom, einem umliegenden, unvollständigen Dodekaeder, das im Mittel mit acht Atomen besetzt ist, einem umliegenden Ikosaeder (12 Atome) und einem Ikosidodekaeder aus 30 Atomen (Janot, 1995a). Die chemische Besetzung der Schalen ist wegen der Aperiodizität variabel. Diese kleinsten Struktureinheiten, die einen Durchmesser von etwa 10 Å haben, werden in einer hierarchischen Weise in um den Faktor τ^3 größeren Strukturen aufgebaut (Durchmesser ca. 42 Å), die wiederum in einer um den gleichen Faktor größeren Struktur angeordnet sind, usw., um so die Realstruktur des Al-Pd-Mn herzustellen. Die Pseudo-Mackay-Cluster, die durch ihre Struktur und Anordnung wesentlich die physikalischen Eigenschaften des Quasikristalls bestimmen, sind mit den echten, aus 55 Atomen bestehenden Mackay-Clustern (Mackay, 1962), eng verwandt. In diesen besteht die innere Schale aus einem vollständig besetzten Ikosaeder. Mackay-Cluster wurden 1966 als Struktureinheiten einer kubischen Al-Mn-Si Phase identifiziert, die der Struktur einiger ikosaedrischer Phasen eng verwandt ist (Cooper und Robinson, 1966), und werden in der Struktur vieler Approximanten gefunden.

Betrachtet man Projektionen der Atomanordnung entlang einer niedrig indizierten Richtung des Quasigitters, so sieht man, daß die Atome in Ebenen angeordnet sind, von denen die, mit Ebenennormalen entlang fünfzähligen vor denen mit zwei- bzw. dreizähligen Symmetrierichtungen am dichtesten gepackt sind (Abb. 1.10).

Züchtung von Al-Pd-Mn Einquasikristallen

Die ersten Quasikristalle wurden durch schnelles Abkühlen metallischer Schmelzen, z.B. nach dem Schmelzspinn- oder dem Klatschkokillenverfahren, erhalten. Es handelte sich ausschließlich um metastabile Phasen mit Korngrößen im Mikrometerbereich. Diese Phasen sind im allgemeinen außerdem sehr defektbehaftet, und werden deshalb nichtperfekte Quasikristalle genannt. Im System Al-Cu-Li wurde 1986 der erste stabile Quasikristall entdeckt (Sainfort und

Dubost, 1986), der außerdem in Korngrößen im Millimeterbereich herstellbar ist. Mit der Entdeckung des ikosaedrischen Al-Cu-Fe begann die Ära der perfekten Quasikristalle (Tsai *et al.*, 1987), deren Beugungsbilder keine Abweichungen von der perfekten Ikosaedersymmetrie zeigen. Die Entdeckung der ikosaedrischen Phase im System Al-Pd-Mn (Tsai, *et al.*, 1990) ermöglichte schließlich die Herstellung zentimetergroßer, perfekter Einquasikristalle, die sich mit Hilfe der Czochralskimethode (Yokoyama *et al.*, 1992) oder nach dem Bridgmanverfahren (de Boissieu *et al.*, 1992) züchten lassen. Das Phasendiagramm dieses Legierungssystems wurde unter anderem von Audier *et al.*, 1993, und Gödecke und Lück, 1995, beschrieben.

Die ikosaedrische Phase wird in der Zusammensetzung $\text{Al}_{70,5}\text{Pd}_{21,0}\text{Mn}_{8,5}$ gefunden. Sie ist bis zur Schmelztemperatur (ca. 870°C) stabil (Dong *et al.*, 1991). Daneben gibt es noch zwei dekadonale Phasen in diesem System. $\text{Al}_{70}\text{Pd}_{25}\text{Mn}_5$, (oder höherer Pd-Gehalt zu Lasten des Mn) mit einer Gitterkonstante von 1,6 nm entlang der periodischen Achse (Tsai *et al.*, 1993) und $\text{Al}_{70}\text{Pd}_{10}\text{Mn}_{20}$, (oder niedrigerer Pd-Gehalt zu Gunsten des Mn) mit einer Gitterkonstante von 1,2 nm entlang der periodischen Achse (Beeli *et al.*, 1991). Ikosaedrische Phasen werden in mehreren Modifikationen gefunden. Neben der idealen, im letzten Abschnitt beschriebenen Phase (F1-Phase) wird eine Phase mit einer Überstruktur aus einer verdoppelten Einheitszelle im Hypergitter (F2-Phase) beobachtet, die sich an Hand von Überstrukturreflexen in Elektronenbeugungsbildern identifizieren läßt (Ishimasa und Mori, 1992). Audier *et al.*, 1993, beschreiben modulierte Phasen, die ebenfalls zu Zusatzreflexen (Satelliten) in den Beugungsbildern führen.

Im Rahmen dieser Arbeit gelang die Züchtung großer Einquasikristalle nach dem Czochralski-Verfahren. Es wurden Quasikristalle von bis zu 14 cm Länge, bei einem Durchmesser von etwa 0,5 cm hergestellt. Die üblichen Dimensionen liegen bei einer Länge von etwa 7 cm und einem Durchmesser von etwa 0,8 cm (Abb. 1.12).

Dazu werden die Ausgangsmaterialien höchster Reinheit in der Zusammensetzung $\text{Al}_{72,1}\text{Pd}_{20,7}\text{Mn}_{7,2}$ unter exakter Einhaltung der Stöchiometrie in einem kalten Tiegel nach dem Schwebeschmelzverfahren unter Argonschutzgas legiert. Dieses Material, von dem für eine Quasikristallzüchtung üblicherweise etwa 70 g hergestellt werden, dient als Schmelzreservoir für die Czochralski-Züchtung. Abb. 1.11 zeigt schematisch den zentralen Teil der benutzten Czochralski-Apparatur. Der Quasikristall wird aus einem wassergekühlten Tiegel (T) gezogen, in dem das Schmelzmaterial (S) durch ein Hochfrequenzfeld induktiv geheizt und in der Schwebe gehalten wird. In die Schmelze wird ein orientierter Impfling (I) eingetaucht, dessen Orientierung die Symmetrieachse parallel zur Zugrichtung bestimmt. Gute Resultate wurden mit zwei- und fünfzählig orientierten Impflingen erreicht. Der Impfling wird mit einer Geschwindigkeit von 7 mm/h unter Rotation (15 U/Min) nach oben gezogen. Zur Keimauslese wird zunächst ein Dünnhals (D) gezogen. Die Leistung des Hochfrequenzgenerators bestimmt die Temperatur und damit den Durchmesser des Quasikristalls. Genauere Angaben über das Verfahren findet der Leser bei Tamura *et al.*, 1996.

Abb. 1.12 zeigt einen nach dieser Vorgehensweise hergestellten Quasikristall. Das Material wurde mit Hilfe von Transmissionselektronenmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie untersucht. Es wurden eine perfekte ikosaedrische Struktur (z.B. Abb. 1.2) und keine Ausscheidung von Fremdphasen gefunden. Untersuchungen mit Hilfe der Röntgen-Pulverdiffraktometrie liefern scharfe Reflexe mit Halbwertsbreiten an der instrumentellen Auflösungsgrenze (Metzmacher, 1995). Eine Vielzahl weiterer Untersuchungen, darunter elektrische Leitfähigkeitsmessungen, deren Empfindlichkeit auf die Materialqualität von Biggs *et al.*,

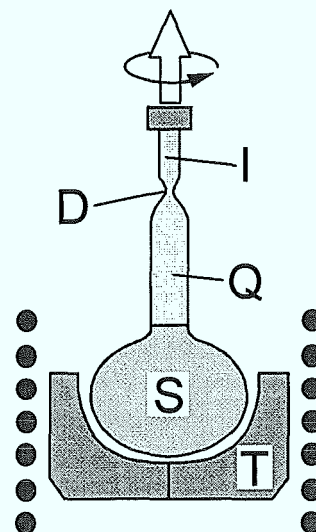


Abb. 1.11: Schematische Darstellung der benutzten Czochralski-Apparatur.

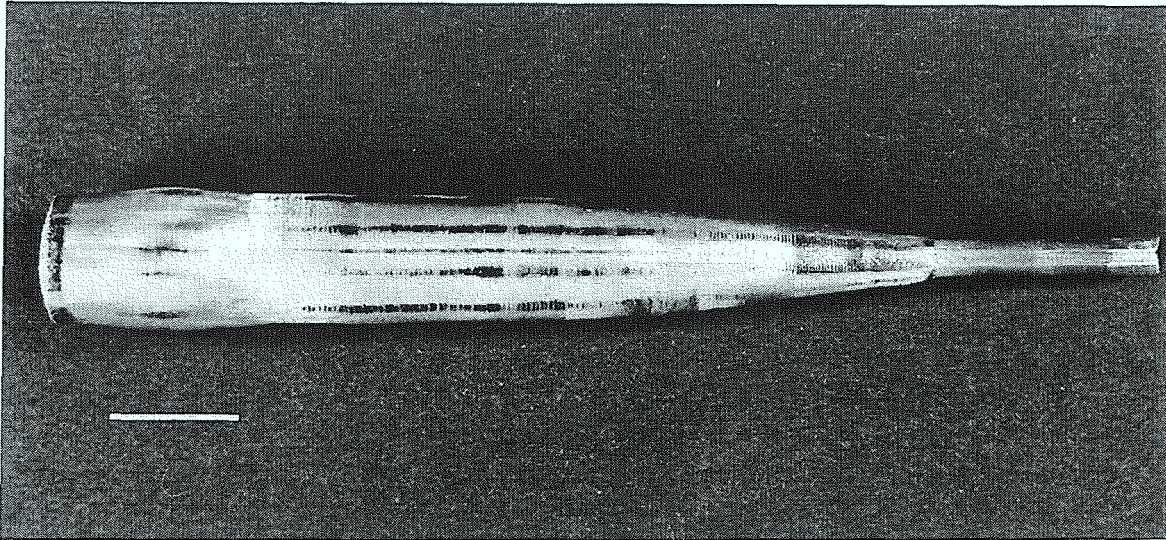


Abb. 1.12: Einquasikristall aus eigener Züchtung nach dem Czochralski-Verfahren. Der Balken mißt 1 cm.

1990, beschrieben wurde, belegen, daß das Material von außerordentlicher struktureller Güte ist.

1.4 Defekte in Quasikristallen

Alle Defekttypen, die von kristallinen Materialien her bekannt sind, werden in Quasikristallen ebenfalls beobachtet. So findet man z.B. Versetzungen (Devaud-Rzepski *et al.*, 1989a, Kap. 4), Korngrenzen (Zhang und Urban, 1989), Antiphasengrenzen (Devaud-Rzepski *et al.*, 1989b), Zwillinge (Dai und Urban, 1993), usw. Eine Aufstellung experimenteller Arbeiten über verschiedene Defektarten findet sich bei Staiger *et al.*, 1993. Im folgenden werden zwei Defektarten ausführlicher behandelt: Dies sind Phasendefekte, eine spezielle Art von strukturellen Defekten, die nur in Quasikristallen auftritt, und Versetzungen. Beide sind für die Plastizität der Quasikristalle von großer Bedeutung.

Phason- und Phonondefekte

Aus der Konstruktion eines Quasigitters über ein höherdimensionales Hypergitter, ergibt sich eine größere Zahl von Freiheitsgraden für die Formation von Defekten im physikalischen Raum als für entsprechende kristalline Materialien. In Abb. 1.13 wird dies am Beispiel eines eindimensionalen Quasikristalls erläutert. In a) ist das ideale Quasigitter, entsprechend der Konstruktion nach Abb. 1.4 dargestellt, b) und c) zeigen gestörte Quasigitter. In b) sind die Elementarzellen in einer kontinuierlichen Weise verzerrt. Diese Art der Störung, die Phonon-Verzerrung (*phonon strain*) genannt wird, entspricht der Abweichung einiger Atome von ihren idealen Plätzen und kann auch in kristallinen Materialien auftreten. In c) dagegen ist eine Gitterstörung dargestellt, die in Kristallen nicht existiert. Diese Störung ist diskret, d.h., es treten die gleichen Abstände wie im ungestörten Quasigitter auf. Die Elementarzellen sind nicht verzerrt sondern nur anders angeordnet. Der auf diese Weise gestörte Quasikristall entspricht nicht mehr dem Ergebnis einer Serie von Deflationen, wie der ungestörte in a), die Einheitszellen sind folglich nicht den Aufbauregeln entsprechend angeordnet. Diese Störung wird Phason-Verzerrung (*phason strain*) genannt, und kann mit lokalen Verletzungen der Aufbauregeln identifiziert werden.

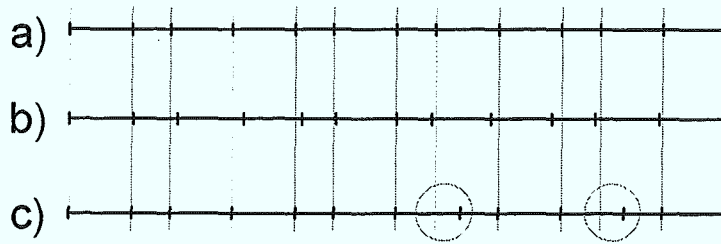


Abb. 1.13: Defekte in eindimensionalen Quasikristallen: a) Perfekter Quasikristall, b) Phononverzerrungen und c) Phasondefekte.

Abb. 1.14 verdeutlicht den Zusammenhang zwischen Phason-Verzerrungen und den Verzerrungsfeldern im Hypergitter. Hier ist das Hypergitter einem Verzerrungsfeld unterworfen, das nur eine Komponente entlang der Richtung des orthogonalen Raums hat und linear mit dem Abstand vom Ursprung ansteigt (*linear phason strain*).

Führt man in diesem verzerrten Hypergitter die Schnitt- und Projektionsmethode in gleicher Weise wie im unverzerrten Hypergitter durch, so bekommt man als Ergebnis den in Abb. 1.13 c) dargestellten gestörten Quasikristall. Das Verzerrungsfeld in $x_{\perp}$ -Richtung bewirkt, daß einige Hypergitterplätze nun weiter von der Schnittgeraden entfernt sind, so daß deren Hyperflächen diese nicht mehr wie im ungestörten Fall schneiden. Entsprechend entstehen neue Schnittpunkte durch solche Plätze, die nun nahe genug an der Schnittgeraden liegen. Die *closeness condition* (Katz und Gratias, 1994), die die Forderung nach Erhaltung der Zahl von Atomen bei Auftreten von Phason-Verzerrungen im physikalischen Raum ausdrückt, bewirkt, daß genau so viele Schnittpunkte neu entstehen wie verschwinden. Dies wird durch eine geometrische Bedingung erzielt, die fordert, daß die Enden der Hyperflächen sich durch Linien parallel zu $x_{\parallel}$ verbinden lassen. Entsprechend bewirkt ein Verzerrungsfeld, das ausschließlich Komponenten entlang der Richtung des parallelen Raums besitzt, eine kontinuierliche Verschiebung der Schnittpunkte auf $x_{\parallel}$, also die in Abb. 1.13 b) dargestellte Phonon-Verzerrung.

Allgemein gilt für ein 6D-Verzerrungsfeld $\bar{U}$ im Hyperraum

$$\bar{U} = \bar{u}(x_{\parallel}) + \bar{w}(x_{\perp}), \quad (1.3)$$

(Wollgarten, 1993b), wobei $\bar{u}$ und $\bar{w}$ die Komponenten des Verzerrungsfeldes entlang der $x_{\parallel}$ - bzw. $x_{\perp}$ -Richtung darstellen. Die Komponenten $\bar{u}$ des Verzerrungsfeldes im Hyperraum be-

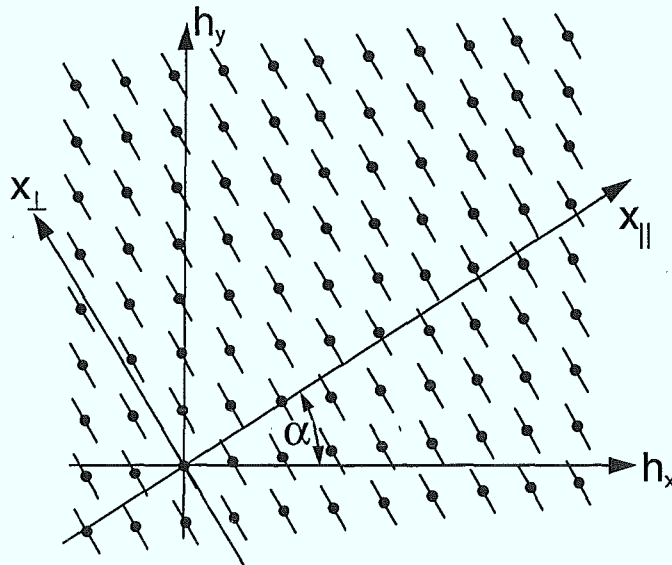


Abb. 1.14: Konstruktion eines eindimensionalen Quasikristalls durch die Schnitt- und Projektionsmethode in einem parallel zur $x_{\perp}$ -Richtung linear verzerrten Hypergitter.

wirken Phonon-Verzerrungen, die Komponenten $\bar{w}$ Phason-Verzerrungen im physikalischen Raum. Im letzteren Fall ist die Zahl der Aufbauregelverletzungen (*matching rule violations*) um so größer, je größer die Amplitude des Verzerrungsfeldes $\bar{w}$ ist.

In (1.3) ist bereits die Einschränkung berücksichtigt worden, daß die Verzerrungsfelder, die in alle Raumrichtungen des Hypergitters wirken können, nur von der Koordinate $x_{\parallel}$ abhängig sein können. Eine Abhängigkeit auch von $x_{\perp}$ würde zur Folge haben, daß das Gitter bzw. die Atomanordnung im physikalischen Raum von der Lage der Schnittgeraden im Hyperraum abhängt, die Beschreibung wäre nicht eindeutig. Da dies physikalisch nicht sinnvoll ist, muß eine Abhängigkeit der Verzerrungsfelder von $x_{\perp}$ ausgeschlossen werden.

Als Phasonensprung (*phason flip*) bezeichnet man den lokalen Prozeß des Umklappens von Einheitszellen, der zu einer lokalen Aufbauregelverletzung führt. Dies beinhaltet den Sprung eines einzelnen Atoms der entsprechenden Dekoration des Quasigitters, der dann die neue Anordnung definiert. Beispiele für den 1D-, 2D- (*hexagon flip*) und 3D-Fall sind in Abb. 1.15 dargestellt.

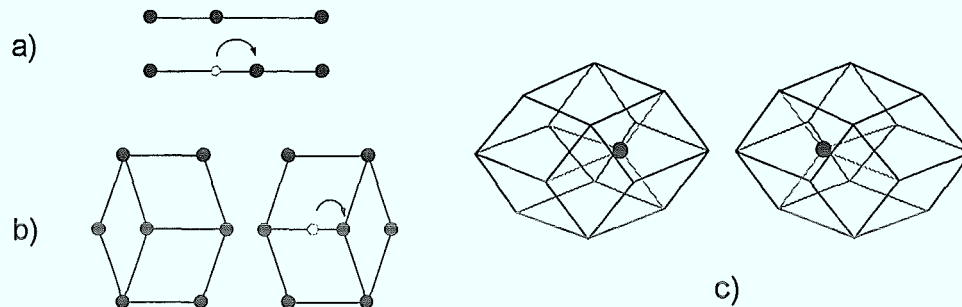


Abb. 1.15: Phasonflips und die damit assoziierten Einzelatomsprünge in einem ein- (a) und zwei- (b) und dreidimensionalen (c) Quasikristall.

Phasonensprünge können in dieser einzelnen, unabhängigen Weise an beliebigen Orten des Quasigitters (*random phasons*), aber auch in kollektiver Form durch das Umklappen ganzer Reihen (*worms*) oder Ringe auftreten, wobei die Sprünge sich gegenseitig induzieren, um eine bestehende Phasonverzerrung oder ein äußeres Verzerrungsfeld abzubauen. Phasonensprünge bewirken eine strukturelle und chemische Entordnung des sonst hochgeordneten deterministischen Quasikristalls. Liegt eine hohe Dichte an Phasonen vor, so spricht man daher von Phasonenunordnung (*phason disorder*).

Die Existenz von Phasonen in realen Quasikristallen kann durch hochauflösende Elektronenmikroskopie nachgewiesen werden. Verfolgt man in einer Hochauflösungsaufnahme eines Quasikristalls (z.B. Abb. 1.3) die Gitterlinien, so findet man, daß diese, wenn eine Phasonverzerrung vorhanden ist, nicht durchgehend, wie in einem ungestörten Quasikristall, sondern unter sprunghaften Verschiebungen (*jags*) verlaufen (Socolar *et al.*, 1986). Dies wird bei Beobachtung der Bilder unter einem flachen Blickwinkel deutlich sichtbar. Diese Verschiebungen entsprechen direkt den Phasonendefekten, d.h. den diskreten Vertauschungen der Abstände aufeinanderfolgender Gitterlinien.

Einen quantitativen Zugang findet man in der Untersuchung der Auswirkungen von Phasonen auf die Reflexpositionen im reziproken Raum, die sich durch Elektronen- oder Röntgenbeugungsexperimente vermessen lassen. Die Beschreibung eines Quasikristalls durch eine Dichtewellentheorie (Bak, 1985) zeigt, daß ein linear mit $x_{\parallel}$ ansteigendes Verzerrungsfeld im Hyperraum (siehe Abb. 1.14) zu einer Verschiebung der Bragg-Reflexe um den Vektor $\Delta \vec{g}_{\parallel}$ von ihren Idealpositionen nach

$$\Delta \vec{g}_{\parallel} = \mathbf{M} \vec{g}_{\perp}, \quad (1.4)$$

(Lubensky *et al.*, 1986, Bancel und Heiney, 1986) führt, wobei $\mathbf{M}$ die 3×3 Phason-Matrix ist. Die Verschiebung ist linear in $\vec{g}_{\perp}$. Dies bedeutet, daß intensitätsschwache Bragg-Reflexe stär-

ker verschoben werden, da sie große $\bar{g}_\perp$ -Komponenten aufweisen. Diese Verschiebungen lassen sich in Elektronenbeugungsbildern nachweisen und vermessen (Kap. 4, Franz, 1996) und können zum Nachweis und zur weiteren Untersuchung von Phasonenverzerrungen ausgenutzt werden.

Versetzungen

Versetzungen in Quasikristallen sind linienartige Defekte, charakterisiert durch ihren Burgersvektor und die Linienrichtung, in völliger Analogie zum Fall der kristallinen Materialien. Die Konstruktion einer Versetzung, z.B. durch einen Voltterra-Prozeß (Hull und Bacon, 1987) erfolgt jedoch nicht im physikalischen Raum, sondern im Hyperraum (Kléman, 1988). Führt man einen Voltterra-Prozeß im physikalischen Raum durch, so erhält man wegen der Aperiodizität des Quasigitters nicht nur die Versetzung als linienhaften Defekt, sondern gleichzeitig einen flächenhaften, mit einem Stapelfehler vergleichbaren Defekt, der im Quasigitter auch in unendlicher Entfernung von der eigentlichen Versetzungslinie noch bestehen bleibt (Bohsung und Trebin, 1989). So wird eine Stufenversetzung in einem ikosaedrischen Quasikristall im 6D-Hyperraum durch das Einschieben oder Entfernen einer fünfdimensionalen "Halbebene" konstruiert. Die Linienrichtung, definiert als die Richtung, entlang derer sich das Verzerrungsfeld der Versetzung nicht ändert, ist dann vierdimensional und besteht aus der eindimensionalen Linienrichtung im physikalischen Raum und (wegen der Bedingung $\bar{U} \neq \bar{U}(x_\perp)$) aus dem gesamten orthogonalen Raum. Eine derartige, direkte Konstruktion von Versetzungen wird derzeit erstmals in einem realistischen Modell für ikosaedrisches Al-Pd-Mn durchgeführt (Yang *et al.*, 1996).

Das Verzerrungsfeld $\bar{U}$ der Versetzung hat Komponenten sowohl im physikalischen als auch im orthogonalen Unterraum. Der sechsdimensionale Burgersvektor $\bar{B}$ wird analog zum Fall der kristallinen Materialien (Burgers, 1940) durch einen Burgersumlauf $\bar{C}$ definiert

$$\bar{B} = \oint_{\bar{C}} d\bar{U}. \quad (1.5)$$

Die Verzerrungsfelder in den 3D-Unterräumen werden nach

$$\bar{B} = \bar{b}_\parallel + \bar{b}_\perp \quad (1.6)$$

durch die Phononkomponente $\bar{b}_\parallel$ und die Phasonkomponente $\bar{b}_\perp$ des Burgersvektors beschrieben. Diese sind folglich direkt mit den entsprechenden Störungen des Quasigitters assoziiert. In diesem Sinne hat $\bar{b}_\parallel$ im Quasikristall die gleiche Bedeutung wie der Burgersvektor $\bar{b}$ einer Versetzung in einem Kristall, während $\bar{b}_\perp$ ein Maß für die Zahl der mit der Versetzung verbundenen Aufbauregelverletzungen darstellt: Ist $b_\perp$ groß gegen die Ausdehnung der atomaren Hyperflächen, so ist eine große Zahl von Phasondefekten mit der Versetzung verbunden. Das Verhältnis der Beträge von Phason- und Phononkomponente des Burgersvektors

$$\zeta \equiv |\bar{b}_\perp|/|\bar{b}_\parallel| \quad (1.7)$$

soll als *Verzerrungsverteilungsparameter* ζ (*strain accommodation parameter*) bezeichnet werden. Dieser Parameter gibt an, in welcher Weise das Verzerrungsfeld einer Versetzung auf Phason- und Phononanteile verteilt wird und kann zur Klassifikation von Versetzungen verwendet werden (Abschn. 4.2).

1.5 Bemerkungen zur Plastizität von Quasikristallen

Die plastische Formänderung eines Kristalls geht mit der relativen Verschiebung zweier benachbarter Netzebenen einher. Die Abgleitung über vollständige Versetzungen führt in Kristal-

len zu einer Struktur, die sich nicht von der Struktur des unverformten Materials unterscheidet. Geschieht die Abgleitung über Partialversetzungen, d.h. Versetzungen, deren Burgersvektor kein Translationsvektor des Gitters ist, so bleibt ein Stapelfehler zurück, da die Verbindung zwischen den gegeneinander abgeglittenen Halbräumen sich nicht fehlerfrei erreichen läßt. Durch die Bewegung einer oder mehrerer weiterer Versetzungen durch das gestörte Gebiet läßt sich jedoch die Ordnung wiederherstellen, wenn die Burgersvektoren aller Versetzungen sich zu einem Translationsvektor des Gitters addieren.

In Quasikristallen führt jede Verschiebung zweier Netzebenen gegeneinander zwangsläufig zu Fehlern, die auch durch beliebige, weitere Verschiebungen nicht verschwinden können. Wegen der Aperiodizität gibt es nur eine Möglichkeit zwei Halbräume fehlerfrei zu verbinden, dies ist in der Konfiguration des ungestörten Quasikristalls. Die bei einer Scherung entstehende Fläche von Defekten (Abb. 1.16 veranschaulicht dies in einer schematischen Weise) kann hier ebenfalls als verallgemeinerter Stapelfehler betrachtet werden.

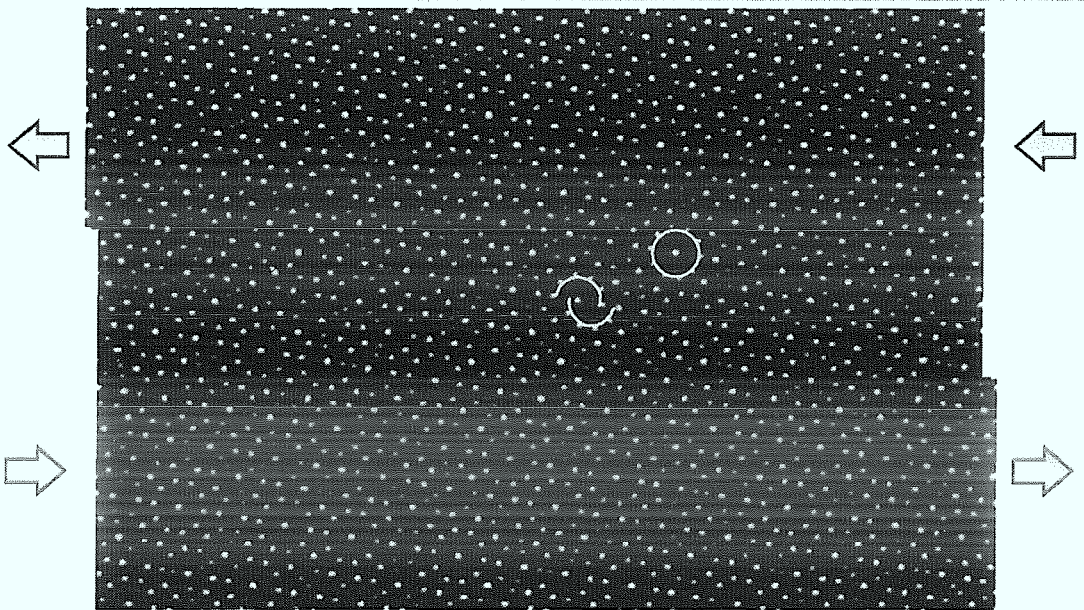


Abb. 1.16: Eine Verschiebung zweier Halbräume gegeneinander hat in einem Quasikristall eine Fläche von Defekten, vergleichbar einem Stapelfehler zur Folge.

Folglich führt jede Versetzungsbewegung in Quasikristallen in ihrer Spur zu Defekten. Dies gilt für Partialversetzungen und für vollständige Versetzungen in gleichem Maße. Die Bezeichnung "Versetzungsgleiten", die in der Kristallphysik für die konservative Versetzungsbewegung in einer Ebene steht, darf deshalb im strengen Sinne für die Versetzungsbewegung in Quasikristallen nicht verwendet werden. Um die große Zahl von Ähnlichkeiten im Verformungsverhalten von Kristallen und Quasikristallen, die trotz dieses fundamentalen Unterschieds gefunden werden (Kap. 4), zu betonen, wird dieser Begriff und auch darauf aufbauende Bezeichnungen wie *Gleitebene* und *Gleitsystem* im folgenden trotzdem übernommen.

Die statische Betrachtung von Versetzungen und deren Phasonendefekten führte einige Autoren (Lubensky, 1986, Socolar, 1986, Kalugin, 1985, Ovid'ko, 1992) zu der Schlußfolgerung, daß Versetzungen in Quasikristallen unbeweglich oder nahezu immobil sein müssen. Nach dem experimentellen Nachweis der Hochtemperaturduktilität von Quasikristallen (Kang und Dubois, 1992) wurde angenommen, daß die Phasonendefekte, die die Versetzung umgeben (*phason cloud*), von dieser in ihrer Bewegung mitgeführt werden und durch die zwangsläufig damit verbundenen Diffusionsvorgänge die Versetzungsgeschwindigkeit bestimmen (z.B. Bresson, 1994). Eine von diesen Vorstellungen deutlich abweichende, dynamische Betrachtungsweise der Versetzungsbewegung in Quasikristallen wird in Kap. 5 vorgestellt.

2. Elastische und anelastische Eigenschaften von Quasikristallen

Die mechanische Spektroskopie, d.h. die Messung der inneren Reibung, liefert Informationen über die elastischen und die anelastischen Eigenschaften eines Materials. Diese seit einigen Jahrzehnten vor allem zur Untersuchung kristalliner Metalle eingesetzte Methode ermöglicht die direkte Untersuchung mechanischer Relaxationsprozesse und die quantitative Bestimmung der thermodynamischen Relaxationsparameter. Einen ausführlichen Überblick über die experimentellen Methoden, die theoretischen Grundlagen und die bisher bekannten Relaxationsmechanismen findet der Leser bei Nowick und Berry, 1972.

Messungen der inneren Reibung sind an Quasikristallen bisher nur in sehr eingeschränkten Temperaturbereichen durch Okumura *et al.*, 1994, an Al-Cu-V und durch VanCleve *et al.*, 1990, an einigen Legierungen, z.B. Al-Cu-Fe und Al-Li-Cu durchgeführt worden. In beiden Untersuchungen stand nur polyquasikristallines Material zur Verfügung. Die ersten Messungen an Einquasikristallen wurden im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt (Feuerbacher *et al.*, 1996a).

2.1 Elastische und anelastische Prozesse

Die Definition des Begriffs "elastisch" als Charakterisierung eines Verformungsprozesses erfolgt über das Hookesche Gesetz

$$\sigma = E\varepsilon, \quad (2.1)$$

das die Spannung σ , der ein Körper ausgesetzt ist, mit der resultierenden Dehnung ε über den elastischen Modul E in Zusammenhang setzt. Diese Gleichung stellt folgende Forderungen an einen ideal elastischen Prozeß:

- 1.) Zu jedem Spannungswert gehört ein eindeutiger Gleichgewichts-Dehnungswert. Dies beinhaltet die Reversibilität eines elastischen Prozesses.
- 2.) Dieser Dehnungswert wird instantan mit einer Spannungsänderung eingestellt.
- 3.) Der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung ist linear.

Hebt man diese Forderungen ganz oder teilweise auf, so kann nicht mehr von idealer Elastizität gesprochen werden. Die Aufhebung von 3.), bei gleichzeitiger Erfüllung von 1.) und 2.) führt zur nichtlinearen Elastizität, die Aufhebung von 1.) und 3.) zur instantanen Plastizität (Kristallplastizität). Die Aufhebung der Forderung 2.) bei Erfüllung von 1.) und 3.), also das Zulassen zeitabhängiger Phänomene, kann als Definition eines *anelastischen* Prozesses betrachtet werden. In diesem Sinne beinhaltet die Untersuchung anelastischer Prozesse die Erforschung der elastischen Antwort eines Materials auf Änderungen des Spannungs- oder Dehnungszustandes in Abhängigkeit von der Zeit.

2.2 Theoretische Grundlagen der anelastischen Verformung

Die Untersuchung der Reaktion eines Materials auf eine von außen zugeführte Störung kann in statischer oder in dynamischer Weise durchgeführt werden. In einer statischen Untersuchung wird die Störung als plötzliche, äußere Änderung des Spannungs- oder Dehnungszustandes eingeführt, worauf die Reaktion des Materials in Form einer Dehnungs- bzw. Spannungsänderung beobachtet wird. Die Einstellung eines neuen Gleichgewichtszustandes erfolgt

2. Elastische und anelastische Eigenschaften

nicht instantan, sondern man beobachtet eine Antwortfunktion (*response function*) $\Psi(t)$ der Form

$$\Psi(t) \propto \exp(-t/\tau). \quad (2.2)$$

Die Relaxationszeit τ wird als Maß für die charakteristische Zeit eingeführt, die ein gegebenes physikalisches System braucht, um einen neuen Gleichgewichtszustand zu erreichen (siehe z.B. de Batist, 1994). Die direkte, statische Messung der Antwortfunktion wird als Messung der elastischen Nachwirkung bezeichnet (*elastic aftereffect*).

In der Praxis wird häufig eine dynamische Untersuchungsweise bevorzugt. Zur Diskussion betrachte man ein System, das einer harmonisch mit der Zeit variierenden Spannung $\sigma(t) = \sigma_0 \exp(i\omega t)$, mit $\omega = 2\pi f$ unterworfen ist. ω ist die Kreisfrequenz und f die Frequenz, mit der das System angeregt wird. Das System reagiert mit einer harmonischen Dehnungsänderung $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \exp(i(\omega t - \phi))$, die im allgemeinen mit einer Phasenverschiebung ϕ auftritt. Die dissipierte Energie pro Einheitsvolumen in einem vollständigen Zyklus ist gegeben durch $\Delta W = \oint d\varepsilon \sigma$. Die maximale gespeicherte Energie in einem Zyklus ist gegeben durch $W = \int_{\omega\tau=0}^{\pi/2} d\varepsilon \sigma$. Die *innere Reibung* Q^{-1} eines Systems unter zyklischer Verformung ist über das Verhältnis der dissipierten und der maximal gespeicherten Energie in einem Zyklus definiert. Man findet

$$Q^{-1} \equiv \frac{1}{2\pi} \Delta W / W = \tan \phi. \quad (2.3)$$

Die innere Reibung ist also gegeben durch den Tangens der Phasenverschiebung zwischen Spannung und Dehnung. Die Größe ϕ wird deshalb auch als mechanischer Verlustwinkel bezeichnet. Die innere Reibung kann mit Hilfe verschiedener experimenteller Techniken bestimmt werden. In dieser Arbeit wurde die Dämpfung freier Schwingungen untersucht. Dazu wird das Material zunächst zu Schwingungen angeregt. Nach Abschalten des Antriebs der Schwingung stellt sich eine freie, gedämpfte Schwingung nach

$$x(t) = A(t) \cdot \exp(i\omega t), \quad \text{mit} \quad A(t) = x_0 \cdot \exp\left(-\vartheta \frac{\omega}{2\pi} t\right) \quad (2.4)$$

ein. x ist eine verallgemeinerte Ortsraumkoordinate, die sowohl eine Torsionsschwingung als auch eine Biegeschwingung beschreiben kann. x_0 ist eine Konstante. Die Größe ϑ wird als das logarithmische Dekrement bezeichnet. Es beschreibt das Verhältnis zweier aufeinanderfolgender Amplituden A_n und A_{n+1} und ist während des gesamten Abklingens der Schwingungen, d.h. für alle n , konstant.

$$\vartheta = \ln \left(\frac{A_n}{A_{n+1}} \right). \quad (2.5)$$

In diese Größe fließen die Materialeigenschaften direkt ein. Das logarithmische Dekrement ist mit dem Verlustwinkel verknüpft über (Zener, 1947)

$$\tan \phi \approx \frac{\vartheta}{\pi} \left(1 - \frac{\vartheta}{2\pi} + \dots \right). \quad (2.6)$$

Aus der Messung von ϑ kann also die innere Reibung experimentell bestimmt werden.

Die Untersuchung der Dynamik des anelastischen Verformungsprozesses erfordert die Betrachtung eines makroskopischen Modells. Dazu wurde von Zener, 1948, der *Standard-anelastische Körper* als mechanisches Analogon zum Debye-Modell der dielektrischen Relaxation eingeführt. Für die Frequenzabhängigkeit der inneren Reibung findet man damit

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}. \quad (2.7)$$

Diese Gleichung beschreibt ein symmetrisches Debye-Maximum der Höhe $\Delta/2$ an der Stelle $\omega\tau = 1$. Δ ist die Relaxationsstärke. Die Relaxationszeit τ zeigt eine Temperaturabhängigkeit, die in der Regel durch eine Arrhenius-Gleichung beschrieben werden kann.

$$\tau = \tau_{\infty} \exp(H/kT). \quad (2.8)$$

Dabei ist der präexponentielle Faktor τ_{∞} eine charakteristische Zeitkonstante für den physikalischen Prozeß, der die Energiedissipation bewirkt. H ist die Aktivierungsenthalpie, k die Boltzmann-Konstante und T die absolute Temperatur. Die innere Reibung läßt sich folglich als Funktion der Frequenz oder der Temperatur auffassen. In der Praxis wird die innere Reibung in einer spektroskopischen Weise unter Variation eines dieser beiden Parameter gemessen. Dafür ist wegen der exponentiellen Temperaturabhängigkeit die Variation der Temperatur besonders günstig. Es können in verhältnismäßig kleinen Meßbereichen bereits große Änderungen der inneren Reibung erfaßt werden.

Aus (2.8) folgt $\ln \omega\tau = \ln \omega\tau_{\infty} + H/kT$. An der Stelle des Debye-Maximums ($\omega\tau = 1$) gilt dann

$$\ln \omega\tau_{\infty} + H/kT_{\text{peak}} = 0. \quad (2.9)$$

Dabei ist T_{peak} die Temperatur, bei der das Maximum auftritt. Aus dieser Gleichung folgt direkt, daß im Falle eines thermisch aktivierten Relaxationsprozesses die Peaktemperatur T_{peak} mit der Frequenz verschoben wird. Mißt man die Temperaturabhängigkeit der inneren Reibung bei unterschiedlichen Frequenzen, so lassen sich die Aktivierungsparameter eines thermisch aktivierten Relaxationsprozesses direkt bestimmen. In der Auftragung $\ln(2\pi f_{\text{peak}})$ über $1/T_{\text{peak}}$, wobei $\ln(2\pi f_{\text{peak}})$ die Frequenz an der Stelle des Maximums ist, bekommt man aus der Steigung die Aktivierungsenthalpie und aus dem Achsenabschnitt den präexponentiellen Faktor.

Setzt man die Gleichung (2.8) in (2.7) ein, so erhält man einen Ausdruck für die Temperaturabhängigkeit von Q^{-1} .

$$Q^{-1}(T) = \frac{\Delta}{2} \cosh^{-1} \left[\frac{H}{k} \left(1/T - 1/T_{\text{peak}} \right) \right] + B(T). \quad (2.10)$$

Diese Gleichung ist nur näherungsweise gültig, da die (schwachen) Temperaturabhängigkeiten der Relaxationsstärke und der Frequenz (aus der Temperaturabhängigkeit des elastischen Moduls) vernachlässigt werden. Der Term $B(T)$ wird empirisch hinzugefügt, um den experimentellen Untergrund zu berücksichtigen. Dieser ist in den experimentellen Kurven einfach zu erkennen, und wird vor der Auswertung der Form eines Debye-Peaks von der gemessenen Kurve abgezogen. Der linke Term zeigt, daß ein Debye-Peak an der Stelle T_{peak} , der aus einem einzelnen Relaxationsprozeß herrührt, symmetrisch in $1/T$ ist.

Existieren in einem Material mehrere, parallel wirkende Relaxationsprozesse, so überlagern sich entsprechend die daraus resultierenden Verlustmaxima in der inneren Reibung in diskreter oder kontinuierlicher Weise. Im Falle diskreter, unabhängiger Prozesse, ersetzt man den Ausdruck (2.7) durch eine Summe entsprechender Terme, die jeweils durch eine dem individuellen Prozeß zugeordnete Relaxationszeit τ , charakterisiert sind. Eine kontinuierliche Verteilung von u.U. wechselwirkenden Relaxationsprozessen verlangt die Einführung einer Verteilungsfunktion von Relaxationszeiten. Eine Auflistung solcher Funktionen findet sich bei Gross, 1953. Am häufigsten wird eine Gaußförmige Verteilung verwendet, mit der neben τ_{∞} und H ein weiterer Parameter β , der die Breite der Verteilung beschreibt, eingeführt wird. Im allgemeinen erfordert die Annahme einer bestimmten Verteilungsfunktion, speziell im Fall einer unsymmetrischen Verteilung, jedoch die Begründung durch ein theoretisches Modell. Im Falle einer solchen Verteilung von Relaxationsprozessen ergibt die Bestimmung der Relaxationsparameter τ_{∞} und H nach (2.9) die *mittleren* Relaxationsparameter der Verteilung.

2. Elastische und anelastische Eigenschaften

Aus der komplexen Darstellung der Zeitabhängigkeit von Spannung und Dehnung folgt nach (2.1) zwanglos ein verallgemeinerter *dynamischer Modul* $\tilde{M}$, der seinerseits zeitabhängig und komplex ist (siehe z.B. de Batist, 1972). Für den Betrag dieses Moduls, $M = \sqrt{M_1^2 + M_2^2}$, wobei M_1 der Realteil und M_2 der Imaginärteil ist, gilt

$$M \propto f^2. \quad (2.11)$$

Diese Größe ist folglich durch die Messung der Eigenfrequenz f der schwingenden Probe dem Experiment direkt zugänglich. Die Proportionalitätskonstante ist von der Probengeometrie und dem Schwingungsmodus (Torsionsschwingung, Biegeschwingung,...) abhängig (siehe 2.3.3). Der dynamische Modul schließt die anelastische Relaxation des Materials mit ein. Der rein elastische Teil des Moduls, der keine zeitabhängigen Phänomene berücksichtigt, wird durch den unrelaxierten Modul M_u beschrieben. In einem dynamischen Experiment gilt $M_u \approx M$, wenn die Bedingung

$$\ln \omega \tau_\infty + \frac{H}{kT} \gg 0 \quad (2.12)$$

erfüllt ist (Weller *et al.*, 1981). Diese Gleichung kann bei gegebenen Materialeigenschaften (τ_∞ , H fest) bei hohen Frequenzen und bei tiefen Temperaturen erfüllt werden. Folglich kann der unrelaxierte Modul in einem Hochfrequenzexperiment, z.B. einer Schallgeschwindigkeitsmessung, oder im Tieftemperaturbereich eines Experiments bei kleineren Frequenzen bestimmt werden. Unter Voraussetzung eines linearen Temperaturverhaltens läßt sich im zweiten Fall der unrelaxierte Modul bei höheren Temperaturen durch Extrapolation des Tieftemperaturbereichs näherungsweise ermitteln.

2.3 Experimentelle Methoden

2.3.1 Probenpräparation

Die Messungen wurden in allen untersuchten Frequenz- und Temperaturbereichen mit Proben der gleichen Geometrie durchgeführt. Aus phasenreinen Al-Pd-Mn-Einquasikristallen wurden Platten der Maße $40 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$ mittels Funkenerosion geschnitten. Die Kanten wurden so orientiert, daß alle Probenoberflächen eine in zweizählige Richtung orientierte Flächennormale aufwiesen. In einem Fall wurde eine Probe mit fünfzähliger Längsachse und zwei- bzw. pseudo-zweizähligen Seitenflächen geschnitten. Die Oberflächen wurden geschliffen, um Verunreinigungen und Reste aufgeschmolzenen Materials aus der Funkenerosion zu entfernen. Die Proben wurden in einer chemischen Analyse auf Spuren der Elemente C, N und O untersucht.

2.3.2 Meßapparaturen

Die Messungen wurden in zwei verschiedenen Apparaturen durchgeführt. Die Messungen im niederfrequenten Bereich (etwa 1 Hz bis 10 Hz) erfolgten in einem umgekehrten Torsionspendel (Abb. 2.1). Dieser Mechanismus besteht aus einem vertikal aufgehängten Rohr, an dem ein Drehpendelarm mit seitlich aufsitzenden, verschiebbaren Massen (A) befestigt ist. Ein Permanentmagnet in einem Spulenpaar (C) wird zur Anregung von Drehschwingungen benutzt. Mittels eines Gegengewichts (W) wird die Probe (P) unter leichter Zugspannung (ca. 0,1 N) gehalten. Die Probe befindet sich in einem schmalen Rohrofen (H), der die Durchführung von

Experimenten bis ca. 1100K erlaubt¹. Der gesamte Mechanismus befindet sich unter einer Vakuumm Glocke (G), die mit Gasen befüllt werden kann. Um einen guten Temperatenausgleich zu erreichen, wurden die Experimente in einer 100 Pa Heliumatmosphäre durchgeführt. Der untere Teil der Apparatur (B) befindet sich in einem Stickstoffdewar (K), der den Temperaturbereich nach unten bis etwa 100 K ausdehnt. Die Schwingungsamplitude wird über ein optisches System gemessen: Eine Lichtquelle (L) beleuchtet durch ein Fenster in der Vakuumm Glocke einen Spiegel, der am Pendel befestigt ist. Der reflektierte Strahl wird mit einem ortsauflösenden Detektor (D) aufgenommen, der das Signal an ein elektronisches Meß- und Regelsystem weiterleitet. Eine genauere Beschreibung der Apparatur findet sich bei Weller, 1996a.

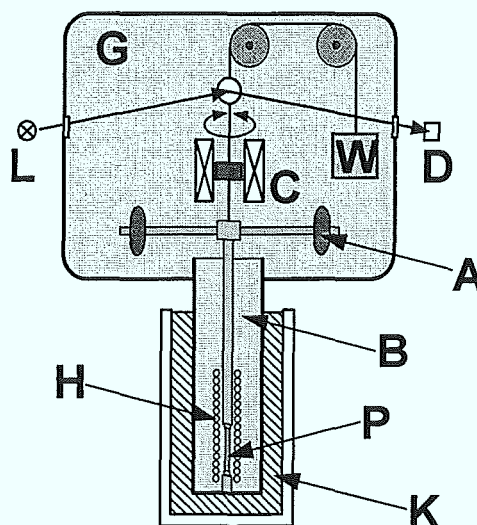


Abb. 2.1: Schematische Abbildung des mechanischen Teils des umgekehrten Torsionspendels, wie es für Messungen im niederfrequenten Bereich benutzt wurde. Erläuterungen im Text.

Die Messungen im kHz-Bereich wurden mittels resonanter Anregung von Eigenfrequenzen der plattenförmigen Probe durchgeführt (*resonant bar technique*). Die Probe wird horizontal an den Knoten der Eigenschwingungen von 0,3 mm dünnen Drähten getragen (Abb. 2.2, W), die durch ein System von Rollen (R) schlingenförmig um die Probe geführt werden.

Die Kontakte der Drähte mit der Probe dienen gleichzeitig als Thermoelemente für die Temperaturmessung. Eine Elektrode (E) ist nahe oberhalb der Probe angebracht. Sie wird sowohl zur Anregung als auch zur Detektion der Oszillationen der Probe genutzt. Der gesamte Aufbau befindet sich in einem evakuierten Rohr. Die Messungen werden in einem Vakuum von etwa 10^{-2} Pa durchgeführt. In direkter Nähe der Probe befindet sich die Heizung (H). Der ge-

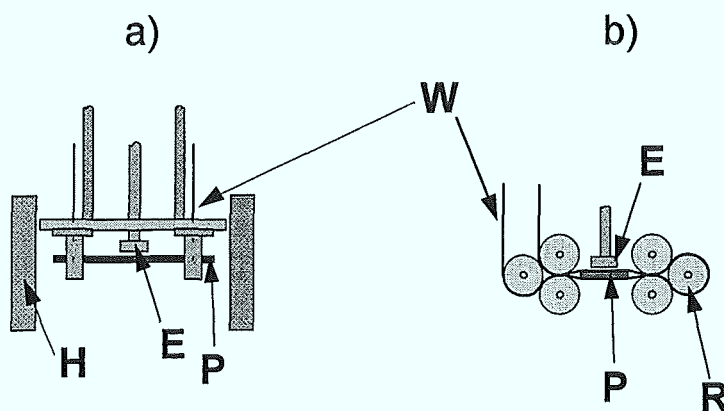


Abb. 2.2: Schematische Abbildung des mechanischen Teils der Apparatur für Messungen im kHz Bereich. (a) Zentraler Teil des Probenhalters. (b) Seitenansicht der Probeneinspannvorrichtung. Erläuterungen im Text.

¹ In diesem Kapitel werden, abweichend von den anderen Kapiteln, alle Temperaturen auf der absoluten Temperaturskala in Kelvin angegeben, um die übliche Notation in der Literatur zu diesem Thema beizubehalten.

samte probennahe Teil befindet sich in einem Dewargefäß, das mit flüssigem Stickstoff oder Helium befüllt werden kann. Auf diese Weise erstreckt sich der erreichbare Temperaturbereich von etwa 30 bis 650 K. Eine genauere Beschreibung der Apparatur findet sich bei Weller und Török, 1987.

2.3.3 Meßprozedur

Die Messungen werden unter kontinuierlicher Variation der Temperatur bei konstanter Frequenz durchgeführt. Die Heizrate wird mit etwa 2-5 K/s so klein gewählt, daß die Probe zu keinem Zeitpunkt der Messung aus dem thermischen Gleichgewicht getrieben werden kann. Zur Aufnahme eines Meßpunkts wird die momentane Temperatur gemessen, während die Probe einige Zeit zu Schwingungen angeregt wird. Die Amplituden werden so klein gehalten, daß die maximale Dehnung an den Probenoberflächen unter 10^{-5} liegt. Nach dem Abschalten der Anregung werden die Amplituden von etwa 100 freien, abklingenden Schwingungen und die Frequenz gemessen. Anschließend wird eine zweite Temperaturmessung durchgeführt, aus der durch Mittelwertbildung mit der ersten die mittlere Temperatur des Meßschritts berechnet wird.

Das logarithmische Dekrement wird durch Anpassung einer Einhüllenden an die Folge der abklingenden Amplituden bestimmt. Die innere Reibung wird daraus nach (2.6) berechnet.

In der elementaren Schwingungstheorie findet man zwischen dem Quadrat der Eigenfrequenz eines schwingenden Systems und der elastischen Konstante, die das rücktreibende Moment bewirkt, eine Proportionalität. In gleicher Weise findet man dies für die vorliegenden Experimente, wobei die Proportionalitätskonstante durch die Geometrie der Probe und durch weitere Materialeigenschaften gegeben ist. Aus den Messungen der Eigenfrequenzen der Biegeschwingung wird der relaxierte Elastizitätsmodul E einer Probe der Dichte ρ , der Länge l und der Dicke d nach

$$E = (0.9464 \rho l^4 / d^2) \cdot f^2 \quad (2.13)$$

aus dem Quadrat der Eigenfrequenz berechnet (Nowick und Berry, 1972). Im Falle der Torsionsschwingungen ist der Schubmodul μ proportional zum Quadrat der Eigenfrequenz. Hier kann jedoch der Proportionalitätsfaktor nicht so einfach aus der Probengeometrie bestimmt werden. Daher wird durch Vergleichsmessung einer Probe mit bekanntem Schubmodul (hier FeC) der absolute Wert des Schubmoduls der Probe an einem Temperaturwert festgelegt, so daß über den gesamten Temperaturbereich die Eigenfrequenz in den Schubmodul umgerechnet werden kann.

Im Tieftemperaturbereich, der sich von den niedrigsten erreichbaren Temperaturen (ca. 30 bis 100 K, je nach Meßapparatur) bis etwa 650 K erstreckt, wurden Messungen bei Frequenzen um 2,5 und 12 Hz und im kHz-Bereich durchgeführt. Im Hochtemperaturbereich (ca. 650 bis 1100 K) wurden Messungen zwischen 1,6 und 12,7 Hz durchgeführt. Eine Möglichkeit zur Durchführung von Untersuchungen im kHz-Bereich bei hohen Temperaturen stand zum Zeitpunkt der Messungen noch nicht zur Verfügung.

Das Material wurde nach den Messungen der inneren Reibung in einem Transmissionselektronenmikroskop TEM untersucht um eventuelle strukturelle Veränderungen festzustellen. Dabei wurden Proben, die nur im Tieftemperaturbereich, und solche, die im gesamten Temperaturbereich untersucht worden waren, getrennt betrachtet, um eventuelle Auswirkungen verschiedener Relaxationsprozesse auf die Struktur unterscheiden zu können.

2.4 Experimentelle Ergebnisse

2.4.1 Spektrum

Abb. 2.3 zeigt die innere Reibung und das Quadrat der Eigenfrequenzen² im Temperaturbereich von etwa 100 bis 1100 K gemessen im Torsionspendel bei einer Frequenz um 2,75 Hz. Es sind die Daten zweier aufeinanderfolgender Messungen dargestellt, wobei die Ergebnisse des ersten Laufs durch Symbole, die des zweiten durch gestrichelte Linien eingezeichnet sind. In der inneren Reibung treten zwei Maxima auf, die sich in ihrer Höhe um etwa zwei Größenordnungen unterscheiden. Das dominante Maximum im Temperaturbereich um 800 K, in der Abbildung mit B markiert, zeigt eine ungewöhnliche Verbreiterung auf der Tieftemperaturseite. Um etwa 350 K tritt das kleinere Maximum (A) auf.

Die f^2 -Kurven zeigen im Tieftemperaturbereich einen linear abfallenden Verlauf. Erreicht die Temperatur Werte um 600 K, so setzt die anelastische Relaxation des Materials ein und führt zu einer Abweichung vom linearen Temperaturverhalten. Die Kurven des ersten und zweiten Laufs der Messung decken sich im oberen Temperaturbereich. Bei Temperaturen unterhalb von etwa 740 K liegt die Kurve des zweiten Laufs (und aller darauf folgenden Läufe) bei um 3 % höheren Werten.

In der inneren Reibung zeigen sich nur kleine Unterschiede im Bereich um 950 K zwischen der ersten und der zweiten Messung. Es tritt keine Veränderung der Höhe oder der Form eines der beiden Maxima auf. Folglich können die zugrunde liegenden Relaxationsprozesse als stabil gegen Temperaturänderungen angesehen werden.

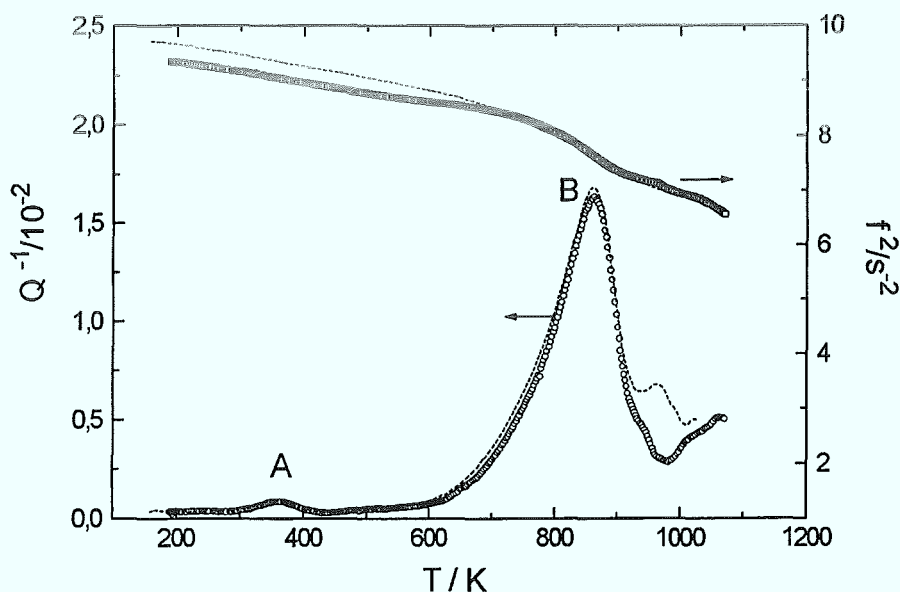


Abb. 2.3: Innere Reibung Q^{-1} und Quadrat der Eigenfrequenzen f^2 gemessen im Torsionspendel bei Frequenzen um 2,75 Hz. Der erste Temperaturlauf ist durch kreisförmige (Q^{-1}) bzw. quadratische (f^2) Symbole dargestellt, der zweite durch gestrichelte Linien.

² Die innere Reibung wird immer zusammen mit dem Quadrat der Eigenfrequenzen dargestellt, da aus f^2 der elastische Modul bestimmt wird.

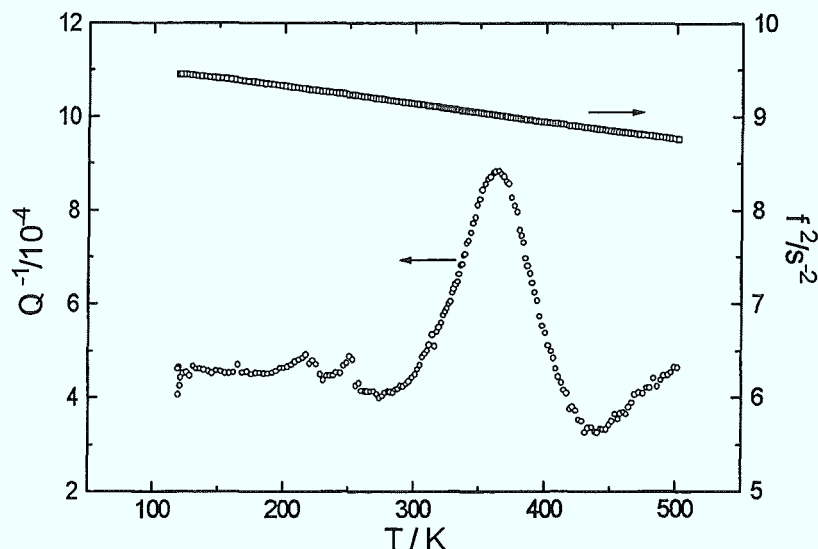


Abb. 2.4: Tieftemperaturbereich bei Frequenzen um 3 Hz. Innere Reibung Q^{-1} und Quadrat der Eigenfrequenzen f^2 im Torsionspendel.

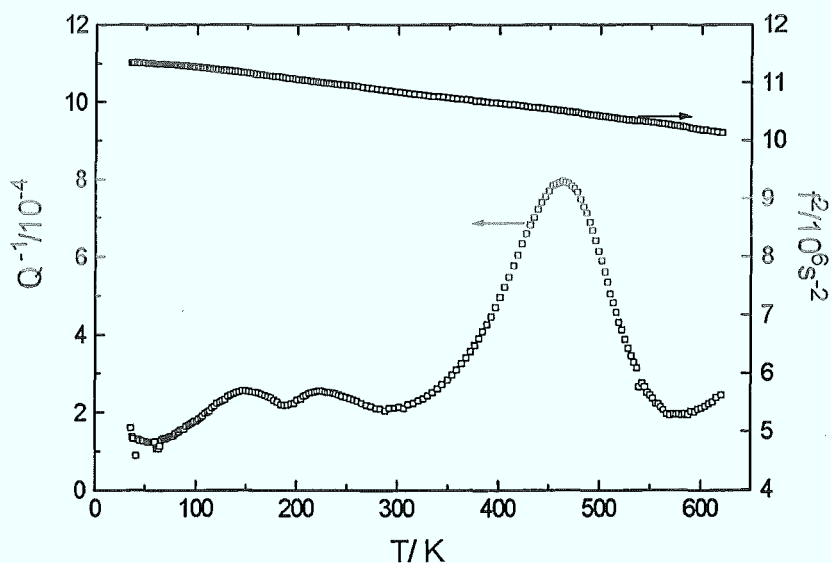


Abb. 2.5: Tieftemperaturbereich im kHz-Bereich. Innere Reibung Q^{-1} und Quadrat der Eigenfrequenzen f^2 .

Abb. 2.4 zeigt eine unabhängige Messung im Tieftemperaturbereich mit dem Maximum A bei einer Frequenz um 3 Hz. In dieser Skalierung ist sichtbar, daß auch hier eine unsymmetrische Verbreiterung auftritt. Die f^2 -Kurve ist im gesamten Bereich linear, da im Temperaturbereich um 350 K nur eine sehr schwache anelastische Relaxation auftritt, die sich im Temperaturspektrum der Eigenfrequenzen kaum bemerkbar macht. Dies gilt auch im hochfrequenten Bereich um 3 kHz (Fig. 2.5). Hier tritt das Maximum A verschoben bei etwa 480 K auf. Die Höhe des Maximums ändert sich kaum mit der Frequenz.

Die Untersuchung der anelastisch verformten Proben durch Elektronenbeugung in einem TEM ergibt, daß keine Phasenumwandlung in eine nicht-ikosaedrische Phase stattgefunden hat. Proben, die nur im Tieftemperaturbereich (bis ca. 600 K) anelastisch verformt wurden, zeigen perfekte Beugungsbilder, die nicht von denen unverformter Proben zu unterscheiden sind. Die Beugungsbilder der Proben, die auch im Hochtemperaturbereich anelastisch verformt wurden,

zeigen dagegen leichte Abweichungen schwacher Reflexe von den idealen Bragg-Positionen. Dies deutet auf den Einbau von Phasonendefekten (Abschn. 1.4) im Zuge der anelastischen Verformung hin.

2.4.2 Elastische Konstanten

Abb. 2.6 zeigt die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls (obere Kurve) und des Schubmoduls (untere Kurve). In diesem Temperaturbereich unterscheiden sich die unrelaxierten und die relaxierten Moduln nicht (siehe 2.2). Entsprechend findet man einen linearen Verlauf der Kurven. Bei Temperaturen unter 50K ist der Elastizitätsmodul konstant.

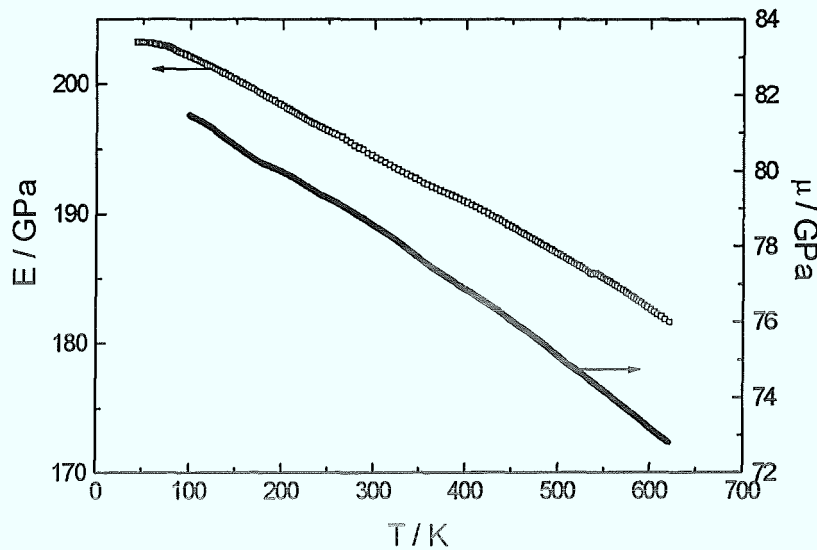


Abb. 2.6: Elastizitätsmodul E ($\square$) und Schubmodul μ ($\bullet$) von ikosaedrischem Al-Pd-Mn in Abhängigkeit von der Temperatur.

	$T=300\text{ K}$	$T \rightarrow 0\text{ K}$	Steigung
E	194,4 GPa	203,2 GPa	-0,0382 GPaK ⁻¹
μ	78,5 GPa	83,3 GPa	-0,0164 GPaK ⁻¹

Tab. 2.1: Elastische Konstanten von ikosaedrischem Al-Pd-Mn.

In Tabelle 2.1 sind die gefundenen Zahlenwerte einiger Eckdaten aufgelistet. Die Bestimmung des Grenzwerts $T \rightarrow 0$ wurde im Falle des Elastizitätsmoduls durch Extrapolation des konstanten Tieftemperaturbereichs durchgeführt. Dies war für den Schubmodul nicht möglich, da die Messungen nicht bis zu genügend tiefen Temperaturen durchgeführt werden konnten. Hier wurde der Grenzwert durch Bestimmung des Achsenabschnitts des linearen Bereichs bestimmt.

Aus der unabhängigen Bestimmung des Elastizitätsmoduls und des Schubmoduls kann für elastisch isotrope Materialien die Poisson- oder Querkontraktionszahl ν und deren Temperaturabhängigkeit bestimmt werden (Landau und Lifschitz, 1994). Die in Abb. 2.6 dargestellten Werte wurden nach

$$\nu = \frac{E}{2\mu} - 1 \quad (2.14)$$

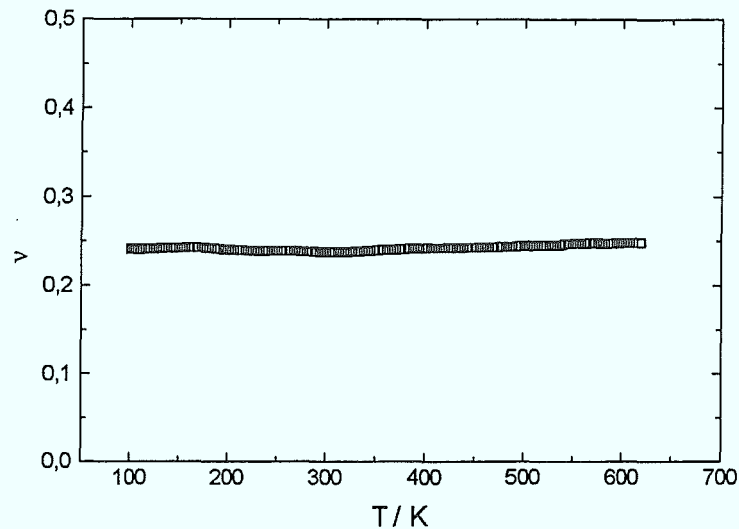


Abb. 2.7: Poissonzahl von ikosaedrischem Al-Pd-Mn im Temperaturbereich von 100 bis 620 K.

aus den Meßwerten berechnet. Die Poissonzahl, die Werte zwischen 0 und 0,5 annehmen kann, wurde im gesamten, der Messung zugänglichen Bereich zu 0,24 bestimmt.

Der Schubmodul des Materials wurde bis nahe des Schmelzpunkts gemessen. Im Temperaturbereich oberhalb von etwa 650 K läßt sich nur der relaxierte Modul bestimmen. Der gesamte Temperaturbereich ist in Abb. 2.8 für einige Messungen bei Frequenzen zwischen 1,5 und 12,7 Hz dargestellt. Das in Abschnitt 2.4.1 festgestellte abweichende Verhalten der ersten Messung (gepunktete Linie) gegenüber den folgenden spiegelt sich auch in der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls wider.

Der unrelaxierte Modul kann unter Voraussetzung eines linearen Temperaturverhaltens aus den Messungen unterhalb 650 K zu höheren Temperaturen extrapoliert werden. (Gestrichelte Linie in Abb. 2.8).

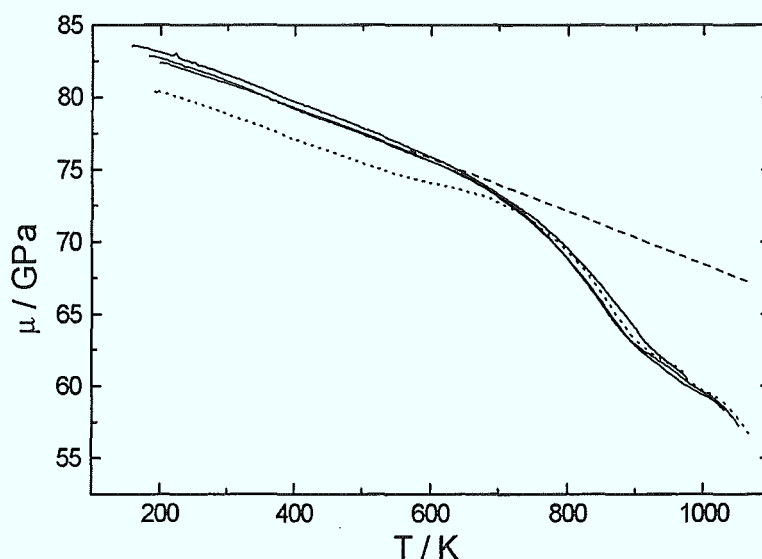


Abb. 2.8: Relaxierter Schubmodul von ikosaedrischem Al-Pd-Mn im Temperaturbereich von 100 bis 1050 K. Die erste Messung (gepunktete Linie) zeigt einen niedrigeren Modul als die folgenden. Die Extrapolation des unrelaxierten Moduls zu hohen Temperaturen ist gestrichelt gezeichnet.

2.4.3 Innere Reibung

Bestimmung der Relaxationsparameter

Aus der Verschiebung eines Maximums im Temperaturspektrum der inneren Reibung lassen sich die Relaxationsparameter, der präexponentielle Faktor τ_∞ , der meist als Kehrwert τ_∞^{-1} angegeben wird, und die Aktivierungsenthalpie H des damit verbundenen Prozesses bestimmen (siehe 2.2).

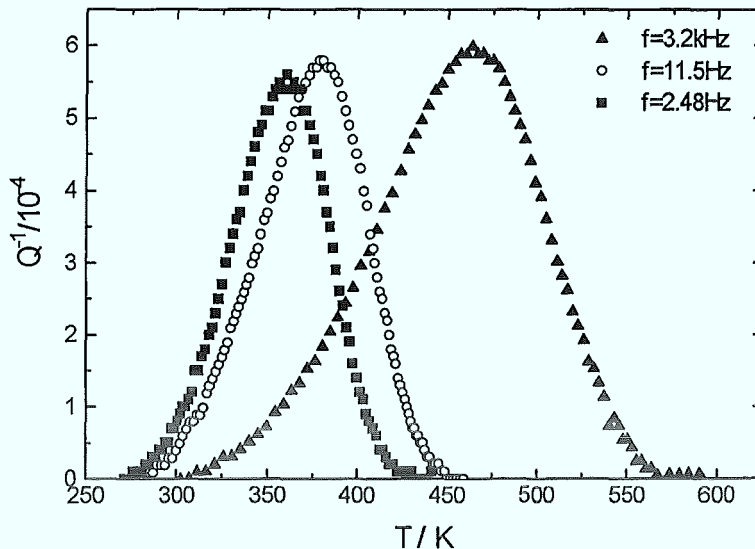


Abb. 2.9: Verschiebung des Tieftemperaturmaximums (A) der inneren Reibung mit der Frequenz. Der Untergrund wurde abgezogen.

Abb. 2.9 zeigt das Maximum im Tieftemperaturbereich (A) in nicht normierter Darstellung bei drei verschiedenen Frequenzen. Der experimentelle Untergrund wurde abgezogen. Mit steigender Frequenz tritt eine deutliche Verschiebung zu höheren Temperaturen auf. Diese Beobachtung zeigt, daß der zugrunde liegende Relaxationsprozeß thermisch aktiviert ist. Die quantitative Auswertung der Verschiebung mit Hilfe einer Arrhenius-Darstellung nach (2.9) (mit $\ln(\tau) = -\ln(2\pi f_{\text{peak}})$ an der Stelle des Maximums) zeigt Abb. 2.10 für die Maxima A und B.

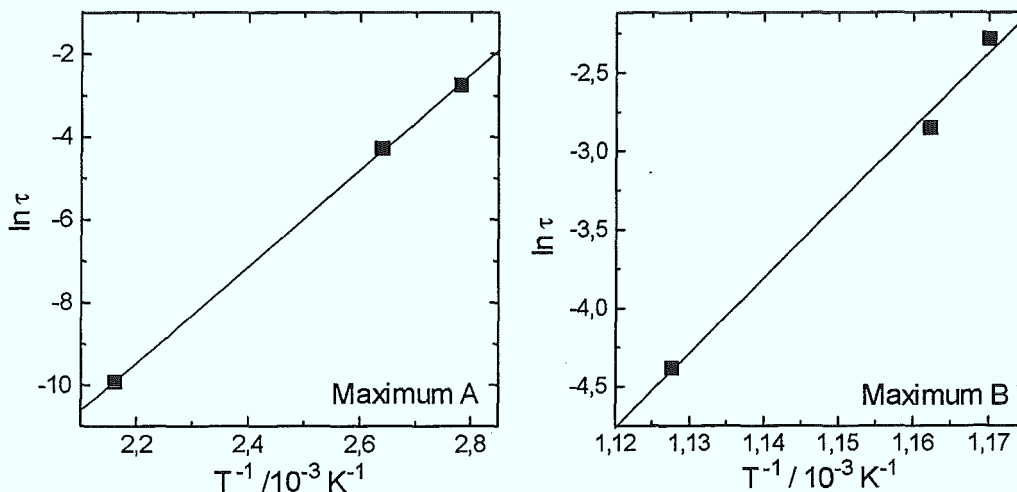


Abb. 2.10: Verschiebung der Peaktemperatur mit der Frequenz in einer Arrhenius-Darstellung.

	H / eV	$\tau_{\infty}^{-1} / \text{s}^{-1}$
Maximum A	$0,98 \pm 0,02$	$4,5 \times 10^{(14 \pm 1)}$
Maximum B	$4,0 \pm 0,4$	$3,0 \times 10^{(24 \pm 1)}$

Tab. 2.2: Relaxationsparameter der stärksten anelastischen Verlustprozesse in ikosaedrischem Al-Pd-Mn.

In Tab 2.2 sind die Relaxationsparameter der Prozesse aufgeführt³, die den beobachteten Maxima A und B zugrunde liegen.

Da aus experimentellen Gründen für die Messungen im Hochtemperaturbereich ein sehr viel engerer Frequenzbereich der Messung zugänglich war, sind die Parameter, die für das Maximum B bestimmt wurden, mit einer um eine Größenordnung größeren Meßunsicherheit behaftet als für das Maximum A.

Auswertung der Form der Relaxationsmaxima

Die Höhe der beobachteten Maxima ist nur schwach von der Frequenz abhängig (Abb. 2.9). Im Falle des Maximums A findet man eine absolute Höhe von $5,6 \times 10^{-4}$ bei 2,5 Hz. Der Maximalwert steigt bei einer Änderung der Frequenz um über drei Größenordnungen lediglich um etwa sechs Prozent. Im Falle des Maximums B ist im betrachteten Frequenzbereich keine signifikante Änderung beobachtbar. Die Höhe liegt bei allen untersuchten Frequenzen nahe bei $1,3 \times 10^{-2}$.

Auffällig ist bei beiden Relaxationsmaxima die unsymmetrische Verbreiterung. Der Vergleich mit einer theoretischen Debye-Kurve zeigt einen abweichenden Verlauf der experimentellen Kurven. Die Auftragung der inneren Reibung über der inversen Temperatur ergibt theoretisch im Falle eines einzelnen Relaxationsprozesses nach (2.10) ein symmetrisches Debye-Maximum.

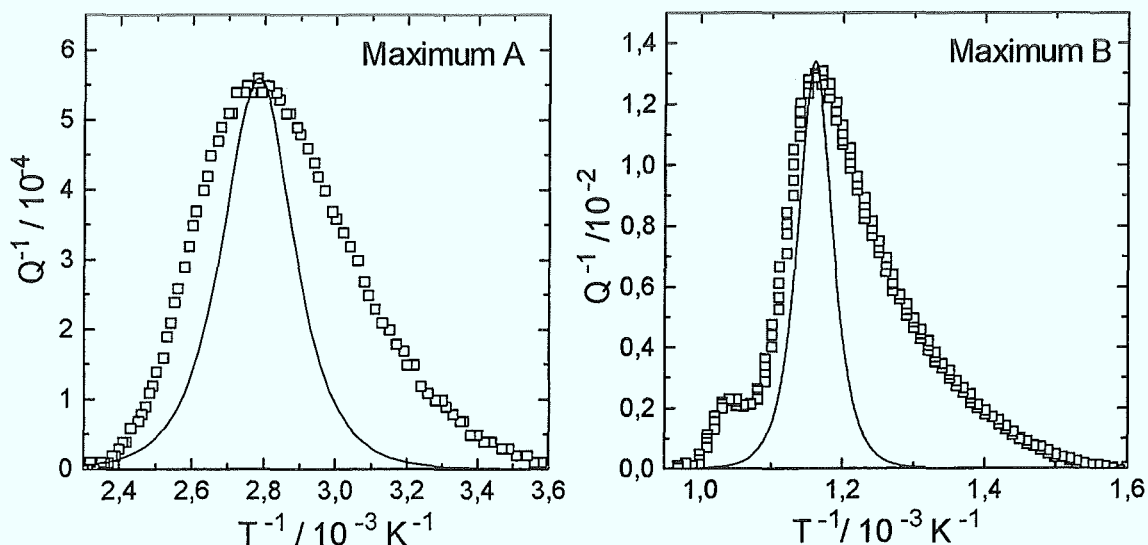


Abb. 2.11: Vergleich der gemessenen Maxima um 2,5 Hz (A) bzw. 2,75 Hz (B) mit theoretischen Debye-Kurven berechnet, mit den Parametern aus Tab. 2.2, in der Auftragung über der inversen Temperatur.

³ Die aufgeführten Werte wurden nicht direkt der Abb. 2.10 entnommen, sondern es wurden Korrekturen 2. Ordnung, die die Temperaturabhängigkeit der Relaxationsstärke und der Frequenz berücksichtigen, einbezogen (siehe z.B. Weller, *et al.*, 1992, Haneczok *et al.*, 1990).

Abb. 2.11 zeigt den Vergleich der Relaxationsmaxima A und B, gemessen um die Frequenz 2,5 Hz bzw. 2,75 Hz, mit theoretischen Debye-Kurven. Die theoretischen Kurven wurden nach der Gleichung (2.10) berechnet, wobei die Parameter aus Tab. 2.2 eingesetzt wurden. Beide experimentellen Kurven zeigen eine deutliche Verbreiterung. Das Verhältnis der gemessenen zu der theoretischen Halbwertsbreite beträgt in den gezeigten Beispielen 1,9 (A) bzw. 2,5 (B). Außerdem zeigt sich eine ausgeprägte Asymmetrie, die den Schwerpunkt der gemessenen Kurven auf die Tieftemperaturseite verschiebt. Dieses Verhalten ist im Falle des Hochtemperaturmaximums B ausgeprägter, ist aber bei Maximum A ebenfalls deutlich sichtbar. Hier wurde beobachtet, daß sich die Ausprägung der Unsymmetrie mit steigender Frequenz verstärkt.

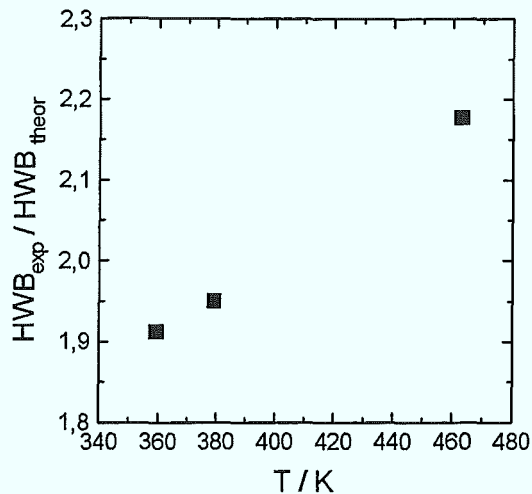


Abb. 2.12: Verhältnis der gemessenen zu den theoretischen Halbwertsbreiten für das Maximum A in Abhängigkeit der Temperatur.

Das Verhältnis der Halbwertsbreiten der gemessenen und der theoretischen Kurve wurde als Maß für die Verbreiterung des Maximums angenommen. In Abb. 2.12 ist dieses Verhältnis für das Maximum A über der Temperatur aufgetragen. Es ist eine etwa lineare Zunahme mit steigender Temperatur erkennbar. Eine solche quantitative Auswertung der Halbwertsbreiten konnte, wegen des schmalen experimentell zugänglichen Frequenzbereichs bei hohen Temperaturen, nicht für das Maximum B durchgeführt werden. Hier liegen die Halbwertsbreiten bezogen auf die theoretisch erwarteten Werte im Frequenzbereich 1,5 bis 12,7 Hz, der einem Temperaturbereich von 855 bis 886 K entspricht, um 2,5, ohne daß eine Abhängigkeit von der Temperatur ersichtlich ist.

Die Beobachtung der unsymmetrischen Verbreiterung zeigt, daß kein Einzelprozeß sondern eine unsymmetrische Verteilung von Relaxationszeiten vorliegt. Die in Tab. 2.2 aufgeführten Relaxationsparameter sind somit als Mittelwerte aufzufassen. Der Vergleich der gemessenen Spektren mit theoretischen Debye-Kurven, berechnet unter Annahme einer Verteilung von Relaxationsprozessen wurde nicht durchgeführt, da derzeit kein begründetes theoretisches Modell für die Form oder die Ursache einer solchen Verteilung existiert.

2.5 Diskussion

Elastische Konstanten

Das elastische Verhalten ikosaedrischer Quasikristalle wurde von Bolmaro und Povolo, 1989, in einer theoretischen Arbeit behandelt. Es wurden zwei unabhängige elastische Konstanten, also isotrope Elastizität gefunden. Experimentell wurde dies durch Ultraschalluntersuchungen zuerst durch Reynolds *et al.*, 1990, für ikosaedrisches Al-Cu-Li und durch Amazit *et al.*, 1992, für ikosaedrisches Al-Pd-Mn bestätigt.

Die elastische Isotropie des Materials rechtfertigt die Benutzung der Gleichung (2.14). Die unabhängig gemessenen elastischen Moduln E und μ können zur Berechnung anderer elastischer Konstanten wie der Poissonzahl, des Kompressionsmoduls K oder des Lamé Koeffizienten λ (Landau und Lifschitz, 1987) verwendet werden (Tab. 2.3).

E/GPa	μ /GPa	ν	K/GPa	λ /GPa
194,4	78,5	0,24	124,6	72,4

Tab. 2.3: Elastische Konstanten von ikosaedrischem Al-Pd-Mn bei 300K

Die gemessenen Werte sowohl für den Elastizitätsmodul als auch den Schubmodul (Tab. 2.1) liegen weit über den Werten für reines Aluminium, wo $E=70$ GPa und $\mu=26$ GPa bei 300 K (Sainfort und Dubost, 1988) gefunden werden. Sie sind vergleichbar mit den Moduln für andere, kristalline Aluminiumlegierungen. So findet man für Al_3Ti $E=217$ GPa, $\mu=93$ GPa und für $AlNi$ $E=184$ GPa, $\mu=70$ GPa (Takeuchi, 1995).

Hohe Werte in den elastischen Konstanten werden für alle quasikristallinen Phasen gefunden. Eine Zusammenstellung der Elastizitätskonstanten einiger quasikristalliner Legierungen, die zumeist durch Vickers-Härtemessungen bestimmt wurden, findet sich bei Köster *et al.*, 1993. Yokoyama *et al.*, 1993, untersuchten die elastischen Eigenschaften von ikosaedrischem Al-Pd-Mn bei Raumtemperatur mit Hilfe einachsiger, statischer Verformungsexperimente. Die Größen $E=200$ GPa und $\nu=0,38$ wurden gemessen, $\mu=72$ GPa wurde daraus (2.14) berechnet. Die Anwendung dieser Methode zur Bestimmung der elastischen Moduln ist allerdings fragwürdig. Die Druck- und Temperaturabhängigkeit der elastischen Moduln von ikosaedrischem Al-Pd-Mn wurde von Amazit *et al.*, 1994, mit Hilfe von Ultraschallmessungen untersucht. Der untersuchte Temperaturbereich umfaßte 4 bis 300 K. Die Autoren fanden ebenfalls eine linear fallende Temperaturabhängigkeit und Raumtemperaturwerte in sehr guter Übereinstimmung mit den in Tab. 2.1 angegebenen.

Es existieren bislang keine Berichte über Messungen der elastischen Konstanten im hohen Temperaturbereich über ca. 300 K. In der vorliegenden Arbeit werden Werte für den relaxierten Schubmodul und dessen Temperaturabhängigkeit in diesem Bereich gegeben. In der Abb. 2.8 ist zu sehen, daß nach Einsetzen der anelastischen Prozesse bei ca. 700 K im ersten Meßdurchlauf irreversible Änderungen im Material stattfinden, die sich in den um ca. 3 % erhöhten Werten des Schubmoduls bei tiefen Temperaturen in den Folgemessungen äußern. Durch genaue Untersuchungen der Elektronenbeugungsbilder des Materials vor und nach den Messungen konnte jedoch nachgewiesen werden, daß keine Transformation in eine nicht-ikosaedrische Phase stattfindet. Bis der genaue Ursprung der offenbar stattfindenden Änderungen geklärt werden kann, müssen die gemessenen Tieftemperaturwerte des Schubmoduls und die daraus berechneten Größen als mit einer Unsicherheit von 3 % behaftet betrachtet werden.

Innere Reibung

Die hier vorgestellten Messungen der inneren Reibung sind die ersten Experimente dieser Art, die bisher an ikosaedrischen Einquasikristallen durchgeführt wurden (Feuerbacher *et al.*, 1996). Daher ist der Befund, daß zwei deutliche Verlustmaxima im Temperaturspektrum auftreten, an sich von Interesse. Die Maxima wurden in allen Messungen, d.h. in Proben, die verschiedenen Quasikristallzüchtungen entnommen wurden, und in allen Meßläufen in gleicher Form und Höhe gefunden. Es handelt sich folglich um *stabile* Verlustmaxima. Diese Aussage gilt in dem Sinne, als daß sich die Prozesse nicht ändern, wenn das Material einer thermischen Behandlung, z.B. in Form einer vorhergehenden Messung, unterworfen wird.

Es wurde eine Probe untersucht, deren Orientierung anders gewählt war, als in den oben beschriebenen Experimenten (Längsachse parallel zu einer fünfzähligen Richtung, zweizählige Normale der großen Fläche). Auch hier wurde das gleiche Verlustspektrum beobachtet. Diese Unabhängigkeit von der Probenorientierung bedeutet eine Unabhängigkeit von der Richtung der Spannungsfelder, die die Relaxationsprozesse induzieren. Wegen der hohen Symmetrie des ikosaedrischen Quasigitters ist dies nicht überraschend. Eine Isotropie in den anelastischen Eigenschaften wurde in einer theoretischen Arbeit durch Bolmaro und Povolo, 1989, vorhergesagt.

Diese Beobachtungen können nicht ausschließen, daß es sich bei den Effekten um Auswirkungen von Verunreinigungen durch Spuren der Elemente C, N oder O handelt, die während der Probenherstellung unvermeidlich in das Material eingebaut werden. Dieser, als *Snoek-Effekt* bekannte Relaxationsmechanismus (Snoek, 1939), wird in vielen kristallinen Metallen mit kubisch raumzentrierter Gitterstruktur beobachtet. Er beruht auf der spannungsinduzierten Umlagerung von Fremdatomen, deren Verzerrungsfelder im Wirtsgitter elastische Dipole darstellen. Dabei wird der Energieaufwand zur Überwindung der Potentialschwelle bei einem Platzwechsel des Fremdatoms teilweise als Wärme in das Gitter abgeführt. Die Relaxationsstärke Δ ist im Falle einer Snoek-Relaxation darstellbar als

$$\Delta \propto \frac{C}{kT} (\delta\Lambda)^2, \quad (2.15)$$

(Nowick und Berry, 1972), d.h., sie ist proportional zur Konzentration C der Fremdatome und zum Quadrat der elastischen Dipolstärke $\delta\Lambda$. Die Dipolstärke ist ein Maß für die Unsymmetrie des Verzerrungsfeldes, das durch das Fremdatom verursacht wird.

Die Möglichkeit einer durch Fremdatome verursachten Snoek-Relaxation ist im Quasikristallgitter prinzipiell nicht auszuschließen. Um zu überprüfen, ob ein solcher Relaxationsmechanismus für die beobachteten Verlustmaxima verantwortlich sein kann, wurde die Konzentration der Fremdatome in den Proben bestimmt.

Die Konzentrationen von Stickstoff und Kohlenstoff betrugen unter 17 at.ppm bzw. unter 130 at.ppm, wobei die Werte zwischen den einzelnen Proben stark schwankten. Die Sauerstoffkonzentrationen lagen zwischen 15 und 1200 at.ppm. Es lagen also Proben mit sehr unterschiedlichen Fremdatomgehalten vor. Nach (2.15) erwartet man im Falle einer Snoek-Effektartigen Relaxation, daß die Höhe des entsprechenden Verlustmaximums in der inneren Reibung proportional zur Konzentration der Fremdatome ist. In den vorliegenden Messungen wurde jedoch eine nahezu konstante Höhe beider Maxima A und B in allen Messungen beobachtet.

Für das Ausbleiben eines Effekts lassen sich zwei Erklärungen angeben: a.) Die Prozesse sind keine Snoek-Relaxationen, und sie sind unabhängig von der Konzentration der Fremdatome. b.) Alle Gehalte an Fremdatomen liegen über einer Sättigungsgrenze, oberhalb derer das Hinzufügen weiterer Fremdatome keine Wirkung mehr auf die Relaxationsstärke hat. In diesem Fall würde (2.15) nicht mehr gelten.

Allerdings wurde eine solche Absättigung des Snoek-Effekts auch in kristallinen Materialien bisher nicht beobachtet. Außerdem lagen die Konzentrationen in den reinsten Proben bei sehr niedrigen Werten, wodurch die obere Grenze einer hypothetischen Sättigungsschwelle sehr niedrig liegen müßte. Auch die Temperaturabhängigkeit der Relaxationsstärke stimmt nicht mit der für den Fall eines Snoek-Effekts erwarteten Abhängigkeit überein. Die Höhe des Maximums A nimmt mit der Temperatur leicht zu (Abb. 2.9) während nach (2.15) eine Abnahme mit $1/T$ erwartet wird. Somit scheint die Erklärung b.) nicht plausibel, so daß ein Verunreinigungseffekt ausgeschlossen und von einem, dem Material intrinsischen Relaxationsprozeß ausgegangen werden kann.

Die Verschiebung der Verlustmaxima zu höheren Temperaturen mit steigender Frequenz zeigt nach (2.11), daß die Relaxationsprozesse thermisch aktiviert sind. Die Diskussion der aus dieser Verschiebung bestimmten Relaxationsparameter wird für die Maxima A und B getrennt geführt.

Maximum A: Die Parameter $\tau_{\infty}^{-1} = 4,5 \times 10^{14} \text{ s}^{-1}$ und $H = 0,98 \text{ eV}$ liegen in dem Wertebereich, in dem die Relaxationsparameter für atomare Umlagerungen in kristallinen Materialien gefunden werden (siehe z.B. Weller, 1996a). Dies sind Prozesse, bei denen Platzwechsel einzelner Atome stattfinden. In diesen Fällen findet man üblicherweise, daß die Frequenzkonstante τ_{∞}^{-1} , die als Anlauffrequenz (*attempt frequency*) zur Überwindung einer Potentialschwelle interpretiert werden kann, etwa von der Größenordnung der Debye-Frequenz ist. Diese beträgt in ikosaedrischem Al-Pd-Mn $\omega_D = 4,74 \times 10^{13} \text{ s}^{-1}$ (Chernikow *et al.*, 1993). Aus dieser Analogie läßt

sich folgern, daß es sich bei dem Relaxationsmechanismus, der das Maximum A bewirkt, ebenfalls um einen atomaren Umlagerungsprozess handelt. Eine Möglichkeit für einen solchen Prozeß in Quasikristallen stellen Phasonensprünge dar, die durch Einzelsprünge realisiert werden können. In Abb. 1.15 b) ist ein zweidimensionaler *hexagon-flip* mit dem assoziierten Atomsprung für eine einfache Dekoration des Penrose Gitters schematisch dargestellt. Entsprechende Einzelsprünge, die zu lokalen Umordnungen der Einheitszellen des Quasigitters führen, lassen sich auch für das dreidimensionale Quasigitter (Abb. 1.15 c)) konstruieren. Da das Quasikristallgitter über solche Sprünge Verzerrungsfelder abzubauen vermag (siehe auch Kap. 4 und Rosenfeld *et al.*, 1995), können diese umgekehrt durch ein angelegtes Spannungsfeld induziert werden. Die innere Reibung unter periodisch wechselnden Spannungen ergibt sich aus den Energieverlusten bei den ständigen Umordnungen bzw. den damit verbundenen Sprüngen zwischen den alternativen Atompositionen.

Okumura *et al.*, 1994, untersuchten die innere Reibung im Temperaturbereich von 390 bis 770 K in polyquasikristallinem Al-Cu-V. In dieser Legierung wird die ikosaedrische Phase durch Erhitzen über ca. 670 K aus einer verwandten amorphen Phase gewonnen (Tsai *et al.*, 1989b). In der ikosaedrischen Phase wurde ein Maximum der Höhe $7,5 \times 10^{-2}$ bei 411 K (10 Hz) in der inneren Reibung beobachtet. Auch hier wurde eine erhebliche Verbreiterung gefunden. Die durch Variation der Frequenz bestimmte Aktivierungsenthalpie wurde zu 1,1 eV angegeben, über die Frequenzkonstante wurden keine Angaben gemacht. Das in diesem Material beobachtete Maximum dürfte dem Tieftemperaturmaximum A entsprechen, das in ikosaedrischem Al-Pd-Mn beobachtet wurde. Die Autoren vergleichen das Temperaturspektrum der inneren Reibung mit dem der verwandten amorphen Phase, und schließen aus der Ähnlichkeit der Spektren, daß ein Phason-Relaxationsmechanismus vorliegt. Dieser Schluß ist wegen der großen Ähnlichkeit der lokalen Ordnung in der ikosaedrischen und der amorphen Phase möglich (Matsubara *et al.*, 1990).

Nimmt man einen Phason-Relaxationsmechanismus als Ursache für das Maximum A an, so lassen sich die Relaxationsparameter direkt interpretieren: Die gemessene Aktivierungsenthalpie kann mit der Aktivierungsenthalpie für die Überwindung einer Energieschwelle während eines Phasonsprungs identifiziert werden. Diese Größe ist speziell in Simulationen zur Untersuchung der Phason-Diffusion und der Dynamik von Phason-Relaxationen ein wichtiger Parameter, dessen Wert bisher geschätzt werden mußte (Kalugin und Katz, 1993, Jaric und Sørensen, 1994, Ishii, 1996). Die Frequenzkonstante kann als entsprechende Konstante für den Phason-Sprungprozeß interpretiert werden. Sie läßt sich nach Jaric und Sørensen, 1994, durch

$$D_{\infty} = 0,0012 d^2 \cdot \tau_{\infty}^{-1}, \quad (2.16)$$

in eine Diffusionskonstante für einen Phason-Diffusionsprozeß umrechnen⁴. Dabei ist d die Kantenlänge eines elementaren Rhomboeders (siehe Abschn. 1.2). Phason-Diffusionsprozesse sind langreichweitige Transportphänomene, denen Phason-Elementarprozesse zugrunde liegen (Kalugin und Katz, 1993, Trub und Trebin, 1994). Mit $d=0,456$ nm ergibt sich für Al-Pd-Mn ein Wert $D_{\infty}=1,1 \times 10^{-7}$ m²/s. Dieser Wert ist sehr niedrig im Vergleich zu Diffusionskonstanten in kristallinen Metallen, wo Werte von der Größenordnung 5×10^{-5} m²/s (siehe z.B. Frank *et al.*, 1994) gefunden werden. Auch die Konstante für die Selbstdiffusion von Mn in ikosaedrischem Al-Pd-Mn ist mit $8,91 \times 10^{-4}$ m²/s (Zumkley *et al.*, 1996) wesentlich größer⁵. Außergewöhnlich kleine Diffusionskonstanten werden nach Kalugin und Katz, 1993, für Phason-Diffusionsprozesse erwartet.

⁴Die Gleichung (2.16) wurde für *random-tiling* Quasikristalle formuliert. Die lokale Ordnung ist jedoch der in deterministischen Quasikristallen sehr ähnlich, so daß die Gleichung zumindest für eine Abschätzung der Größenordnung der Phason-Diffusionskonstante benutzt werden kann.

⁵Es handelt sich vermutlich um einen herkömmlichen Diffusionsmechanismus, der nicht an einen Phason-Sprungprozeß gekoppelt ist.

Maximum B: Mit $\tau_{\infty}^{-1} = 3,0 \times 10^{24} \text{ s}^{-1}$ und $H = 4,0 \text{ eV}$ werden Relaxationsparameter gefunden, die sich stark von den für den Tieftemperaturprozeß bestimmten unterscheiden. Schließt man im Fall von Maximum A aus der Größe der Frequenzkonstante auf einen Relaxationsprozeß, der aus Platzwechseln einzelner Atome besteht, so folgt aus dem Unterschied in τ_{∞}^{-1} von zehn Größenordnungen, daß es sich im Falle des Maximums B um einen vollkommen andersartigen Prozeß handeln muß. Frequenzkonstanten mit hohen Werten von 10^{20} s^{-1} und darüber werden in kristallinen Metallen bei Snoek-Köster Relaxationsmechanismen gefunden (Weller, 1983). Hier bewirken, durch die oszillierende angelegte Spannung, zwischen Verankerungspunkten schwingende Versetzungssegmente eine Energiedissipation im Material. Da in den vorliegenden Experimenten mit unverformtem Material gearbeitet wurde (Versetzungsdichte etwa 10^7 cm^{-2}) und da die Mobilität von Versetzungen in ikosaedrischem Al-Pd-Mn bei den vorliegenden Verformungsraten von etwa 10^{-5} s^{-1} bei Temperaturen um ca. 850 K sehr stark eingeschränkt ist (siehe Kapitel 3), ist das Vorliegen eines solchen Relaxationsmechanismus im Falle von Maximum B nicht wahrscheinlich.

Ebenfalls außergewöhnlich hohe präexponentielle Vorfaktoren werden für die Selbstdiffusion in amorphen metallischen Legierungen gefunden (Frank *et al.*, 1994). Hier wurden Diffusionskonstanten D_{∞} ($\propto \tau_{\infty}^{-1}$) gemessen, die um bis zu elf Größenordnungen höher lagen, als die vergleichbarer, kristalliner Legierungen. Dies wurde durch den Vergleich mit molekulardynamischen Simulationen auf einen besonderen Diffusionsprozeß zurückgeführt, der in einem Diffusionsschritt eine kollektive Bewegung mehrerer Atome erfordert.

Diese beiden Beispiele haben gemeinsam, daß der jeweilige Prozeß unter Beteiligung mehrerer Atome stattfindet, deren kollektive Bewegung einen einzigen Prozeßschritt darstellt. Daß dies zu einem hohen präexponentiellen Vorfaktor führt sei an Hand der folgenden thermodynamischen Überlegungen dargestellt: Stellt man die Relaxationszeit τ oder den entsprechenden Diffusionskoeffizienten wie in (2.8) dar, so folgt mit $H = G + TS$, wobei G die Höhe der in einem Relaxationsschritt zu überwindenden Energiebarriere und S die entsprechende Aktivierungsentropie ist,

$$\tau_{\infty}^{-1} = \alpha v \cdot \exp\left(\frac{S}{k}\right). \quad (2.17)$$

α ist ein konstanter Faktor und v eine elementare Anlauffrequenz. Wird ein Relaxationsschritt unter Beteiligung mehrerer Atome durchgeführt, so gibt es eine große Zahl von Möglichkeiten, die Einzelbewegungen durchzuführen, die zum gleichen Endzustand führen. Diese hohe Zahl von Mikrozuständen (oder "Mikroprozessen") führt zu einer hohen Entropie, die nach (2.17) eine hohe Frequenzkonstante bewirkt. Physikalisch ist dies sofort einsichtig: Eine große Zahl von Möglichkeiten, einen Prozeß durchzuführen, führt zu einer hohen makroskopischen Prozeßrate.

Ein prominentes Beispiel findet sich in der Selbstdiffusion von Silicium, wo experimentell eine sehr große Diffusionskonstante gefunden wird. Dies wird auf eine hohe Entropie zurückgeführt, die ihrerseits aus der großen Zahl der an einem Diffusionsschritt beteiligten Atome folgt (Seeger und Chik, 1968, Frank *et al.*, 1981).

Aus diesen Überlegungen heraus wird vorgeschlagen, auch für den dem Maximum B zugrunde liegenden Relaxationsprozeß, einen Mechanismus anzunehmen, der unter kollektiver Bewegung mehrerer Atome stattfindet. Zur genauen Untersuchung der Details und der Zahl der beteiligten Atome an einem solchen Mechanismus ist die Durchführung weiterer Experimente, die die Entwicklung eines atomistischen Modells zum Ziel haben, erforderlich (Weller, 1996b). Auch hier ist ein Relaxationsmechanismus über Phason-Sprungprozesse möglich. Diese können in einer korrelierten Weise in Form von "Würmern", dies sind lineare, kettenförmige Korrelationen (Socolar *et al.*, 1986), oder Ringen (Zeger und Trebin, 1996) stattfinden. Trub und Trebin, 1994, zeigten in einer theoretischen Arbeit, daß in oktagonalen Quasi-

kristallen die Phason-Diffusion durch korrelierte Phason-Sprungprozesse in Form von Ringen stattfindet.

Die Ergebnisse der Elektronenbeugungsuntersuchungen der anelastisch verformten Proben stehen mit dieser Interpretation der Relaxationsmechanismen, die den Maxima A und B zugrunde liegen in Einklang. Durch das Einbringen einzelner Phasonensprünge (*random phasons*) in das Quasigitter werden keine Reflexverschiebungen in den Beugungsbildern, sondern eine diffuse Streuung⁶ erwartet. Kollektive Phasonensprünge dagegen, die zu weiter reichenden Phasonenverzerrungen führen, können die charakteristischen Reflexverschiebungen mit sich bringen, wie sie in den Beugungsbildern der Proben, die im Hochtemperaturbereich anelastisch verformt wurden, gefunden werden.

Die Erklärung sowohl der dem Maximum A als auch dem Maximum B zugrunde liegenden Prozesse durch Phason-Mechanismen führt trotz des großen Unterschieds der beobachteten Relaxationsparameter nicht zu einem Widerspruch, da verschiedene Moden von Phasonensprungprozessen betrachtet werden. Für das Maximum A wird ein lokalisierter Einzelprozeß vorgeschlagen, während für das Maximum B ein gekoppelter Sprungprozeß vorgeschlagen wird. Vielmehr deutet die bei beiden Maxima auftretende außergewöhnliche Unsymmetrie auf eine Verwandtschaft der Prozesse hin.

⁶Diese diffuse Streuung läßt sich im TEM nicht gut untersuchen. Hier werden üblicherweise Röntgen- oder Neutronenstreuverfahren eingesetzt (siehe de Boissieu *et al.*, 1994).

3. Plastische Eigenschaften von Quasikristallen: Makroskopische Untersuchungen

Dieses Kapitel beinhaltet die Untersuchung und Diskussion des makroskopischen plastischen Verformungsverhaltens von Quasikristallen. Insbesondere werden die thermodynamischen Aktivierungsparameter des Verformungsprozesses bestimmt. Dabei wird eine phänomenologische Theorie zugrunde gelegt, die die plastische Verformung in Begriffen der Thermodynamik beschreibt. Diese Theorie und die daraus abgeleiteten Vorschriften für die experimentelle Bestimmung der Parameter, die ursprünglich für die Beschreibung der Verformung kristalliner Materialien formuliert wurde, wird hier für die Behandlung der Quasikristalle (nahezu) unverändert übernommen.

Es wird eine kurze Einführung in diese Theorie gegeben, die im wesentlichen der Erläuterung der wichtigsten Begriffe und deren Zusammenhänge dient. Eine ausführliche Darstellung findet der Leser z.B. bei Kocks *et al.*, 1975.

Das Gewicht wird auf die Hochtemperaturverformung und entsprechend auf die Theorie der thermischen Aktivierung gelegt, da alle quasikristallinen Materialien einen ausgeprägten Spröde-Duktil-Übergang bei etwa 80 % ihrer Schmelztemperatur zeigen und nur bei hohen homologen Temperaturen plastisch verformbar sind. Im Bereich oberhalb der Übergangstemperatur, die bei Al-Pd-Mn bei etwa 640°C (Schmelztemperatur 870°C) liegt, zeigen Quasikristalle ein ausgeprägt duktiles Verhalten, während sie sich bei tieferen Temperaturen nicht plastisch verformen lassen. Wollgarten *et al.*, 1993, zeigten, daß die Hochtemperaturverformung durch einen Versetzungsprozeß getragen wird. Die thermodynamischen Aktivierungsparameter wurden von Feuerbacher *et al.*, 1995a, bestimmt. Kriechexperimente an einquasikristallinem Material wurden erstmals im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt.

3.1 Plastische Verformung: Grundlagen der Theorie

Versetzungen und Plastizität

Das Hookesche Gesetz, das die elastische Verformung eines Festkörpers beschreibt (siehe 2.1) gilt nur für sehr kleine Dehnungen. Bei größeren Verformungen kommt es zu einer Abweichung der Proportionalität zwischen Spannung und Dehnung, die mit zunehmender Dehnung wächst. Bei hohen Dehnungen bleibt nach der Entlastung des Materials eine Formänderung zurück. Dieser Verlust der Reversibilität bei großer Dehnung definiert den Begriff *plastische Verformung* bzw. *Plastizität*.

Die plastische Verformung eines Werkstoffs geschieht durch Verschiebung benachbarter Netzebenen gegeneinander. Dies geschieht nicht durch eine gleichzeitige, starre Bewegung aller Atome einer Netzebene, sondern durch Versetzungen, die sich durch das Material bewegen¹ und dabei nur Bindungen entlang der Versetzungslinie aufbrechen. Die Versetzungen treten

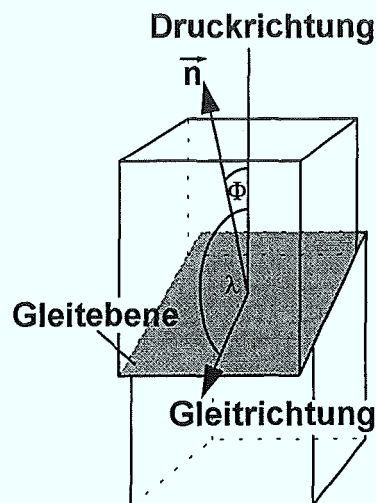


Abb. 3.1: Gleitebene und Gleitrichtung in Bezug auf die Druckrichtung: Definition des Schmidfaktors.

¹ Neben den Versetzungsmechanismen existieren zwei weitere Klassen von plastischen Verformungsmechanismen. Dies sind die mechanische Zwillingsbildung und Diffusionsmechanismen wie das Nabarro-Herring-Kriechen. Siehe z.B. Gottstein, 1994.

hier also als Träger der plastischen Verformung auf. Der Burgersvektor, in Abschn. 1.4 als Beschreibung von Betrag und Richtung des Verzerrungsfelds einer Versetzung eingeführt, taucht hier als elementarer Verschiebungsschritt bei der Bewegung einer Versetzung in einer weiteren Funktion auf.

Eine Versetzung, die sich durch das Material bewegt, bewirkt durch ihr Verzerrungsfeld eine Formänderung des Materials. Umgekehrt resultiert eine Spannung, die von außen auf das Material wirkt, in einer Kraft auf die Versetzung. Diese Kraft $\vec{K}$ (*Peach-Köhler-Kraft*) wirkt senkrecht auf die Versetzungslinie $\vec{l}$

$$\vec{K} = (\sigma \vec{b}) \times \vec{l}, \quad (3.1)$$

wobei σ der Spannungstensor ist (siehe z.B. Suzuki *et al.*, 1991). Die Versetzung bewegt sich in einer Ebene, der *Gleitebene*, die durch die Linienrichtung und den Burgersvektor $\vec{b}$ aufgespannt wird. Die Gleitebenennormale $\vec{n}$ ist folglich durch

$$\vec{n} = \vec{l} \times \vec{b} \quad (3.2)$$

gegeben. In welcher Weise eine gleitende Versetzung zur plastischen Verformung des Kristalls beiträgt, kann durch die Angabe der Gleitebene und der Gleitrichtung vollständig beschrieben werden. Diese beiden Größen bilden zusammen das *Gleitsystem*. Kennt man das Gleitsystem, so läßt sich das Verhältnis der an der Versetzung in der Gleitebene angreifenden Schubspannung τ und der äußeren angelegten Spannung σ durch den *Schmidfaktor* m_s angeben:

$$\tau = m_s \sigma. \quad (3.3)$$

Der Schmidfaktor folgt direkt aus der Geometrie des Gleitsystems (Abb. 3.1) über die Cosinus der Winkel zwischen der Druckachse und der Gleitebenennormale Φ bzw. der Gleitrichtung λ nach $m_s = \cos \lambda \cos \Phi$. Der Wertebereich liegt also zwischen 0 und 0,5.

Eine Versetzung, die sich durch das Material bewegt, trägt gemäß der Orientierung des Gleitsystems zur Scherung bzw. Dehnung des Materials bei. Ist im Material eine Dichte ρ an beweglichen Versetzungen vorhanden, so bewirken diese eine plastische Gesamtdehnung $\epsilon_{\text{plast}} = \rho b x$, wobei x die zurückgelegte Wegstrecke der Einzelversetzungen ist. Die zeitliche Ableitung dieser Gleichung führt zur *Orowan-Gleichung*

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = \rho b v, \quad (3.4)$$

die die Dynamik des Verformungsprozesses beschreibt. v ist die Geschwindigkeit der Versetzungen $v = \dot{x}$. Bei der Ableitung wurde die Annahme $\dot{\rho} = 0$ (Konstanz der Struktur) gemacht. Die Orowan-Gleichung stellt die Verknüpfung zwischen einer der wichtigsten makroskopischen Meßgrößen, der *plastischen Dehnungsrate* $\dot{\epsilon}_{\text{plast}}$, und dem mikroskopischen Parameter v dar. Man beachte, daß dieser Wechsel von mikroskopischer zu makroskopischer Betrachtungsweise zwangsläufig mit einer Mittelung über die Geschwindigkeiten und die Burgersvektoren der Versetzungen eines gegebenen Ensembles verbunden ist. Eine ausführliche Behandlung der damit verbundenen Problematik findet der Leser z.B. bei Ilchner, 1973.

Thermische Aktivierung

Man betrachte eine Versetzung, die sich bei einer festen Temperatur unter dem Einfluß eines gegebenen Spannungsfeldes durch einen Festkörper bewegt. Die Bewegung wird gehemmt durch energetische Hindernisse, die von der Versetzung überwunden werden müssen. Die Hindernisse können intrinsischer Natur (Gitterreibung, Verzerrungsfelder anderer Verset-

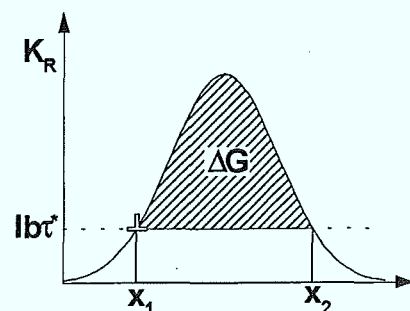


Abb. 3.2: Zur Erläuterung des Begriffs der thermischen Aktivierung. Versetzung ($\perp$) in einer stabilen Position x_1 vor einem energetischen Hindernis.

gen, usw.) oder extrinsischer Natur (Ausscheidungen, Punktdefekte, usw.) sein. Im makroskopischen Sinne bewirken sie eine verallgemeinerte Reibung, die die mittlere Geschwindigkeit der Versetzungen begrenzt.

Eine Versetzung erfährt neben der aus der angelegten Spannung resultierenden Schubspannung τ ein weiteres Spannungsfeld, das seinen Ursprung in der Mikrostruktur des Materials hat. Diese *inneren Spannungen* τ_i stammen vor allem aus der Überlagerung der langreichweitigen Spannungsfelder der in dem Material vorhandenen Versetzungen. Da die Versetzung am effektivsten aufgehalten wird, wenn die äußere und die innere Spannung einander entgegenwirken, ist für die Versetzungsbewegung die *effektive Spannung*

$$\tau^* = \tau - |\tau_i|, \quad (3.5)$$

maßgeblich. In der Gleitebene wirkt dann nach (3.1) senkrecht zu einem Linienelement der Länge $l = |\vec{l}|$ einer Versetzung mit dem Burgersvektor $\vec{b}$ eine Kraft mit dem Betrag $K = \tau^* l b$. Dabei ist b der Betrag des Burgersvektors. Durch die zu überwindenden Hindernisse erfährt das Versetzungssegment einen Gleitreibungswiderstand $K_R = \tau_R l b$, wobei τ_R die aus der Gleitreibung resultierende Schubspannung beschreibt (*line glide resistance*). Ist die effektive Spannung größer als diese Schubspannung τ_R , so kann die Versetzung sich durch das Material bewegen. Trifft sie in ihrer Bewegung auf ein Hindernis für das $\tau^* < \tau_R$ gilt, so kann das Hindernis nicht auf Grund der angelegten Spannung überwunden werden. Die Versetzung wird vor dem Hindernis eine stabile Lage einnehmen (x_1 in Abb. 3.2). Bei Temperaturen $T > 0$ K besteht jedoch eine endliche Wahrscheinlichkeit, daß das Hindernis auf Grund von thermischen Fluktuationen überwunden werden kann. Dazu muß eine Energiebarriere

$$\Delta G = \int_{x_1}^{x_2} dx (\tau_R - \tau^*) l b \quad (3.6)$$

überwunden werden. ΔG ist die *Gibbssche freie Aktivierungsenergie*. Diese Größe ist hier als thermodynamisches Potential einzusetzen, da das Hindernis isotherm und bei konstanter Spannung überwunden wird (Schöck, 1965, Gibbs, 1964). Die Wahrscheinlichkeit P , daß das Hindernis überwunden wird, beträgt demnach $P = \exp(-\Delta G/kT)$ (Slater, 1939). Wenn eine solche thermische Überwindung von energetischen Hindernissen maßgeblich die Versetzungsgeschwindigkeit kontrolliert, spricht man von einem thermisch aktivierten Prozeß. Die Geschwindigkeit ist dann gegeben durch $v = v_0 x P$, wobei v_0 eine elementare Anlauffrequenz ist (Granato *et al.*, 1964) und x die Wegstrecke, die durch die Überwindung des Hindernisses zurückgelegt werden kann. Setzt man dies in die Orowan-Gleichung (3.4) ein, so bekommt man einen Ausdruck für die Temperaturabhängigkeit der plastischen Dehnungsrate

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = \dot{\epsilon}_0 \exp(-\Delta G/kT) \quad (3.7)$$

mit dem präexponentiellen Faktor $\dot{\epsilon}_0 = \rho b x v_0$, der durch die Struktur des Materials bestimmt ist und als konstant angenommen wird. Aus dieser Gleichung folgt für die Temperaturabhängigkeit von ΔG bei konstanter Dehnungsrate

$$\Delta G = \alpha kT \quad (3.8)$$

mit $\alpha = \ln(\dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}_{\text{plast}})$. Die Gibbs'sche freie Aktivierungsenergie ist also linear von der Temperatur abhängig, insbesondere ist $\Delta G(T=0) = 0$.

Thermodynamik

Die Gibbs'sche freie Aktivierungsenergie ΔG ist der Teil der Arbeit, der aus den thermischen Fluktuationen geleistet wird. Die gesamte Energie, die zur Überwindung eines Hinder-

nisses benötigt wird ist $\Delta F = \int_{x_1}^{x_2} dx \tau_R lb$, wobei

ΔF die Helmholtzsche freie Aktivierungsenergie ist (Gibbs, 1967). Insgesamt gilt also die Bilanz

$$\Delta F = \Delta G + \Delta W, \quad (3.9)$$

wobei $\Delta W = \int_{x_1}^{x_2} dx \tau^* lb$. Dieser Term beschreibt also den Teil der Arbeit, der aus der angelegten Spannung geleistet wird (*work-term*). Die Gleichung lässt sich mit $\tau^*(x) = \text{const}$ integrieren, und man erhält

$$\Delta W = \tau^* lb \Delta x, \quad (3.10)$$

mit $\Delta x = x_2 - x_1$ als Wegstrecke, die während des Aktivierungsschritts zurückgelegt wird. Der Zusammenhang zwischen den Größen ist in Abb. 3.3 in einem Kraft-Weg-Diagramm dargestellt. Die Gibbs'sche freie Aktivierungsenergie ist eine thermodynamische Zustandsgröße, die von der Temperatur und der effektiven Spannung abhängig ist. Das Differential lautet $d(\Delta G) = -\Delta S dT - V^* d\tau^*$ mit den Definitionen

$$\Delta S \equiv - \left. \frac{\partial(\Delta G)}{\partial T} \right|_{\tau^*} \quad (3.11)$$

und

$$V^* \equiv - \left. \frac{\partial(\Delta G)}{\partial \tau^*} \right|_T \quad (3.12)$$

ΔS beschreibt die Aktivierungsentropie. Diese ist durch die thermodynamische Relation

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \quad (3.13)$$

(Adam und Hittmair, 1988) über die Aktivierungsenthalpie ΔH mit der Gibbs'schen freien Aktivierungsenergie verknüpft. In kristallinen Materialien ist der größte Beitrag zur Aktivierungsentropie elastischen Ursprungs, jedoch trägt auch die thermische Ausdehnung (Gibbs, 1965a) und die Erzeugung von Punktdefekten während der Aktivierung bei (Schöck, 1980, Cagnon, 1993), wobei sich die Einzelbeiträge additiv überlagern (de Meester *et al.*, 1975).

Die Größe V^* kann dargestellt werden als

$$V^* = lb \Delta x = b \Delta A \quad (3.14)$$

(Kocks *et al.*, 1975). Dabei beschreibt ΔA die Aktivierungsfläche, deren geometrische Interpretation für den Fall der Wechselwirkung einer Versetzung mit einem lokalisierten Hindernis

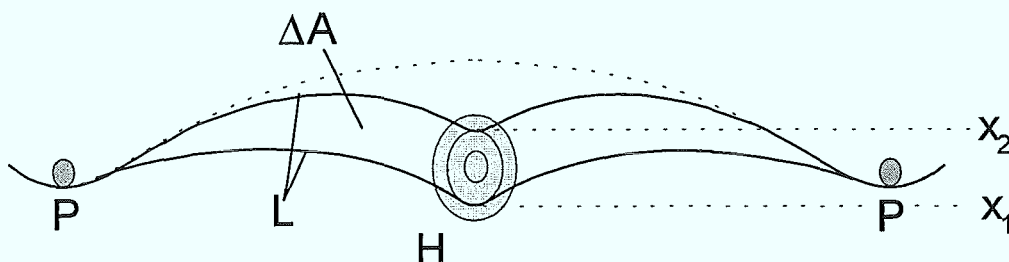


Abb. 3.4: Aktivierungsfläche ΔA bei der Überwindung eines Hindernisses (H) durch eine Versetzung.

in Abb. 3.4 schematisch dargestellt ist: Eine zwischen zwei Punkten P fixierte Versetzungslinie L überwindet das Hindernis H und überstreicht dabei die Fläche ΔA . Die Größe V^* hat die Einheit eines Volumens und wird *Aktivierungsvolumen* genannt. Der Vergleich mit (3.10) ergibt

$$\Delta W = \tau^* V^* \quad (3.15)$$

Daraus folgt mit (3.9) als wichtige Beziehung zwischen ΔF und ΔG :

$$\Delta G = \Delta F - \tau^* V^* \quad (3.16)$$

Mit (3.7) folgt daraus für die Spannungsabhängigkeit der plastischen Dehnungsrate

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} \propto \exp(\tau^* V^*), \quad (3.17)$$

wobei das Aktivierungsvolumen selbst noch von der Spannung abhängen kann.

Meßgrößen

Die primären Meßgrößen in plastischen Verformungsexperimenten sind die Dehnung, die Dehnungsrate, die angelegte Spannung und die Temperatur. Die thermodynamischen Parameter, die im letzten Abschnitt eingeführt wurden, können nicht direkt bestimmt werden, sondern müssen letztlich durch die experimentell zugänglichen Größen und deren wechselseitige Abhängigkeiten berechnet werden. Dabei ist es oft nötig, Annahmen zu machen, die teilweise nur in schlechter Näherung gültig sind.

Speziell wurde bei der Ableitung der Gleichungen im vorigen Abschnitt grundsätzlich die Struktur des Materials als konstant angenommen. Dies ist folglich eine Voraussetzung für die Anwendbarkeit der Gleichungen in der Auswertung, die durch die Wahl geeigneter experimenteller Verfahren möglichst gut erfüllt werden muß.

Das Aktivierungsvolumen wird im Experiment bestimmt durch (*experimentelles Aktivierungsvolumen* V)

$$V = \frac{kT}{m_s} \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial \sigma} \bigg|_T \quad (3.18)$$

Diese Gleichung enthält ausschließlich experimentell zugängliche Größen. V ist mit der Größe V^* (aus der Definition 3.12) über $V = V^* \left(1 + \partial \tau_i / \partial \tau \big|_T \right)$ verknüpft. Sind die inneren Spannungen nicht von τ abhängig, so stimmen V und V^* überein² (Evans und Rawlings, 1969, Hirth und Nix, 1969).

Alternativ zu einem experimentellen Aktivierungsvolumen kann die Dehnungsratenabhängigkeit der Spannung

$$I \equiv \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}} \bigg|_T \quad (3.19)$$

diskutiert werden. Die Größen sind über

$$V = \frac{kT}{m_s I} \quad (3.20)$$

verknüpft (Messerschmidt, 1994).

Als empirische Näherung für die Spannungsabhängigkeit der Dehnungsrate (3.17) wird vor allem zur Diskussion von Kriechexperimenten oft der Ansatz $\dot{\epsilon}_{\text{plast}} \propto \sigma^m$ gemacht, woraus

² Dies entspricht letztlich der Forderung nach der Konstanz der Struktur. Es wurde außerdem angenommen, daß ΔF nicht von der Spannung abhängt. Wie gut diese Annahme erfüllt ist, hängt vom Verformungsmechanismus ab. (Siehe z.B. Gibbs, 1967, Diehl *et al.*, 1965).

$$m = \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial \ln \sigma} \right|_T \quad (3.21)$$

folgt. Die Größe m ist der *Spannungsexponent*, der als Kenngröße zur Klassifikation von Verformungsprozessen oder zum Vergleich mit Ergebnissen aus Modellen für den plastischen Verformungsprozeß dient (Ilchner, 1973, Poirier, 1985).

Im Experiment läßt sich nicht die Gibbs'sche freie Aktivierungsenergie, sondern nur die Aktivierungsenthalpie ΔH messen, denn

$$\Delta H = \Delta G + T\Delta S = \Delta G - T \left. \frac{\partial(\Delta G)}{\partial T} \right|_{\tau_i} \stackrel{(3.7)}{=} kT^2 \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial T} \right|_{\sigma} \quad (3.22)$$

mit $\tau_i = \text{const.}$ Die rechte Seite kann umgeschrieben werden zu

$$\Delta H = kT \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial (1/T)} \right|_{\sigma} \quad (3.23)$$

bzw.

$$\Delta H = -kT^2 \cdot \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial \sigma} \right|_T \cdot \left. \frac{\partial \sigma}{\partial T} \right|_{\dot{\epsilon}_{\text{plast}}} \quad (3.24)$$

Diese Gleichungen können als Meßvorschriften zur Bestimmung der Aktivierungsenthalpie benutzt werden. Die physikalisch relevante Größe ΔG , die nach (3.7) die Rate der Verformung bestimmt, läßt sich wegen (3.13) nicht ohne weitere Annahmen aus ΔH bestimmen. Unter der Voraussetzung, daß die Aktivierungsentropie ausschließlich elastischen Ursprungs ist, in diesem Fall ist ΔF in guter Näherung proportional zum Schubmodul, konnte Schöck, 1965, eine Gleichung zur Bestimmung von ΔG herleiten.

$$\Delta G = \frac{\Delta H + C \cdot \tau V^*}{1 - C}, \quad \text{mit } C = \frac{T}{\mu} \frac{\partial \mu}{\partial T} \quad (3.25)$$

Es wird zusätzliche Information über den Schubmodul μ und dessen Temperaturabhängigkeit benötigt. Weitere Ansätze findet der Leser bei Granato *et al.*, 1964, Jonas *et al.*, 1971 und 1972, Surek *et al.*, 1973.

Anwendung der Methoden im Falle der Quasikristalle

Die oben dargestellten thermodynamischen Zusammenhänge, die der gesamten Meßmethodik und Auswertung zugrunde liegen, wurden in einer makroskopischen, kontinuumstheoretischen Betrachtungsweise, insbesondere ohne Berücksichtigung der Kristallstruktur abgeleitet. Folglich gibt es keine prinzipiellen Einschränkungen in der Anwendung auf quasikristalline Materialien.

Allerdings gelten die Zusammenhänge nur exakt für einen einzelnen Aktivierungsprozess. Die Übertragung auf Meßergebnisse, also auf viele, gleichzeitig stattfindende Einzelereignisse ist unproblematisch, wenn nur eine Sorte von Versetzungen in nur einem aktivierten Gleitsystem und nur identische Hindernisse beteiligt sind. In diesem Fall gelten die thermodynamischen Zusammenhänge, mit den im vorigen Abschnitt erwähnten Einschränkungen bezüglich der Konstanz der Struktur, exakt. Im Falle verschiedener Versetzungstypen, mehrerer aktivierter Gleitsysteme oder unterschiedlicher Hindernisse sind nur Mittelwerte meßbar. Die thermodynamischen Zusammenhänge sind für die Mittelwerte jedoch nur noch näherungsweise gültig (Li, 1965, Schöck, 1980).

Bei der plastischen Verformung von Quasikristallen werden wegen der hohen Symmetrie des Quasikristallgitters im allgemeinen mehrere Gleitsysteme gleichzeitig angeregt (Kap. 4).

Die zur Ableitung beitragenden Versetzungen haben unterschiedliche Burgersvektoren. In diesem Sinne sind die experimentell bestimmten Parameter als Mittelwerte aufzufassen. Die thermodynamischen Zusammenhänge sind nur als Näherung gültig, deren Güte jedoch in Konsistenztests nachträglich überprüft werden kann.

Auch die Interpretation der experimentell bestimmten Parameter, speziell des Aktivierungsvolumens, in einer mikroskopischen oder atomistischen Weise, muß unter vorsichtiger Prüfung aller Randbedingungen geschehen. So gilt die Darstellung der Aktivierungsfläche in Abb. 3.4 nur für den Fall lokalisierter Hindernisse kleiner Dichte, während bei höheren Dichten Korrelationseffekte benachbarter Versetzungssegmente andere Interpretationen erfordern (Labusch, 1972, Argon, 1972). Das Aktivierungsvolumen, dessen Größe oftmals zur Identifikation von Verformungsmechanismen herangezogen wird, sollte deshalb nur bezüglich seiner Größenordnung im Verhältnis zu Vergleichsparametern wie dem Burgersvektor oder der Gitterkonstante diskutiert werden. Dies allerdings gilt ebenso für viele kristalline Materialien.

In den obigen Abschnitten wurde für den Burgersvektor die Bezeichnung $\vec{b}$ benutzt, wie im Falle kristalliner Materialien üblich. Diese Größe wird zur entsprechenden Behandlung der Quasikristalle durch $\vec{b}_{||}$, d.h. den Phononanteil des sechsdimensionalen Burgersvektors ersetzt. Dies ist für die statische Beschreibung des Verzerrungsfeldes einer Versetzung, bedingt durch die Konstruktion von $\vec{b}_{||}$, erlaubt (siehe Abschn. 1.4). Die Benutzung von $\vec{b}_{||}$ auch zur Beschreibung eines elementaren Gleitschritts liegt daher aus Analogiegründen nahe. Mikulla, 1996, bestätigte dies in molekulardynamischen Simulationen zur Versetzungsbewegung in Quasikristallen. Allerdings muß, wenn mehrere Gleitsysteme aktiviert werden ein mittlerer oder der am häufigsten vorkommende Burgersvektor eingesetzt werden.

3.2 Experimentelle Methoden

3.2.1 Probenpräparation

Zur Durchführung der Druckversuche wurden Quader mit einer Querschnittsfläche von etwa $2 \times 2 \text{ mm}^2$ und einer Länge von etwa 7 mm aus Czochralski-Einquasikristallen geschnitten. Alle Flächen wurden senkrecht zu zweizähligen Achsen ausgerichtet (Abb. 3.5). Besondere Sorgfalt wurde auf die Präparation der Oberflächen verwendet. Diese wurden geschliffen und anschließend poliert, um Rißentwicklung an Kratzern oder andere Oberflächeneffekte zu vermeiden.

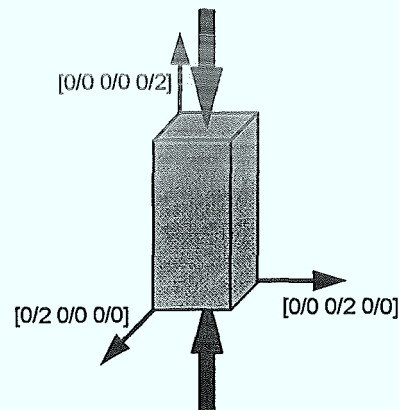


Abb. 3.5: Probenform für die einachsigen Verformungsexperimente. Die Druckrichtung entlang der Längsachse ist eingezeichnet.

3.2.2 Verformungsmaschine

Die Verformungsexperimente wurden in einer kommerziellen Universalprüfmaschine INSTRON 8562 durchgeführt. Abb. 3.6 zeigt eine schematische Darstellung des zentralen Bereichs der Maschine. Die Probe P befindet sich zwischen zwei Siliciumkarbidstempeln, die über Aluminiumoxydgestänge mit dem oberen, festen Querhaupt der Maschine und der von unten angreifenden Antriebsspindel A verbunden sind. Die Last wird mittels einer vor dem oberen Querhaupt angebrachten Lastmeßdose (L) gemessen. Die Dehnungsmessung erfolgt mit Hilfe eines induktiven Wegaufnehmers (D) (*linear variable differential transducer*) direkt an der Probe. Der Probenbereich der Maschine befindet sich in einem Rohrofen (O). Die Temperatur wird am oberen und unteren Ende der Probe durch Thermolemente T gemessen. Alle Experimente wurden an Luft durchgeführt.

Durch die Verwendung der Meßgrößen Dehnungsrate, Last oder Dehnung als Regelgrößen, kann die Maschine mittels eines geschlossenen Regelkreises in den Betriebsmoden für eine Verformung mit konstanter Dehnungsrate, unter konstanter Last (Kriechversuch) bzw. bei konstanter Dehnung (Spannungsrelaxationsexperiment) gefahren werden. Weitere Einzelheiten finden sich bei Baufeld, 1996.

3.2.3 Meßprozeduren

Die technischen Kennwerte für die Dehnung und die Spannung im Druckversuch ϵ_{tech} und σ_{tech} werden zu $\epsilon_{\text{tech}} \equiv (l - l_0)/l_0$ bzw. $\sigma_{\text{tech}} \equiv F/A_0$ festgelegt. Dabei ist l_0 die Ausgangslänge und l die aktuelle Länge der Probe. F bezeichnet die angelegte Last und A_0 den Ausgangsquerschnitt der Probe. Diese Rohdaten müssen in die wahren Werte ϵ und σ , die nicht auf die Ausgangsmaße, sondern auf die jeweils aktuellen Probenmaße während der Verformung bezogen sind, umgerechnet werden. Es ergibt sich $\epsilon = \ln(1/(1 - \epsilon_{\text{tech}}))$ und $\sigma = \sigma_{\text{tech}}/(1 - \epsilon_{\text{tech}})$ (z.B. Poirier, 1985).

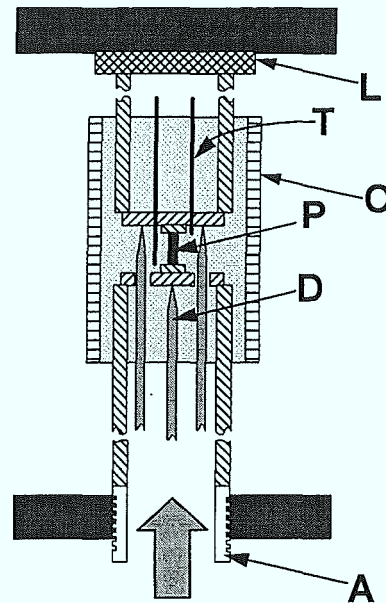


Abb. 3.6: Schematische Darstellung der Verformungsmaschine INSTRON 8562. Erläuterungen im Text.

Aufnahme von Spannungs-Dehnungs-Kurven

Die Aufnahme von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei konstanter Dehnungsrate und Temperatur (*dynamischer Druckversuch*) ohne die Durchführung weiterer Tests läßt zunächst die Analyse der Kurvenform als Ganzes zu. Weitere Meßgrößen sind die maximale Fließspannung, der elastische bzw. plastische Anteil der Gesamtdehnung und die Verfestigungscharakteristik als Funktion der Dehnung. Zur Beschreibung der Verfestigungscharakteristik wurde der Härtungsparameter (*hardening coefficient*)

$$\Theta = \frac{1}{\sigma} \cdot \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \quad (3.26)$$

eingeführt (Mughrabi, 1993).

Außerdem kann aus dem linearen Anstieg der Spannungs-Dehnungs-Kurven oder aus den Entlastungskurven der kombinierte Elastizitätsmodul von Probe und Verformungsmaschine, aus dem sich bei Benutzung einer harten Maschine näherungsweise der Elastizitätsmodul der Probe bestimmen läßt, berechnet werden.

Aufnahme von Kriechkurven

Eine Kriechkurve beschreibt die Dehnung als Funktion der Zeit bei konstanter Spannung und Temperatur. Wie im Fall der Spannungs-Dehnungs-Kurven im dynamischen Druckversuch läßt die Kurvenform bereits einige Schlüsse über den Verformungsprozeß zu, jedoch sind zur Bestimmung der thermodynamischen Parameter weitere Tests durchzuführen.

Spannungsrelaxationsexperimente

Ein Spannungsrelaxationsexperiment ist ein Verformungsexperiment bei konstanter Dehnung. Die Probe, die zunächst mit konstanter Dehnungsrate verformt wird, wird bei einer konstanten Gesamtdehnung festgehalten. Die Meßgröße ist die Spannung als Funktion der Zeit.

Während der Spannungsrelaxation gilt $\dot{\epsilon}_{\text{gesamt}} = \dot{\epsilon}_{\text{elast}} + \dot{\epsilon}_{\text{plast}} = 0$. Dabei ist ϵ_{gesamt} die Gesamtdehnung, ϵ_{elast} und ϵ_{plast} deren elastischer bzw. plastischer Anteil. Für den elastischen Anteil gilt nach dem Hookeschen Gesetz $\epsilon_{\text{elast}} \propto \sigma$. Es folgt $\dot{\epsilon}_{\text{plast}} \propto -\dot{\sigma}$, d.h. die elastische Dehnung wird bei konstanter Gesamtdehnung in plastische Dehnung umgesetzt. Setzt man diese Beziehung in (3.18) bzw. (3.21) ein, so erhält man eine Meßvorschrift für die Bestimmung des Aktivierungsvolumens bzw. des Spannungsexponenten aus dem Relaxationsexperiment:

$$V = \frac{kT}{m_s} \frac{\partial \ln(-\dot{\sigma})}{\partial \sigma} \bigg|_T \quad (3.27)$$

$$m = \frac{\partial \ln(-\dot{\sigma})}{\partial \ln \sigma} \bigg|_T \quad (3.28)$$

Das Aktivierungsvolumen läßt sich folglich in einem Spannungsrelaxationsexperiment aus der Steigung einer Auftragung von $\ln(-\dot{\sigma})$ über σ , der Spannungsexponent aus der Steigung einer Auftragung von $\ln(-\dot{\sigma})$ über $\ln \sigma$ bestimmen.

Dehnungsratenwechsel

Die Probe wird zunächst mit konstanter Dehnungsrate bei konstanter Temperatur verformt. Anschließend wird die Dehnungsrate um einen kleinen Betrag $\Delta \dot{\epsilon}$ geändert. Meßgröße ist die resultierende Spannungsänderung $\Delta \sigma$. Die Spannungsmessung bei der neuen Dehnungsrate wird an einer Stelle gleicher Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve wie vor dem Dehnungsratenwechsel vorgenommen. Auf diese Weise lassen sich näherungsweise die Differentiale $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial \sigma|_T$ und $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial \ln \sigma|_T$ bestimmen, die nach (3.18) bzw. (3.21) zur Bestimmung des Aktivierungsvolumens bzw. des Spannungsexponenten benötigt werden. Die analoge Vorgehensweise im Falle eines Kriechexperiments ist das Durchführen sog. Lastwechsel.

Lastwechsel

Die Probe wird zunächst unter konstanter Last bei konstanter Temperatur verformt. Anschließend wird die Spannung um einen kleinen Betrag $\Delta \sigma$ geändert. Meßgröße ist die resultierende Änderung in der Dehnungsrate $\Delta \dot{\epsilon}$. Auf diese Weise lassen sich analog zum Fall der Dehnungsratenwechsel in einem dynamischen Druckversuch die Differentiale $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial \sigma|_T$ und $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial \ln \sigma|_T$ näherungsweise bestimmen.

Temperaturwechselversuche

Die Probe wird zunächst mit konstanter Dehnungsrate bei einer Temperatur T_1 bis zu einer bestimmten Dehnung verformt und anschließend entlastet. Vor der Entlastung kann noch eine Spannungsrelaxation durchgeführt werden. Die Temperatur der entlasteten Probe wird um einen kleinen Betrag ΔT geändert, anschließend wird die Probe mit der gleichen Dehnungsrate weiter verformt. Meßgröße ist die resultierende Spannungsänderung $\Delta \sigma$ an der Stelle gleicher Steigung in der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Auf diese Weise läßt sich die Temperaturabhängigkeit der Fließspannung $\partial \sigma / \partial T|_{\dot{\epsilon}_{\text{plast}}}$ bestimmen, die nach (3.24) in Kombination mit einem Spannungsrelaxationsexperiment zur Bestimmung der Aktivierungsenthalpie ΔH benutzt werden kann³.

³ Die Aufnahme von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei verschiedenen Temperaturen kann dazu nicht benutzt werden, da in diesem Fall die Konstanz der Struktur nicht gewährleistet ist. Bei ausreichend kleinen Temperaturwechselversuchen kann dies dagegen als erfüllt angenommen werden.

Im Falle eines Kriechexperiments wird in analoger Weise vorgegangen. Hier ist die Meßgröße die aus der Temperaturänderung resultierende Dehnungsratenänderung $\Delta\dot{\epsilon}$. Auf diese Weise läßt sich die Temperaturabhängigkeit der Dehnungsrate $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial(1/T)|_{\sigma}$ bestimmen.

Nach (3.23) läßt sich damit die Aktivierungsenthalpie ΔH berechnen.

Dip-Tests

Die inneren Spannungen können im Prinzip aus dem asymptotischen Grenzwert eines langen Spannungsrelaxationsexperiments abgelesen werden, da das Material genau so lange Spannung abbaut, bis die äußeren Spannungen die inneren Spannungen kompensieren. Dafür ist jedoch ein Experiment von so langer Dauer notwendig, daß in erheblichem Maße Erholungsvorgänge stattfinden können. Dadurch wird ein deutlich zu kleiner Wert gefunden.

Auf dem gleichen Prinzip beruht die Methode der sog. Dip-Tests (*stress transient dip test*, MacEwen *et al.*, 1969): Es wird ein Spannungsrelaxationsexperiment nach sehr kurzer Dauer unterbrochen, um eine kleinere Spannung einzustellen, bei der wieder eine kurze Relaxation durchgeführt wird. Die Spannung wird so stufenweise immer weiter erniedrigt, bis die angelegte Spannung die inneren Spannungen aufhebt. Das Relaxationsexperiment ergibt dann $\dot{\sigma} = 0$. Eine weitere Verringerung der Spannung führt zu einer negativen Relaxation, d.h., die Spannung nimmt während der Relaxation zu. Die Zeit bis zum Erreichen der inneren Spannungen kann auf diese Weise drastisch verkürzt werden, so daß Erholungseffekte zu vernachlässigen sind.

Weitere Methoden zur Bestimmung der inneren Spannungen wurden von Li, 1967, vorgeschlagen (siehe auch Evans und Rawlings, 1969).

3.3 Experimentelle Ergebnisse

Spannungs-Dehnungs-Kurven

Spannungs-Dehnungs-Kurven wurden bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von 680 bis 800°C bei einer Dehnungsrate von 10^{-5}s^{-1} gemessen. Abb. 3.7 zeigt zwei Kurven, aufgenommen bei 760 bzw. 800°C in einem weiten Dehnungsbereich bis zu einer Gesamtdehnung von 10 %. Auffällig ist die starke Temperaturabhängigkeit der Fließspannung, der ausgeprägte Abfall der Fließspannung nach Erreichen des Maximalwerts, vor allem bei der niedrigeren Temperatur, und die Entfestigung des Materials bei fortschreitender Dehnung.

Die ausgeprägte Temperaturabhängigkeit wird in Abb. 3.8, die den Bereich kleiner Dehnung für vier Temperaturen zeigt, deutlich sichtbar. Die maximale Fließspannung (obere Streckgrenze) verringert sich in dem Temperaturbereich zwischen 680 und 800°C, der den Großteil des duktilen Bereichs abdeckt, von etwa 580 auf 160 MPa, also um den Faktor 3,5. Abb. 3.9 zeigt die Abhängigkeit der maximalen Fließspannung von der Temperatur für eine Vielzahl von Messungen (ausgefüllte Quadrate). Der nahezu lineare Abfall mit der Temperatur ist sehr stark. In Abb. 3.8 ist außerdem zu sehen, daß mit steigender Temperatur der Spannungsabfall nach Erreichen der oberen Streckgrenze (*yield drop*) stark abnimmt. Bei 680°C fällt die Fließspannung nach Erreichen des Maximalwerts um etwa 70 MPa, während bei 800°C ein Abfall von lediglich 10 MPa beobachtet wird. Die Werte der Fließspannung bei 1,5% Dehnung, d.h. bei einem Dehnungswert hinter dem Spannungsabfall sind in Abb. 3.9 zusätzlich eingetragen (offene Quadrate). Die Temperaturabhängigkeit dieses Spannungswerts ist entsprechend kleiner als die der maximalen Fließspannung.

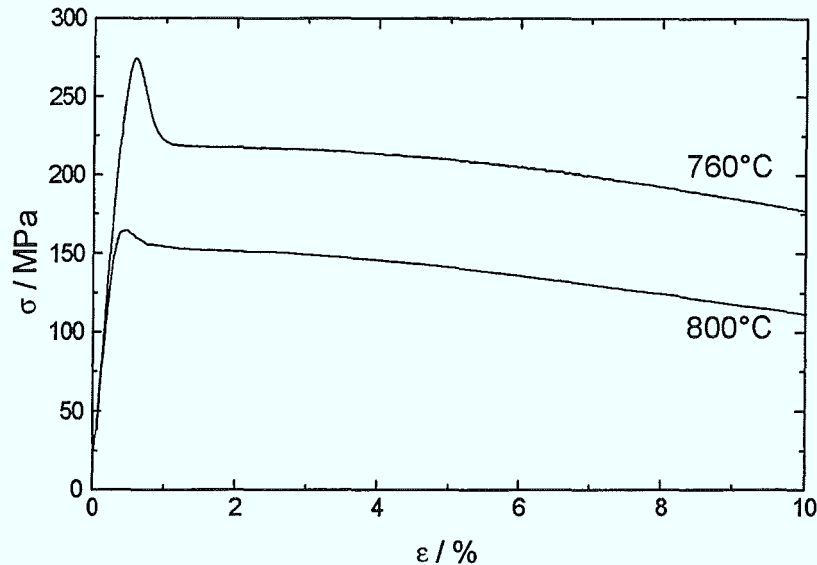


Abb. 3.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven von ikosaedrischem Al-Pd-Mn bei den Temperaturen 760 und 800°C und einer Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} .

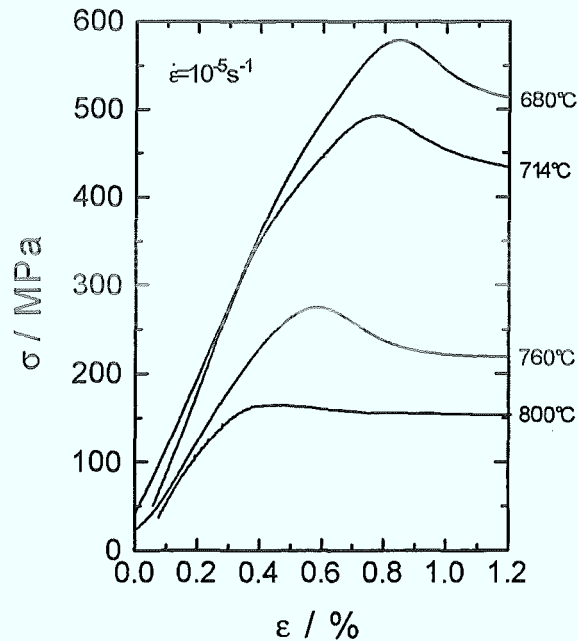


Abb. 3.8: Spannungs-Dehnungs-Kurven bei verschiedenen Temperaturen und einer Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} .

Die für ikosaedrische Quasikristalle charakteristische Entfestigung, d.h. der negative Härtungsparameter θ (3.26), nimmt mit steigender Dehnung zu. Dieser Parameter ist in Abb. 3.10 für die in Abb. 3.7 dargestellten Kurven in Abhängigkeit von der Dehnung im Bereich 2 bis 9% aufgetragen. Auch die weitere Verformung führt nicht zu einer Härtung des Materials (Abb. 3.11). Es setzt jedoch eine stark inhomogene Verformung ein, die eine quantitative Auswertung der Spannungs-Dehnungs-Kurven über Verformungsgrade von etwa 10% hinaus verbietet.

Aus Entlastungskurven (schnelle Entlastung der Probe nach Verformung) wurde ein kombinierter Elastizitätsmodul für Probe und Verformungsmaschine von etwa $E' \approx 100 \text{ GPa}$ im untersuchten Temperaturbereich bestimmt.

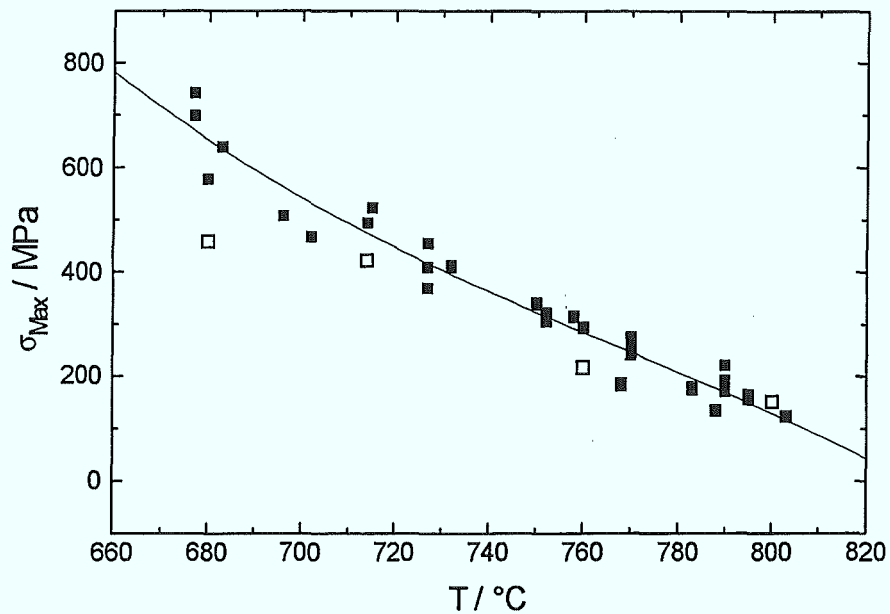


Abb. 3.9: Temperaturabhängigkeit der maximalen Fließspannung (■) und der Fließspannung bei 1,5% Dehnung (□) bei einer Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} .

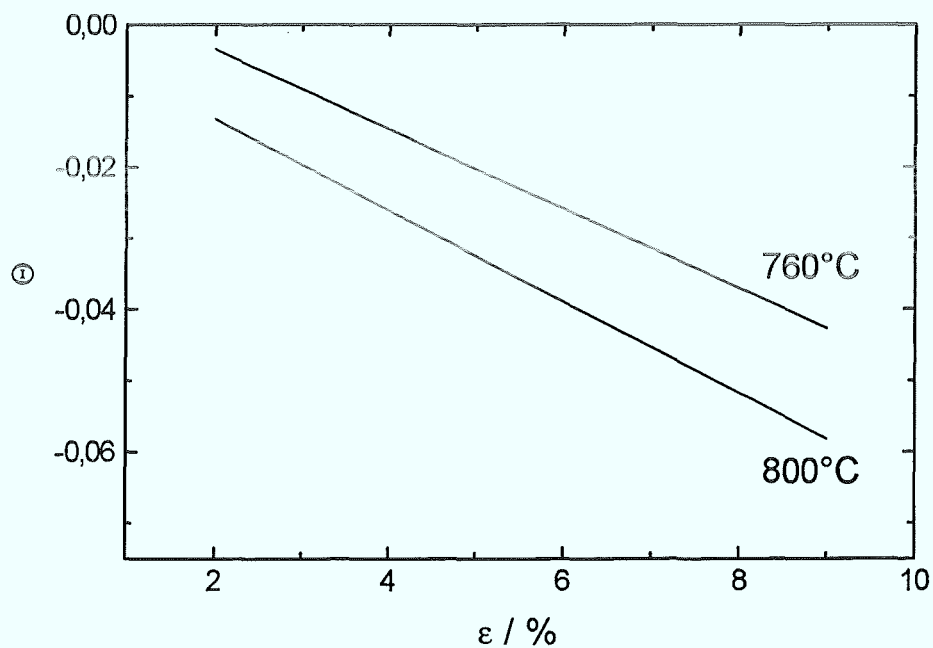


Abb. 3.10: Dehnungsabhängigkeit des Härtungsparameters θ bei der Temperatur 760 bzw. 800°C.

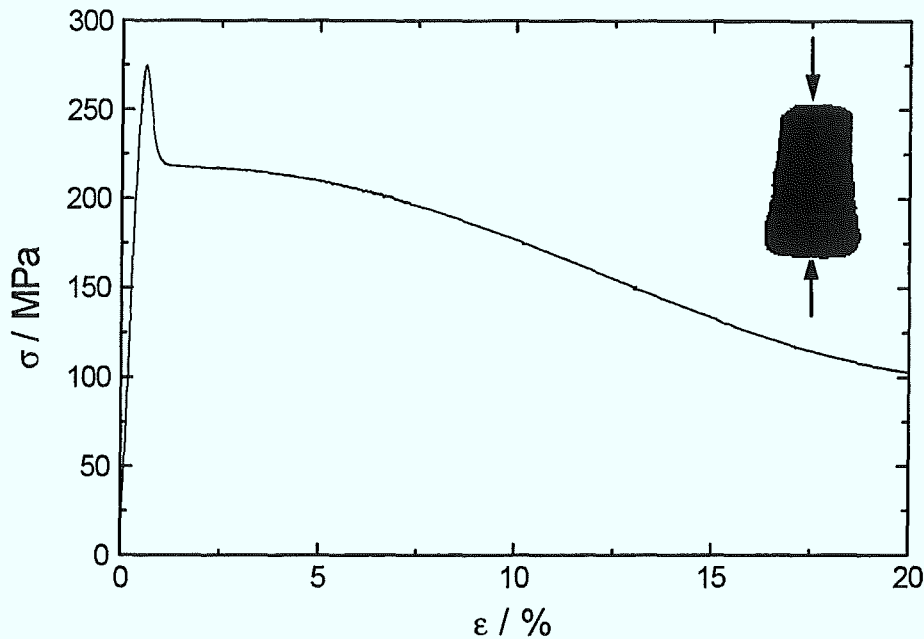


Abb. 3.11: Spannungs-Dehnungs-Kurve (760°C , 10^{-5} s^{-1}) aufgenommen bis zu einer Gesamtdehnung von 21%. Der Einsatz zeigt die äußere Form der Probe nach der Verformung.

Spannungsrelaxationsexperimente

Abb. 3.12 zeigt die Meßgröße in einem Spannungsrelaxationsexperiment, die Spannung in Abhängigkeit der Zeit, für eine Relaxation bei 760°C aus einer Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} heraus. Die Relaxation wurde nach 2 Minuten abgebrochen. Diese gemessene Kurve wird in der Form $\ln(-\dot{\sigma})$ über der Spannung bzw. über dem Logarithmus der Spannung aufgetragen (Abb. 3.13), um aus der Steigung das experimentelle Aktivierungsvolumen V bzw. den Spannungsexponenten m zu bestimmen (Abschnitt 3.2.3).

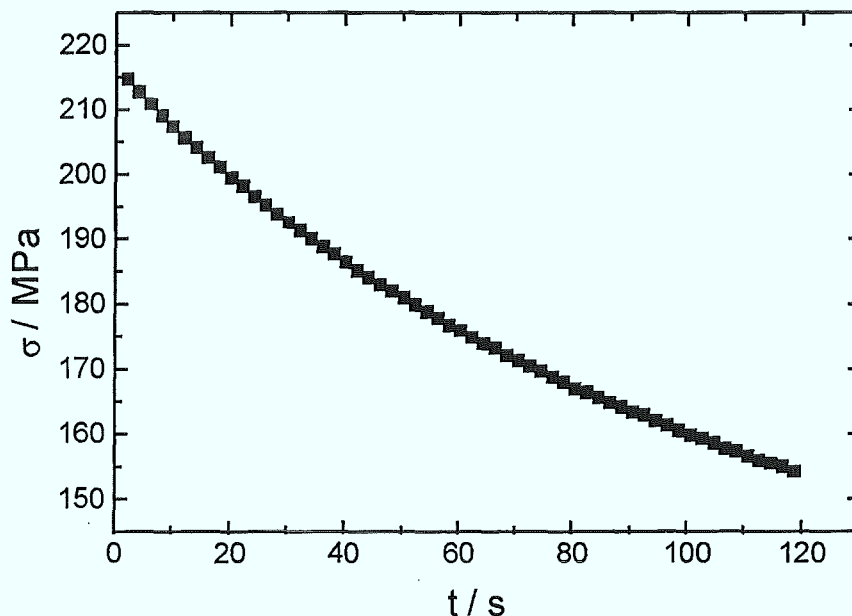


Abb. 3.12: Spannungsrelaxation (2 Minuten) bei einer Temperatur von 760°C .

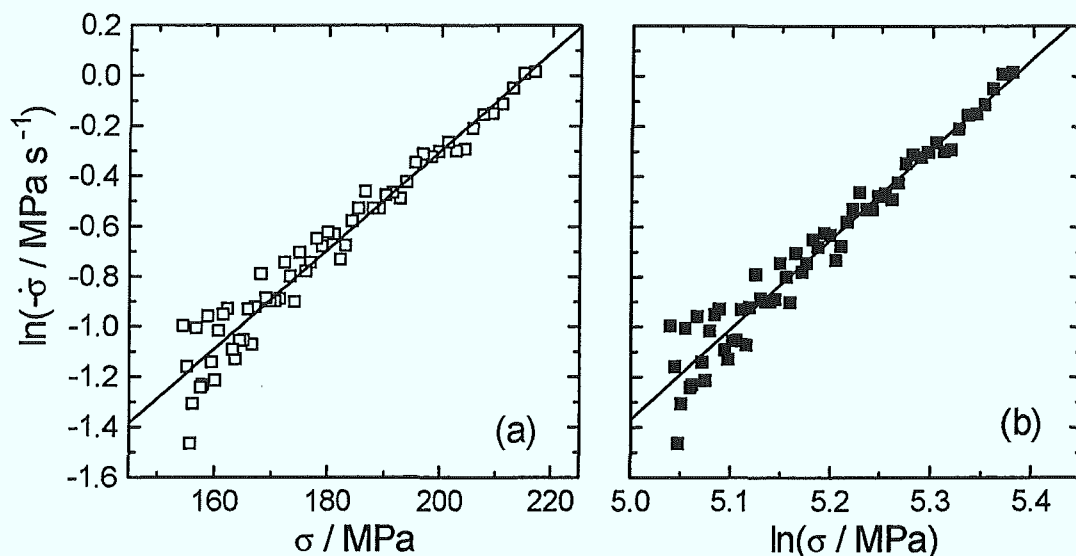


Abb. 3.13: Bestimmung des experimentellen Aktivierungsvolumens (a) bzw. des Spannungsexponenten (b) aus einem Relaxationsexperiment ($T=760^\circ\text{C}$).

In diesem Beispiel werden die Werte $I=50,7 \text{ MPa}$ und $m=3,6$ gefunden. Um die Dehnungsratenabhängigkeit der Spannung I in das experimentelle Aktivierungsvolumen umzurechnen, wird hier und im folgenden der Schmidfaktor $m_s=0,5$ eingesetzt. Dies ist wegen der hohen Symmetrie des ikosaedrischen Gitters gerechtfertigt und wird durch die mikroskopischen Untersuchungen bestätigt (Kap. 4). Zur Skalierung des Aktivierungsvolumens auf einen Kubus aus Burgersvektorstärken $b_{\parallel}$ wird $b_{\parallel}=0,183 \text{ nm}$ als die in verformten Material am häufigsten vorkommende Burgersvektorstärke eingesetzt.

Mit (3.27) folgt $V=0,56 \text{ nm}^3=91,8 b_{\parallel}^3$. Die Größen m_s und $b_{\parallel}^3$ werden an dieser Stelle lediglich als Skalierungsfaktoren zur Umrechnung der direkten Meßgröße I in das Aktivierungsvolumen V benutzt, die einen Vergleich mit anderen Messungen ermöglichen soll.

Abb. 3.14 zeigt Relaxationskurven eines längeren Spannungsrelaxationsexperiments von etwa 20 Minuten. Die Meßwerte liegen in der Auftragung über der Spannung nicht mehr auf einer Geraden, sondern es tritt im Bereich kleiner Spannungen eine Abweichung zu niedrigeren Spannungsraten auf. Dies wird durch die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens verursacht. Üblicherweise werden die Relaxationskurven in diesem Fall nur im ersten Punkt (d.h. im Punkt der höchsten Spannung) ausgewertet. Da der Spannungsexponent nicht (oder nur schwach) spannungsabhängig ist, beobachtet man in der Auftragung über $\ln(\sigma)$ eine solche Abweichung nicht.

Die Auswertung der Steigung der Relaxationskurve in jedem Punkt, die zu einer Aussage über die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens führen würde, ist nicht un-

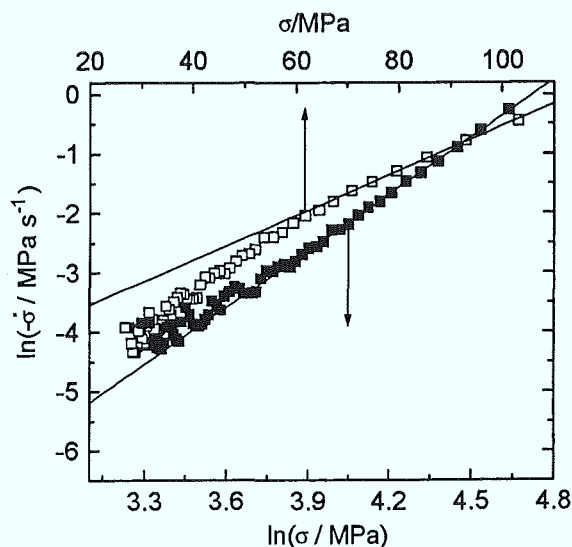


Abb. 3.14: Bestimmung des experimentellen Aktivierungsvolumens bzw. des Spannungsexponenten aus einer längeren Spannungsrelaxation von etwa 20 Min. ($T=780^\circ\text{C}$).

problematisch, da eine Änderung der Versetzungsdichte während der Relaxation z.B. durch Erholungsprozesse ebenfalls zu einem solchen Kurvenverlauf führen kann.

Nach Abschnitt 3.2.3 können das Aktivierungsvolumen und der Spannungsexponent auch mit Hilfe von Dehnungsratenwechseln bestimmt werden. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve bei der Temperatur 730°C während der Durchführung eines solchen Experiments ist in Abb. 3.15 dargestellt. Die Erhöhung der Dehnungsrate auf den doppelten Wert führt zu einer Spannungszunahme von $\Delta\sigma = 59 \text{ MPa}$. Daraus ergibt sich nach (3.27) $V = 53 b_{\parallel}^3$.

Eine Zusammenstellung aller durchgeführten Messungen des Aktivierungsvolumens, dargestellt in Abhängigkeit der Spannung, findet sich in Abb. 3.16. Es wurden Absolutwerte zwischen 0,2 und 1,2 nm³ gefunden (rechte Ordinate). Damit ist das experimentelle Aktivierungsvolumen um etwa zwei Größenordnungen größer als $b_{\parallel}^3$ (linke Ordinate). Die Spannungsabhängigkeit ist sehr ausgeprägt und zeigt einen hyperbelförmigen Verlauf. Die durchgezogene Kurve zeigt eine Anpassung der Funktion $V = a/\sigma$ an die Meßwerte. Die Ergebnisse der Dehnungsratenwechsel sind ebenfalls eingetragen (offene Kreise). Die gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus den Relaxationsexperimenten ist bemerkenswert.

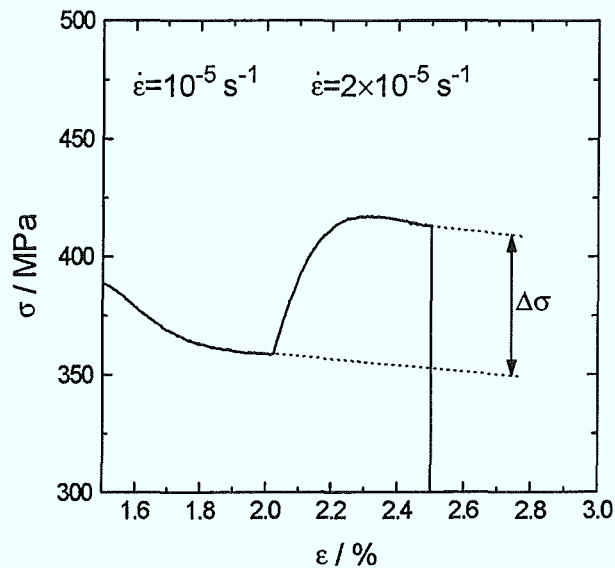


Abb. 3.15: Dehnungsratenwechsel bei 730°C. Die Dehnungsrate wurde verdoppelt.

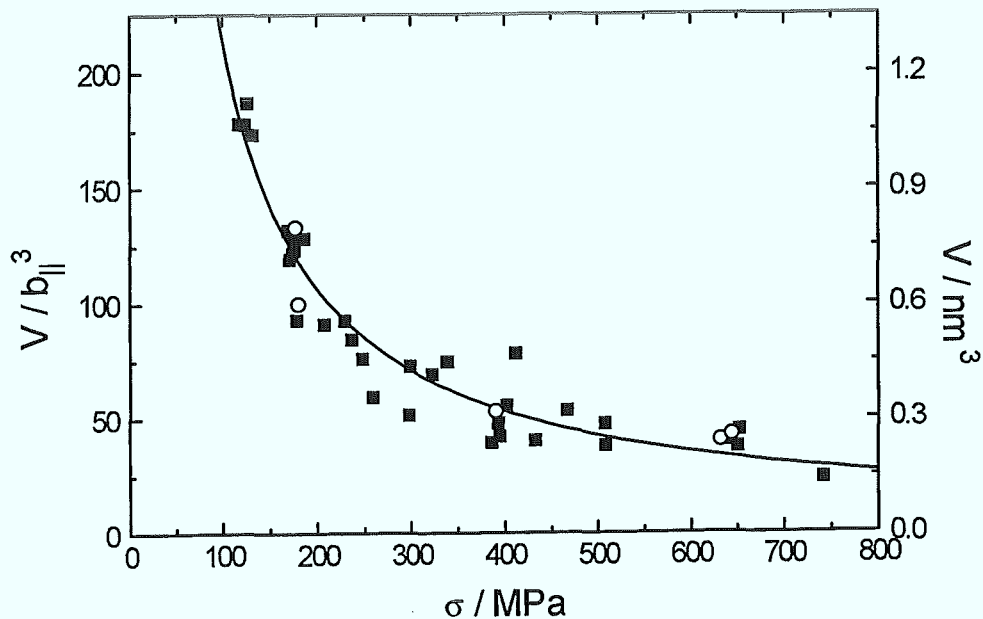


Abb. 3.16: Aktivierungsvolumen von ikosaedrischem Al-Pd-Mn als Funktion der Spannung. Die Abbildung zeigt die Ergebnisse der Spannungsrelaxationsexperimente (■), Dehnungsratenwechsel (○) und die Anpassung einer Hyperbelfunktion (—).

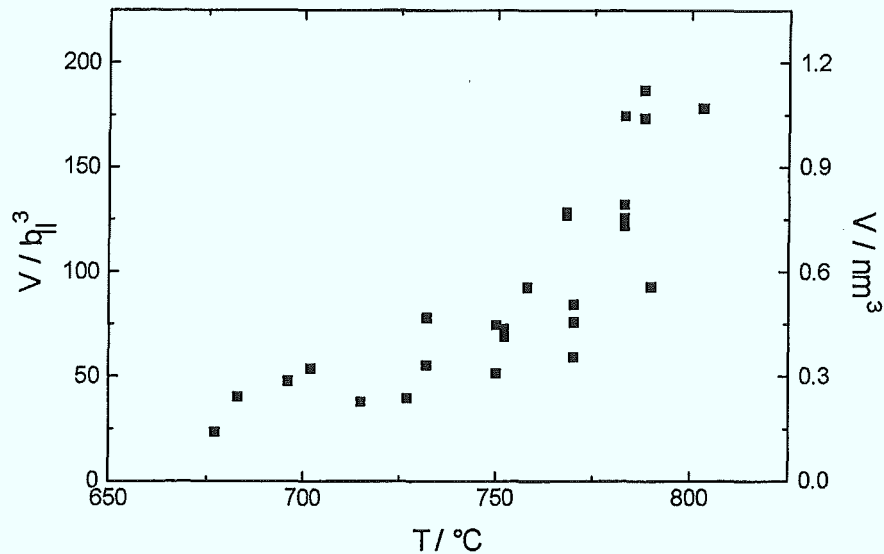


Abb. 3.17: Aktivierungsvolumen von ikosaedrischem Al-Pd-Mn als Funktion der Temperatur. Ergebnisse der Spannungsrelaxationsexperimente.

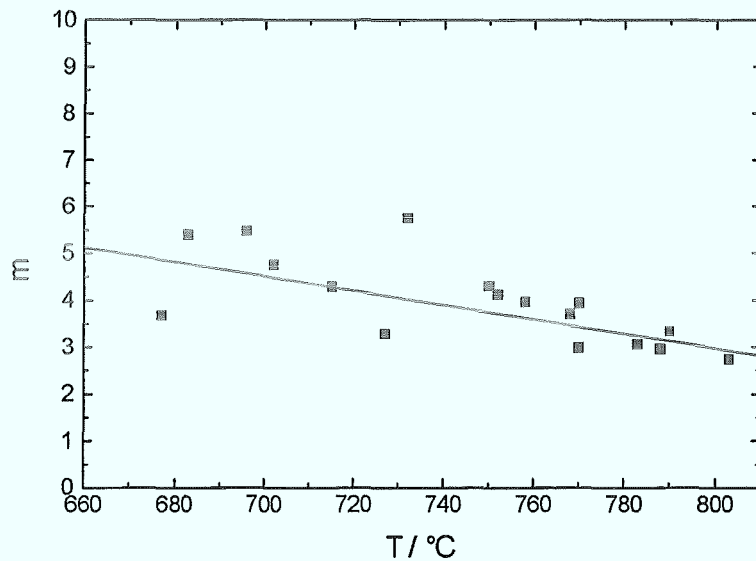


Abb. 3.18: Spannungsexponent von ikosaedrischem Al-Pd-Mn als Funktion der Temperatur. Ergebnisse der Spannungsrelaxationsexperimente.

Die Temperaturabhängigkeit des Aktivierungsvolumens ist in Abb. 3.17 dargestellt. Mit steigender Temperatur nimmt V stark zu. Abb. 3.18 zeigt die Temperaturabhängigkeit des Spannungsexponenten. Es werden durchweg große Werte von etwa 5 (680°C) fallend auf etwa 3 (800°C) mit einer vergleichsweise starken Streuung der Meßergebnisse gefunden.

Zur Untersuchung der Dehnungsratenabhängigkeit wurde eine Reihe von Spannungsrelaxationsexperimenten aus einer Dehnungsrate von 10^{-4} s^{-1} heraus durchgeführt (im Gegensatz zu 10^{-5} s^{-1} in den oben vorgestellten Versuchen). Zwei Relaxationskurven ($T=760^\circ\text{C}$) aus dem Dehnungsbereich um 1,5%, d.h. hinter dem Bereich des Maximums der Fließspannung, sind in Abb. 3.19 (obere Kurven) dargestellt. Zum Vergleich wurden Relaxationskurven, die bei gleicher Temperatur und Gesamtdehnung aus einer Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} aufgenommen wurden (untere Kurven), in der gleichen Abbildung eingetragen.

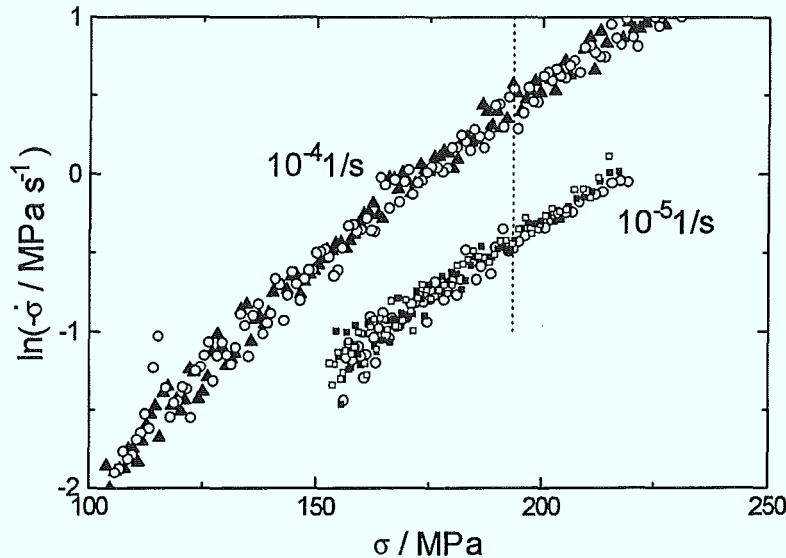


Abb. 3.19: Vergleich von Spannungsrelaxationsexperimenten ($T=760^{\circ}\text{C}$), die aus einer Dehnungsrate von 10^{-4} s^{-1} (obere Kurven) bzw. 10^{-5} s^{-1} (untere Kurven) durchgeführt wurden.

Die Kurven zeigen im Rahmen der Meßgenauigkeit bei gleicher Spannung (gestrichelte Linie) die gleiche Steigung. Die Dehnungsratenempfindlichkeit der Spannung σ und das experimentelle Aktivierungsvolumen sind somit nicht meßbar von der Dehnungsrate vor Durchführung der Spannungsrelaxation abhängig.

Temperaturwechsel

Die Temperaturwechselversuche wurden immer in Kombination mit Spannungsrelaxationsexperimenten durchgeführt. Abb. 3.20 zeigt ein solches Experiment. Die Probe wird bis zum Erreichen des Maximums der Fließspannung mit konstanter Dehnungsrate verformt. Dann wird eine Spannungsrelaxation (senkrechter Kurvenverlauf bei $\epsilon = 0,47\%$) durchgeführt, nach der die Probe für den Temperaturwechsel entlastet wird. Die erneute Belastung bei einer um 20°C höheren Temperatur führt zu einer niedrigeren Fließspannung. Im Punkt gleicher Steigung ($\epsilon = 0,66\%$) der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird eine zweite Relaxation durchgeführt.

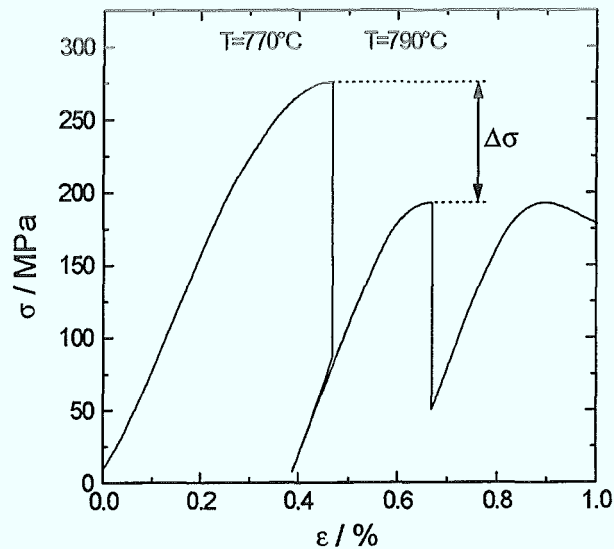


Abb. 3.20: Temperaturwechselversuch in Kombination mit Spannungsrelaxationen. Aus einer Temperaturerhöhung von 20°C resultiert eine Spannungsänderung von 82 MPa .

Abbildung 3.21 zeigt die Ergebnisse der Temperaturwechselversuche $\Delta\sigma/\Delta T$ für Temperaturwechsel bei verschiedenen Temperaturen zwischen 700 und 800°C . Die Werte wurden dem geometrischen Mittel der Temperaturen vor und nach dem Wechsel zugeordnet (Bartsch, 1994). Die vollen Quadrate zeigen die Werte für Wechsel zu höheren Temperaturen, die offenen die zu niedrigeren Temperaturen. Die durchgezogene Linie beschreibt die Temperaturabhängigkeit der maxi-

malen Fließspannung, also die Steigung der Kurve in Abb. 3.9. Eine Abweichung vor allem bei tieferen Temperaturen ist auffällig, kann jedoch mit Hilfe der Untersuchung der Mikrostruktur der verformten Proben (Kap. 4) verstanden werden.

Aus der Größe $\Delta\sigma/\Delta T$ wurde nach (3.24) die Aktivierungsenthalpie ΔH für den plastischen Verformungsprozeß berechnet. Der Faktor $\partial(\ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}})/\partial\sigma$ wurde aus dem Mittelwert der Ergebnisse der Spannungsrelaxationen vor und nach dem Temperaturwechsel, bestimmt. Die so ermittelten Werte für die Aktivierungsenthalpie sind in Abb. 3.22 in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Die Ergebnisse für ΔH liegen bei sehr hohen Werten um 7 eV mit einer schwachen, linearen Temperaturabhängigkeit von $6,7 \times 10^{-3} \text{ eV/K}$ und $\Delta H(T=0) = 0 \text{ eV}$.

Bei der Auswertung wurden nur die Temperaturwechsel zu höheren Temperaturen, die im Maximum der Fließspannung durchgeführt wurden, berücksichtigt. Hier ist die Spannungsänderung am genauesten meßbar. Außerdem wird angenommen, daß die Konstanz der Versetzungsdichte während des Wechsels zu höheren Temperaturen am besten gewährleistet ist. Der absolute Fehler in der Angabe von ΔH wird zu $\pm 1 \text{ eV}$ geschätzt.

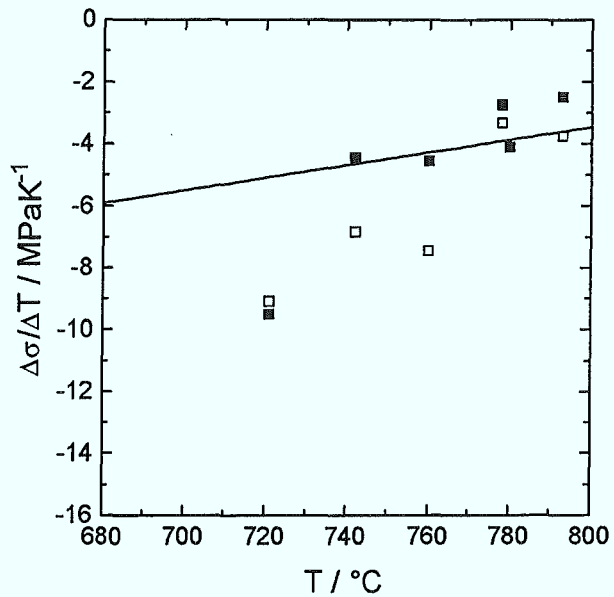


Abb. 3.21: Resultate der Temperaturwechselversuche $\Delta\sigma/\Delta T$ für Temperaturerhöhung (■) bzw. Temperaturerniedrigung (□). Die durchgezogene Linie zeigt die Temperaturabhängigkeit der maximalen Fließspannung (vgl. Abb. 3.9).

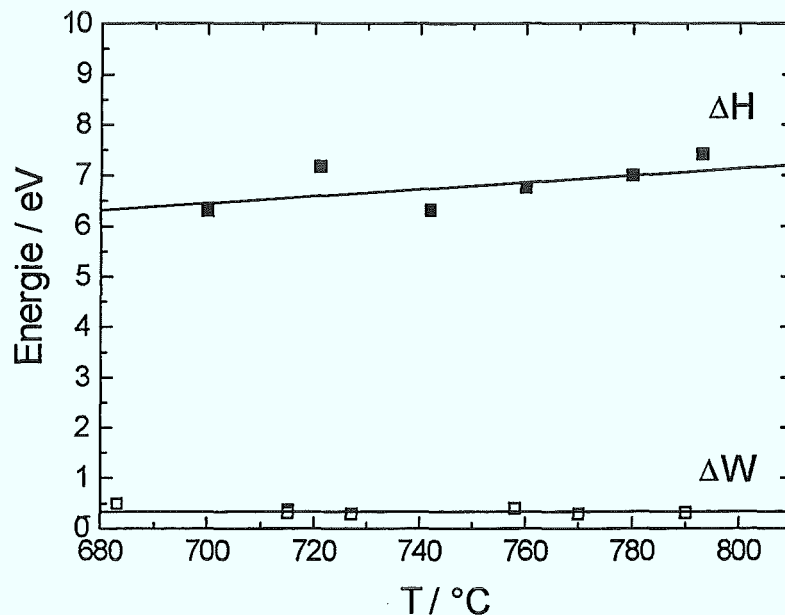


Abb. 3.22: Temperaturabhängigkeit der Aktivierungsenthalpie ΔH von ikosaedrischem Al-Pd-Mn (■). Der work-term ΔW ist ebenfalls eingezeichnet (□).

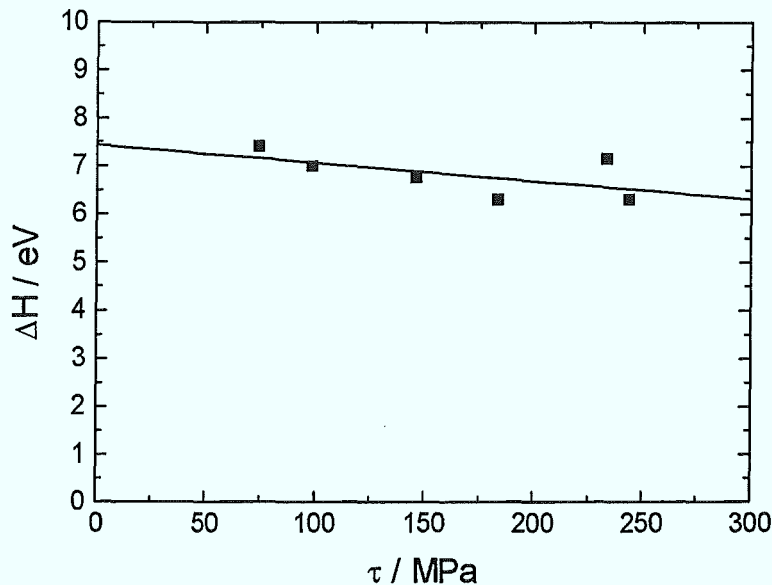


Abb. 3.23: Aktivierungsenthalpie ΔH von ikosaedrischem Al-Pd-Mn in Abhängigkeit von der Schubspannung τ (mit $m_s=0,5$).

In der Abb. 3.22 wurde eine weitere Energiegröße, der *work-term* ΔW eingetragen (3.10). Diese Größe wurde unter Vernachlässigung der inneren Spannungen durch $\Delta W = \tau^* V^* \approx \tau V = kT\sigma \cdot \partial \ln(-\dot{\sigma}) / \partial \sigma$ (Abschätzung nach oben) berechnet. Der *work-term* ist im untersuchten Temperaturbereich unabhängig von der Temperatur und beträgt 0,35 eV. Damit ist er wesentlich kleiner als die Aktivierungsenthalpie.

Abb. 3.23 zeigt die Aktivierungsenthalpie als Funktion der Schubspannung, wobei der Schmidfaktor $m_s=0,5$ eingesetzt wurde. Auf diese Weise läßt sich durch lineare Extrapolation der Wert $\Delta H_0 \equiv \Delta H(\tau^*=0)$, der die Aktivierungsenthalpie ohne Anwesenheit eines Spannungsfeldes (*total activation enthalpy*) beschreibt, näherungsweise bestimmen. Mit $\tau_i = 30 \text{ MPa}$ (s.u.) findet man $\Delta H_0 = 7,4 \text{ eV}$.

Bestimmung der inneren Spannungen: Dip-Tests

Dip-Tests wurden bei 760°C sowohl in Entlastung als auch in Belastung durchgeführt. Abb. 3.24 zeigt einen Dip-Test unter Entlastung. Die Schubspannung (mit $m_s=0,5$) ist über der Zeit aufgetragen. Die Reaktion des Materials $\dot{\tau}$ auf die angelegte Spannung wechselt das Vorzeichen bei etwa 33 MPa. Hier kompensiert die angelegte Spannung die inneren Spannungen. Die Ergebnisse aller Dip-Tests sind in Tab. 3.1 zusammengefaßt.

$\epsilon_{\text{plast}} / \%$	τ_i / MPa	
0,9	32	Entlasten
0,9	23	Belasten
1,0	35	Entlasten
1,3	33	Entlasten

Tab. 3.1: Ergebnisse der Dip-Tests bei 760°C .

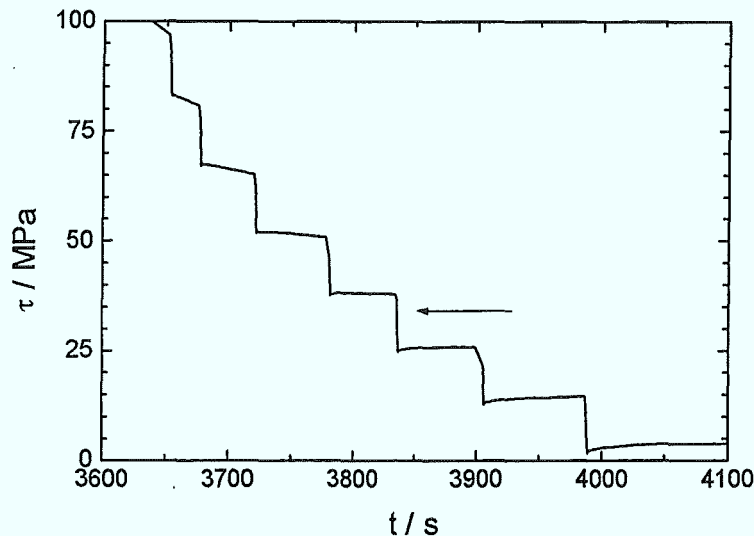


Abb. 3.24: Dip-Test bei 760°C unter Entlastung. Bei etwa 33 MPa (Pfeil) wechselt die Reaktion des Materials auf die angelegte Spannung das Vorzeichen.

Der Mittelwert der Ergebnisse aus den Entlastungstests liegt bei 33 MPa, der Wert aus dem Belastungstest liegt deutlich tiefer. Eine signifikante Abhängigkeit von der Dehnung ist im untersuchten Dehnungsbereich nicht festzustellen. Die inneren Spannungen liegen folglich in dem benutzten Material um 30 MPa, und sind damit um das fünffache kleiner als die maximale Fließspannung, die bei dieser Temperatur bei $\tau_{\text{Max}} \approx 150 \text{ MPa}$ liegt.

In Abb. 3.25 ist ein Spannungsrelaxationsexperiment von 5 Stunden Dauer dargestellt. Die Spannung fällt in dieser Zeit auf etwa 42 MPa, hat jedoch den asymptotischen Wert noch nicht erreicht. Durch Extrapolation findet man aus dieser Kurve $\tau_i \approx 15 \text{ MPa}$. Der Vergleich mit den Ergebnissen aus den Dip-Tests zeigt, daß in dieser Zeitspanne Erholungsvorgänge stattfinden, die zu tieferen inneren Spannungen führen. Tatsächlich findet man in der so verformten Probe eine um das Fünffache niedrigere Versetzungsdichte als in einer gleich weit verformten aber unrelaxierten Probe.

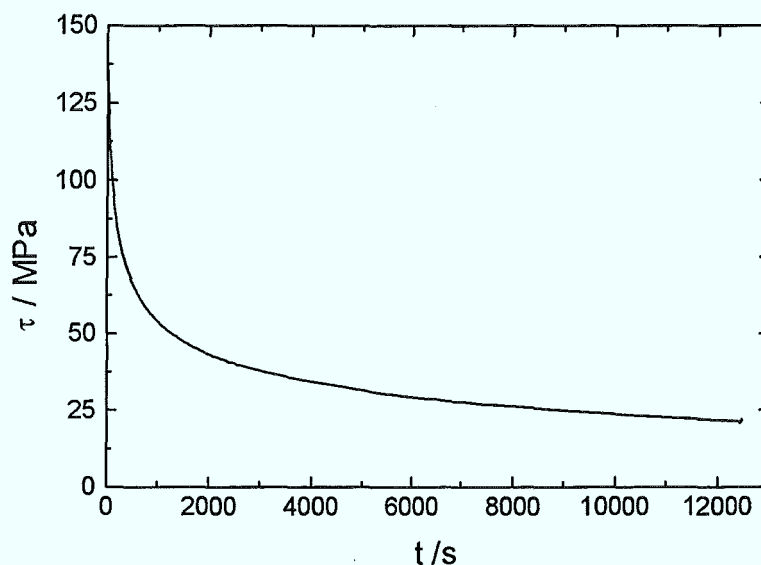


Abb. 3.25: Langzeitrelaxation (fünf Stunden) bei 760°C. Die Schubspannung erreicht den Wert der inneren Spannungen, der hier bei etwa 15 MPa liegt, asymptotisch. Der Vergleich mit den Ergebnissen der Dip-Tests zeigt, daß in dieser Zeitspanne Erholungsvorgänge stattfinden.

Kriechexperimente

Als Ergänzung zu den dynamischen Druckversuchen (konstante Dehnungsrate) wurden Kriechexperimente (konstante Last) durchgeführt. Es wurde ebenfalls eine Reihe von Tests ausgeführt, um auf unabhängige Weise die Aktivierungsparameter zu bestimmen und diese mit den Ergebnissen der dynamischen Druckversuche zu vergleichen. In Abb. 3.26 ist eine Kriechkurve (Dehnung als Funktion der Zeit), die bei einer Temperatur von 760°C aufgenommen wurde dargestellt. Die Kurve ist von gezackten Strukturen überlagert, die aus Lastwechseln herrühren. In diesem Dehnungsbereich beschleunigt die Dehnungsrate (wachsende Steigung), was mit der beobachteten Entfestigung in den dynamischen Druckversuchen (vgl. Abb. 3.7) übereinstimmt (Poirier, 1985).

Zur Bestimmung der Aktivierungsparameter wurden die Proben bei konstanter Dehnungs-

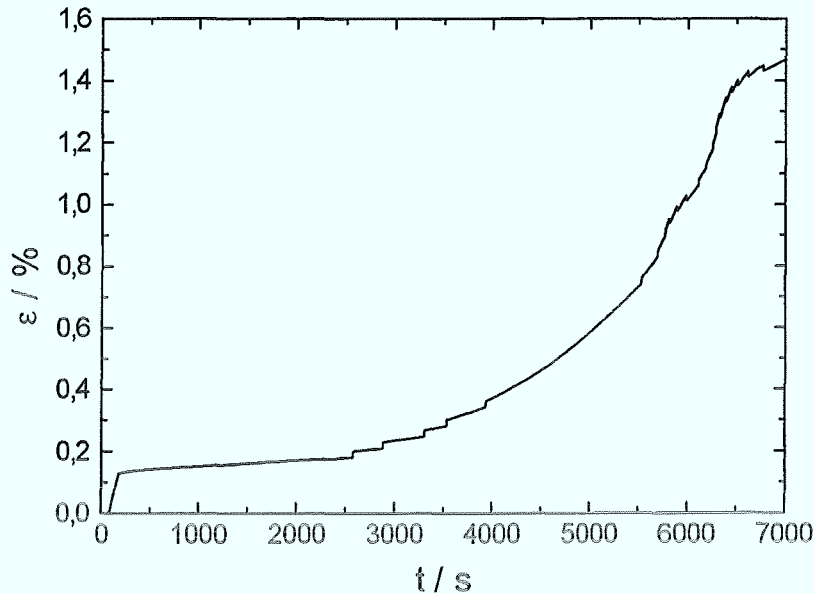


Abb. 3.26: Kriechkurve bei $T=760^{\circ}\text{C}$. Die Kurve ist von gezackten Strukturen überlagert, die von Spannungswechseln herrühren.

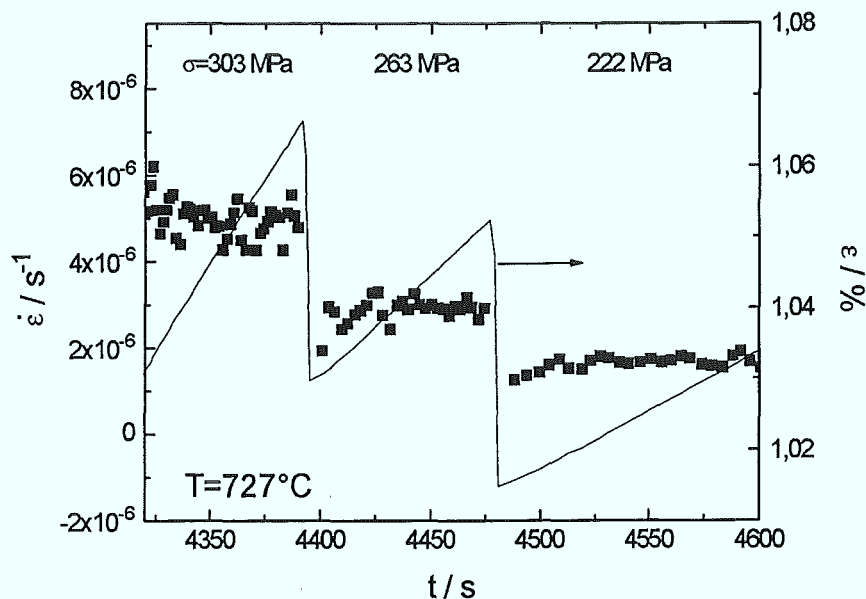


Abb. 3.27: Lastwechsel im Kriechexperiment ($T=727^{\circ}\text{C}$). Dehnungsrate (■) bzw. Dehnung(—) als Funktion der Zeit.

rate bis hinter die Streckgrenze vorverformt, um zu vermeiden, daß während der Durchführung der Tests eine starke Versetzungsproduktion stattfindet. Einen Ausschnitt aus einem Kriechexperiment bei 727°C zeigt Abb. 3.27. Es wurden Lastwechsel durchgeführt, um das Aktivierungsvolumen bzw. den Spannungsexponenten zu bestimmen. Die Erniedrigung der Spannung führt zu einer kleineren Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ (schwarze Quadrate). Nach den Lastwechseln stellt sich eine konstante Dehnungsrate innerhalb weniger Sekunden ein.

Das Aktivierungsvolumen und der Spannungsexponent werden nach (3.18) bzw. (3.21) bestimmt (vgl. 3.2.3). In Abb. 3.28 ist die bei verschiedenen Temperaturen gemessene Dehnungsrate als Funktion der Spannung doppeltlogarithmisch dargestellt. Die Steigung der Geraden entspricht dem Spannungsexponenten. Es werden Werte zwischen 2,7 (679°C) und 5,1 (828°C) gefunden. Für das Aktivierungsvolumen werden im gleichen Temperaturbereich Werte zwischen $44b_{\parallel}^3$ und $114b_{\parallel}^3$ gefunden. Damit stimmen sowohl die Werte für den Spannungsexponenten als auch für das Aktivierungsvolumen gut mit den Ergebnissen aus den Spannungsrelaxationsexperimenten überein.

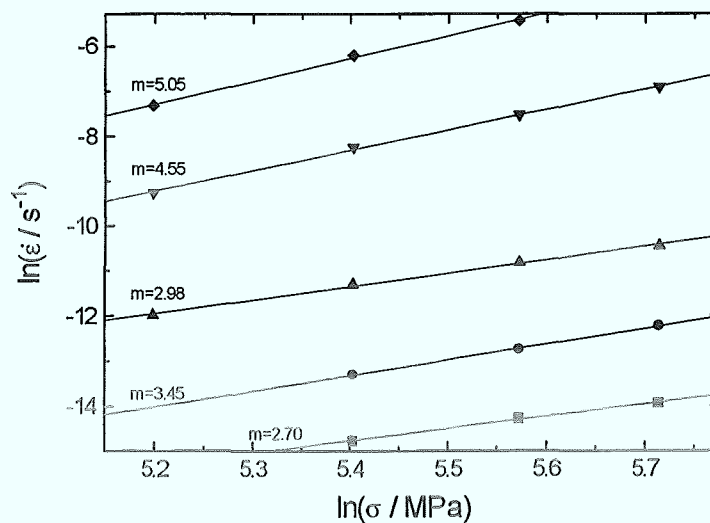


Abb. 3.28: Bestimmung des Spannungsexponenten aus Lastwechseln im Kriechexperiment bei verschiedenen Temperaturen. $T=697(\blacksquare)$, $727(\bullet)$, $756(\blacktriangle)$, $799(\blacktriangledown)$ und $828^\circ\text{C}(\blacklozenge)$.

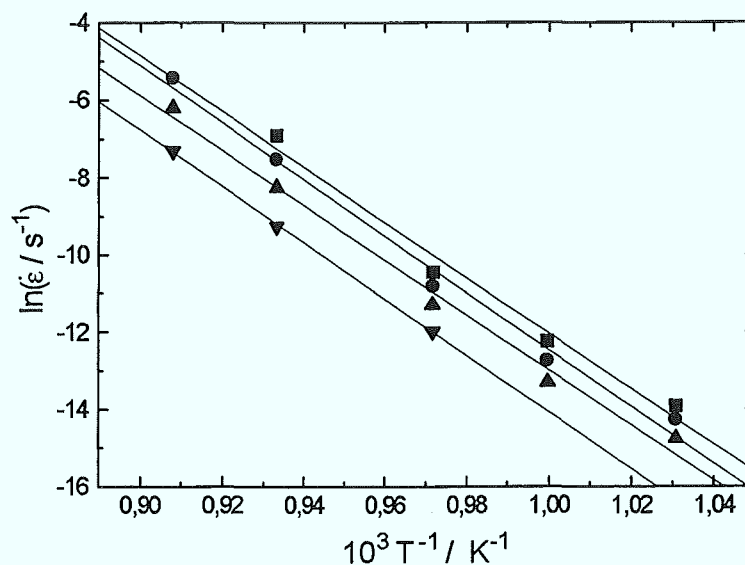


Abb. 3.29: Bestimmung der Aktivierungsenthalpie aus Temperaturwechselexperimenten bei verschiedenen Spannungen. $\sigma=181(\blacktriangledown)$, $222(\blacktriangle)$, $263(\bullet)$, und $303\text{MPa}(\blacksquare)$.

σ / MPa	ΔH /eV
181	6,34
222	6,13
262	6,34
303	6,19

Tab. 3.2: Aktivierungsenthalpie aus Temperaturwechseln im Kriechexperiment.

Die Aktivierungsenthalpie wird durch Temperaturwechselexperimente bei konstanter Spannung bestimmt. Die Auswertung erfolgt nach (3.23) über eine Arrhenius-Darstellung: Die Dehnungsrate wird logarithmisch über der inversen absoluten Temperatur aufgetragen (Abb. 3.29). Die Steigung entspricht dem Quotienten $\Delta H/k$. Die Ergebnisse sind in Tab. 3.2 aufgeführt. Im untersuchten Spannungsbereich findet man keine signifikante Spannungsabhängigkeit der Aktivierungsenthalpie. Der Mittelwert liegt bei 6,3eV. Dies stimmt innerhalb der Meßgenauigkeit mit den Ergebnissen aus den Temperaturwechselexperimenten in den dynamischen Druckversuchen überein.

3.4 Diskussion

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der makroskopischen Untersuchungen diskutiert. Eine übergreifende Diskussion unter Einbezug der Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen findet der Leser in Kap. 5. Im vorliegenden Abschnitt werden außerdem ergänzende Ergebnisse aus Experimenten zu Fragestellungen, die sich während der Untersuchungen ergaben, vorgestellt und diskutiert.

Das wohl auffälligste Merkmal der Verformungseigenschaften aller quasikristalliner Materialien ist das gleichzeitige Auftreten einer extremen Sprödigkeit bei tiefen Temperaturen und einer ausgeprägten Duktilität bei hohen Temperaturen. In diesem Verformungsverhalten unterscheiden sich die Quasikristalle von allen anderen metallischen Werkstoffen. Deshalb wird hier der Diskussion der plastischen Hochtemperatureigenschaften eine Betrachtung des Tieftemperaturbereichs vorangestellt.

Für die Härte quasikristalliner Materialien werden im Tieftemperaturbereich durchgängig hohe Werte gefunden. Eine Zusammenfassung der Härtewerte einiger ikosaedrischer und dekadonaler Quasikristalle geben Köster *et al.*, 1993. Für einquasikristallines Al-Pd-Mn finden Wollgarten, 1994b, und Yokoyama *et al.*, 1993, übereinstimmend einen Raumtemperaturwert um 800 HV (Härte nach Vickers). Die typischen Werte für metallische Werkstoffe liegen deutlich tiefer. Für reines Al findet man um 120 bis 140 HV (Mondolfo, 1976) und für hochfeste Aluminiumlegierungen um 185 HV (Bhaduri und Sekhar, 1987). Tsai *et al.*, 1992, finden für kubisches $\text{Al}_{60}\text{Pd}_{25}\text{Mn}_{15}$ eine Härte von 450 HV, d.h., etwa die Hälfte des Wertes für die ikosaedrische Phase im gleichen Legierungssystem. Dies zeigt, daß die große Härte der ikosaedrischen Phase tatsächlich eine Eigenschaft der quasikristallinen Struktur ist.

Die Härte von ikosaedrischem Al-Pd-Mn liegt damit eher im Bereich spröder Halbleiternmaterialien wie Si, bei dem 1020HV gemessen werden (Bhaduri und Sekhar, 1987). Die kritische Rißzähigkeit liegt mit $0,3 \text{ MPa/m}^{1/2}$ (Yokoyama *et al.*, 1993) ebenfalls bei einem Wert, der dem für Si von $0,7 \text{ MPa/m}^{1/2}$ (Bhaduri und Sekhar, 1987) nahe kommt. Man findet bei spröden Gläsern $0,8 \text{ MPa/m}^{1/2}$ (Kerkhof, 1970), bei Keramiken zwischen 3 und $12 \text{ MPa/m}^{1/2}$ und bei Stählen Werte über $30 \text{ MPa/m}^{1/2}$ (Mughrabi, 1993).

Für die Raumtemperaturverformung von Al-Pd-Mn, die mit Hilfe von Mikroindenter-Ritzexperimenten untersucht wurde, ist ein instabiler Mikrorißmechanismus vorgeschlagen worden (Wollgarten, 1994b), der bei höheren Dehnungen zum Bruch führt. Takeuchi *et al.*, 1993, berichten von Versetzungsbeobachtungen in der Nähe von bei Raumtemperatur aufgebrachten Indentereindrücken. Hierbei handelt es sich aber mit hoher Wahrscheinlichkeit um Versetzung-

en in einer kristallinen Phase (Wollgarten, 1994b). Mikrorisse wurden auch von Suzuki *et al.*, 1987, in Raumtemperatur-*in-situ* Experimenten an ikosaedrischem Al-Mn in einem TEM beobachtet. Zu höheren Temperaturen wird eine starke Abnahme der Härte gefunden. Bei 500°C finden Yokoyama *et al.*, 1993, für Al-Pd-Mn 200 HV. (Siehe auch Takeuchi *et al.*, 1991, Tsai *et al.*, 1992).

Plastische Verformung von quasikristallinen Materialien ist nur bei sehr hohen homologen Temperaturen möglich. Takeuchi *et al.*, 1993, finden für polyquasikristallines Al-Pd-Mn plastische Verformbarkeit nur oberhalb von $0,85 T_m$ Yokoyama *et al.*, 1993, geben für einquasikristallines Al-Pd-Mn eine Grenze von $0,89 T_m$ an. Auch in anderen ikosaedrischen Legierungen werden sehr hohe Übergangstemperaturen gefunden (Kang und Dubois, 1992, Bresson und Gratias, 1993).

Für das Versagen des Versetzungsmechanismus bei tieferen Temperaturen können zunächst zwei Gründe angegeben werden: Es ist einerseits möglich, daß nicht mit einer genügend hohen Rate Versetzungen gebildet werden können, oder die Mobilität der Versetzungen bei tiefen Temperaturen ist zu gering, um eine vorgegebene Dehnungsrate zu tragen (vgl. Gl.3.7). Um zu unterscheiden, welches dieser Hemmnisse zur Sprödigkeit bei tiefen Temperaturen führt, wurde eine Probe bei 760°C bis hinter die Streckgrenze vorverformt. So wurde eine hohe Versetzungsdichte in das Material eingebracht. Anschließend wurde die Probe entlastet und auf 600°C ($=0,76 T_m$), also eine Temperatur deutlich unterhalb der oben genannten Werte abgekühlt. Abb. 3.30 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve ($\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) der so vorbehandelten Probe. Bei einer Gesamtdehnung von 0,75 % und einer Spannung von 440 MPa setzt eine leichte Abweichung von der elastischen Geraden (gestrichelte Linie), also plastische Verformung, ein. Bei einer Spannung von 610 MPa wurde eine Spannungsrelaxation durchgeführt. Bei weiterer Verformung kam es bei einer Gesamtdehnung von 1,05% zum Bruch.

Der Bruch zeigt die Charakteristik eines Sprödbruchs⁴ (Gillam, 1969) und erfolgt bei einer Spannung, bei der bei höheren Temperaturen noch eine plastische Verformbarkeit beobachtet wurde (siehe z.B. Abb. 3.9). Es ist also eine geringe plastische Verformung auch bei $0,76 T_m$

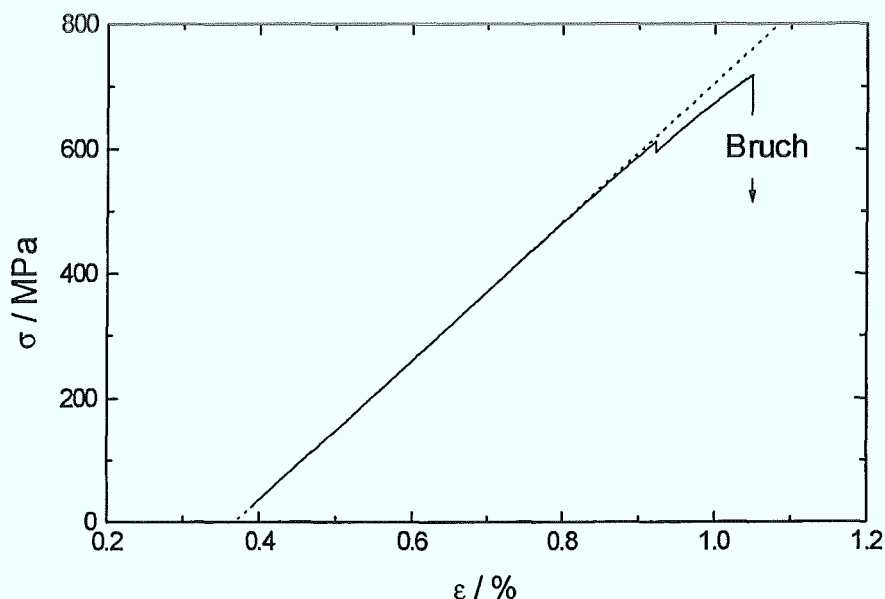


Abb. 3.30: Tieftemperaturverformung ($T=600^\circ\text{C}=0,76 T_m$) von vorverformtem Al-Pd-Mn. Nach einer geringen plastischen Verformung tritt ein Sprödbbruch auf.

⁴ Auch wenn eine geringe plastische Verformung dem Bruch vorausgeht, spricht man von einem Sprödbbruch (Haasen, 1984).

möglich, jedoch zeigt das Auftreten des Sprödbruchs trotz der vorher eingebrachten hohen Versetzungsdichte, daß eine zu geringe Versetzungsmobilität zum Versagen des Versetzungsmechanismus bei tiefen Temperaturen führt.

Eine weitere Möglichkeit, die mit dem experimentellen Befund in Einklang steht, wurde von Mikulla *et al.*, 1995a, vorgeschlagen. In Computersimulationen zur plastischen Verformung zweidimensionaler Quasikristalle wurde hinter Versetzungen, die sich durch das Material bewegen, eine strukturelle Schwächung des Gitters beobachtet. Diese Schwächung kann bei hohen Temperaturen diffusiv auf einen größeren Bereich des Gitters verteilt werden, während dies bei niedrigen Temperaturen nicht möglich ist. Die bei tiefen Temperaturen lokalisierte Schwächung kann bei weiter angreifender Spannung zum Bruch führen. Man beachte, daß dieser Ansatz prinzipiell eine Versetzungsbeweglichkeit auch bei tiefen Temperaturen voraussetzt und den Bruch durch eine zu niedrige Diffusivität der durch die Versetzungsbewegung verursachten Defekte in der Quasikristallstruktur erklärt.

Die Temperatur des Spröd-Duktil-Übergangs liegt demzufolge um etwa $0,80 T_m$, was bei Al-Pd-Mn einer Temperatur von etwa 640°C entspricht. Dies sollte jedoch stark von der Dehnungsrate abhängen (hier 10^{-5}s^{-1}), die demzufolge bei der Angabe eines Zahlenwerts für die Übergangstemperatur stets mit angegeben werden muß. Der Übergang zum duktilen Bereich setzt ohne Zwischenstadien (duktiler Bruch o.ä.) ein. Abb. 3.8 zeigt, daß bei 680°C eine vollständige plastische Verformbarkeit besteht. Bei den tiefen Temperaturen des duktilen Bereichs setzt das plastische Fließen mit einer ausgeprägten Streckgrenze ein, die bei 680°C etwa 12% der maximalen Fließspannung beträgt und dann kontinuierlich abnimmt. Der Anstieg der Fließspannung vor der oberen Streckgrenze kann wie in kristallinen Materialien durch eine starke Beschleunigung der vorhandenen Versetzungen bei gleichzeitiger Versetzungsmultiplikation verstanden werden (vgl. Haasen, 1984). Bei Erreichen der maximalen Fließspannung werden viele Versetzungsquellen aktiviert, es setzt eine lawinenartige Versetzungsproduktion ein. Die vorgegebene Dehnungsrate kann dann mit kleineren Spannungen erfüllt werden, so daß die Fließspannung abnimmt (siehe auch Kap.4). Das Auftreten einer deutlichen Streckgrenze ist bei metallischen Werkstoffen üblicherweise nicht so stark ausgeprägt wie es hier beobachtet wird, sondern ist vielmehr typisch für kovalent gebundene Kristalle wie z.B. Si (Alexander und Haasen, 1968). Es sei an dieser Stelle bemerkt, daß das Verformungsverhalten des ikosaedrischen Al-Pd-Mn in vielen Aspekten dem des Si ähnlich ist. So findet man bei Si neben der erwähnten Ähnlichkeit in der ausgeprägten Streckgrenze eine vergleichbare Härte und kritische Rißzähigkeit sowie einen Spröd-Duktil-Übergang.

Eine Entfestigung des Materials (Abb. 3.7) wurde von Kang und Dubois, 1992, in einigen polyquasikristallinen Legierungen und von Bresson und Gratias, 1993, in polyquasikristallinem Al-Cu-Fe ebenfalls beobachtet. Wollgarten *et al.*, 1993a, fanden erstmals eine Entfestigung in einquasikristallinem Al-Pd-Mn. In kristallinen Materialien beobachtet man dagegen fast ausnahmslos eine Härtung des Materials mit fortschreitender Dehnung (*work hardening*). Die beweglichen Versetzungen, die die Plastizität eines Materials tragen, werden nach einiger Abgleitung durch Wechselwirkungsprozesse mit anderen Versetzungen in ihrer Mobilität eingeschränkt. Bei konstanter Dehnungsrate führt dies zu einer Spannungserhöhung und weiterer Versetzungsproduktion. Bei der höheren Versetzungsdichte vergrößert sich die Wahrscheinlichkeit der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und es kommt zur Demobilisierung weiterer Versetzungen. Um die Dehnungsrate aufrecht zu erhalten, setzt wiederum Versetzungsproduktion ein. Dieser Rückkopplungsmechanismus führt zur Ausbildung eines dichten Versetzungswaldes und einer stetigen Erhöhung der Fließspannung, die schließlich zum Bruch führt (siehe z.B. Basinski und Basinski, 1979, Sevillano, 1993).

Auch bei sehr hohen homologen Temperaturen findet man *work hardening* sowohl bei Metallen (siehe z.B. Paufler, 1978, Blum, 1993) als auch bei kovalent gebundenen Kristallen (Alexander und Haasen, 1968). Abb. 3.31 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve von reinem Al (a) bei $0,76 T_m$ und die Schubspannungs-Abgleitungs(γ)-Kurve für Si (b) bei $0,71 T_m$. Bei

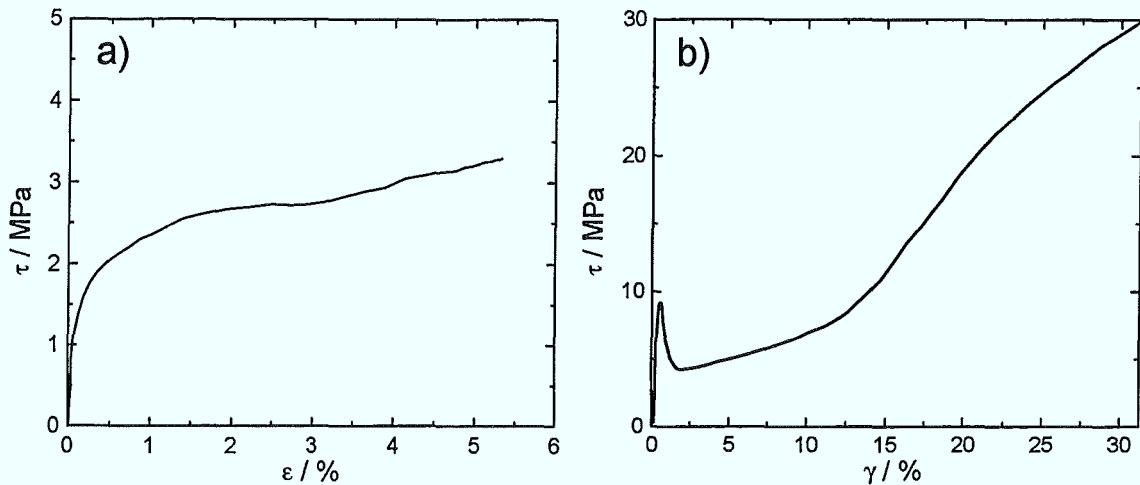


Abb. 3.31: Verfestigungskurven von reinem Aluminium (a) bei $0,76 T_m$ (nach Horiuchi et al., 1964) und Silicium (b) bei $0,71 T_m$ (nach Siethoff, 1969).

beiden Materialien sieht man einen deutlichen Anstieg der Fließspannung mit wachsender Dehnung.

Die beobachtete Entfestigung des Quasikristalls ist nicht einem geometrischen Effekt zuzuschreiben. Bei Zugversuchen findet man bei vielen Materialien einen Abfall der technischen Fließspannung mit steigender Dehnung, der durch eine Einschnürung der Probe, also einer Querschnittsverminderung, zustande kommt (*geometrical softening*). Bei Druckversuchen kommt es bei großen Dehnungen zu einer Zunahme des Probenquerschnitts (siehe Einsatz Abb. 3.11). Dies führt zu einer *Erhöhung* der technischen Fließspannung, die vor der Auswertung der Experimente korrigiert wird (Abschnitt 3.2.3). Die Entfestigung ist also ein echter, materialspezifischer Effekt. Ein Modellvorschlag zur Erklärung der Entfestigung in ikosaedrischen Quasikristallen wird in Kapitel 5 vorgestellt.

Die Spannungsrelaxationsexperimente zeigen, daß die Fließspannung des ikosaedrischen Al-Pd-Mn empfindlich von der Dehnungsrate abhängig ist. Man findet eine starke Relaxation, die in länger andauernden Experimenten zu einer großen Spannungsabnahme führt. Dieses Verhalten läßt darauf schließen, daß die inneren Spannungen wesentlich kleiner als die Fließspannung sind (vgl. Ergebnisse der Dip-Tests). Die Größe des Aktivierungsvolumens im Bereich um $0,2$ bis $1,2 \text{ nm}^3$ stimmt bei korrespondierenden Spannungen mit den Ergebnissen von Takeuchi und Hashimoto, 1993, an polyquasikristallinem Al-Pd-Mn überein. Bresson und Gratias, 1993, finden in polyquasikristallinem Al-Cu-Fe, das mit Al-Pd-Mn strukturell eng verwandt ist, ebenfalls vergleichbare Werte. Die absolute Größe liegt unterhalb des Bereichs 2 bis 12 nm^3 , der von Balasubramanian und Li, 1970, in einer Zusammenstellung der Werte für einige Metallegierungen gefunden wurde. Andererseits zeigt ein Vergleich mit $b_{\parallel}^3$ ($b_{\parallel} = 0,183 \text{ nm}$), daß das Aktivierungsvolumen um zwei Zehnerpotenzen größer ist.

Dieser Größenvergleich läßt Rückschlüsse über den plastischen Verformungsmechanismus zu: Im Falle eines diffusionskontrollierten Verformungsprozesses würde man $V \approx b_{\parallel}^3$ erwarten (z.B. Krausz und Eyring, 1975). Ein Aktivierungsvolumen der Größe von $100 b_{\parallel}^3$ oder größer findet man bei Verformungsmechanismen, bei denen lokalisierte Hindernisse die Geschwindigkeit der Versetzungen kontrollieren. Der Vergleich mit dem von Balasubramanian und Li, 1970, angegebenen Wertebereich zeigt, daß die Dichte der Hindernisse hoch sein muß.

Das Aktivierungsvolumen zeigt eine ausgeprägte Spannungsabhängigkeit (Abb. 3.16), die einem hyperbelförmigen Verlauf folgt. In einem einfachen Bild ratenkontrollierender, lokalisierter Hindernisse ist die starke Abnahme von V mit der Spannung zu verstehen: Mit der Erhöhung der Spannung vergrößert sich die Zahl der Hindernisse, die von einer Versetzungslinie

berührt werden. So verringert sich der Abstand zwischen den Berührungspunkten und damit die mittlere Länge eines Versetzungssegments, das in der Diskussion eines Einzelsprungprozesses über ein Hindernis betrachtet wird (Friedel, 1964). Nach (3.14) folgt daraus ein kleineres Aktivierungsvolumen. Die Zunahme von V mit der Temperatur läßt sich in ähnlicher Weise verstehen: Bei höheren Temperaturen steigt der mittlere thermische Anteil der Arbeit bei der Überwindung eines Hindernisses und V vergrößert sich über die Zunahme von Δx in Gl. (3.14) (vgl. Arsenault und Li, 1989). Diese beiden Darstellungen sind natürlich nicht unabhängig voneinander (Basinski *et al.* 1972). Empirisch läßt sich die gemessene Temperaturabhängigkeit von V durch eine Arrhenius-Gleichung (Gibbs, 1965b) mit einem Energieterm von 1,23 eV darstellen.

Für den Spannungsexponenten wird ein mittlerer Wert von 4,0 (dynamischer Druckversuch) bzw. 3,7 (Kriechversuch) im untersuchten Temperaturbereich gefunden. Der Wert kann zur groben Klassifikation des Verformungsmechanismus herangezogen werden. Für einen rein diffusionskontrollierten oder einen viskosen Mechanismus erwartet man $m \approx 1$ (Poirier, 1985), für Versetzungsgleiten findet man $m = 3$ bis $m = 4,5$ (Weertman, 1968) bzw. $m \approx 2,5$ für einen Peierls-Mechanismus (Weertman, 1957). Steigende Werte des Spannungsexponenten mit sinkender Temperatur werden von Phillips, 1962, in einigen Materialien gefunden und von Li, 1967, diskutiert.

Die Temperaturwechselversuche zeigen, daß die Fließspannung stark von der Temperatur abhängig ist (Abb. 3.9). Die aus den Temperaturwechselversuchen berechnete Aktivierungsenthalpie ist mit 7 eV im Temperaturbereich 700 bis 800 °C sehr groß. Shibuya *et al.*, 1990, finden für polyquasikristallines Al-Cu-Ru ebenfalls einen abnormal hohen Wert von $\Delta H_0 \approx 10$ eV, im Vergleich zu $\Delta H_0 = 7,4$ eV in der vorliegenden Arbeit. Takeuchi *et al.*, 1993 finden für polyquasikristallines Al-Pd-Mn 8 eV im Temperaturbereich von 700 bis 800 °C. Shield *et al.*, 1994, finden für das gleiche Material in Kriechversuchen $\Delta H = 2$ eV für Temperaturen unter 780 °C und $\Delta H = 17$ eV bei höheren Temperaturen. Der letzte Wert muß allerdings als unphysikalisch hoch angesehen werden, und wurde bereits von den Autoren selbst angezweifelt (Kramer, 1995). Die gleichen Autoren (Shield *et al.*, 1993) finden für polyquasikristallines Al-Cu-Fe einen Wert von $\Delta H = 6,5$ eV, der mit den vorliegenden Ergebnissen der Kriechexperimente ($\Delta H = 6,3$ eV) gut übereinstimmt. Bei der Untersuchung kristalliner Materialien werden üblicherweise wesentlich kleinere Werte gefunden. So findet man beispielsweise für reines Al einen Wert von $\Delta H_0 = 1,5$ eV (Sherby *et al.*, 1957).

ΔH ist wesentlich größer als der *work term* $\Delta W = 0,35$ eV (Abb. 3.22). Daraus folgt direkt, daß die plastische Verformung in ikosaedrischem Al-Pd-Mn ein thermisch aktivierter Prozeß ist.

Die Aktivierungsenthalpie für die plastische Verformung ΔH liegt wesentlich höher als die Aktivierungsenthalpie für die Selbstdiffusion ΔH_{SD} in Al-Pd-Mn. Hier wurde von Nakajima *et al.*, 1993, $\Delta H_{SD} = 1,3$ eV (Mn-Selbstdiffusion) und in neueren Messungen $\Delta H_{SD} = 1,99$ eV (Mn-Selbstdiffusion: Zumkley *et al.*, 1996) bzw. $\Delta H_{SD} = 1,90$ eV (Pd-Selbstdiffusion: Scharwaechter, 1996) gefunden. Dies ist ein weiterer, starker Hinweis darauf, daß der Verformungsprozeß nicht diffusionskontrolliert ist. In diesem Fall erwartet man $\Delta H \approx \Delta H_{SD}$ (Dorn, 1961) wie z.B. im Fall von Al, bei dem die plastische Verformung im Temperaturbereich um 600 °C durch Versetzungsklettern getragen wird. Man findet hier $\Delta H_{SD} = 1,3$ eV $\approx \Delta H$ (Peterson, 1968).

Die im untersuchten Temperaturbereich erwartete Größe der Gibbs'schen freien Aktivierungsenergie ΔG läßt sich mit (3.7) und (3.8) abschätzen: Für den Zusammenhang zwischen v_0 und der Debye-Frequenz ω_D finden Granato *et al.*, 1964, $v_0 = C \cdot \omega_D / 10$ mit $C = 10^{-1}$ bis 10^{-2} . Mit $\omega_D \approx 5 \times 10^{13} \text{ s}^{-1}$ (Chernikow *et al.*, 1993), $b_{||} \approx 0,2$ nm, $\Delta x \approx 1$ nm und $\rho \approx 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ (Kap. 4) folgt $\dot{\epsilon}_0 \approx 5 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$. Nach (3.8) bekommt man bei $\dot{\epsilon} \approx 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (vorgegebene Dehnungsrate)

3. Plastizität: Makroskopische Untersuchungen

$\Delta G_{th} = 2,1 \text{ eV}$ bei 750°C . Die Differenz zwischen dieser physikalisch relevanten Größe, die nach (3.7) die Rate der Verformung bestimmt, und der gemessenen Aktivierungsenthalpie ΔH beträgt somit $4,9 \text{ eV}$. Unter Voraussetzung der Gültigkeit der Abschätzung von ΔG_{th} wird diese Differenz (nach 3.13) einem hohen Entropiebeitrag zur plastischen Verformung des Materials zugeschrieben. Damit ist $\Delta S_{ges} \approx 57k$.

Diese Argumentation kann auch in anderer Weise geführt werden: Setzt man ΔH an Stelle von ΔG in (3.7) ein, so bekommt man einen sehr hohen präexponentiellen Vorfaktor von etwa $\dot{\epsilon}'_0 \approx 10^{30} \text{ s}^{-1}$. Mit

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{\text{Plast}} &= \dot{\epsilon}_0 \exp(-\Delta G/kT) \\ &= \underbrace{\dot{\epsilon}_0 \exp(\Delta S_{\text{ges}}/k)}_{\dot{\epsilon}'_0} \cdot \exp(-\Delta H/kT) \end{aligned} \quad (3.29)$$

findet man wieder $\Delta S_{ges} \approx 57k$.

In kristallinen Materialien kann der Entropiebeitrag oftmals in guter Näherung als ausschließlich elastischen Ursprungs angenommen werden und läßt sich mit Hilfe von (3.25) vollständig berechnen. Es werden Werte um $14k$ für Magnesium (Jonas *et al.*, 1972) aber auch $47k$ für Zirkonia (Baufeld *et al.*, 1995) gefunden.

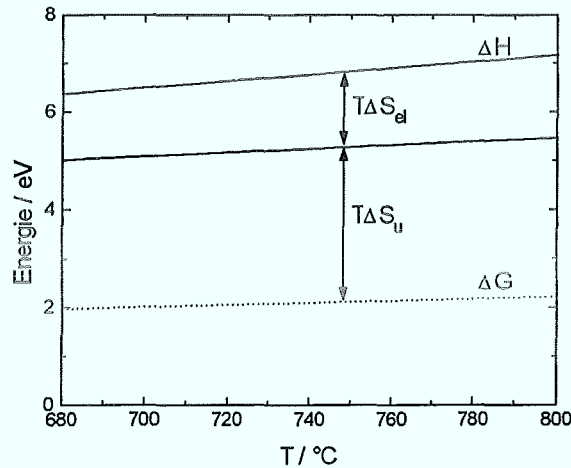


Abb. 3.32: Entropiebeiträge zur plastischen Verformung von ikosaedrischem Al-Pd-Mn. Der elastische Beitrag $\Delta S_{el} \approx 17k$ wurde mit Hilfe von (3.13) berechnet, der Unordnungsbeitrag ergibt sich zu $\Delta S_u \approx 36k$.

Dieser elastische Entropiebeitrag ΔS_{el} kann auch für ikosaedrisches Al-Pd-Mn berechnet werden. Das Ergebnis ist dann jedoch nicht die gesamte Aktivierungsentropie ΔS_{ges} sondern nur ein Teilbeitrag. Entsprechend muß die linke Seite von (3.13) ersetzt werden durch $\Delta G + T\Delta S_{ges} - T\Delta S_{el}$. Es werden die extrapolierten Werte des unrelaxierten Schubmoduls μ (gestrichelte Linie in Abb. 2.8) eingesetzt und man erhält $\Delta S_{el} \approx 17k$. Da die rechte Seite von (3.13) nur schwach vom Schubmodul abhängt und $\partial\mu/\partial T = \text{const}$, ist ΔS_{el} im untersuchten Temperaturbereich konstant. Die Differenz zwischen der erwarteten Gibbs'schen Aktivierungsenergie und dem berechneten Wert $\Delta H - T\Delta S_{el}$ beträgt nunmehr $3,1 \text{ eV}$ (750°C). Es wird vorgeschlagen, diesen Beitrag einer Unordnungsentropie zuzuschreiben (Feuerbacher *et al.*, 1995a), mit

$$\Delta S_u \approx 36k. \quad (3.30)$$

(Siehe Abb. 3.32).

In Abschn. 1.5 wurde gezeigt, daß aus der aperiodischen Ordnung des Quasikristalls folgt, daß eine Versetzung, die sich durch einen Quasikristall bewegt, die Atomanordnung irreversibel verändern muß. Diese wurde experimentell bestätigt (Kap.4, Rosenfeld *et al.*, 1995). In der Spur einer Versetzung werden Phasonendefekte zurückgelassen, die den Quasikristall aus dem *deterministischen* Zustand (gesamte Unordnungsentropie $S=0$) in einen Zustand höherer Unordnung ($S>0$) versetzen. Der Beitrag, der dazu im Mittel bei einem Elementarereignis, d.h. bei der Überwindung eines energetischen Hindernisses an das Quasigitter geleistet wird, soll durch ΔS_u ausgedrückt werden.

Da die beschriebene Vorgehensweise zur Bestimmung der Unordnungsentropie einige Annahmen enthält, darf die Angabe von ΔS_u in (3.30) nur als Abschätzung verstanden werden. Der größte Fehler dabei wird sicherlich bei der Berechnung der theoretischen Gibbs'schen freien Aktivierungsenergie ΔG_{th} gemacht; so sind genauere Überlegungen zu den Bindungsenergien in der quasikristallinen Struktur und auch zu den Hindernisdichten (siehe Kap. 5), die zu deutlich höheren Werten von ΔG_{th} führen können, unerlässlich. Auch die Anwendung von (3.25) zur Separation der Entropiebeiträge muß kritisch überprüft werden. Wegen der Unordnung, die bei der Versetzungsbewegung erzeugt wird ist jedoch auch ohne die genaue Angabe eines Zahlenwerts für ΔS_u die Annahme plausibel, daß die Aktivierungsentropie in Quasikristallen deutlich höher ist als in Kristallen und zu einer großen Aktivierungsenthalpie ΔH führt.

Konsistenzprüfungen

Die Konsistenz der Ergebnisse kann zum einen durch den Vergleich der Resultate unterschiedlicher experimenteller Vorgehensweisen in der Bestimmung einer Größe, zum anderen durch die Überprüfung theoretisch erwarteter Querverbindungen zwischen unabhängig ermittelten Größen kontrolliert werden.

Das Aktivierungsvolumen wurde sowohl durch Spannungsrelaxationsexperimente als auch durch Dehnungsratenwechsel ermittelt. Die hervorragende Übereinstimmung der Ergebnisse ist in Abb. 3.16 dargestellt. Auch die Resultate der Kriechexperimente sind in guter Übereinstimmung mit denen der dynamischen Druckversuche.

Die Anpassung einer Hyperbelfunktion an die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens (Abb. 3.16) bietet die Möglichkeit zur Überprüfung einer Querverbindung. Mit (3.19) und (3.21) folgt

$$I = \left. \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_T = \sigma \cdot \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_T = \frac{\sigma}{m} \quad (3.31)$$

$$\text{mit (3.20)} \Rightarrow V = \frac{kTm}{m_s} \frac{1}{\sigma} = \frac{a}{\sigma}.$$

Aus dem Fitparameter a der $V(\sigma)$ -Kurve kann also auf unabhängige Weise der Spannungsexponent bestimmt werden. Mit $a=0,8$ eV aus der besten Anpassung folgt für $T=1000$ K und $m_s=0,5$ der Spannungsexponent $m=4,7$. Dies stimmt innerhalb der Meßgenauigkeit mit dem durch die Spannungsrelaxationen ermittelten Wert von 4,2 (mittlerer Wert im untersuchten Temperaturbereich) überein. Außerdem stimmt die direkt aus der Krümmung der Relaxationskurven bestimmte Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens (Auswertung der Steigung in allen Punkten) im Falle von kurzen Relaxationsexperimenten, in denen Erholungsvorgänge vernachlässigt werden können, mit der Spannungsabhängigkeit in Abb. 3.16 überein.

Dieses durchweg positive Ergebnis aller beschriebenen Konsistenztests zeigt, daß die in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Meßprozeduren zur Untersuchung dieses Materials anwendbar sind und verlässliche Daten liefern

4. Plastische Eigenschaften von Quasikristallen: Mikroskopische Untersuchungen

Bereits bei der Untersuchung kristalliner Materialien hat sich in den letzten Jahrzehnten herausgestellt, daß die makroskopischen Untersuchungen zur Plastizität eines Materials, besonders in Hinblick auf eine Identifizierung des plastischen Verformungsmechanismus, unbedingt durch Untersuchungen der Mikrostruktur verformten Materials ergänzt werden müssen. Im vorliegenden Kapitel werden diese Untersuchungen an ikosaedrischem Al-Pd-Mn, die sowohl die Bestimmung wichtiger mikroskopischer Parameter wie Versetzungsdichten, Burgersvektoren und Gleitsystemen in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) als auch *in-situ* Hochtemperaturverformungsexperimente in einem TEM umfassen, vorgestellt.

Ein wesentlicher Teil auch der mikrostrukturellen Aspekte der Plastizitätstheorie ist bereits in Kap. 3.1 dargestellt worden. In diesem Kapitel werden zusätzlich einige spezielle Grundlagen zur Kontrasttheorie und zur konvergenten Elektronenbeugung für die Versetzungsbeobachtung und Versetzungsanalyse in Quasikristallen, zusammen mit den daraus abgeleiteten experimentellen Vorgehensweisen, dargestellt.

4.1 Experimentelle Methoden

4.1.1. Probenpräparation

Nach der Verformung werden die quaderförmigen Proben (Abb. 3.5) in Kunstharz eingebettet, um sie zu stützen, und um das Ausbrechen der Kanten bei den nachfolgenden Präparationsschritten zu vermeiden. Die Proben werden mit einer Fadensäge in Scheiben von etwa 0,7 mm Dicke geschnitten. Für den größten Teil der Untersuchungen wurden die Flächennormalen dieser Scheiben senkrecht zur Druckrichtung gewählt. Zur direkten Untersuchung von Versetzungen in einer Gleitebene wurde in einem Fall die verformte Probe mit Hilfe einer Laue-Apparatur so orientiert, daß die Schnittfläche eine entsprechende, in diesem Fall parallel zu einer fünfzähligen Richtung orientierte Ebenennormale aufwies. Die weitere Präparation der Scheiben für die Untersuchung in einem TEM (Polieren, Muldenschleifen, Ionendünnen) erfolgte nach Standardmethoden (vgl. Wollgarten, 1993a, Heimendahl, 1970).

4.1.2. Transmissionselektronenmikroskope

Die TEM Untersuchungen wurden in den Geräten 2000EX und 4000FX der Firma JEOL bei einer Beschleunigungsspannung von 200kV durchgeführt. Es wurden die Betriebsmoden der Hellfeldabbildung und der Elektronenbeugung benutzt. Bei dem Modell 4000FX ist zusätzlich die Verwendung eines weiten konvergenten Elektronenstrahls möglich, der es erlaubt die Methode der konvergenten Elektronenbeugung zur Untersuchung der Verzerrungsfelder einzelner Versetzungen anzuwenden.

Es wurde zumeist im mittleren Auflösungsbereich mit Vergrößerungen von etwa 10^4 bis 6×10^4 gearbeitet. Eine ausführliche Beschreibung der benutzten Mikroskope findet der Leser bei Wollgarten, 1993a, und in den Literaturhinweisen darin.

4.1.3. Meßverfahren und theoretische Grundlagen

Wie bei kristallinen Festkörpern wird in Quasikristallen die Elektronenbeugung zur Erzeugung eines Bildkontrasts ausgenutzt. Zur Hellfeldabbildung im mittleren Auflösungsbereich wird wegen der wohldefinierten Kontrastbedingungen in den meisten Fällen ein sog. Zweistrahlfall benutzt.

Dazu wird die Probe im TEM auf eine solche Weise orientiert, daß die Bragg-Bedingung für die Beugung der Elektronen für möglichst genau einen einzigen reziproken Gittervektor $\vec{g}$ erfüllt ist. Das Elektronenbeugungsbild besteht dann im wesentlichen aus dem ungebeugten die Probe passierenden Elektronenstrahl (Nullstrahl) und einem abgebeugten Strahl. Führt man eine Objektivblende, die nur den Nullstrahl passieren läßt in den Strahlengang ein, so sieht man eine Abbildung des durchstrahlten Probenbereichs in einem Hellfeldkontrast in der Bildebene des Mikroskops. Entsprechend spricht man von einem Dunkelfeldkontrast, wenn statt des Nullstrahls der abgebeugte Strahl zur Abbildung benutzt wird.

Im Hellfeldbild erscheinen Probenbereiche dunkel, die lokal die Bragg-Bedingung für den, dem abgebeugten Strahl entsprechenden reziproken Gittervektor $\vec{g}$ erfüllen, da die entsprechende Intensität ausgeblendet wird. So erhält man Informationen über die räumliche Verteilung von lokalisierten Verzerrungsfeldern. Dies gilt insbesondere auch für die Verzerrungsfelder von Versetzungen: Ist die Bragg-Bedingung hier bei der Abbildung mit einem gegebenen $\vec{g}$ erfüllt, im umgebenden, perfekten Probenbereich jedoch nicht, so erscheint die Versetzungslinie in der Hellfeldabbildung als dunkle Linie auf hellem Grund. In einer entsprechenden Dunkelfeldabbildung erscheint die Versetzungslinie hell auf dunklem Grund (siehe z.B. Hull und Bacon, 1987).

Die Hellfeldabbildung in der Zweistrahlfall-Geometrie bietet also eine wertvolle Methode, einzelne Versetzungen oder Versetzungsanordnungen abzubilden und zu untersuchen. Diese in kristallinen Materialien seit Jahrzehnten erfolgreich angewendete Methode wird auch zur Abbildung von Versetzungen in Quasikristallen benutzt (siehe z.B. Devaud-Rzepski *et al.* 1989, Zhang *et al.*, 1990).

Damit ist es möglich, die für kristalline Materialien entwickelten Prozeduren zur Bestimmung von Versetzungsdichten direkt für Quasikristalle zu übernehmen. Die Versetzungsdichte eines Materials ist definiert als $\rho = L/V$, also die in einem Volumenelement V insgesamt enthaltene Versetzungslänge L . Sie wird in $\text{cm}/\text{cm}^3 = \text{cm}^{-2}$ angegeben. Zur experimentellen Bestimmung der Versetzungsdichte wird in dieser Arbeit die von Frank, 1957, entwickelte Methode benutzt. Der Autor gibt den unter der Annahme einer isotropen Richtungsverteilung der Versetzungslinien abgeleiteten Zusammenhang zwischen der Versetzungsdichte und der Zahl der Durchstoßungspunkte N von Versetzungslinien mit der oberen und unteren Probenoberfläche der Größe F als $\rho = N/2F$ an. (Siehe auch Ham und Sharpe, 1961). Setzt man die Fläche des belichteten Bereichs eines Negativs A in cm^2 ein, so bekommt man

$$\rho = \frac{N}{2A} M^2 \cdot f \quad \text{in cm}^{-2} \quad (4.1)$$

als Vorschrift zur Bestimmung der Versetzungsdichte aus einem bei der Vergrößerung M aufgenommenen Negativ. Der von Rosenfeld, 1994, empirisch ermittelte Korrekturfaktor $f = 1,84 \pm 0,12$ korrigiert die gemessene Versetzungsdichte im Hinblick auf die Auslöschung des Kontrasts einiger Versetzungen bei gegebenem Beugungsvektor $\vec{g}$.

Die quantitative Untersuchung der Verzerrungsfelder von Versetzungen kann mit Hilfe von Zweistrahlfällen durchgeführt werden, bei denen eine Auslöschung des Versetzungskontrasts auftritt. In einem solchen Fall stehen der zur Abbildung benutzte reziproke Gittervektor $\vec{g}$ und der Vektor des Verzerrungsfeldes $\vec{u}$ senkrecht aufeinander, d.h., es gilt $\vec{g} \cdot \vec{u} = 0$. Das Verzerrungsfeld prägt dann den Elektronenwellen im Vergleich zum ungestörten Bereich keine zusätzliche Phasenverschiebung auf.

Wenn das Verzerrungsfeld durch den Burgersvektor $\vec{b}$ charakterisiert werden kann, folgt

$$\vec{g}\vec{b} = 0. \quad (4.2)$$

Diese *Auslöschbedingung*¹ ermöglicht in kristallinen Materialien die Bestimmung der Richtung des Burgersvektors, wenn mindestens zwei linear unabhängige $\vec{g}$ gefunden werden, die (4.2) erfüllen. Das Kreuzprodukt dieser beiden $\vec{g}$ ergibt die Richtung von $\vec{b}$.

Eine entsprechende kinematische Beugungstheorie für Quasikristalle wurde von Wollgarten *et al.*, 1991, entwickelt. Die Autoren finden $\vec{G}\vec{U} = 0$, wobei $\vec{G}$ der 6D-reziproke Gittervektor und $\vec{U}$ der Verschiebungsvektor des 6D-Verzerrungsfeldes ist, und

$$\vec{G}\vec{B} = 0 \quad (4.3)$$

als Verallgemeinerung von (4.2). $\vec{B}$ ist der 6D-Burgersvektor (Abschn. 1.4). Diese Gleichung läßt sich zu

$$\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel} + \vec{g}_{\perp}\vec{b}_{\perp} = 0 \quad (4.4)$$

umschreiben, wobei der Index $\parallel$ ($\perp$) die Komponente des entsprechenden Vektors im physikalischen (orthogonalen) Raum bezeichnet. Diese Gleichung hat eine fundamentale Konsequenz: Bei der Analyse des Verzerrungsfeldes einer Versetzung in einem Quasikristall muß der Phasonanteil des Verzerrungsfeldes, der durch $\vec{b}_{\perp}$ beschrieben wird, berücksichtigt werden.

Die Gleichung (4.4) wird einerseits erfüllt, wenn beide Summanden einzeln verschwinden ($\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel} = \vec{g}_{\perp}\vec{b}_{\perp} = 0$). In diesem Fall, der als "starke Auslöschbedingung" (*strong extinction condition, SEC*) bezeichnet wird, findet man, daß *alle* Reflexe einer systematischen Reihe zu einer Auslöschung führen. Wenn sich dagegen die Summanden in (4.4) gegenseitig aufheben ($\vec{g}_{\parallel}\vec{b}_{\parallel} = -\vec{g}_{\perp}\vec{b}_{\perp}$), so wird dies als "schwache Auslöschbedingung" (*weak extinction condition, WEC*) bezeichnet. In diesem Fall führt nur *ein* Reflex (und ganzzahlige Vielfache dieses Reflexes) in einer systematischen Reihe zu einer Kontrastauslöschung. Findet man zwei SEC und eine WEC, so läßt sich die Richtung des Burgersvektors im 6D-Raum bestimmen. Mit Hilfe dieser Kontrasttheorie konnten Versetzungen z.B. in Al-Cu-Fe (Wollgarten *et al.*, 1992, Urban *et al.*, 1993) und Al-Pd-Mn (Wollgarten *et al.*, 1993a) erfolgreich untersucht werden. Eine entsprechende Theorie für zweidimensionale Quasikristalle wurde von Wittmann, 1995, vorgestellt.

Eine alternative Methode, die die Bestimmung nicht nur der Richtung sondern auch des Betrags des 6D-Burgersvektors ermöglicht, ist die Methode der konvergenten Elektronenbeugung (*convergent beam electron diffraction, CBED*). In der CBED-Geometrie wird die Probe nicht mit einer einzigen ebenen Welle, sondern mit einem Strahlenbündel aus ebenen Wellen, die innerhalb eines Einfallskegels mit einem Öffnungswinkel 2α (Abb. 4.1) liegen abgebildet. Jeder dieser in dem Kegel enthaltenen Strahlen führt durch Beugung an jeder Netzebene, für die die Bragg-Bedingung erfüllt ist, zu einem Paar aus gebeugtem und transmittiertem Strahl. Wegen dem endlichen Öffnungswinkel des einfallenden Strahlenbündels besteht das Elektronenbeugungsbild nicht aus Punkten, wie im Fall einer einzelnen einfallenden ebenen Welle, sondern aus Scheiben, deren Durchmesser mit wachsendem Öffnungswinkel des Einfallskegels steigt. Die Ewaldkonstruktion für die konvergente Elektronenbeugung (Abb. 4.1) zeigt, daß die maximale Intensität in Form einer Linie aller Strahlen mit $s=0$ in der gebeugten Scheibe erscheint, da die Beugung der einfallenden Strahlen invariant gegen Verkipfung um $\vec{g}_{hkl}$ ist. Dabei ist s der Anregungsfehler, d.h. die Abweichung der Ewaldkugel von einem reziproken Gitterpunkt (vgl. Reimer, 1989). Da dem Nullstrahl durch die gebeugten Elektronen Intensität verloren geht, findet man eine entsprechende dunkle Linie in der transmittierten Scheibe.

¹ Bei einer reinen Stufenversetzung muß zusätzlich $\vec{g}(\vec{l} \times \vec{b}) = 0$ erfüllt sein.

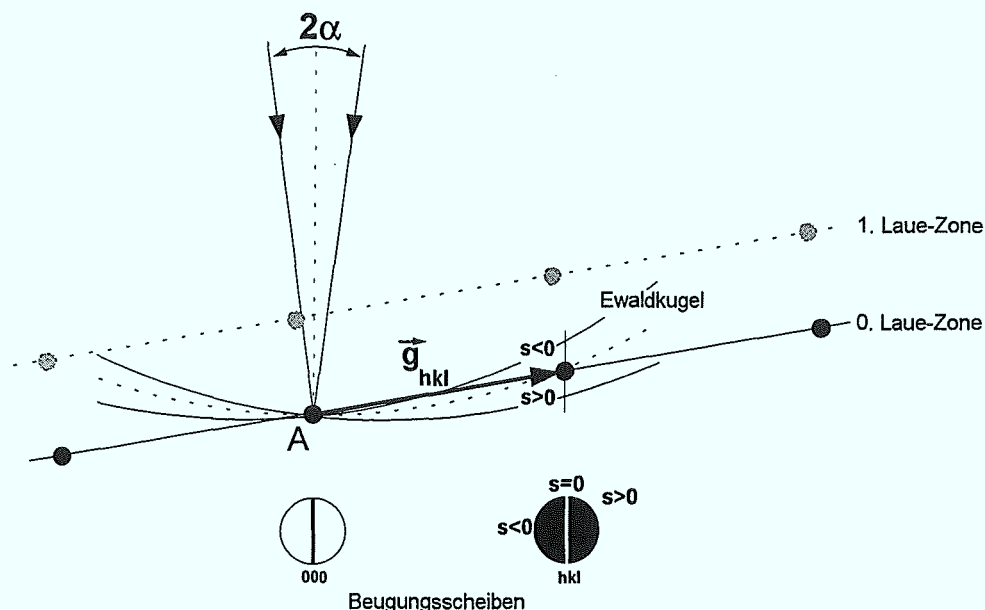


Abb. 4.1: Ewaldkonstruktion für die konvergente Elektronenbeugung.

Die Abbildung zeigt den Schnitt der Ewaldkugel mit einem Gitterpunkt der niedrigsten reziproken Gitterebene (bezogen auf den Aufpunkt A). Diese reziproke Gitterebene wird nullte Laue-Zone genannt (*zero order Laue zone*, ZOLZ). Die entsprechende Linie in der Scheibe bezeichnet man als ZOLZ-Linie. Bei kleineren Radien der Ewaldkugel, d.h. bei kleineren Beschleunigungsspannungen, werden auch höhere reziproke Gitterebenen, sog. höhere Laue-Zonen (*higher order Laue zone*: HOLZ), geschnitten. Die entsprechenden Linien bezeichnet man dann als HOLZ-Linien (vgl. McKie und McKie, 1990). In der Abb. 4.1 ist neben der nullten auch die erste Laue-Zone schematisch dargestellt.

Dieses Grundprinzip der konvergenten Elektronenbeugung läßt sich, teilweise mit kleinen Modifikationen, auf eine Vielzahl von Problemstellungen anwenden. Eine Übersicht über die Möglichkeiten geben Tanaka *et al.*, 1988a, 1988b. Die Grundlagen für die Untersuchung von Verzerrungsfeldern in kristallinen Materialien wurden von Tanaka *et al.*, 1980, und Carpenter und Spence, 1982, entwickelt. Bei dieser Modifikation wird der Fokus des konvergenten Strahlenbündels (*crossover*) nicht in die Probenebene gelegt, sondern darunter oder darüber (Abb. 4.2). Die Methode wird deshalb als *defocused CBED* bezeichnet.

Befindet sich innerhalb des durchstrahlten Probenbereichs eine Versetzung, so bewirkt deren Verzerrungsfeld eine Aufspaltung einer ZOLZ- oder HOLZ-Linie, wenn die Bedingung $|\vec{g}\vec{b}| \neq 0$ erfüllt ist (Carpenter und Spence 1982). Cherns und Preston, 1986, zeigten, daß die Zahl dieser Aufspaltungen n über $|\vec{g}\vec{b}| = n$ mit dem zu der Linie korrespondierenden reziproken Gittervektor und dem Burgersvektor der Versetzung verknüpft ist. Eine dynamische Theorie der konvergenten Elektronenbeugung für Quasikristalle von Wang und Cheng, 1987, führt zu der verallgemeinerten Cherns-Preston Regel

$$|\vec{G}\vec{B}| = n \quad (4.5)$$

für Versetzungen in Quasikristallen. Zur vollständigen Bestimmung des Burgersvektors muß zusätzlich das Vorzeichen des Skalarprodukts gefunden werden. Dies geschieht über den Anregungsfehler s , für den im gestörten Quasigitter $s_{\text{gestört}} = s_{\text{ideal}} + \vec{G}\vec{B}$ gilt. Bei festgesetzter Richtung der Defokussierung (Über- oder Unterfokus) kann aus der Aufspaltungsrichtung das Vorzeichen von $|\vec{G}\vec{B}|$ bestimmt werden. Die Theorie für Kristalle (Niu *et al.*, 1991) wurde von Feng und Wang, 1994a, auf Quasikristalle erweitert.

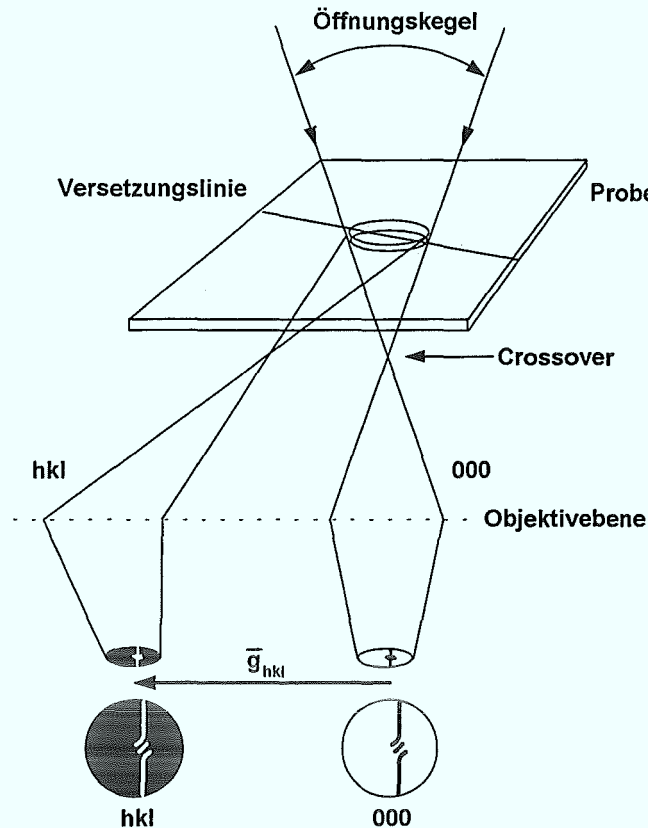


Abb. 4.2: Strahlengang in defocused CBED Geometrie.

Für Quasikristalle führt diese vollständige Theorie schließlich auf die Gleichung

$$\vec{G}_i \vec{B} = n_i, \quad (4.6)$$

die die Bestimmung des 6D-Burgersvektors ermöglicht, wenn mindestens sechs linear unabhängige reziproke Gittervektoren $\vec{G}_i$, $i=1..6$, gefunden werden, von denen die Zahl der Linienaufspaltungen n_i , $i=1..6$, gezählt wird. Eine ausführliche Darstellung der experimentellen Vorgehensweise findet der Leser bei Rosenfeld, 1994, und Metzmacher, 1995.

Zur Bestimmung von Burgersvektoren wird in dieser Arbeit die CBED Methode benutzt. Diese hat gegenüber der weiter oben vorgestellten Kontrastauslöschungsmethode (KA Methode) den Vorteil, daß alle sechs Komponenten des Burgersvektors und nicht nur dessen Richtung im 6D-Raum ermittelt werden können. Die CBED Methode hat allerdings auch einige Nachteile. So ist sie nur bei mittleren Probendicken anwendbar, da sonst keine ZOLZ oder HOLZ Linien beobachtbar sind (zu kleine Probendicke) oder ein zu starker diffuser Untergrund den Kontrast der Linien verschwinden läßt (zu große Dicke). Auch bekommt man bei sehr hohen Versetzungsdichten ($\rho > 10^{11} \text{cm}^{-2}$) wegen der Überlagerung der Verzerrungsfelder unterschiedlicher Versetzungen keine eindeutigen Ergebnisse. Die KA Methode ist außerdem auf ganze Versetzungsfelder gleichzeitig anwendbar, während die CBED Methode nur zur Analyse jeweils einer Einzelversetzung geeignet ist. Ein entscheidender Vorteil der CBED Methode ist aber, daß sie eindeutige Ergebnisse liefert, während es bei der KA Methode durch Probleme bei der Unterscheidung von Restkontrasten und echten Kontrasten zu Unsicherheiten kommen kann (Wollgarten, 1993a).

In der Anwendung der CBED Methode kann die Sicherheit der Meßergebnisse durch die Aufnahme redundanter Informationen noch gesteigert werden. Bei der Bestimmung eines Burgersvektors wurden statt der benötigten sechs linear unabhängigen Linienaufspaltungen bis zu zwölf untersucht. Für die eindeutige Lösung von (4.6) werden nur sechs Gleichungen benötigt, die restlichen wurden zur Überprüfung der Ergebnisse benutzt. Außerdem wurden jeweils die

Aufspaltungen dreier Linien, die mit drei, aufeinander folgenden Reflexen einer systematischen Reihe j , $\bar{g}_j^0$, $\bar{g}_j^1 = \tau \bar{g}_j^0$, $\bar{g}_j^2 = \tau^2 \bar{g}_j^0$, korrespondieren, untersucht. Dabei ist τ die Zahl des Goldenen Schnitts, $\tau = (\sqrt{5} + 1)/2 \approx 1,61803\ldots$, (siehe Abschn. 1.1). Für diese gilt die Gesetzmäßigkeit einer Fibonacci-Folge

$$n_2 = n_1 + n_0, \quad (4.7)$$

wobei n_i die Zahl der Aufspaltungen der zu $\bar{g}_j^i$, $i=0,1,2$ korrespondierenden Linie ist. Allgemein gilt $n_{i+2} = n_{i+1} + n_i$ für alle i (Yan, 1994). So bietet sich hier die Möglichkeit zu einer weiteren Konsistenzüberprüfung.

Für die Ermittlung der Gleitebene und des Gleitsystems wird zusätzliche Information über die Linienrichtung eines Segments der Versetzung benötigt. Im TEM wird die Linienrichtung in der Projektion auf eine Ebene senkrecht zur Richtung des primären Elektronenstrahls $\bar{k}_0$ abgebildet. Die wahre Linienrichtung $\bar{l}$ liegt in der Ebene, die durch $\bar{k}_0$ und die projizierte Linienrichtung $\bar{l}'$ aufgespannt wird. Es müssen zwei solcher Ebenen bestimmt werden, deren Schnittgerade dann $\bar{l}$ enthält. Dafür wird die Probe möglichst senkrecht zu $\bar{l}'$ so im TEM verkippt, daß $\bar{k}_0$ parallel zu einer niedrig indizierten Richtung des Quasigitters liegt. Dies wird für drei unterschiedliche Orientierungen vorgenommen, wonach aus zwei der ermittelten Ebenen die wahre Linienrichtung bestimmt wird, und die dritte zur Überprüfung des Resultats dient.

Sind der Burgersvektor und die Linienrichtung einer Versetzung bekannt, so kann nach Gleichung (3.2), in die der Anteil des Burgersvektors im physikalischen Raum $\bar{b}_\parallel$ eingesetzt wird, deren Gleitebene und Gleitsystem angegeben werden.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen wurden an Proben vorgenommen, die unter definierten Bedingungen verformt wurden, um die Abhängigkeit der Parameter von der Verformungstemperatur und der Dehnung festzustellen. Die Proben wurden dazu bei fester Temperatur bis zu einer vorgegebenen Dehnung verformt, wie in Kap. 3 beschrieben. Den beobachteten mikrostrukturellen Parametern wurden dann die entsprechenden Werte für Temperatur, Dehnung und Spannung zugeordnet. Der Abschluß der Verformung wurde zunächst auf zwei verschiedene Arten vorgenommen: Einige Proben wurden nach der Verformung schnell entlastet und anschließend mit einer Rate von ca. 5 bis 10 K/min bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Andere Proben wurden nach schneller Entlastung in Wasser abgeschreckt, so daß eine gesamte Abkühlungszeit von einigen Sekunden erreicht wurde. Der Einfluß dieser Abschlußbedingungen auf die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen wird in 4.4 diskutiert, wo zusätzlich die Ergebnisse einiger Untersuchungen an Proben, die unter Last langsam (ca. 5 bis 10 K/min) abgekühlt wurden, dargestellt werden.

Um Einflüsse der in der Vorbereitung und während der Verformung stattfindenden Wärmebehandlung von den verformungsinduzierten Effekten auf die Mikrostruktur unterscheiden zu können, wurden Referenzproben, die aus dem gleichen Quasikristall wie die Verformungsproben hergestellt wurden, mit in die Verformungsmaschine gestellt. So wurden sie der gleichen Temperaturbehandlung und den gleichen Abschlußbedingungen des Experiments unterworfen wie die verformten Proben. Die anschließenden Untersuchungen wurden für die verformten Proben und die unverformten Referenzen in gleicher Weise durchgeführt.

4.2 Experimentelle Ergebnisse

Versetzungsdichte

Abb. 4.3 zeigt die Versetzungsanordnung in der Ebene senkrecht zur Druckrichtung einer Probe, die bei 760°C bis 0,15 % plastisch verformt wurde. Die Versetzungsdichte beträgt in

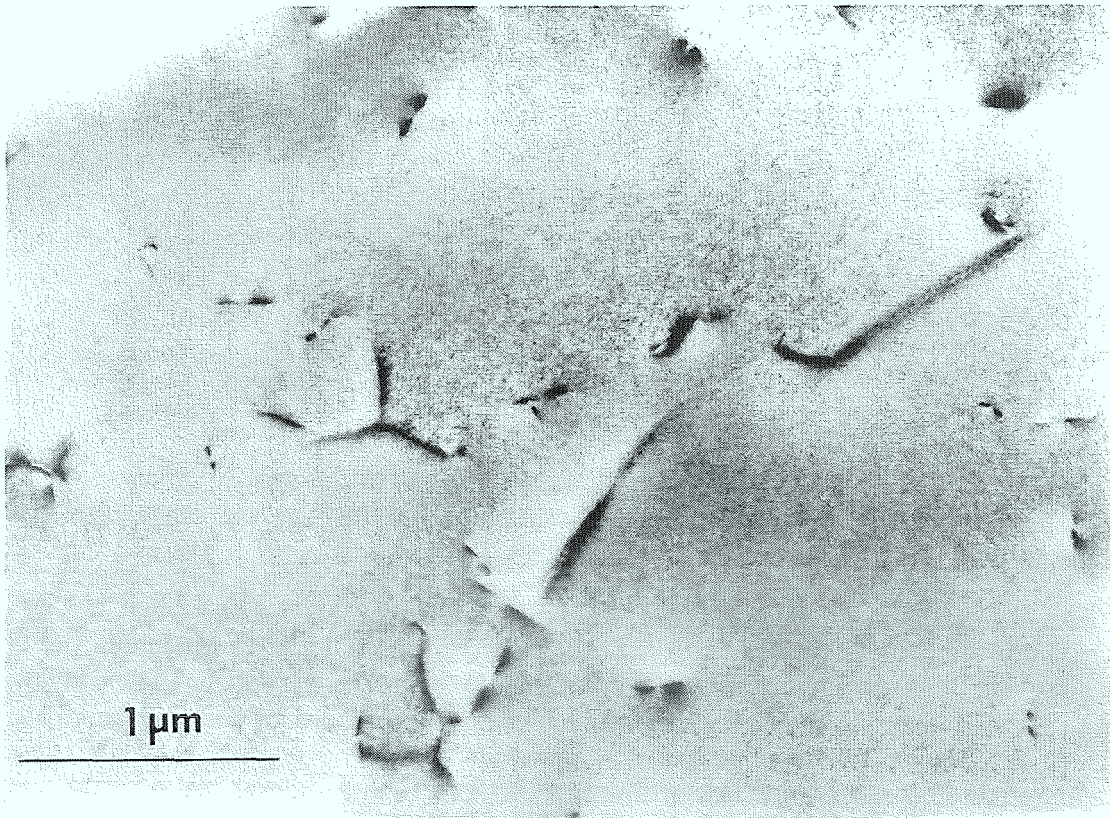


Abb. 4.3: Hellfeldaufnahme der Versetzungsanordnung in einer bei 760°C bis 0,15% verformten Probe. Die Probenflächennormale ist parallel zur Druckrichtung.

dieser Probe ca. $45 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$. Die Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der plastischen Dehnung bei einer Verformungstemperatur von 800°C ist in Abb. 4.4a zu sehen. Die Werte wurden mit Hilfe von (4.1) aus der Untersuchung von jeweils 30 bis 60 willkürlich ausgewählten Probenstellen ermittelt. Abb. 4.4b zeigt die entsprechende Spannungs-Dehnungs-Kurve mit Markierungen bei den Werten der Gesamtdehnung, die den Werten der plastischen Dehnung in Abb. 4.4a entsprechen. Daraus ist ersichtlich, welchen Stadien der Verformung die beobachteten Versetzungsdichten (und die im weiteren behandelten mikrostrukturellen Parameter) zuzuordnen sind. Der erste Meßpunkt in 4.4a entspricht der unverformten Referenzprobe. Die Ausgangsversetzungsdichte in diesem (wärmebehandelten) Material liegt bei $1,7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$. Der zweite und dritte Meßpunkt entsprechen dem Einsetzen der plastischen Verformung, der vierte entspricht dem Maximum der Spannungs-Dehnungs-Kurve. In diesem Bereich wird ein linearer Anstieg der Versetzungsdichte mit der plastischen Dehnung beobachtet (gestrichelte Linie in 4.4a). Der letzte Meßpunkt entspricht einem weit fortgeschrittenen Verformungsstadium.

Es ist bemerkenswert, daß die Versetzungsdichte bei großer Dehnung signifikant abnimmt. Das Verhältnis der Versetzungsdichte bei einer plastischen Dehnung von 10% zu der maximal beobachteten Versetzungsdichte beträgt 0,75.

Diese Proben wurden nach der Verformung schnell entlastet und anschließend langsam abgekühlt.

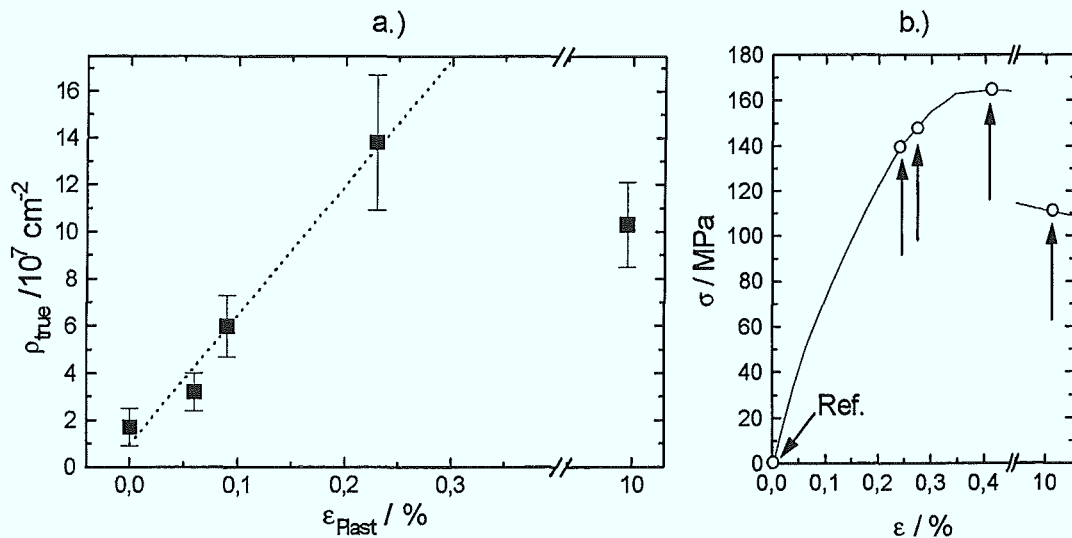


Abb. 4.4: Abhängigkeit der Versetzungsdichte ρ_{true} von der plastischen Dehnung ϵ_{plast} (a) und Spannungs-Dehnungs-Kurve mit Markierungen bei den zu a.) korrespondierenden Gesamtdehnungen (Verformungstemperatur 800°C).

Abb. 4.5 zeigt die entsprechenden Kurven für die Untersuchungen an Proben, die bei einer Temperatur von 760°C verformt wurden. Auch hier entspricht der erste Meßpunkt der Untersuchung der unverformten Referenzprobe. Das Maximum der Spannungs-Dehnungs-Kurve entspricht hier dem dritten Meßpunkt. Deutlich ist zu sehen, daß der Spannungsabfall nach Erreichen des Maximums (Meßpunkte drei und vier) von einer starken Zunahme der Versetzungsdichte um etwa einen Faktor drei begleitet ist. Auch bei dieser Verformungstemperatur wird eine deutliche Abnahme der Versetzungsdichte im späten Stadium der plastischen Verformung beobachtet. Hier beträgt das Verhältnis der Versetzungsdichte bei einer plastischen Dehnung von 10% zu der maximal beobachteten Versetzungsdichte 0,57.

Dieses Material wurde nach der Verformung schnell entlastet und anschließend in Wasser abgeschreckt. Aus diesem Grund sind die Absolutwerte dieser Untersuchungen zu den Verformungstemperaturen 760 und 800°C nicht direkt vergleichbar, wohl aber der beobachtete Kurvenverlauf, d.h. die relative Änderung der Versetzungsdichte mit der Dehnung.

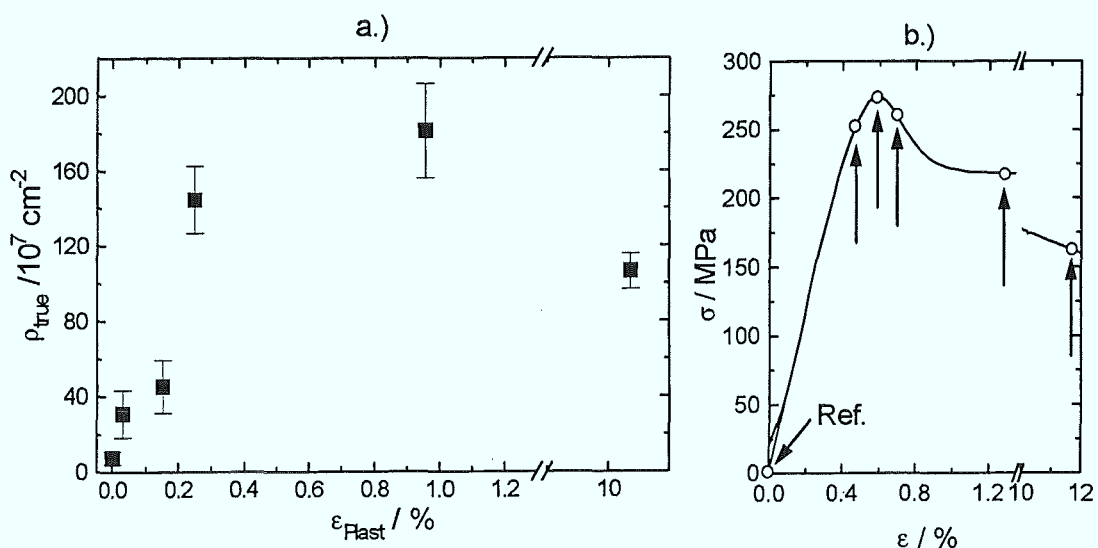


Abb. 4.5: Abhängigkeit der Versetzungsdichte ρ_{true} von der plastischen Dehnung ϵ_{plast} (a) und Spannungs-Dehnungs-Kurve mit Markierungen bei den zu a.) korrespondierenden Gesamtdehnungen (Verformungstemperatur 760°C).

Burgersvektoren

In den Abb. 4.6a-e ist ein Beispiel für die Bestimmung des Burgersvektors einer Versetzung mit Hilfe von CBED-Aufnahmen aufgespaltener HOLZ-Linien dargestellt. In Abb. 4.6a ist die projizierte Linienrichtung $\bar{l}'$ der untersuchten Versetzung durch einen weißen Pfeil eingetragen. In den abgebeugten Scheiben sind helle, zu den Reflexen $\bar{g}_j^i$ gehörende HOLZ-Linien zu sehen.

Reziproke Gittervektoren mit gleichem Index j gehören einer systematischen Reihe an und unterscheiden sich in ihrer Länge um einen Faktor τ ($i=1$) bzw. τ^2 ($i=2$) von dem Vektor $\bar{g}_j^0$. Diese sind in Abb. 4.6f in stereographischer Projektion dargestellt. Die entsprechenden dunklen Linien in der transmittierten Scheibe sind teilweise ebenfalls sichtbar. Der konvergente Elektronenstrahl wurde so defokussiert, daß der *crossover* unterhalb der Probe lag, so daß die Richtung $\bar{l}' \times \bar{c}$ wie eingezeichnet festgelegt werden konnte.

Auf diese Weise erhält man aus den Aufspaltungen in Abb. 4.6a die Gleichungen $\bar{G}_1^0 \bar{B} = 0$; $\bar{G}_1^1 \bar{B} = 1$ und $\bar{G}_1^2 \bar{B} = 1$. Die Gleichung (4.7) ist damit erfüllt. Die Auswertung der anderen Aufnahmen erfolgt entsprechend. Als eindeutige Lösung folgt $\bar{B} = a_0 (0 \ 0 \ \bar{1} \ 2 \ 1 \ 2)$ mit der 6D-Gitterkonstante $a_0 = 0,645 \text{ nm}$. In den Unterräumen $E_{\parallel}$ und $E_{\perp}$ erhält man die Komponenten $\bar{b}_{\parallel} = a' (\bar{2}/1 \ \bar{3}/2 \ \bar{1}/1)$ und $\bar{b}_{\perp} = a' (1/2 \ 2/3 \ 1/1)$ (mit $a' = a_0 / \sqrt{2(2+\tau)}$, siehe (1.1) bzw. (1.2)) für den Phonon- bzw. Phasonanteil des Burgersvektors. Die Komponente im physikalischen Raum (und damit auch die im orthogonalen Raum) ist somit parallel zu einer zweizähligen Symmetrierichtung des Quasigitters ("zweizähliger Burgersvektor") und hat den Betrag $|\bar{b}_{\parallel}| = 0,183 \text{ nm}$. Der Verzerrungsverteilungsparameter, d.h. das Verhältnis der Beträge des Phason- und des Phononanteils (siehe Abschn. 1.5), beträgt damit $\zeta = |\bar{b}_{\perp}|/|\bar{b}_{\parallel}| = \tau^5 \approx 11,1$.

In Tab. 4.1 ist die Gesamtheit der ermittelten Burgersvektoren in verformten und unverformten Proben aufgelistet. Insgesamt wurden etwa 200 Burgersvektoren bestimmt, die in der Tabelle nach ihrer Symmetrie und der Häufigkeit ihres Auftretens sortiert sind. Aus der Symmetrie ergeben sich charakteristische Verhältnisse der Beträge des Phason- und Phononanteils, an Hand derer die Burgersvektoren klassifiziert werden können. Das Verhältnis ζ kann immer (bis auf sehr wenige Ausnahmen in Fällen der Symmetrie Eins) in der Form τ^n dargestellt werden, wobei n ungerade im Fall zweizähliger oder dreizähliger und gerade im Fall von fünfzähliger oder pseudo-zweizähliger Symmetrie des Burgersvektors ist. Man beachte, daß für alle beobachteten Burgersvektoren $\zeta \gg 1$ gilt, d.h., der Phasonanteil des Burgersvektors ist immer wesentlich größer als der Phononanteil.

So wird in dieser Klassifikation beispielsweise die am häufigsten untersuchte Versetzung (Nr. 3 in Tab. 4.1) als "zweizählige τ^5 -Versetzung" bezeichnet. Insgesamt wurden 15 verschiedene Typen von Versetzungen gefunden. N_{verf} (N_{ref}) bezeichnet die Zahl der Beobachtungen eines bestimmten Typs in verformtem (unverformtem) Material.

Sowohl in verformten als auch in unverformten Proben sind die am häufigsten beobachteten Burgersvektoren zweizähliger Symmetrie (90%), mit einem Häufungsmaximum beim Typ $\zeta = \tau^5$. Alle drei- fünf- und pseudo-zweizähligen Burgersvektoren, also alle hochsymmetrischen Burgersvektoren, die nicht zweizählig sind, haben nicht-ganzzahlige 6D-Indizes und sind folglich keine Gittervektoren des Hypergitters. Entsprechend werden die Versetzungen mit solchen Burgersvektoren als Partialversetzungen bezeichnet.

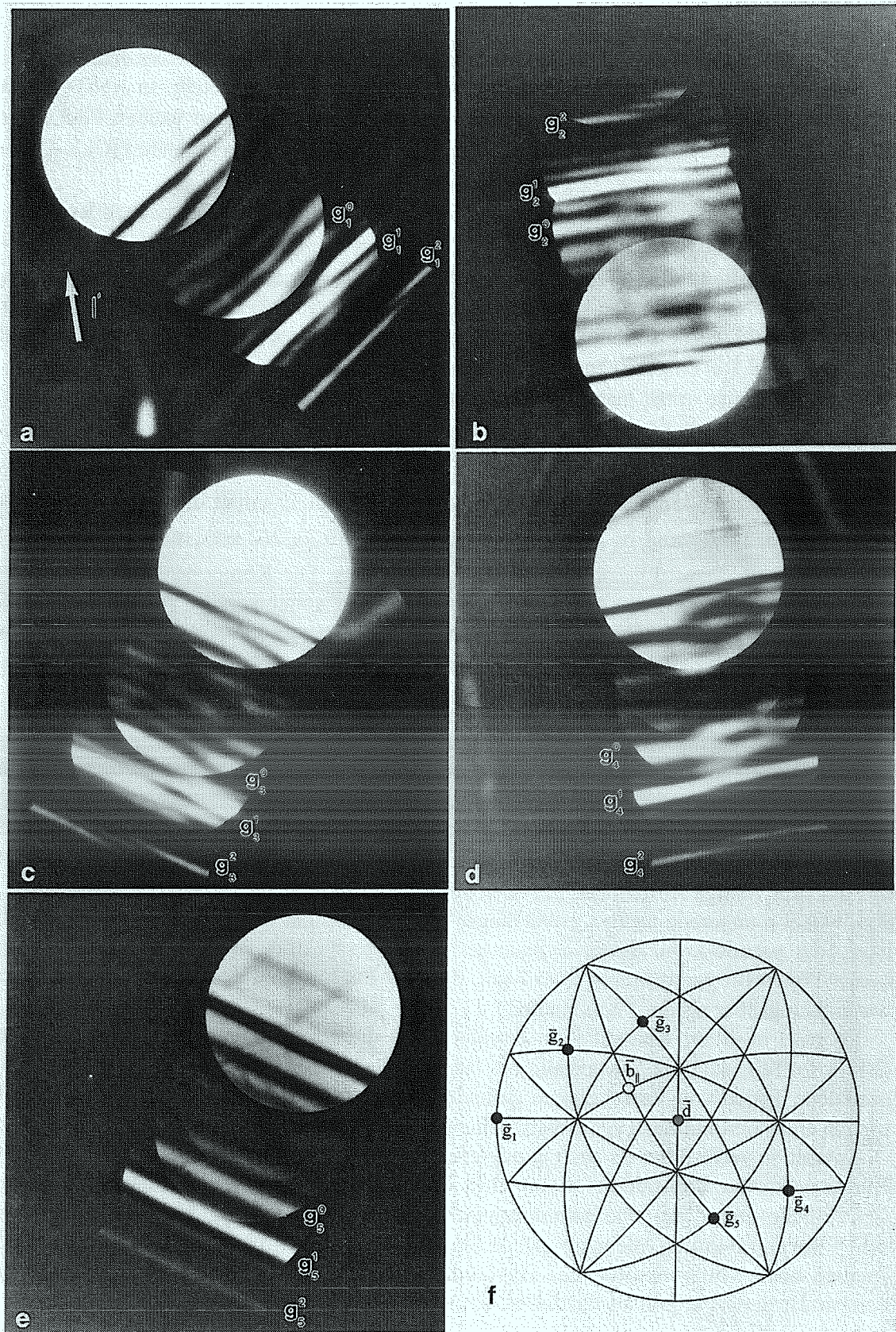


Abb. 4.6: CBED-Aufnahmen aufgespaltener HOLZ Linien. Die Aufspaltungen sind mit Pfeilen markiert (a bis e). Richtung der reziproken Gittervektoren $\bar{g}_j^i$ und von $\bar{b}_{\parallel}$ in stereographischer Projektion entlang der Druckachse $\bar{d}$ (f). Vektoren $\bar{g}_j^i$ mit jeweils gleichem j gehören zu einer systematischen Reihe.

Nr.	Symmetrie	ζ	$\bar{B}$	$\bar{b}_{ }$	$ \bar{b}_{ } /\text{nm}$	N_{verf}	N_{ref}
1	2z	$\tau^9 \approx 76,0$	$a_0 \langle \bar{5}3300\bar{5} \rangle$	$a' \langle \bar{5}/3 \ 8/\bar{5} \ 3/\bar{2} \rangle$	0,070		2
2		$\tau^7 \approx 29,0$	$a_0 \langle \bar{3}2200\bar{3} \rangle$	$a' \langle \bar{3}/2 \ 5/\bar{3} \ 2/\bar{1} \rangle$	0,113	29	4
3		$\tau^5 \approx 11,1$	$a_0 \langle \bar{2}1100\bar{2} \rangle$	$a' \langle \bar{2}/1 \ 3/\bar{2} \ 1/\bar{1} \rangle$	0,183	97	22
4		$\tau^3 \approx 4,2$	$a_0 \langle \bar{1}1100\bar{1} \rangle$	$a' \langle \bar{1}/1 \ 2/\bar{1} \ 1/0 \rangle$	0,296	16	9
5	3z	$\tau^7 \approx 29,0$	$a_0/2 \langle \bar{5}5\bar{1}51\bar{1} \rangle$	$a' \langle \bar{5}/3 \ 0/0 \ 2/\bar{1} \rangle$	0,098	1	1
6		$\tau^5 \approx 11,1$	$a_0/2 \langle \bar{3}3\bar{1}31\bar{1} \rangle$	$a' \langle \bar{3}/2 \ 0/0 \ 1/\bar{1} \rangle$	0,159	4	
7	5z	$\tau^8 \approx 47,0$	$a_0/2 \langle \bar{7}3\bar{3}3\bar{3}3 \rangle$	$a' \langle \bar{5}/3 \ \bar{3}/2 \ 0/0 \rangle$	0,067	1	
8		$\tau^6 \approx 17,9$	$a_0/2 \langle \bar{4}2222\bar{2} \rangle$	$a' \langle \bar{3}/2 \ 2/\bar{1} \ 0/0 \rangle$	0,108	3	
9		$\tau^4 \approx 6,9$	$a_0/2 \langle \bar{3}\bar{1}\bar{1}\bar{1}\bar{1}1 \rangle$	$a' \langle \bar{2}/\bar{1} \ \bar{1}/1 \ 0/0 \rangle$	0,174	4	
10	p2z	$\tau^6 \approx 17,9$	$a_0/2 \langle \bar{3}\bar{1}\bar{3}\bar{1}\bar{1}3 \rangle$	$a' \langle \bar{2}/\bar{1} \ \bar{3}/2 \ 0/0 \rangle$	0,108	1	
11	1z	$\tau^7 \approx 29,0$	$a_0 \langle \bar{5}2312\bar{3} \rangle$	$a' \langle \bar{6}/4 \ 6/\bar{4} \ 0/0 \rangle$	0,160	1	
12		$\tau^5 \approx 11,1$	$a_0 \langle \bar{4}1212\bar{2} \rangle$	$a' \langle \bar{5}/3 \ 4/\bar{3} \ \bar{1}/0 \rangle$	0,317	1	
13		32,4	$a_0/2 \langle \bar{7}3\bar{1}9\bar{7}\bar{3} \rangle$	$a' \langle \bar{8}/\bar{5} \ 2/\bar{1} \ 2/\bar{1} \rangle$	0,132		1
14		24,2	$a_0 \langle \bar{1}3\bar{4}4\bar{2}1 \rangle$	$a' \langle \bar{1}/1 \ \bar{5}/3 \ 5/\bar{3} \rangle$	0,156		1
15		13,2	$a_0 \langle \bar{1}10\bar{2}\bar{3}\bar{2} \rangle$	$a' \langle \bar{3}/2 \ 2/\bar{1} \ 4/\bar{2} \rangle$	0,212	1	

Tab. 4.1: Statistik der ermittelten Burgersvektoren in verformtem und unverformtem Material. Dabei ist $a_0 = 0,645 \text{ nm}$ die 6D-Gitterkonstante, $a' = a_0 / \sqrt{2(2 + \tau)}$ und N_{verf} (N_{ref}) die Zahl der Beobachtungen in verformtem (unverformtem) Material.

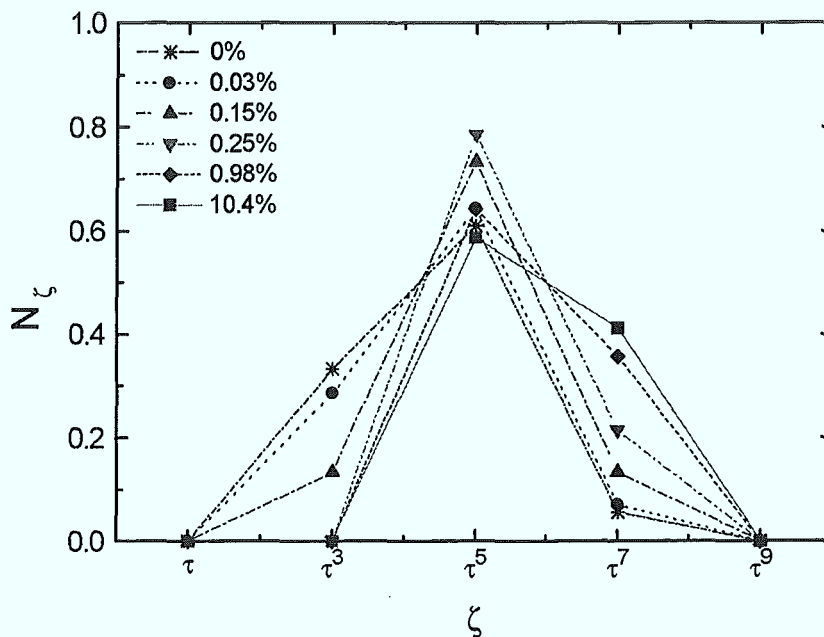


Abb. 4.7: Normierte Verteilungskurven N_{ζ} der Häufigkeit von Versetzungen eines Typs ζ bei verschiedenen plastischen Dehnungen für die bei 760°C verformten Proben.

Die differenzierte Betrachtung der Abhängigkeit des Auftretens bestimmter Typen von Versetzungen von der Verformungstemperatur T und der plastischen Dehnung $\varepsilon_{\text{plast}}$ erfolgt im weiteren nur für Versetzungen mit zweizähligen Burgersvektoren, da diese offensichtlich zu einem wesentlichen Teil die Verformung tragen. Es wird die Häufigkeit der Beobachtung eines Typs, klassifiziert nach $\zeta = \tau^n$ (n ungerade), in Abhängigkeit der Parameter T und $\varepsilon_{\text{plast}}$ betrachtet, wobei nur solche Versetzungen berücksichtigt werden, die zur Abgleitung beitragen können, die also einen Schmidfaktor größer als Null aufweisen². Abb. 4.7 zeigt die auf die Gesamtzahl der berücksichtigten Beobachtungen normierten Häufigkeitsverteilungen N_{ζ} , der bei 760°C verformten Proben für verschiedene plastische Dehnungen.

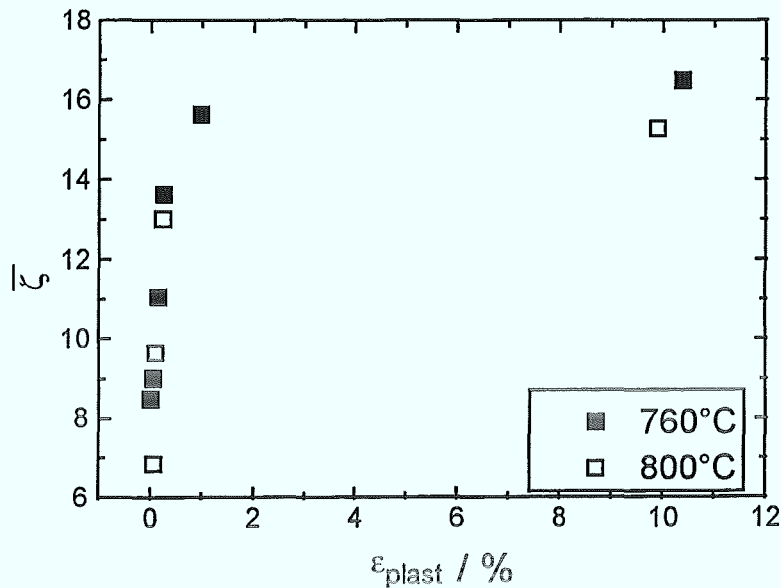


Abb. 4.8: Verschiebung des Schwerpunkts $\bar{\zeta}$ der Verteilungskurven mit der plastischen Dehnung für bei 760 (■) und 800°C (□) verformte Proben.

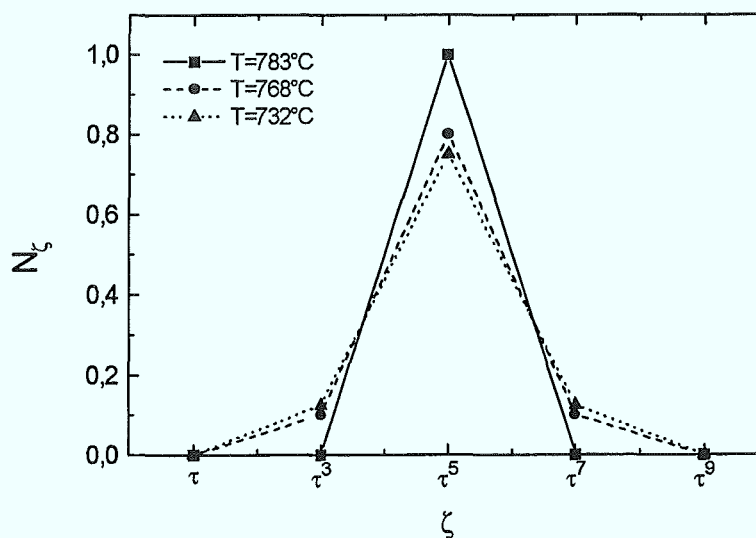


Abb. 4.9: Normierte Verteilungskurven der Häufigkeit von Versetzungen eines Typs ζ bei verschiedenen Verformungstemperaturen für bis $\varepsilon_{\text{plast}} \approx 2\%$ verformte Proben.

² Wenn $\vec{b}_{\parallel}$ senkrecht oder parallel zur Druckrichtung steht, ist der Schmidfaktor des entsprechenden Gleitsystems Null.

Offensichtlich verschiebt sich der Schwerpunkt der Verteilungskurven mit steigender plastischer Dehnung zu höheren Werten für ζ , also zugunsten des Phasonanteils des Burgersvektors. Diese Untersuchung wurde auch für die bei 800°C verformten Proben durchgeführt. Abb. 4.8 zeigt den Schwerpunkt der Verteilungskurven, $\bar{\zeta}$, für 760 und 800°C in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung. Der Schwerpunkt verschiebt sich beim Einsetzen der Dehnung sehr stark zu höherem Phasonanteil, bis bei etwa 0,5 % plastischer Verformung eine Sättigung einsetzt. Es gibt keine oder nur eine schwache Temperaturabhängigkeit in diesem Verhalten. Dies ist auch in Abb. 4.9 zu sehen. Hier sind Verteilungskurven konstanter Dehnung $\varepsilon_{\text{plast}} \approx 2\%$ für verschiedene Verformungstemperaturen aufgetragen. Die Maxima der Verteilungskurven liegen für alle Temperaturen bei τ^5 .

Über den Charakter der Versetzungen (Stufen-, Schrauben- oder gemischter Charakter) können nur grobe Aussagen gemacht werden: Die Versetzungen zeigen zu einem überwiegenden Teil gemischten Charakter, es wurden Winkel Ψ zwischen $\bar{b}_{\parallel}$ und $\bar{l}$ zwischen 4 und 90° beobachtet ($\Psi=0^\circ$ entspricht einer reinen Schraubenversetzung, $\Psi=90^\circ$ einer reinen Stufenversetzung). Nur 10% aller Versetzungen zeigten einen Winkel Ψ von unter 20°, während über 40% einen Winkel von über 70° zeigten. Es wird also ein deutlich erhöhter Stufenanteil beobachtet.

Nr.	Symmetrie d. Gleitebene	Schmid-faktor	Gleitsystem		N
			Gleitebene	Gleitrichtung	
1	5z	0,425	{0/0 1/0 0/1}	$\langle 1/0 \bar{1}/\bar{1} 0/1 \rangle$	7
2			{0/1 0/0 1/0}	$\langle 0/\bar{1} 1/0 1/1 \rangle$	7
3		0,263	{0/0 1/0 0/1}	$\langle 1/1 0/\bar{1} 1/0 \rangle$	8
4			{0/1 0/0 1/0}	$\langle \bar{1}/0 1/1 0/1 \rangle$	1
5	2z	0,405	{0/1 1/0 1/1}	$\langle \bar{1}/0 \bar{1}/\bar{1} 0/1 \rangle$	10
6		0,250	{0/1 1/0 1/1}	$\langle \bar{1}/\bar{1} 0/1 1/0 \rangle$	5
7	3z	0,296	{0/1 0/0 1/2}	$\langle \bar{1}/\bar{1} 0/1 1/0 \rangle$	8
8			{0/0 1/2 0/1}	$\langle 0/1 \bar{1}/0 1/1 \rangle$	4
9		0,289	{1/1 1/1 1/1}	$\langle 1/0 \bar{1}/\bar{1} 0/1 \rangle$	2
10	1z	0,431	{1/0 0/ $\bar{1}$ 0/2}	$a' [3/2 \bar{1}/1 2/\bar{1}]$	1
11		0,422	{0/1 0/1 2/1}	$a' [3/2 1/\bar{1} 2/\bar{1}]$	1
12		0,349	{0/ $\bar{2}$ 1/0 0/1}	$a' [2/\bar{1} \bar{3}/2 \bar{1}/1]$	2
13		0,326	{ $\bar{1}/\bar{1}$ $\bar{2}/\bar{3}$ 0/1}	$a' [1/\bar{1} 2/\bar{1} 1/0]$	1
14		0,323	{1/1 $\bar{2}/1$ $\bar{1}/2$ }	$a' [3/2 \bar{1}/1 2/\bar{1}]$	1
15		0,174	{ $\bar{1}/\bar{2}$ 0/1 2/0}	$a' [\bar{3}/2 5/\bar{3} 2/\bar{1}]$	1
16		0,159	{2/3 $\bar{3}/2$ $\bar{3}/3$ }	$a' [2/\bar{1} 3/\bar{2} \bar{1}/1]$	1

Tab. 4.2: Statistik der ermittelten Gleitsysteme in verformten Proben.

Gleitebenen und Gleitsysteme

Die nach (3.2) berechneten Gleitebenen sind in Tab. 4.2 aufgeführt. Der überwiegende Teil der Gleitebenen (40%) weist eine Ebenennormale parallel zu einer fünfzähligen Symmetrierichtung auf. Weniger häufig werden Gleitsysteme mit zweizähliger (25 %), dreizähliger (24 %) oder einzähliger (14 %) Gleitebenennormale gefunden. Der Vergleich der relativen Häufigkeit der Beobachtung der Gleitsysteme 1 bis 9 (Numerierung wie in Tab. 4.2) mit der Größe des dazugehörigen Schmidfaktors zeigt eine deutliche Korrelation (Abb. 4.10). Auch die Gleitsysteme mit nicht-hochsymmetrischer Gleitebene weisen durchweg einen vergleichsweise hohen Schmidfaktor auf.

Die Geometrie der beobachteten Gleitsysteme ist in Abb. 4.11 in stereographischer Projektion senkrecht zur Kompressionsrichtung dargestellt. Es wurde keine Temperaturabhängigkeit in der Häufigkeitsverteilung der Gleitsysteme gefunden.

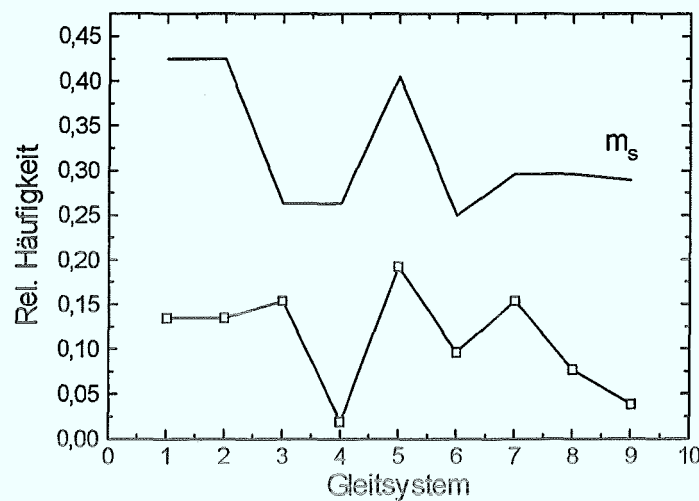


Abb. 4.10: Relative Häufigkeit der beobachteten Gleitsysteme (Numerierung aus Tab. 4.2) im Vergleich zum Schmidfaktor m_s des jeweiligen Gleitsystems (obere Linie).

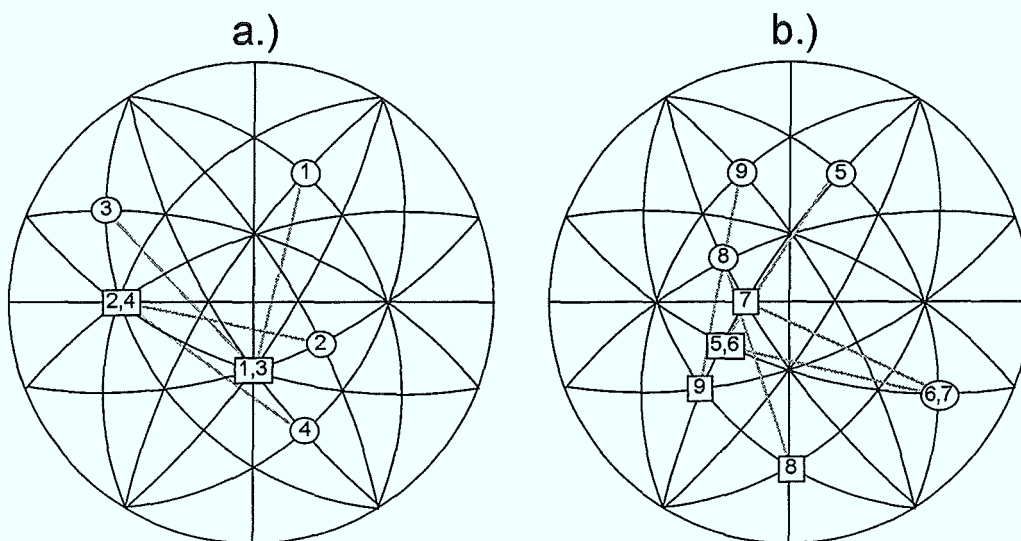


Abb. 4.11: Geometrie der beobachteten Gleitsysteme mit fünfzähligen (a) bzw. zwei- und dreizähligen (b) Richtungen der Gleitebenennormalen. Numerierung nach Tab. 4.2. Die Gleitebenennormale (□) und Gleitrichtung (○) eines Gleitsystems sind durch Linien verbunden.

Quantitative Auswertung der Beugungsbilder

Um Informationen über Phasonverzerrungen in verformten Quasikristallen zu erhalten, wurden Reflexpositionen in Elektronenbeugungsbildern ausgemessen (vgl. Kap. 1). Die Betrachtung der Beugungsbilder erlaubt bereits die qualitative Aussage, daß Reflexe schwacher Intensität nicht geradlinig in einer systematischen Reihe angeordnet sind, sondern seitlich leicht verschoben erscheinen (*zig-zags*). Abb. 4.12 zeigt dies für eine systematische Reihe einer um 10% verformten Probe.

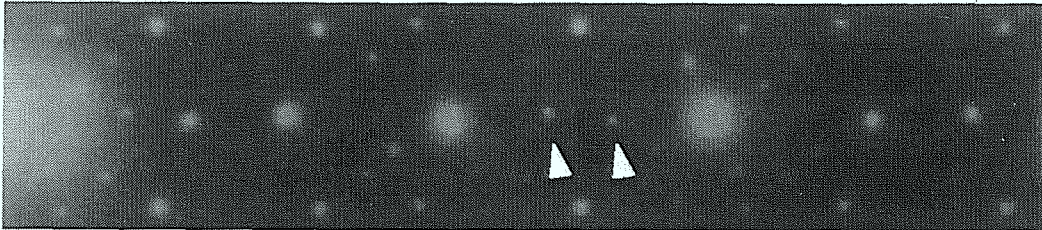


Abb. 4.12: Ausschnitt aus einem Elektronenbeugungsbild einer bis 10% plastisch verformten Probe. Die Pfeile deuten auf leicht verschobene Reflexe. Der Nullstrahl ist links im Bild zu sehen.

Um eine quantitative Aussage zu treffen, wurden die Abweichungen der Reflexe von ihren Idealpositionen für zehn, durch den Nullstrahl verlaufende systematische Reihen eines fünfzähligen Beugungsbildes auf den Negativen ausgemessen. Die Abweichung eines Reflexes $\bar{g}_{\parallel}$ wurde durch $\Delta\bar{g}_{\parallel} \equiv \bar{g}_{\parallel(\text{mess})} - \bar{g}_{\parallel(\text{ideal})}$ berechnet³. Abb. 4.13 zeigt den Vergleich der gemessenen mit den berechneten Reflexpositionen einer systematischen Reihe einer um 10% verformten Probe (Man beachte die unterschiedliche Skalierung der Achsen). Der starke Reflex (2/2 0/0 0/0) wurde als unverschoben angenommen und als Eichpunkt zur Berechnung der idealen Positionen benutzt. Eine deutliche Abweichung der gemessenen Reflexe ist zu sehen.

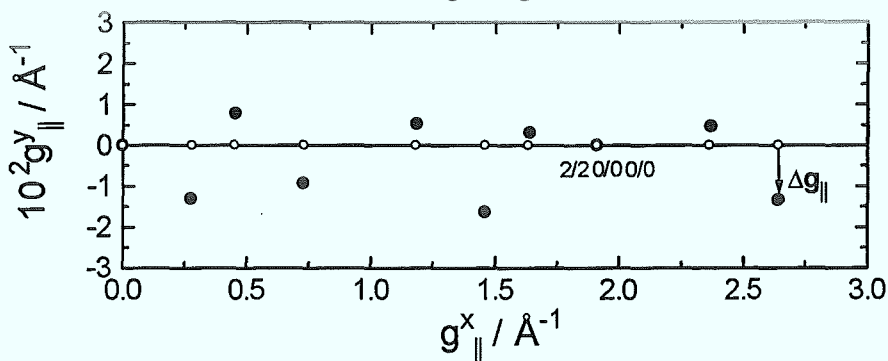


Abb. 4.13: Ideale (○) und gemessene (●) Reflexpositionen in einer systematischen Reihe eines Elektronenbeugungsbildes fünfzähliger Symmetrie. Der starke Reflex (2/2 0/0 0/0) wurde als Referenz benutzt. Man beachte die unterschiedliche Skalierung der Achsen.

Aus (1.4) folgt, daß in einem durch Phasonverzerrungen gestörten Quasigitter der Betrag der Verschiebung $\Delta g_{\parallel}$ linear vom Betrag der Phasonkomponente $g_{\perp}$ abhängig ist. Es wird dagegen keine definierte Abhängigkeit vom Betrag der Phononkomponente $g_{\parallel}$ erwartet. In Abb. 4.14 sind die gemessenen $\Delta g_{\parallel}$ als Funktion von $g_{\parallel}$ bzw. $g_{\perp}$ aufgetragen. Dafür wurde der Mittelwert über Reflexe gleichen Betrags aller zehn systematischen Reihen gebildet. Die Unter-

³In dieser Weise wird nur die Projektion des Verschiebungsvektors auf die Ebene senkrecht zum primären Elektronenstrahl erfaßt. Eine genauere Analyse, die den gesamten Verschiebungsvektor berücksichtigt, wird derzeit von Franz (1996) durchgeführt.

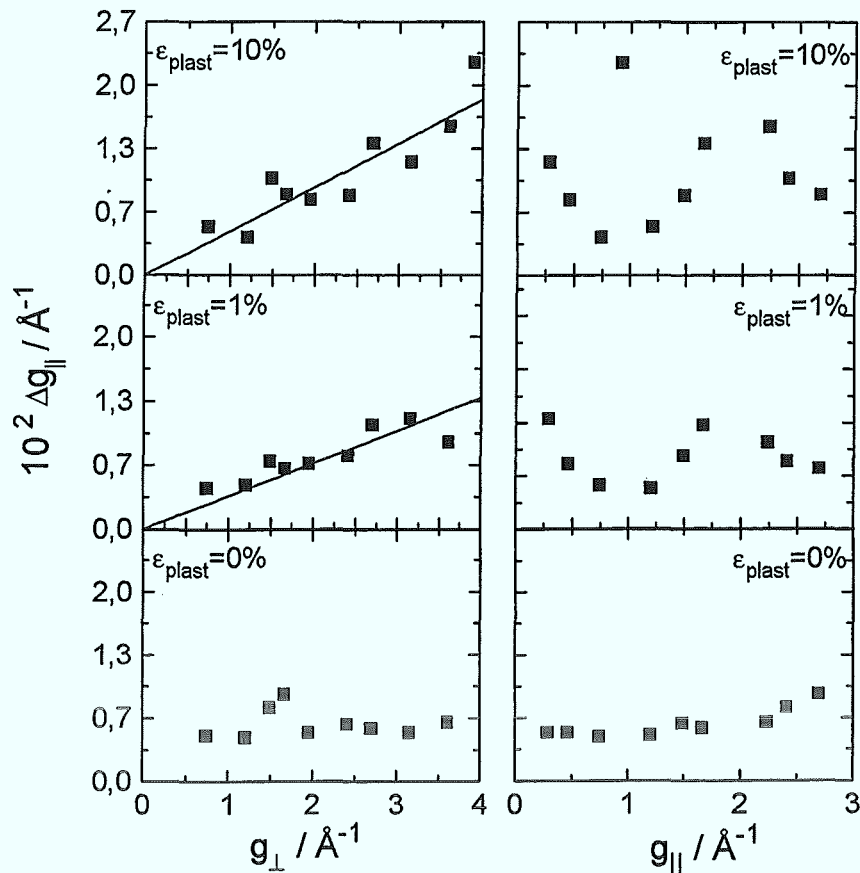


Abb. 4.14: Betrag der Reflexverschiebung $\Delta g_{||}$ als Funktion des Betrags der reziproken Gitterkomponente im physikalischen bzw. orthogonalen Raum $g_{||}$ bzw. $g_{\perp}$ für verschiedene plastische Verformungsgrade 0, 1 und 10%. Bei den verformten Proben ist $\Delta g_{||}$ proportional zu $g_{\perp}$, während keine besondere Abhängigkeit von $g_{||}$ beobachtet wird.

suchung wurde für plastisch verformtes Material (Dehnungen 1% und 10%) und für eine unverformte Referenzprobe durchgeführt

In der unverformten Probe (unteres Teilbild) findet man in den Auftragungen über $g_{||}$ und $g_{\perp}$ gleichermaßen einen konstanten Betrag der Verschiebung von etwa $0,55 \times 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$. In dem verformten Material findet man dagegen ein stark unterschiedliches Verhalten in der Auftragung über $g_{||}$ bzw. $g_{\perp}$. Während der Betrag der Verschiebung proportional zu $g_{\perp}$ ist, beobachtet man ein regelloses Verhalten mit $g_{||}$. Die Steigung der linearen Regressionsgeraden in der $\Delta g_{||}(g_{\perp})$ -Auftragung nimmt mit der Dehnung leicht zu.

4.3 In-situ Experimente

4.3.1 Experimentelle Methoden

Probenpräparation

Die schematische Darstellung einer Probe für die *in-situ* Verformung ist in Abb. 4.15 zu sehen. Aus dem zu untersuchenden Material wird eine Platte mit den Maßen $2 \times 8 \text{ mm}^2$ und der Dicke 0,1 mm ausgeschnitten. In der Mitte der Längsachse werden zwei nebeneinander liegen-

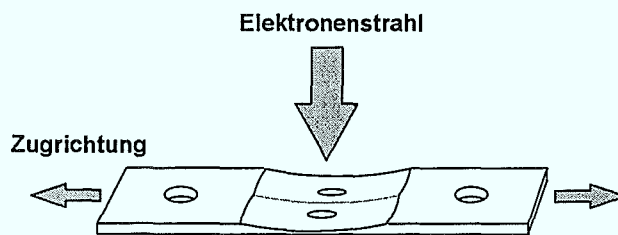


Abb. 4.15: Schematische Darstellung einer Probe für die in-situ Verformung in einem TEM.

de Mulden eingeschliffen, so daß ein mittiger Steg größeren Probenquerschnitts erhalten bleibt. Die Abbildung zeigt den Zustand der Probe nach der Ionendünnung, die im Idealfall eine leichte Perforation der Probe an zwei, nebeneinander liegenden Stellen bewirkt.

An den Enden der Probe werden entlang der Längsachse, die parallel zur Zugrichtung orientiert ist, zwei Löcher zur Aufnahme der Halterungsstifte der Zugvorrichtung gebohrt. Zumeist wurde die Orientierung der Probe so gewählt, daß alle Kanten parallel zu zweizähligen Richtungen lagen. Für einige Experimente wurde eine fünfzählige Zugrichtung und eine zweizählige Normalenrichtung der großen Fläche gewählt.

Zugvorrichtung

Die in-situ Experimente wurden in einem Hochspannungs-TEM bei einer Beschleunigungsspannung von 1 MV durchgeführt. Es wurde ein um zwei Achsen kippbarer Verformungshalter benutzt, der für die Hochtemperaturverformung spröder (insbesondere keramischer) Werkstoffe entwickelt wurde (Messerschmidt und Bartsch, 1994).

Der Verformungshalter, der in Abb. 4.16 schematisch dargestellt ist, besteht aus einer festen (F) und einer beweglichen (B) Backe, die durch die thermische Ausdehnung eines mit einer Heizwendel umgebenen Stabes (S) auseinander gedrückt werden, und so die Dehnung der Probe (P) bewirken. Die Dehnung wird über den Heizstrom ermittelt, die Kraft wird über Halbleiterdehnungsmeßstreifen gemessen. Die Probe wird durch eine Elektronenstoßheizung an ihren Einfassungen auf die gewünschte Temperatur erhitzt. Die aktuelle Temperatur an den Einfassungen wird mit Thermoelementen gemessen. Beide Backen sind mit Kühlwasserkanälen zur Ableitung der erzeugten Wärme aus der Mikroskopsäule versehen, um eine kurze Einstellzeit des thermischen Gleichgewichts zu erreichen. Dadurch ist eine geringe Drift und eine Langzeitstabilität des mechanischen Teils gewährt. Dies ist für Experimente längerer Dauer und für photographische Aufnahmen mit langer Belichtungszeit notwendig.

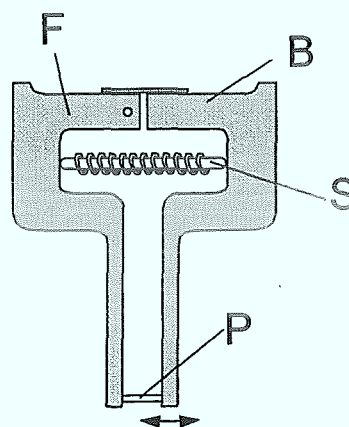


Abb. 4.16: Schematische Darstellung des Hochtemperatur-Verformungshalters für die in-situ Verformung in einem TEM.

Experimentelle Vorgehensweise

Wegen der auftretenden Strahlungsverluste ist die Temperatur an der Probenmitte um etwa 50 Grad niedriger als an den Einfassungen. Die aktuelle Verformungstemperatur T wird aus der ermittelten Temperatur an den Einfassungen T' durch $T = T' - 50^\circ$ berechnet (Messerschmidt und Bartsch, 1994). Es wurden Experimente bei Temperaturen T zwischen etwa 720 und 750°C durchgeführt. Die Spannung in der Probe kann wegen des nicht genau bekannten Probenquerschnitts an der Beobachtungsstelle nur ungenau angegeben werden. Die wirkende Schubspannung ist wegen des unbekannten, von der Probenform bestimmten Verlaufs des Spannungsfeldes schwierig abzuschätzen.

Während des Versuchs wird zur Erzeugung des Versetzungscontrasts ein Zweistrahlfall so eingestellt, daß der benutzte reziproke Gittervektor parallel zur Zugrichtung zeigt. Die Contraste der zur Abgleitung beitragenden Versetzungen, die eine nichtverschwindende Burgersvektorkomponente in Zugrichtung haben müssen, sind in diesem Fall nicht ausgelöscht.

4.3.2 Experimentelle Ergebnisse

Abb. 4.17 zeigt eine Momentaufnahme von Versetzungen, die sich während eines *in-situ* Experiments in einem sehr frühen Stadium der plastischen Verformung durch das Material bewegen. Die Verformungstemperatur betrug etwa 750°C. Die markierten Versetzungen zeigen eine Krümmung, die durch Reibung der Durchstoßungspunkte der Versetzungslinien mit den Probenoberflächen verursacht wird. Auffällig ist die Änderung des Bildkontrasts in der Gleitspur der Versetzungen. Weitere Spuren, die teilweise einen dunklen und teilweise einen hellen Kontrast zeigen sind ebenfalls zu sehen.

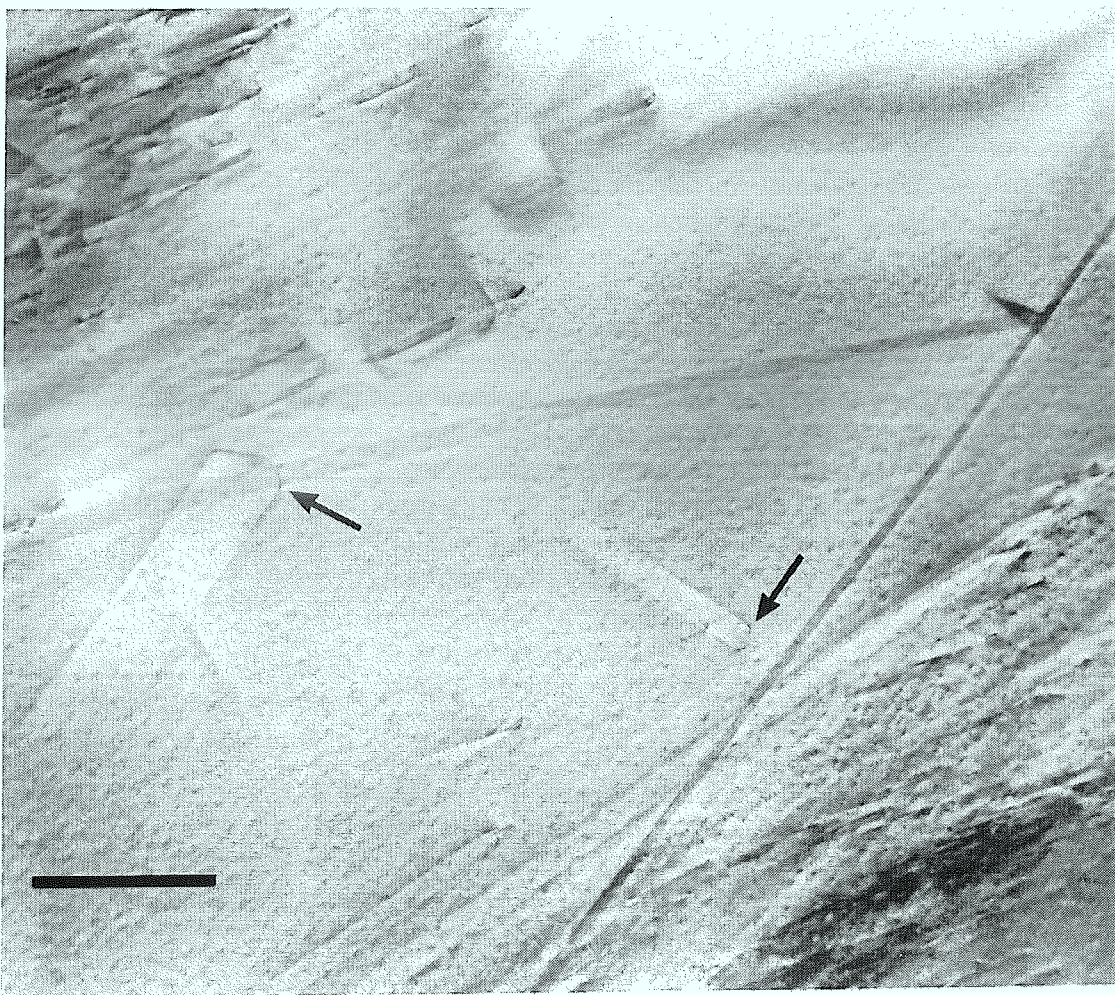


Abb. 4.17: Versetzungsbewegung in einer sehr frühen Phase der plastischen Verformung. Die mit Pfeilen markierten Versetzungen bewegen sich durch das Material, und zeigen eine Spur, deren Kontrast nach einiger Zeit verschwindet. Der Balken mißt 2 μm .

Alle beobachteten, sich frei bewegenden Versetzungen zeigen eine gleichmäßige Bewegung (*viscous glide*), mit wenigen Geschwindigkeitsschwankungen. Ruckartige Bewegung (*jerky glide*) wurde in keinem Fall beobachtet.

Durch eine Gleitspurenanalyse wurden einige Gleitebenennormalen bestimmt (Wollgarten *et al.*, 1995). Es wurden Gleitebenennormalen parallel zu fünfzähligen und dreizähligen Richtungen des Quasigitters gefunden. Die Geschwindigkeiten der Versetzungen, bei einer Spannung von ca. 390 MPa und $T \approx 750^\circ\text{C}$ vermessen, zeigen eine breite Verteilung im Bereich μms^{-1} , mit einem Häufungsmaximum bei $0,7 \mu\text{ms}^{-1}$.

Im folgenden werden weitere Ergebnisse und Beobachtungen stichpunktartig aufgezählt.

- Zwischen Versetzungen, die sich auf benachbarten Gleitebenen in gleicher Richtung bewegen, wird eine schwache, abstoßende Wechselwirkung beobachtet. Diese setzt bei Unterschreitung eines Abstands von etwa $1 \mu\text{m}$ ein.
- Es wird sehr häufig beobachtet, daß sich Versetzungen in den Gleitspuren anderer Versetzungen bewegen. Bei weiter fortgeschrittener Verformung folgen sich Versetzungen in bereits vorhandenen Gleitspuren mit einem Abstand, der deutlich größer ist als der Wechselwirkungsabstand von $1 \mu\text{m}$ mit etwa gleicher Geschwindigkeit. In Abb. 4.18 ist eine Sequenz von Bildern dargestellt, die den kontinuierlichen Wechsel einer Versetzung in eine bereits vorhandene, benachbarte Gleitspur zeigt. Die Bilder wurden in Abständen von etwa sieben Sekunden einem Videomitschnitt entnommen.

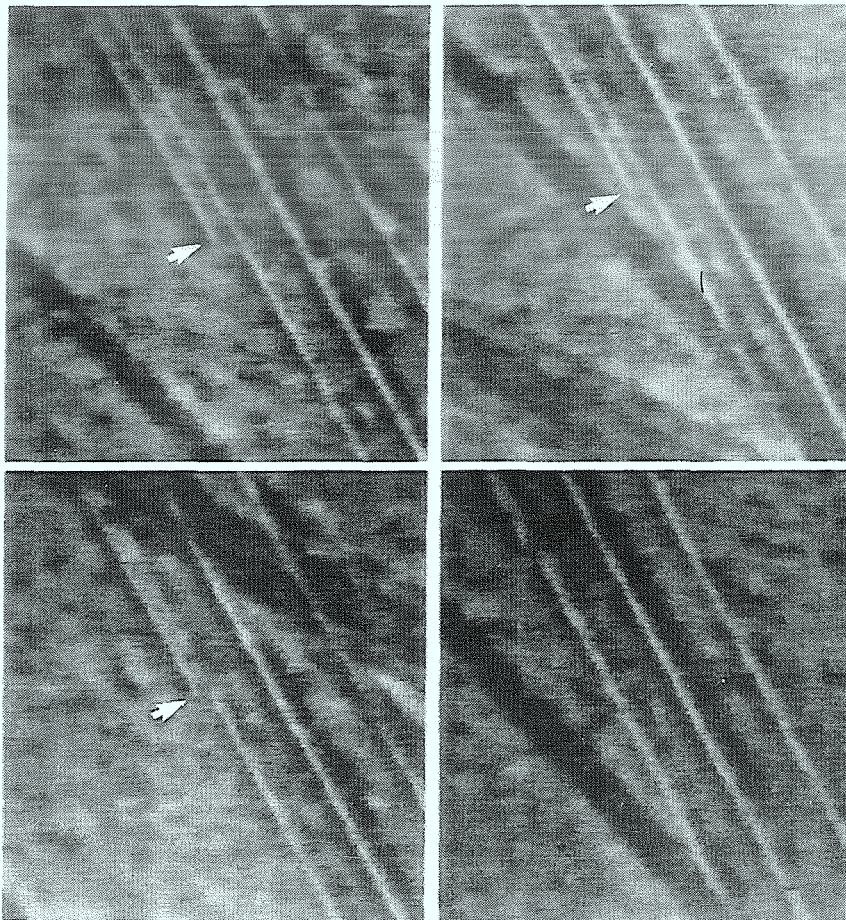


Abb. 4.18: Die mit einem Pfeil markierte Versetzung wechselt kontinuierlich in eine bereits vorhandene, benachbarte Gleitspur.

4. Plastizität: Mikrostrukturelle Untersuchungen

- Das Kontrastprofil der Spur einer Versetzung, die sich durch unverformtes Material bewegt (vgl. Abb. 4.17), ist in Abb. 4.19 schematisch dargestellt. Der Kontrast innerhalb der Gleitspur ist konstant.

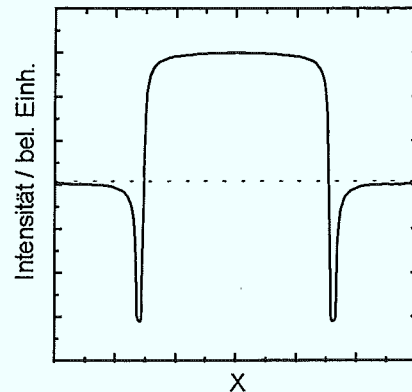


Abb. 4.19: Schematische Darstellung des Kontrastprofils der Spur einer Versetzung. x bezeichnet die Richtung senkrecht zur Bewegungsrichtung der Versetzung.

In der Abbildung ist ein Beispiel für eine Änderung zu hellerem Kontrast dargestellt; im Experiment findet man in selteneren Fällen auch dunkleren Kontrast in der Spur, der jedoch das gleiche, kastenförmige Profil zeigt.

- In vereinzelten Fällen wurde beobachtet, daß der Kontrast in der Gleitspur einer Versetzung einige Zeit nach dem Durchlauf der Versetzung wieder verschwindet (Abb. 4.17). Dies wurde ausschließlich in frühen Stadien der Verformung beobachtet.
- Überlagern sich die Spuren zweier Versetzungen, so wird eine Addition der Kontraste beobachtet (Abb. 4.20).

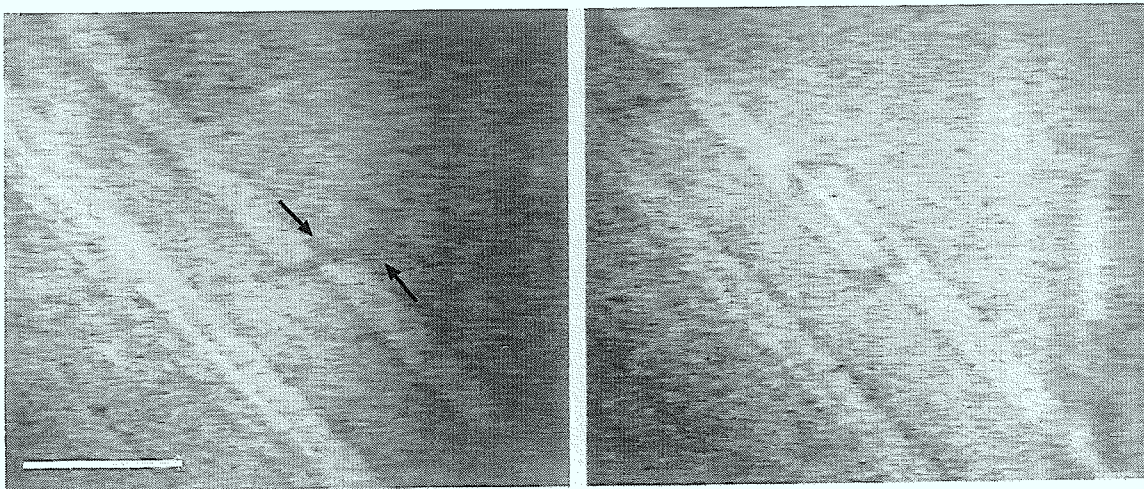


Abb. 4.20: Addition der Kontraste zweier Versetzungsspuren. Die Bilder wurden in einem Abstand von etwa 3 Sekunden einem Videomitschnitt entnommen. Der Balken mißt $2\ \mu\text{m}$.

- Bei fortgeschrittener Dehnung werden große Krümmungsradien der Versetzungslinien wie in Abb. 4.17 seltener beobachtet, während verstärkt haarnadelförmige Versetzungslinien (Abb. 4.21) mit wesentlich kleineren Krümmungsradien auftreten.

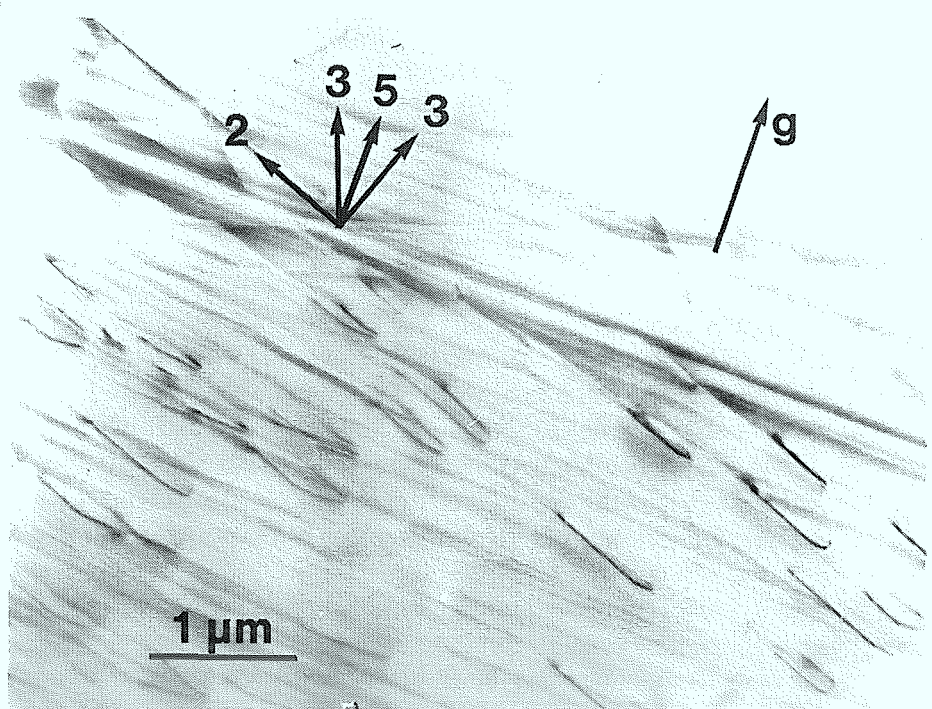


Abb. 4.21: Versetzungen in einem Probenbereich, in dem in hohem Maße Versetzungsbe-
wegung stattgefunden hat. In diesem späten Verformungsstadium zeigen die Versetzungen
eher eine haarnadelförmige Linienform (Nach Wollgarten et al., 1995).

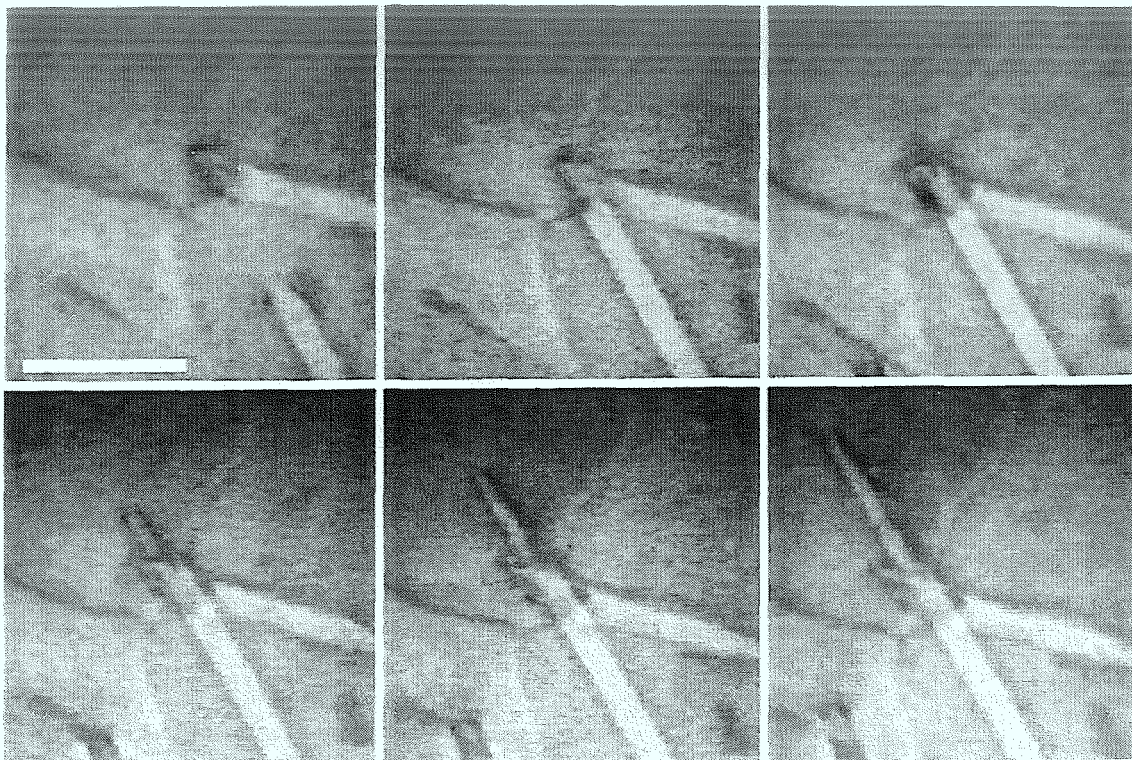


Abb. 4.22: Gleitebenenwechsel beim Aufeinandertreffen zweier Versetzungen. Die Bilder
wurden in einem Abstand von 2s einem Videomitschnitt entnommen. Der Balken mißt 2 μm.

- Es wurde häufig beobachtet, daß bei einem Aufeinandertreffen zweier Versetzungen eine der Versetzungen die Gleitebene wechselt (Abb. 4.22), um sich in der neuen Gleitebene mit etwa gleicher Geschwindigkeit weiter zu bewegen.
- Eine Reihe verschiedener Versetzungsmultiplikationsprozesse wurde beobachtet. Dabei wurden von Versetzungen, die in ihrer Gleitebene auf eine weitere (mobile oder sesshafte) Versetzung treffen, eine oder mehrere Versetzungen in der gleichen oder einer anderen Gleitebene emittiert (siehe Feuerbacher *et al.*, 1996b).
- Es wurden direkt Versetzungsquellen beobachtet, die auf der folgenden Wirkungsweise beruhen. Ein gepinntes Linienelement rotiert unter dem Einfluß der Schubspannung in der Gleitebene. Durch Ausbauchung erreicht die Versetzungslinie die Probenoberflächen wodurch die Ablösung eines Segments von der Quelle geschieht. Im Takte der Rotationsgeschwindigkeit werden so Versetzungen abwechselnd in entgegengesetzte Richtungen in das Material emittiert. Details findet der Leser bei Feuerbacher *et al.*, 1996b.
- Eine tendenzielle Abnahme der Versetzungsbeweglichkeit bei fortgeschrittener Dehnung wurde nicht festgestellt. Vielmehr wurde hier das vermehrte Auftreten sehr schneller Versetzungen beobachtet, die sich auf bereits vorhandenen Gleitspuren durch das Material bewegen.
- Es wurden in jedem Verformungsstadium viele, gleichzeitig aktivierte Gleitsysteme beobachtet.
- Kein Beispiel für eine Demobilisierung einer beweglichen Versetzung durch Wechselwirkungsprozesse irgendeiner Art konnte beobachtet werden.

4.4 Diskussion

Das Einbeziehen der Mikrostrukturuntersuchungen in die Diskussion des plastischen Verformungsprozesses erfordert die Zuordnung der beobachteten mikrostrukturellen Parameter zu einer bestimmten Verformungssituation, d.h. zu bestimmten Werten der Spannung, Dehnung und Verformungstemperatur. Damit die Struktur, die bei der Untersuchung der verformten Probe im TEM beobachtet wird, sich möglichst wenig von der Struktur in der letzten Phase des Verformungsexperiments, der sie zugeordnet werden soll unterscheidet, muß diese während der Beendigung des Experiments und der anschließenden Präparationsphase erhalten bleiben. Während letztere im Falle der Quasikristalle auf die Versetzungsstruktur keinen Einfluß hat, ist die Wahl der Bedingungen unter denen das Experiment beendet wird (Abschaltbedingungen) von deutlichem Einfluß auf die Mikrostruktur, vor allem auf die Versetzungsdichte.

Üblicherweise erwartet man, daß die idealen Abschaltbedingungen aus einem Abkühlen der Probe unter Last mit einer möglichst hohen Kühlrate bestehen. So werden die Versetzungen in ihrem aktuellen, belasteten Zustand eingefroren. Da dies experimentell schwer zu realisieren ist, müssen alternative Abschaltbedingungen gefunden werden, die dieser Idealsituation möglichst nahe kommen. Daher wurden die drei folgenden, experimentell einfacher realisierbaren Verfahren und ihre Auswirkungen auf die Mikrostruktur, speziell auf die Versetzungsdichte untersucht:

- a) Die Proben werden schnell entlastet und anschließend langsam (ca. 5 bis 10K/min) abgekühlt.
- b) Die Proben werden schnell entlastet und anschließend in Wasser abgeschreckt, wodurch eine Kühlzeit von wenigen Sekunden erreicht werden konnte.
- c) Die Proben werden unter Last langsam (ca. 5 bis 10K/min) abgekühlt.

Dabei ist a), angewandt bei der Untersuchung der Versetzungsdichten in Proben, die bei 800°C verformt wurden, am weitesten von der idealen Vorgehensweise entfernt. b) hat wie a) den Nachteil, daß der Spannungszustand geändert wird, d.h. die Versetzungen können noch

bei hohen Temperaturen in einen Zustand, der eher für eine spannungsfreie Situation charakteristisch ist, relaxieren. Erholungsprozesse, die bei a) möglich sind, sind bei b) jedoch weitestgehend ausgeschlossen. Das Vorgehen nach c) erhält zwar den Spannungszustand, jedoch wird die Probe hier nach Abschluß des eigentlichen Experiments einem undefinierten Kriechexperiment mit variabler, sinkender Temperatur unterworfen, so daß keine sinnvollen Aussagen über die Gesamtdehnung und die Verformungstemperatur gemacht werden können.

Die Wahl der Abschaltbedingungen muß im Hinblick auf die zu untersuchenden mikrostrukturellen Parameter getroffen werden. In der vorliegenden Arbeit sollten in erster Linie möglichst genaue Versetzungsdichtebestimmungen, Burgersvektoranalysen und Gleitsystemanalysen durchgeführt werden, während kein besonderes Gewicht auf die Untersuchung der Form der Versetzungslinien oder der speziellen Versetzungsanordnung gelegt wurde. Für diese Ansprüche kommt b) den idealen Bedingungen am nächsten.

Die Ergebnisse der Burgersvektor- und Gleitsystemanalysen in den nach a) behandelten Proben ist direkt mit den nach b) behandelten Proben vergleichbar, während die Werte der Versetzungsdichten dieser Proben korrigiert werden müssen. Dies geschieht in rein empirischer Weise durch den Vergleich der Versetzungsdichten in nach a) und b) behandelten Proben, die bei gleicher Temperatur verformt wurden. Es folgt ein Korrekturfaktor von etwa 3. Nach c) behandelte Proben wurden wegen des undefinierten Endzustands des Probenmaterials nicht in die Diskussion einbezogen. In diesen Proben wurde eine hohe Versetzungsdichte und teilweise eine Polygonisierung des Materials gefunden.

Abb. 4.23 zeigt die Versetzungsdichte in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung in Material, daß bei einer Temperatur von 800°C (nach a) behandelte Proben, Versetzungsdichten um den Faktor 3 korrigiert) und bei 760°C (nach b) behandelte Proben) verformt wurde. Die Kurven sind nun direkt vergleichbar, und die starke Temperaturabhängigkeit der Versetzungsdichte ist sichtbar.

Die bei beiden Temperaturen beobachtete etwa lineare Zunahme der Versetzungsdichte bei kleinen plastischen Dehnungen wird auch bei kristallinen Materialien beobachtet (Gillis und Gilman, 1965a). Durch Integration der Orowan-Gleichung findet man hier allgemein $\rho \propto \rho_0 + \text{const} \cdot \epsilon_{\text{plast}}$. Bei beiden Verformungstemperaturen findet man einen signifikanten Abfall der Versetzungsdichte bei hohen plastischen Dehnungen. Dieses Verhalten ist außergewöhnlich, und wird bei kristallinen Materialien nicht beobachtet. Vielmehr findet man in diesen eine drastische Zunahme der Versetzungsdichte bei höheren plastischen Dehnungen, die mit der bei kristallinen Materialien beobachteten Verfestigung einher geht (Basinski und Basinski, 1979, Mughrabi, 1993, oder auch Webster, 1966). Die Versetzungsdichte, die sich während der Verformung in einem dynamischen Gleichgewicht befindet, kann bei einachsigen Druckversuchen am ehesten durch Versetzungen, die den Kristall oder den Quasikristall durch die Oberfläche verlassen und deren Verlust nicht durch erneute Versetzungsbildung ausgeglichen wird, abnehmen.

Die Kurve für die Verformungstemperatur 760°C zeigt eine starke Zunahme der Versetzungsdichte (vgl. Abb. 4.5), die mit dem Spannungsabfall nach dem Erreichen der maximalen Fließspannung in der Spannungs-Dehnungs-Kurve einher geht. Mit (3.17) und (3.20) erwartet man für das Verhältnis der Versetzungsdichten vor und nach dem Spannungsabfall

$$\ln(\rho_2/\rho_1) \approx \Delta\sigma/I, \quad (4.8)$$

wobei $\Delta\sigma$ die Größe des Spannungsabfalls, I die nach (3.19) mittlere Dehnratenabhängigkeit der Spannung und ρ_1 bzw. ρ_2 die Versetzungsdichte vor bzw. nach dem Spannungsabfall darstellt. Mit $\Delta\sigma = 57\text{MPa}$ und $I=45\text{MPa}$ folgt $\rho_2/\rho_1 = 3,55$, was mit dem beobachteten Verhältnis von 3,83 hervorragend übereinstimmt. Der Spannungsabfall in der Spannungs-Dehnungs-Kurve kann also durch die Zunahme der Versetzungsdichte quantitativ erklärt werden. Dies wird auch in kristallinen Materialien beobachtet (Horiuchi *et al.*, 1965) und durch numerische Simulationen der plastischen Verformung bestätigt (Gillis und Gilman, 1965b).

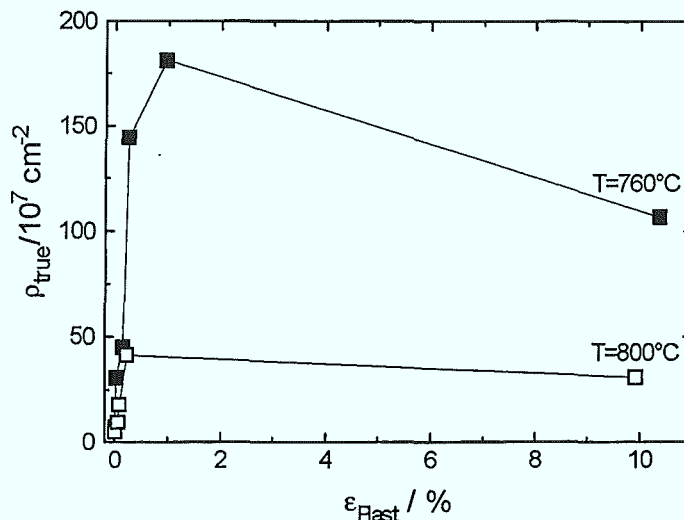


Abb. 4.23: Versetzungsdichte in Abhängigkeit der plastischen Dehnung bei Verformungstemperaturen von 800°C (□: korrigierte Werte) bzw. 760°C (■).

Nach Taylor, 1934, entstehen die langreichweitigen inneren Spannungen in einem homogenen Material durch die Überlagerung der Spannungsfelder der Versetzungen. Im Mittel erzeugt eine Versetzungsdichte ρ innere Spannungen nach

$$\tau_i = \alpha \mu b \sqrt{\rho}, \quad (4.9)$$

wobei $\alpha \approx 0,3$. Setzt man $b_1 = 0,183 \text{ nm}$ und den Schubmodul $\mu = 70 \text{ GPa}$ (Abschnitt 2.4.2) ein, so folgt mit $\rho \approx 175 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ für die inneren Spannungen $\tau_i = 27 \text{ MPa}$ in guter Übereinstimmung mit dem aus den Dip-Tests bestimmten Wert von 30 MPa. Dies weist darauf hin, daß die im TEM bestimmte Versetzungsdichte in den nach den Abschaltbedingungen b) behandelten Proben der aktuellen Versetzungsdichte während der Verformung sehr nahe kommt.

Burgersvektoren von verformungsinduzierten Versetzungen sind bisher nur von Wollgarten *et al.*, 1993a, und im Rahmen der vorliegenden Arbeit (Rosenfeld *et al.*, 1995, Metzmaker, 1995) bestimmt worden. In weiteren Arbeiten wurden einzelne Versetzungen in polyquasikristallinem, unverformtem Material untersucht. In ikosaedrischem Al-Pd-Mn wurde eine Stufenversetzung mit zweizähligem Burgersvektor vom Typ τ^3 von Dai, 1993, untersucht. Tseng *et al.*, 1993, beobachteten eine Versetzung mit ebenfalls zweizähligem Burgersvektor vom Typ τ^5 . Versetzungen dieser Typen wurden auch in dieser Arbeit in unverformtem Material mit größter Häufigkeit beobachtet (Tab. 4.1, Abb. 4.7). In einer großen Zahl von Untersuchungen in polyquasikristallinem Al-Cu-Fe wird von der Beobachtung zweizähliger Burgersvektoren (Typ τ^5 : Zhang *et al.*, 1990, Tseng *et al.*, 1993. Typ τ^3 : Devaud-Rzepski *et al.*, 1990, Dai, 1993, Wang und Dai, 1993, Wang *et al.*, 1994) berichtet. Daneben wurden auch Versetzungen mit fünfzähligem (Typ τ^6) und dreizähligem (Typ τ^3) Burgersvektor beobachtet (Feng und Wang, 1994b). Auch in diesem Material findet sich also eine Übereinstimmung mit den Burgersvektoren, die in dieser Arbeit in unverformten Proben gefunden wurden. Dies deutet darauf hin, daß das vermehrte Auftreten dieser gleichen Versetzungstypen eine universelle Eigenschaft ikosaedrischer Phasen ist.

Auch in den verformten Proben werden bei allen Verformungsgraden mit größter Häufigkeit (90%) zweizählige Burgersvektoren gefunden. Daraus läßt sich schließen, daß die Ableitung im wesentlichen durch Versetzungen mit zweizähligem Burgersvektor getragen wird.

Ausnahmslos bei allen untersuchten Versetzungen, sowohl in der vorliegenden als auch in den zitierten Arbeiten wird beobachtet, daß $\zeta \gg 1$ gilt, d.h., der Phasonanteil des Burgersvektors ist wesentlich größer als der Phononanteil. Aus dieser Feststellung kann nicht direkt ge-

geschlossen werden, daß die Amplitude des Verzerrungsfeldes im orthogonalen Raum größer ist als die im physikalischen Raum, da die Skalierung des orthogonalen Raums relativ zum physikalischen Raum nicht absolut festgelegt werden kann. Wohl aber ist eine Schlußfolgerung auf die Zahl der zu einer Versetzung mit gegebenem Burgersvektor korrespondierenden Phasonendefekte möglich, wenn die Länge von $\bar{b}_\perp$ mit der Größe der atomaren Hyperflächen (Kap. 1) verglichen wird. In Al-Pd-Mn beträgt die Größe der ausgedehntesten atomaren Hyperfläche (Al-Fläche auf der Einheitszellenkante) 1,06 nm (de Boissieu *et al.*, 1994b). Diese Größe wird bereits von dem Versetzungstyp mit der kleinsten Länge der $\bar{b}_\perp$ Komponente (zweizähliger Burgersvektor im physikalischen Raum, Klasse τ^3 : Nr. 4 in Tab. 4.1) überschritten. Hier findet man $|\bar{b}_\perp| = 1,26$ nm. Im Falle des am häufigsten beobachteten Versetzungstyps (zweizähliger Burgersvektor im physikalischen Raum, Klasse τ^5 : Nr. 3 in Tab. 4.1) findet man $|\bar{b}_\perp| = 2,03$ nm. Aus dieser Beobachtung läßt sich der Schluß ziehen, daß der Einbau von Phasonendefekten in das Quasigitter energetisch günstiger ist als der Einbau von Phonondefekten und daß entsprechend ein Verzerrungsfeld durch das Einführen von Phasonendefekten relaxiert werden kann. Auch der direkte Vergleich der beobachteten Parameter ζ (bzw. des Mittelwerts $\bar{\zeta}$) untereinander läßt Schlußfolgerungen auf die relative Entwicklung der Verteilung von Verzerrungsfeldern und den entsprechenden Energiebeiträgen mit der Änderung z.B. der plastischen Dehnung oder der Verformungstemperatur zu. Die Verteilungskurven der Versetzungstypen mit zweizähligem Burgersvektor (Abb. 4.7, 4.8) zeigen, daß dieses Verhältnis im Mittel mit steigender plastischer Dehnung zunimmt. Dies ist ein starker Hinweis darauf, daß im Laufe der plastischen Verformung des ikosaedrischen Al-Pd-Mn Phasonendefekte in das Quasigitter eingebracht und angehäuft werden.

Die Gleitebenen entsprechen niedrig indizierten Ebenen des Quasigitters. Sie stimmen mit den dichtest gepackten Ebenen nach dem Strukturmodell für Al-Pd-Mn von Boudard *et al.*, 1992, überein (Abschn. 1.3), in dem in absteigender Reihenfolge die höchsten Dichten in fünfzähligen, zweizähligen und dreizähligen Ebenen gefunden werden. Dies ist auch die Reihenfolge der Beobachtungshäufigkeit der Gleitebenen (Tab. 4.2). In kristallinen Materialien findet man ebenfalls, daß die dichtest gepackten Ebenen als Gleitebenen fungieren. So findet man z.B. {111} Gleitebenen in FCC Strukturen (z.B. Hull und Bacon, 1987). Die beobachteten Gleitsysteme (Tab. 4.2) können wegen der hohen Symmetrie des ikosaedrischen Quasigitters in vielfältiger Weise realisiert werden. Beispielsweise existieren bei einer zweizähligen Kompressionsrichtung für die Gleitsysteme mit dem höchsten Schmidfaktor (Tab. 4.2, Nr. 1,2) jeweils vier Möglichkeiten, d.h., es gibt allein hier acht äquivalente Gleitsysteme, die die Abgleitung des Materials tragen können. Tatsächlich werden in *in-situ* Experimenten immer viele, gleichzeitig aktivierte Gleitsysteme gefunden. Gleitspuren an den Oberflächen der verformten Proben werden in Übereinstimmung damit nicht beobachtet. Abb. 4.24 zeigt eine Hellfeldabbildung der Versetzungsstruktur in der (0/0 0/1 1/0) Gleitebene. Dazu wurde eine bei 760°C bis 6% verformte Probe so für die TEM Untersuchung präpariert, daß die Gleitebenennormale mit der TEM-Probennormale zusammenfällt. Es sind sehr viele lange Versetzungssegmente zu sehen, d.h. Linien von Versetzungen, deren Gleitebene der Bildebene entspricht. Daneben gibt es auch einige kürzere Segmente von Versetzungen, die in anderen, zur Bildebene verkippten Gleitebenen liegen. Man beachte, daß gleichzeitig lange, gerade Versetzungssegmente aber auch stark ausgebauchte Bögen zu sehen sind. Der Leser vergleiche diese Abbildung mit Abb. 4.3, die die Versetzungsanordnung in der Ebene senkrecht zur Kompressionsrichtung (d.h. $m_s=0$) zeigt.

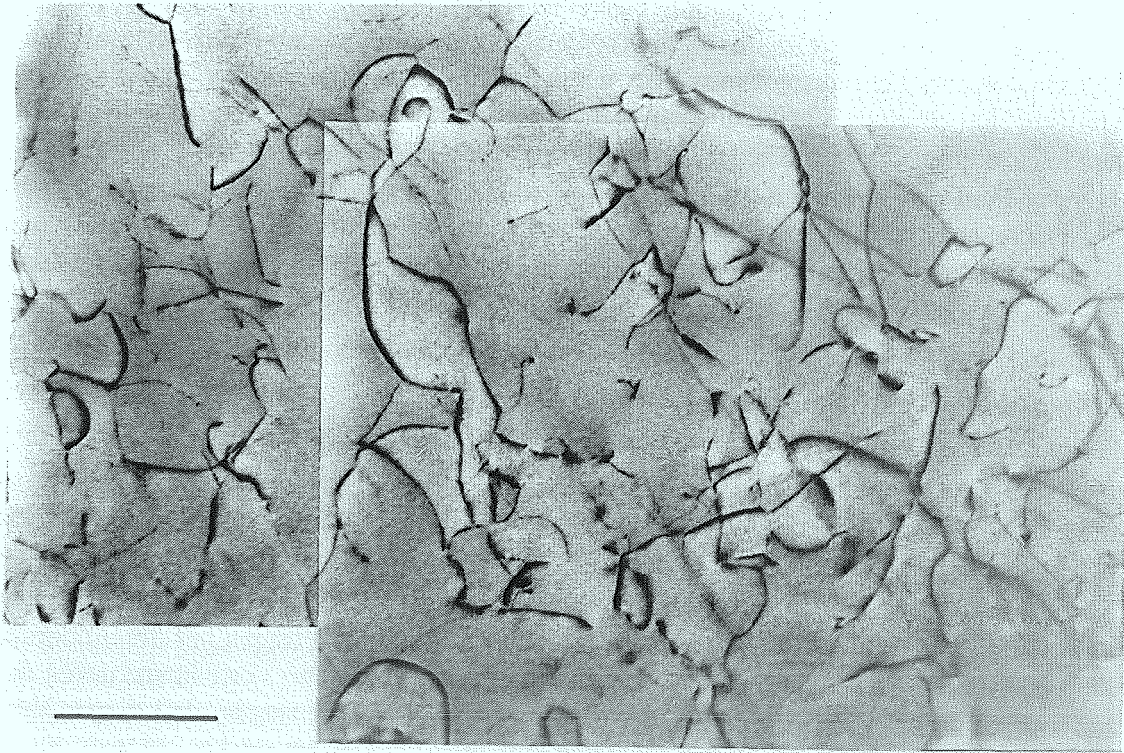


Abb. 4.24: Versetzungsanordnung in der (0/0 0/1 1/0) Gleitebene einer bis 6% bei 760°C verformten Probe. Der Balken mißt 1 μm.

Die deutliche Korrelation der relativen Häufigkeit der Beobachtung eines Gleitsystems und der Größe des dazugehörigen Schmidfaktors (Abb. 4.10) zeigt, daß offenbar die Stärke der angreifenden Schubspannung in einem Gleitsystem und nicht die jeweilige dort vorherrschende Gitterreibung für die Auswahl des Gleitsystems ausschlaggebend ist. Daraus kann die Schlußfolgerung gezogen werden, daß die Gitterreibung in allen beobachteten Gleitebenen etwa gleich groß ist. In dem in Kap. 5 vorgestellten Modell für die plastische Verformung in ikosaedrischen Quasigittern ist dies verständlich.

Die Peierls-Spannung τ_p , die die zur Überwindung der Gitterreibung in *kristallinen* Materialien notwendige Schubspannung bei $T=0$ K beschreibt, wurde von Metzmaker, 1995, auf ikosaedrisches Al-Pd-Mn angewandt. Mit

$$\tau_p/\mu = \frac{2}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi d}{(1-\nu)b}\right), \quad (4.10)$$

(Hirth und Lothe, 1968) wobei μ der Schubmodul, ν die Poissonzahl, d der Netzebenenabstand ist, wurde mit $\nu=0,24$ (Kap. 2), $d=0,153$ nm für den größten Abstand fünfzähliger Netzebenen (Boudard *et al.*, 1992) und $b=b_{\parallel}=0,183$ nm das Verhältnis der Peierls-Spannung zum Schubmodul zu $\tau_p/\mu = 2,3 \times 10^{-3}$ abgeschätzt. Dieser Wert liegt deutlich über dem von Aluminium (bei FCC-Metallen wird $\tau_p/\mu < 10^{-5}$ gefunden) während er etwas unter dem bei kovalent gebundenen Kristallen (Werte um 10^{-2}) liegt (Sevillano, 1993). Dieses Ergebnis, das durch die Anwendung der unter Voraussetzung eines periodischen Gitterpotentials hergeleiteten Gleichung (4.10) erhalten wurde, bietet eine, mit den experimentellen Ergebnissen der Verformung bei tieferen Temperaturen (Abschnitt 3.3) in Einklang stehende Erklärung für die Tieftemperaturprädigkeit dieses Materials.

Die quantitativen Untersuchungen zu den Verschiebungen schwacher Bragg-Reflexe in Elektronenbeugungsbildern verformter Proben sind wegen einiger, in der Auswertung durchgeführter Vereinfachungen nur als vorläufige Abschätzung zu betrachten. Genauere Untersuchungen werden derzeit von Franz, 1996, durchgeführt. Hier soll auch die Matrix M (1.4), die in einer linearen Theorie die Reflexverschiebungen beschreibt, bestimmt werden. Folgende qualitative Beobachtungen können jedoch ohne Einschränkung in die Diskussion einbezogen werden: In den Beugungsbildern verformter Proben treten Reflexverschiebungen auf (Abb. 4.12), die in den entsprechenden Bildern unverformter Referenzproben nicht sichtbar sind. Dies wurde bereits von Wollgarten *et al.*, 1993, festgestellt. Außerdem findet man, daß die Verschiebungen um so stärker sind, je schwächer die Intensitäten der Reflexe sind.

Bereits diese Feststellungen genügen, um die Schlußfolgerung zu ziehen, daß bei der plastischen Verformung dieses Materials Phasendefekte in das Quasigitter eingebracht werden. Die hier durchgeführten quantitativen Analysen zeigen, daß die Verschiebung tatsächlich linear in $g_{\perp}$ ist (Abb. 4.14) und daß der Betrag der Verschiebung mit steigender plastischer Dehnung zunimmt. Betrachtet man die Reflexverschiebung für einen festen Wert von $g_{\perp}$, d.h. einen festen Punkt der Ausgleichsgeraden in der $\Delta g_{\parallel}(g_{\perp})$ -Auftragung (Abb. 4.14) als Funktion der plastischen Dehnung, so ergibt sich eine deutliche Korrelation mit der Zunahme des Schwerpunkts $\bar{\zeta}$ der Verteilungskurven des Verzerrungsverteilungsparameters (Abb. 4.25).

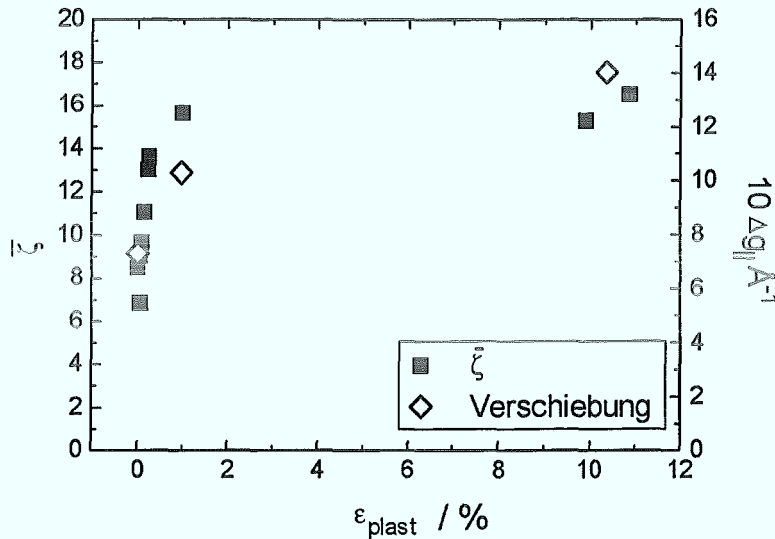


Abb. 4.25: Korrelation der Dehnungsabhängigkeiten der Reflexverschiebung in Elektronenbeugungsbildern und des Parameters $\bar{\zeta}$, der das mittlere Verhältnis der Phason- und der Phononkomponente des Burgersvektors für einen Dehnungswert angibt.

Wegen der Definition $\zeta \equiv |\bar{b}_{\perp}|/|\bar{b}_{\parallel}|$ bedeutet dies, daß tatsächlich der Phasonanteil des Burgersvektors ein Maß für die Zahl der in das Material eingebrachten Phasendefekte ist. Dies ist die erste experimentelle Verifizierung dieser, bisher auf Plausibilitätsüberlegungen beruhenden Annahme.

Die *in-situ* Experimente geben den ersten direkten Beweis, daß Versetzungen in Quasikristallen beweglich sind. Auch bietet sich hier die einzige Möglichkeit, Versetzungswechselwirkungen direkt zu beobachten, was besonders im Hinblick auf die Entfestigung von großer Wichtigkeit ist.

Die Kräfte zwischen Versetzungen, die in benachbarten Gleitebenen verlaufen sind schwach. Dies wird auch erwartet, da die Kraft zwischen zwei Versetzungen proportional zu dem Skalarprodukt $\bar{b}_1 \bar{b}_2$ (z.B. Honeycombe, 1984) ist, wobei $\bar{b}_1$ und $\bar{b}_2$ die Burgersvektoren der wechselwirkenden Versetzungen sind. Es gilt also $F \propto |\bar{b}_1| |\bar{b}_2|$. Die Längen von $\bar{b}_{\parallel}$, die in die-

sem Material gefunden wurden, sind klein im Vergleich zu den Burgersvektorlängen in kristallinen Materialien, wo üblicherweise 2 bis 3 Å gefunden werden. In Al-Pd-Mn wird am häufigsten $|\vec{b}_{\parallel}| = 1,8 \text{ Å}$ beobachtet, wobei sich die mittlere Länge mit steigender plastischer Dehnung zu kleineren Werten verschiebt (Abb. 4.7). Im Mittel wird so eine Verringerung der Wechselwirkungskräfte erwartet. Auch die tendenziell beobachtete Abnahme der Krümmungsradien R der Versetzungen kann mit $R \propto |\vec{b}|$ (z.B. Sevillano, 1993) auf diese Weise gedeutet werden.

Von großer Bedeutung für die Erklärung der Entfestigung ist auch die Untersuchung der Wechselwirkung zwischen mobilen und sesshaften Versetzungen. Einige solcher Prozesse konnten beobachtet werden, wobei kein Beispiel für die Demobilisierung einer laufenden Versetzung gefunden wurde. Vielmehr wird oft beobachtet, daß eine solche Wechselwirkung einen Gleitebenenwechsel der beweglichen Versetzung hervorruft oder daß die Wechselwirkung einen Multiplikationsprozeß katalysiert, bei dem die bewegliche Versetzung in ihrer Gleitebene eine oder mehrere Versetzungen emittiert. Prozesse, die wie bei kristallinen Materialien zu einer Härtung führen können, wurden nicht gefunden. Obwohl die *in-situ* Experimente bisher auch bei längerer Versuchsdauer nur Einblick in ein frühes Stadium der Verformung gestatten, würde man erwarten, daß im Falle der Existenz solcher Prozesse, diese zumindest vereinzelt beobachtet werden sollten. Zur weiteren Aufklärung dieser Frage werden derzeit *in-situ* Experimente an vorverformtem Material vorbereitet, die Einblick in spätere Verformungsstadien erlauben sollen.

Kontraständerungen in der Spur von Versetzungen, wie sie in den Experimenten beobachtet werden, werden in ähnlicher Form auch in kristallinen Materialien gefunden. Für die Ursache der Kontrastentstehung können mehrere Möglichkeiten diskutiert werden: Auf den Probenoberflächen befindet sich immer eine Oxydschicht, die wegen der durch die Abgleitung einer Versetzung erzeugten Oberflächenstufen in einen verspannten Zustand versetzt wird. Durch die Verzerrungsfelder entsteht ein Kontrast, dessen Profil senkrecht zur Bewegungsrichtung der Versetzung durch die Art der Überlagerung der Verzerrungsfelder an der oberen und unteren Grenzfläche bestimmt wird. Überlagern sich die Verzerrungsfelder wie die eines Versetzungsdipols, so entsteht ein Bereich leicht verkippter Netzebenen in der Spur der Versetzung. Eine solche Verkipfung führt zu einer Änderung des Bragg-Kontrasts im Vergleich zum umgebenden, ungestörten Probenbereich, die über die gesamte Breite der Spur etwa konstant ist. Dies wird z.B. als Ursache für die Kontraste von Gleitspuren angenommen, die bei der elektronenstrahlinduzierten Versetzungsbewegung in Aluminiumkristallen erzeugt werden (Guyot, 1996).

Im Falle der Quasikristalle ist als weitere Möglichkeit eine Kontraständerung durch den Einbau von Phasonverzerrungen denkbar. Eine Ebene von Phasonendefekten entsteht zwangsläufig nach dem Passieren einer Versetzung in einem aperiodischen Material (Abschn. 1.5) und wurde auch experimentell nachgewiesen (s.o.). Dies sollte zu einer Phasenänderung des abbildenden Elektronenstrahls und folglich zu einer Änderung des Kontrasts führen. Über deren Stärke können allerdings bislang keine Aussagen gemacht werden.

Diese beiden Mechanismen können für sich oder in einer Überlagerung zu den beobachteten Gleitspuren führen. Eine Entscheidung, welcher davon maßgeblich die Kontrastentstehung bewirkt, kann auch aus den Beobachtungen weiterer Eigenschaften der Kontraste nicht eindeutig geschlossen werden. Das in einigen Fällen beobachtete Verschwinden der Spuren einige Zeit nach dem Passieren der Versetzung (Abb. 4.17) kann durch die Diffusion der Phasonendefekte in das umgebende Material verstanden werden. Eine solche Diffusion wurde von Mikulla *et al.*, 1995b, in Hochtemperatur-Verformungssimulationen in einem zweidimensionalen Modellquasikristall beobachtet. Man erwartet in diesem Fall ein kontinuierliches Verschwinden des Kontrasts. Ein solches Verhalten und auch die beobachtete additive Überlagerung von Kontrasten (Abb. 4.20) wurde jedoch auch in kristallinen Materialien beobachtet und einem Mechanismus der ersten Art zugeschrieben (Veyssiére, 1996).

Um zu unterscheiden, ob ein herkömmlicher oder ein, für die Quasikristallplastizität charakteristischer, neuer Mechanismus zur Entstehung der Gleitspuren führt, ist es unerlässlich, die Zusammenhänge zwischen dem Burgersvektor einer bewegten Versetzung und der Kontrastentstehung bzw. -vernichtung und das Kontrastverhalten der Spuren unter Änderung der Abbildungsbedingungen im TEM zu untersuchen.

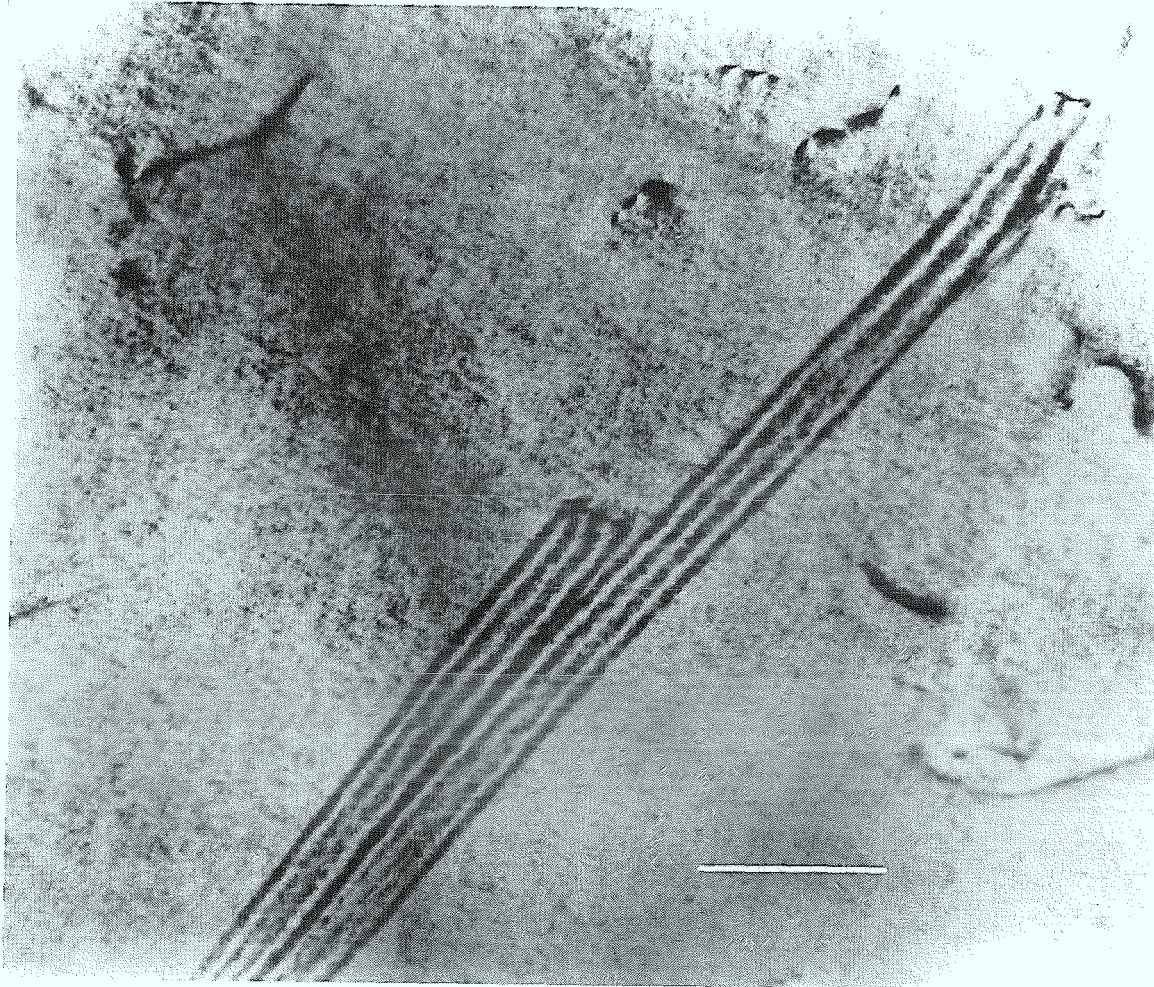


Abb. 4.26: Streifenkontrast in einer verformten Probe. Der Kontrast wird durch eine Versetzung abgeschlossen. Der Balken mißt 0.5 μm .

Daß die Kontraste der Gleitspuren in *ex-situ* Untersuchungen verformter Proben auch bei schneller Abschreckung des Materials nicht gefunden werden spricht eher für einen Mechanismus der ersten Art. In diesen Untersuchungen wurden dagegen vereinzelt Kontraste beobachtet, die etwas andere Intensitätsverläufe als die oben beschriebenen Spuren zeigen (Abb. 4.26). Das Streifenmuster ist dem sowohl in Kristallen als auch in Quasikristallen beobachteten Stapelfehlerkontrasten ähnlich. Die beobachteten Defekte zeigen sowohl fünfzählige als auch zweizählige Ebenennormalen. Sie sind nicht atomar glatt, sondern zeigen eine Rauigkeit, von etwa 10 nm⁴. Diese Kontraste werden in sehr großer Zahl auch in Proben gefunden, die durch einen Hammerschlag verformt und dabei mit hoher Rate gekühlt wurden (*rapid striking*). Ge-

⁴In diesen Eigenschaften unterscheiden sich diese Defekte von den planaren, dekalonalen Ausscheidungen, die von Wollgarten *et al.* (1993c) in langsam abgeschrecktem Al-Pd-Mn gefunden wurden. Hier wurde eine strenge Orientierungsbeziehung zu der ikosaedrischen Matrix, die nur Ebenennormalen entlang fünfzähliger Richtungen zuläßt, und eine atomar glatte Grenzfläche zu der umgebenden Matrix festgestellt.

neuere Untersuchungen werden derzeit durchgeführt (Wang *et al.*, 1996b). Die Beobachtungshäufigkeit der Kontraste in verformten Proben entspricht etwa der der 6D-Partialversetzungen (Tab. 4.1).

Baluc *et al.*, 1995, und Yu *et al.*, 1995, berichten von der Beobachtung planarer Defekte mit zweizähligem Normalenvektor, die einen sehr ähnlichen Streifenkontrast zeigen (und von den Autoren *π -boundaries* genannt werden). Hier wurden die Burgersvektoren von Versetzungen, die die Defekte abschließen, als fünfzählig bzw. dreizählig identifiziert. Da die Autoren Kontrastauslöschungsexperimente zur Burgersvektorbestimmung angewandt haben, konnte keine Aussage gemacht werden, ob es sich hierbei um Partialversetzungen oder perfekte Versetzungen handelt.

Ein wichtiges Ergebnis der *in-situ* Experimente ist die Beobachtung, daß mit sehr großer Häufigkeit, vor allem in fortgeschrittenen Stadien der Verformung, die Versetzungsbewegung bevorzugt in den vorhandenen Spuren anderer Versetzungen stattfindet. Dies spricht dafür, daß beim Passieren einer Versetzung eine strukturelle Änderung des Materials stattfindet, die die Bewegung weiterer, nachfolgender Versetzungen begünstigt. Dies wurde auch von Mikulla *et al.*, 1995a, in Simulationen zur Versetzungsbewegung in einem zweidimensionalen Modellquasikristall gefunden. Diese Beobachtung ist von entscheidender Bedeutung bei der Suche nach den Ursachen der Entfestigung in quasikristallinen Materialien.

5. Modell des plastischen Verformungsmechanismus in Quasikristallen

In den Kapiteln drei und vier wurde jeweils nur eine kurze, direkte Interpretation der experimentellen Ergebnisse gegeben, die noch nicht zu einem tiefen Verständnis der plastischen Verformungsprozesse in ikosaedrischen Quasikristallen führt. Dies wird erst durch eine übergreifende Diskussion unter Einbezug aller experimentellen Aspekte möglich. In diesem Kapitel wird eine zusammenhängende Diskussion der Ergebnisse der makroskopischen und der mikroskopischen Untersuchungen gegeben.

In Kap. 3 wird aus den experimentellen Ergebnissen die Schlußfolgerung gezogen, daß lokalisierte Hindernisse die Rate der plastischen Verformung kontrollieren. Die Bezeichnung "lokalisierte Hindernisse" wird hier verwendet, um zum Ausdruck zu bringen, daß der Mechanismus, der die Versetzungsgeschwindigkeit limitiert, auf räumlich lokalisierte Elementarereignisse zurückzuführen ist. In diesem Sinne ist ein solcher Verformungsmechanismus von nichtlokalen Mechanismen, z.B. einem diffusionskontrollierten- oder einem Peierls-Mechanismus, zu unterscheiden. Man findet, daß das Aktivierungsvolumen um etwa zwei Zehnerpotenzen größer als ein Kubus aus typischen Burgersvektorstärken ist und stark von der Spannung abhängt. Der Spannungsexponent ist verhältnismäßig groß, und mit Werten um 7 eV wird eine Aktivierungsenthalpie gefunden, die das drei- bis vierfache der Aktivierungsenthalpie für den Selbstdiffusionsprozeß beträgt. Diese Ergebnisse lassen darauf schließen, daß die Versetzungsgeschwindigkeit durch lokalisierte Hindernisse bestimmt wird.

Im folgenden wird eine qualitative Modellvorstellung beschrieben, die über diese grundsätzliche Feststellung hinausgeht, und als erster Schritt zum Verständnis des Verformungsmechanismus in ikosaedrischen Quasikristallen verstanden werden kann. Sie beruht direkt auf der speziellen Struktur dieses Materials im physikalischen Raum, die für ikosaedrisches Al-Pd-Mn in Abschnitt 1.3 als hierarchischer Aufbau lokal ikosaedersymmetrischer Clusterstrukturen beschrieben wird. Die kleinsten Einheiten, die einen Durchmesser von 0,9 nm haben, werden im Rahmen des zugrunde liegenden Strukturmodells von Boudard *et al.*, 1992, als *Pseudo-Mackay-Cluster* bezeichnet (Abb. 5.1).

Sie stellen äußerst stabile Struktureinheiten dar, auf deren Präsenz und Anordnung einige überraschende physikalische Eigenschaften des Materials, so z.B. die niedrige elektrische Leitfähigkeit, zurückzuführen sind (z.B. Janot, 1996b). Die mechanische Stabilität dieser Cluster wurde durch Ebert *et al.*, 1996, in Untersuchungen von Al-Pd-Mn Spaltoberflächen in ei-

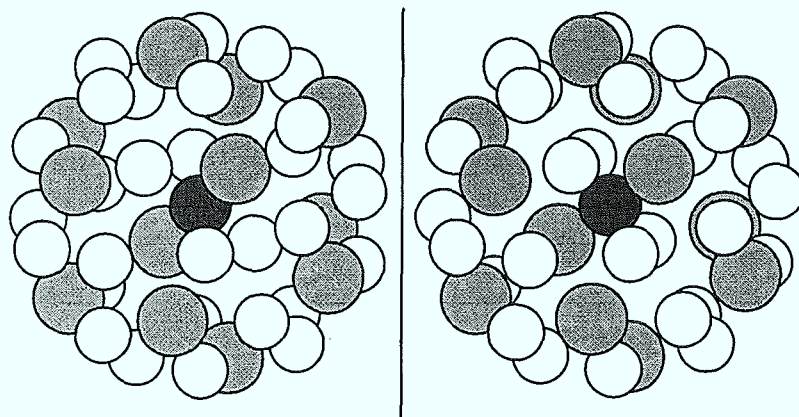


Abb. 5.1: Pseudo-Mackay-Cluster nach dem Strukturmodell für ikosaedrisches Al-Pd-Mn von Boudard *et al.*, 1992. Betrachtet man die Abbildung schielend (gekreuzter Blick), so wird die räumliche Struktur des Clusters erkennbar.

nem Rastertunnelmikroskop (STM) experimentell nachgewiesen. Dazu wurden Einkristalle entlang definierter Ebenen im Ultrahochvakuum gespalten. Auf diese Weise wird eine Modifikation der Oberfläche und eine entsprechende Verfälschung der Ergebnisse, wie sie bei anderen Präparationsmethoden (Sputter- und Heizzyklen) auftreten kann, vermieden¹. Abb. 5.2 zeigt eine Auswahl von STM Konstantstrombildern einer zweizähligen Spaltoberfläche bei verschiedenen Vergrößerungen. Deutlich ist die selbstähnliche Struktur in drei Stufen der Anordnungshierarchie (Abschn. 1.3) zu sehen. Abb. 5.2 c) wurde bei höchster Vergrößerung aufgenommen. Die kugelförmigen Strukturen in diesem Teilbild sind Abbilder der elementaren Cluster. Das Auftreten der unzerstörten Cluster in der Spaltoberfläche demonstriert, daß bei der Rißpropagation in diesem Material die Cluster umgangen werden, was deren außerordentliche mechanische Stabilität eindeutig belegt. Übereinstimmende Ergebnisse wurden in Simulationen zur Rißentwicklung in zweidimensionalen Modellquasikristallen erzielt (Krul *et al.*, 1996).

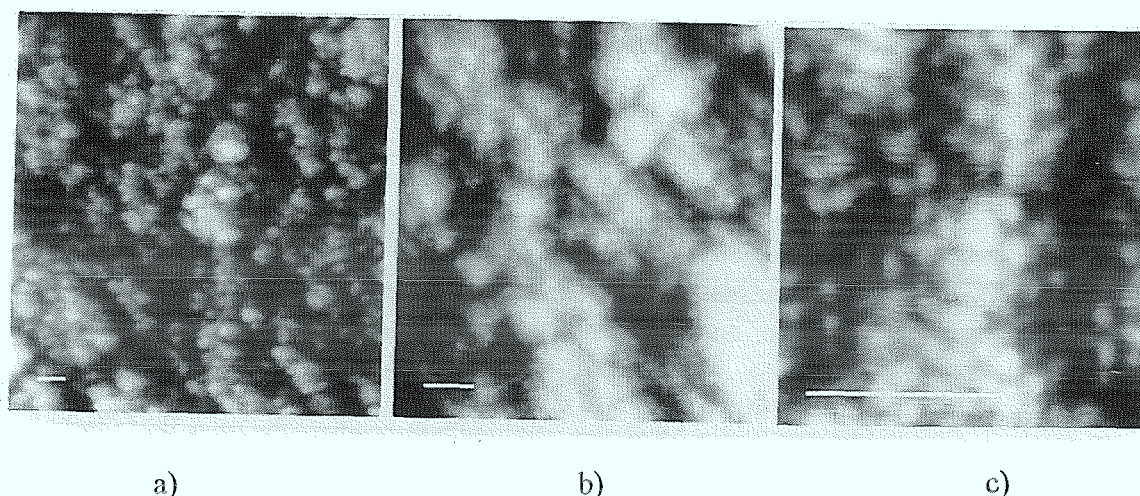


Abb. 5.2: STM Konstantstrombilder von zweizähligen Spaltflächen einer Al-Pd-Mn-Probe. Der Balken entspricht in allen Bildern einer Länge von 5 nm.

Der Modellvorschlag für den plastischen Verformungsmechanismus beruht auf der Annahme, daß die Cluster als intrinsische, ratenkontrollierende Hindernisse auf die Versetzungsbe-
wegung wirken. Die Geschwindigkeit der Versetzungen, die sich durch das Material bewegen und die Abgleitung tragen, wird dann dadurch begrenzt, daß die Cluster als lokalisierte Bereiche hoher Stabilität überwunden werden müssen. Dies kann sowohl durch das Durchschneiden als auch durch das Umgehen der Cluster geschehen. Welcher dieser beiden Prozesse im Einzelnen auftritt, ist dann von der lokalen Linienspannung der Versetzungslinie abhängig. Der ratenbegrenzende Mechanismus kann so als eine verallgemeinerte Art von Reibung, verwandt der Gitterreibung in kristallinen Materialien, aber nichtperiodisch und auf einer höheren Größenskala verstanden werden. Dafür wird die Bezeichnung "Cluster-Reibung" (*cluster friction*) vorgeschlagen.

Auf der Grundlage dieses Modells läßt sich die erwartete Größe des Aktivierungsvolumens durch $V \approx l_b \Delta x$ (3.14) näherungsweise berechnen, wobei für l der mittlere Abstand der Hindernisse und für Δx deren Durchmesser eingesetzt wird. Man findet so ein Aktivierungsvolumen von der Größenordnung 1 nm^3 in Übereinstimmung mit den experimentell gefundenen Werten. Dabei muß beachtet werden, daß dies wegen der hohen Hindernisdichte lediglich als Größenordnungsabschätzung betrachtet werden darf. Für quantitative Aussagen müssen wesentlich genauere Modelle, die z.B. die statistische Abhängigkeit benachbarter Elementarer-
eignisse berücksichtigen, entwickelt werden. Dies ist u.U. auf der Grundlage bestehender

¹ In diesem kritischen Punkt unterscheiden sich diese Experimente von STM-Untersuchungen, die von Schaub *et al.* (1994) am gleichen Material durchgeführt wurden.

Theorien für Ausscheidungshärtung möglich (z.B. Labusch, 1972, siehe auch Reppich, 1993), die entsprechend der Hindernisgrößen und -dichten in Quasikristallen weiterentwickelt werden müssen.

Das einfache, qualitative Modell liefert jedoch bereits einen positiven Größenordnungsvergleich des gemessenen und des erwarteten Aktivierungsvolumens und ist außerdem in der Lage, die viskose Versetzungsbewegung, die in den *in-situ* Dehnungsexperimenten beobachtet wird, zu erklären. Diese viskose Bewegung steht zunächst in einem scheinbaren Widerspruch zu dem Ergebnis der makroskopischen Experimente, da im Falle eines hinderniskontrollierten Verformungsmechanismus eher eine ruckartige Versetzungsbewegung erwartet wird (*jerky motion*). Im Bild der Cluster-Reibung ist eine solche Bewegungsart jedoch auf einer solch kleinen Größenskala zu erwarten, daß diese in dem experimentell zugänglichen, mittleren Vergrößerungsbereich nicht auflösen ist. Im Experiment wird somit effektiv eine viskose Bewegung beobachtet.

Der hier vorgestellte Mechanismus unterscheidet sich deutlich von den bisherigen Vorstellungen zur Versetzungsbewegung in Quasikristallen. Es wurde angenommen, daß eine Versetzung in einem Quasikristall durch das Vorhandensein der "Phasonenwolke", die den Versetzungskern umgibt, in ihrer Mobilität stark eingeschränkt ist (Lubensky *et al.*, 1986, siehe auch Abschn. 1.5). Ausgehend von der statischen Betrachtung einer mit dem Quasigitter im Gleichgewicht stehenden Versetzung wurde argumentiert, daß die Diffusionsprozesse, die während der Versetzungsbewegung unter starrer Mitführung der Phasonenwolke ständig durchgeführt werden müssen, die Geschwindigkeit bestimmt. Dieser, am ehesten mit einem *cloud-dragging* in kristallinen Materialien vergleichbare, diffusionskontrollierte Mechanismus (Dorn, 1961) kann auf Grund der Ergebnisse der makroskopischen Experimente ausgeschlossen werden.

Von dieser herkömmlichen Vorstellung völlig abweichend soll die Versetzungsbewegung hier in einer wesentlich dynamischeren Weise betrachtet werden: Unter dem Zwang einer vorherrschenden Schubspannung bewegt sich eine Versetzung in einem Quasikristall, wobei allein auf Grund der Aperiodizität ständig Aufbauregelverletzungen erzeugt werden. Nach dem Durchgang der Versetzung durch einen Materialbereich werden die aufgebrochenen Bindungen zunächst ohne jegliche Berücksichtigung der Idealstruktur des Quasikristalls geschlossen. In einem zweiten, von der Versetzungsbewegung *unabhängigen* Schritt, finden Diffusionsprozesse auf einer anderen, größeren Zeitskala statt. Diese bewirken eine Verteilung der erzeugten Phasonendefekte in einen größeren Bereich des Materials, um die energetisch ungünstige Lokalisierung der Defekte abzubauen, und eine Annäherung an die ideale Quasikristallstruktur zu erreichen. Diese Diffusionsprozesse sind jedoch nicht geschwindigkeitskontrollierend für die Versetzungsbewegung.

Dies harmoniert mit den Ergebnissen der mikrostrukturellen Untersuchungen, die im Sinne einer Erzeugung und Akkumulation von Phasonendefekten im Zuge der plastischen Verformung interpretiert werden (Abschnitt 4.4). Hier wird eine Zunahme des mittleren Verzerrungsverteilungsparameters $\bar{\zeta}$ mit der plastischen Dehnung gefunden. Dieser Parameter ist proportional zum mittleren Phasonanteil der Burgersvektoren der Versetzungen, die durch die Verformung induziert wurden, und ist mit der Entwicklung der direkt nachgewiesenen Phasonenverzerrungen mit der plastischen Verformung korreliert.

Durch die Versetzungsbewegung findet folglich eine ständige strukturelle und chemische Entordnung der im Idealfall hochgeordneten Struktur statt, was zu einer Erhöhung der Gesamtentropie des Quasikristalls führt. In diesem Sinne ist es plausibel, die außergewöhnlich hohe Aktivierungsenthalpie, die sich mit Werten um 7 eV drastisch von den üblicherweise bei Kristallen gefundenen Werten unterscheidet, als eine Folge der in dieser Materialklasse unvermeidbaren Kopplung von plastischer Verformung und Entordnung zu verstehen.

Wie aus der Physik hochgeordneter Legierungen bekannt ist, führt eine Entordnung, da der Zustand niedrigster freier Energie verlassen wird, zwangsläufig zu einer Schwächung des Materials. Dies kann in einer vereinfachten aber anschaulichen Weise über das Modell der raten-

kontrollierenden Cluster dargestellt werden. Die Clusterstrukturen sind ein Charakteristikum der idealen Quasikristallstruktur, da sie den stabilen Zustand niedrigster freier Energie widerspiegeln. Eine Entordnung des Materials führt durch die Einführung von Phasonendefekten aber auch durch Schneidprozesse zu einer Zerstörung von Clustern. Eine Schwächung des Materials findet so in dem Sinne statt, als daß die Hindernisdichte für die Versetzungsbewegung im Verlauf der plastischen Verformung abnimmt. Im Mittel wird die Mobilität der Versetzungen dadurch erhöht. Dies wird durch die Ergebnisse der *in-situ* Dehnungsexperimente unterstützt. Hier wird eine ausgeprägte Tendenz der Versetzungen beobachtet, sich bevorzugt in den Spuren anderer Versetzungen zu bewegen. In späteren Stadien der Verformung wird ein vermehrtes Auftreten solcher Versetzungen beobachtet, die sich mit sehr hoher Geschwindigkeit bewegen.

In einem Verformungsexperiment mit konstanter Dehnungsrate bewirkt eine Erhöhung der Versetzungsbeweglichkeit mit steigender plastischer Verformung nach der Orowan-Gleichung (3.4) direkt, daß die Versetzungsdichte entsprechend abnehmen muß: Um eine gegebene Dehnungsrate aufrecht zu erhalten, ist bei einer höheren mittleren Geschwindigkeit der Versetzungen eine geringere Zahl derer notwendig. Diese signifikante Konsequenz der oben entwickelten Modellvorstellung wird im Experiment tatsächlich beobachtet (Abschn. 4.2). Die Versetzungsdichte beträgt bei hohen plastischen Dehnungen nur 75 % (bei 800°C) bzw. 57 % (760°C) der jeweils beobachteten maximalen Versetzungsdichte, ein Verhalten, das bei kristallinen Materialien nicht gefunden wird.

Die Entfestigung des Materials, die bei der plastischen Verformung ikosaedrischer Quasikristalle auftritt, kann nicht ohne die Betrachtung der Versetzungswechselwirkungen diskutiert werden, denn in kristallinen Materialien trägt die Wechselwirkung von mobilen Versetzungen untereinander sowie die Wechselwirkung mobiler mit sesshaften Versetzungen und anderen Hindernissen wesentlich zur dort auftretenden Verfestigung bei. Die Prozesse führen zu einer Demobilisierung beweglicher Versetzungen, zu einer zunehmenden Versetzungsproduktion und letztlich zu einer Akkumulation unbeweglicher Versetzungen im Material, was die zunehmende Verfestigung und den Bruch verursacht. In den *in-situ* Experimenten konnte jedoch gezeigt werden, daß in ikosaedrischem Al-Pd-Mn nur schwache Wechselwirkungen auftreten, die in keinem Fall zu einer Demobilisierung der Versetzungen führten. Außerdem führt die hohe Symmetrie des ikosaedrischen Gitters zu einer hohen Zahl äquivalenter Gleitsysteme. Wechselwirkungsprozesse mit Hindernissen, die durch Quergleitprozesse überwunden werden können, werden somit einfach und ohne eine wesentlich ungünstigere Gleitgeometrie in Kauf nehmen zu müssen überwunden.

Das bedeutet, daß es in diesem Material auch bei höheren plastischen Dehnungen nicht notwendig wird, eine etwaige Abnahme der beweglichen Versetzungsdichte durch Versetzungsproduktion auszugleichen. Vielmehr wird durch die strukturell bedingte Zunahme der Versetzungsbeweglichkeit die Versetzungsdichte, wie oben beschrieben, abnehmen, so daß die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Wechselwirkungsprozessen ebenfalls abnimmt.

Im Rahmen des Modells der Cluster-Reibung für den plastischen Verformungsmechanismus und unter Berücksichtigung der hohen Symmetrie, die beide letztlich auf die besondere Struktur der ikosaedrischen Quasikristalle zurückzuführen sind, lassen sich folglich alle beobachteten Verformungseigenschaften und Phänomene zumindest qualitativ verstehen. Dies schließt die Verformungsentfestigung als herausragendste, experimentell beobachtete Verformungseigenschaft ein.

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit den mechanischen Eigenschaften ikosaedrischer Quasikristalle. Die Experimente wurden an Material der ikosaedrischen Phase des Systems Al-Pd-Mn durchgeführt. In diesem Legierungssystem können Einquasikristalle mit Hilfe der Czochralski-Methode hergestellt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit gelang es, phasenreine, ausscheidungsfreie Einquasikristalle zu züchten, deren Qualität durch verschiedene Methoden geprüft wurde. Mit diesem Ausgangsmaterial ist es möglich, die intrinsischen mechanischen Eigenschaften, ohne den Einfluß von Verunreinigungen, Korngrenzen oder Fremdphasen, zu bestimmen.

Die elastischen und anelastischen Eigenschaften wurden durch mechanische Spektroskopie ermittelt. Diese Methode wurde hier erstmals zur Untersuchung einquasikristalliner Proben eingesetzt. Die elastischen Konstanten wurden in einem weiten Temperaturbereich von ca. 30K bis kurz unterhalb des Schmelzpunkts bestimmt. Damit stehen erstmals Meßdaten des Schubmoduls und dessen Temperaturabhängigkeit in diesem Temperaturbereich zur Verfügung. Das Temperaturspektrum der inneren Reibung zeigt zwei Verlustmaxima, denen unterschiedliche Relaxationsmechanismen zugrunde liegen. Beide Maxima zeigen eine außergewöhnliche unsymmetrische Verbreiterung. Die Relaxationsparameter der Verlustprozesse konnten bestimmt werden, und zeigen, daß der Tieftemperaturprozeß aus Einzelatomsprüngen besteht, während dem Hochtemperaturprozeß eine korrelierte Bewegung mehrerer Atome zugrunde liegt.

Die Untersuchung der Plastizität ikosaedrischer Quasikristalle bildet den Hauptteil der Arbeit. Spannungs-Dehnungs-Diagramme wurden bei verschiedenen Temperaturen im duktilen Temperaturbereich untersucht. Als herausragendste Eigenschaft zeigen diese keine Verfestigung sondern einen kontinuierlichen Abfall der Fließspannung mit steigender Dehnung. Außerdem wurden erstmals Kriechexperimente an Einquasikristallen durchgeführt. Die thermodynamischen Aktivierungsparameter des Verformungsprozesses wurden mit Hilfe inkrementaler Wechselversuche erstmals in Einquasikristallen bestimmt. Es wurde ein Aktivierungsvolumen von der Größenordnung 1nm^3 gefunden, das eine starke Spannungsabhängigkeit zeigt. Die Aktivierungsenthalpie ist im untersuchten Temperaturbereich proportional zur absoluten Temperatur und besitzt einen Wert um 7eV. Damit ist sie deutlich höher als die Werte, die bei den meisten kristallinen Materialien gefunden werden. Aus den Aktivierungsparametern kann geschlossen werden, daß die Rate der plastischen Verformung durch intrinsische lokalisierte Hindernisse bestimmt wird, und nicht durch Diffusionsprozesse, wie bisher angenommen wurde.

Die makroskopischen Untersuchungen wurden ergänzt durch eine intensive Studie der Mikrostruktur verformter Proben. Die Versetzungsdichte wurde in Abhängigkeit der plastischen Dehnung und der Verformungstemperatur bestimmt. Eine starke Zunahme der Versetzungsdichte beim Einsetzen der plastischen Verformung zeigt, daß der Verformungsprozeß durch einen Versetzungsmechanismus getragen wird. Ungewöhnlich ist die Entwicklung der Versetzungsdichte bei hohen Dehnungen: Hier nimmt diese signifikant ab, ein Verhalten, das sich stark von dem bei kristallinen Materialien beobachteten unterscheidet. Dort steigt die Versetzungsdichte mit der Dehnung, was zu Verfestigung und schließlich zum Bruch führt.

Die Methode der konvergenten Elektronenbeugung wurde erstmals zur Analyse von verformungsinduzierten Versetzungen eingesetzt. Hier zeigt sich, daß die Verformung hauptsächlich von Versetzungen mit einem zweizähligen Burgersvektor im physikalischen Raum getragen wird. Es wird eine geringe Dichte von Versetzungen mit dreizähligen bzw. fünfzähligen Burgersvektorrichtungen beobachtet, die mit Partialversetzungen im sechsdimensionalen Hyperraum korrespondieren. Das Verhältnis der Phason- und Phononkomponente des

Burgersvektors ist immer größer als Eins und nimmt mit steigender plastischer Dehnung stark zu. Dies wird in der Weise gedeutet, daß durch die Versetzungsbewegung Phasonendefekte in das Material eingebracht und dort angehäuft werden, und so zu einer Entordnung führen. Eine quantitative Auswertung von Elektronenbeugungsbildern ergab eine lineare Zunahme des Betrags der Verschiebung von schwachen Reflexen von der Phasonkomponente des reziproken Gittervektors —ein direkter Nachweis von Phasonverzerrungen im Quasigitter— die wiederum mit der Dehnung zunimmt. Eine Korrelation mit der beobachteten Zunahme des Verhältnisses der Phason- und Phononkomponenten der Burgersvektoren wurde gefunden.

Erstmals wurden Gleitsystemanalysen in einem Quasikristall durchgeführt. Diese zeigen, daß primär Gleitsysteme mit fünfzähligen Gleitebenen, diese entsprechen den dichtest gepackten Ebenen, und zweizähligen Gleitrichtungen angeregt werden, die gleichzeitig den höchsten Schmidfaktor aufweisen. Bedingt durch die hohe Symmetrie tritt vom Beginn der Verformung an Mehrfachgleitung auf, wobei Gleitsysteme mit kleinerem Schmidfaktor entsprechend seltener beobachtet wurden.

Es gelang erstmals *in-situ*-Dehnungsexperimente an Quasikristallen durchzuführen. Diese liefern einen direkten Beweis, daß Versetzungen in Quasikristallen beweglich sind. Es gelang Wechselwirkungsprozesse zwischen Versetzungen, sowie Multiplikationsprozesse und eine Versetzungsquelle direkt zu beobachten.

Auf der Basis aller experimentellen Ergebnisse wurde ein qualitatives Modell des plastischen Verformungsmechanismus in ikosaedrischen Quasikristallen entwickelt. Dies stellt die Verformungseigenschaften als eine Konsequenz der speziellen atomaren Struktur des Materials dar, wobei Cluster des Mackay-Typs, die als stabile Strukturelemente in hoher Dichte in dem Material vorhanden sind, als ratenkontrollierende Hindernisse für die Versetzungsbewegung angenommen werden.

Literaturverzeichnis

- Adam, G., Hittmair, O. (1988). Wärmetheorie, 3. Auflage, Vieweg.
- Alexander, H., Haasen, P. (1968). *Sol. Stat. Phys.* **22**, 27.
- Amazit, Y., De Boissieu, M., Zarembowitsch, A. (1992). *Europhys. Lett.* **20**, 8, 703.
- Amazit, Y., Fischer, M., Perrin, B., Zarembowitsch, A., De Boissieu, M. (1994). *Europhys. Lett.* **25**, 6, 441.
- Argon, A.S. (1972). *Phil. Mag.* **25**, 1053.
- Arsenault, R.J., Li, S. (1989). *Met. Trans.* **20A**, 1429.
- Audier, M., Durand-Charre, M., de Boissieu, M. (1993). *Phil. Mag. B* **68**, 607.
- Audier, M., Launois, P., Denoyer, F., Lambert, M., Dong, C., Dubois, J.M. (1990). *Microscopy, Microanalysis, Microstructure* **1**, 417.
- Bak, P., (1985). *Phys. Rev. Lett.* **54**, 1517.
- Balasubramanian, N., Li, J.C.M. (1970). *J. Mat. Sci.* **5**, 434.
- Baluc, N., Yu, D.P., Kléman, M. (1995). *Phil. Mag. Lett.* **72**, 1.
- Bancel, P.A., Heiney, P.A. (1996). *J. Phys. (Paris)* **47**, 341.
- Bartsch, M. (1994). Persönliche Mitteilung.
- Basinski, S.J. (1959). *Phil. Mag.* **4**, 393.
- Basinski, S.J., Basinski, Z.S. (1979). *Dislocations in Solids*, Ed. Nabarro, F.R.N., North Holland, 261.
- Basinski, S.J., Foxall, R.A., Pascual, R. (1972). *Scr. Met.* **6**, 807.
- Baufeld, B. (1996). *Plastische Verformung von kubischem Zirkonia*, Dissertation, Universität Halle.
- Baufeld, B., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Baither, D. (1995). *Acta. Met.* **43**, 5, 1925.
- Beeli, C., Nissen, H.U., Robadey, J. (1991). *Phil. Mag. Lett.* **63**, 87.
- Bhaduri, S.B., Sekhar, J.A. (1987). *Nature* **37**, 609.
- Biggs, B.D., Poon, S.J., Munirathnam, N.D. (1990). *Phys. Rev. Lett.* **65**, 2700.
- Blum, W. (1993). In *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Eds. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J., *Mat. Sci. Tech.* **6**, VCH, Weinheim, 359.
- Bohsung, J., Trebin H.-R. (1989). In *Introduction to the Mathematics of Quasicrystals*, Ed. Jaric, M.V., Academic Press, London, 183.
- Bolmaro, R.E., Povolo, F. (1989). *J. Mat. Sci.* **24**, 2975.
- Boudard, M., de Boissieu, M., Janot, C., Dubois, J.M., Dong, C. (1991). *Phil. Mag. Lett.* **64**, 197.
- Boudard, M., de Boissieu, M., Janot, C., Heger, G., Beeli, C., Nissen, H.U., Vincent, H., Ibberson, R., Audier, M., Dubois, J.M. (1992). *J. Phys. Cond. Matt.* **4**, 10149.
- Bresson, L. (1994). In *Lectures on Quasicrystals*, Eds. Hippert, F., Gratias, D. Les Éditions de Physique, Les Ulis, 549.
- Bresson, L., Gratias, D. (1993). *J. Non Cryst. Sol.* **153&154**, 468.
- Burgers, J.M. (1940). *Proc. Phys. Soc.* **52**, 23.
- Cagnon, M. (1979). In *Dislocations et Deformation Plastique*, Eds. Groh, P., Kubin, L.P., Martin, J.L., Ed. Phys., Paris, 53.
- Calvayrac, Y., Quivi, A., Bessiere, M., Lefebvre, S., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D. (1990). *J. Phys. Paris* **51**, 417.

- Cao, W., Ye, H.Q., Kuo, K.H. (1988). *Phys. Stat. Sol. a* **107**, 511.
- Carpenter, R.W., Spence, J.C.H. (1982). *Acta Cryst. A* **38**, 55.
- Chattopadhyay, K., Lele, S., Thangaraj, N., Ranganathan, S. (1987). *Acta Metall.* **35**, 727.
- Chen, H., Li, D.X., Kuo, K.H. (1988). *Phys. Rev. Lett.* **60**, 1645.
- Chernikow, M.A., Bernasconi, A., Schilling, C., Beeli, C., Ott, H.R. (1993). *Phys. Rev. B*, **48**, 3058.
- Cherns, D., Preston, A.R. (1986). Proc. XIth int. Congr. on Electr. Mic., **1**, 721.
- Cooper, M., Robinson, K. (1966). *Acta Cryst.* **20**, 614.
- Dai, M.X. (1992). *Phil. Mag. Lett.* **66**, 235.
- Dai, M.X. (1993). *Phil. Mag. A* **67**, 789.
- Dai, M.X., Urban, K. (1993). *Phil. Mag. Lett.* **67**, 67.
- De Batist, R., (1972). Internal Friction of Structural Defects in Crystalline Solids, North Holland, Amsterdam.
- De Batist, R., (1994). *Mat. Sci. Techn.* **2B**, Eds. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J., VCH, Weinheim, 159.
- De Boissieu, M., Durand-Charre, M., Bastie, P., Carabelli, A., Boudard, M., Bessiere, M., Lefebvre, S., Janot, C., Audier, M. (1992). *Phil. Mag. Lett.* **65**, 147.
- De Boissieu, M., Stephens, P., Janot, C., Chapman, D.L., Audier, M. (1994a). *J. Cond. Matt.* **6**, 10725.
- De Boissieu, M., Stephens, P., M., Boudard, M., Janot, C., Chapman, D.L., Audier, M. (1994b). *Phys. Rev. Lett.* **72**, 3538.
- De Boissieu, M., Guyot, P., Audier, M. (1994c). In Lectures on Quasicrystals, Eds. Hippert, F., Gratias, D. Les Editions de Physique, Les Ulis, 1.
- De Meester, B., Yin, C., Dorner, M., Conrad, H. (1975). In Rate Processes in Plastic Deformation of Materials, Eds. Li, J.C.M., Mukherjee, A.K., *Am. Soc. Met. Met./Metalwork. Tech. Series* **4**, 175.
- Devaud-Rzepski, J., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D. (1989a). Proc. IIIrd Int. Conf. on Quasicrystals, World Scientific, Singapore, 498.
- Devaud-Rzepski, J., Quivy, A., Calvayrac, Y., Cornier-Quiquandon, M., Gratias, D. (1989b). *Phil. Mag. B* **60**, 855.
- Diehl, J., Seidel, G.P., Niemann, L. (1965). *Phys. Stat. Sol.* **11**, 128.
- Dong, C., Dubois, J.M., de Boissieu, M., Boudard, M., Janot, C. (1991). *J. Mater. Res.* **6**, 2637.
- Dorn, J.E. (1961). Mechanical Behaviour of Materials at Elevated Temperatures, Mc Craw Hill, New York.
- Dotera, T., Steinhardt, P.J. (1994). *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1670.
- Dubois, J.M., Kang, S.S., Perrot, A. (1994). *Mat. Sci. Eng. A* **179-180**, 122.
- Duneau, M., Katz, A. (1985). *Phys. Rev. Lett.* **54**, 2688.
- Ebert, Ph., Feuerbacher, M., Tamura, N., Wollgarten M., Urban, K. (1996). *Phys. Rev. Lett.* **77**, 3827.
- Elser, V. (1985a). *Phys. Rev. B* **32**, 4892.
- Elser, V. (1985b). *Phys. Rev. Lett.* **54**, 1730.
- Elser, V. (1988). In Aperiodic Crystals 3, Ed. Jaric, M.V., Academic press, New York, 105.
- Escaig, B. (1970). *Cry. Lat. Def.* **1**, 189.
- Evans, A.G., Rawlings, R.D. (1969). *Phys. Stat. Sol.* **34**, 9.
- Feng, J., Wang, R. (1994a). *Phil. Mag. A* **69**, 981.

- Feng, J., Wang, R. (1994b). *Phil. Mag. Lett.* **69**, 309.
- Feng, J., Wang, R., Z. Wang (1993). *Phil. Mag. Lett.* **68**, 321.
- Feuerbacher, M., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Geyer, B., Urban, K. (1996b). In Vorbereitung zur Veröffentlichung.
- Feuerbacher, M., Baufeld, B., Rosenfeld, R., Bartsch, M., Hanke, G., Beyss, M., Wollgarten, M., Messerschmidt, U., Urban, K. (1995a). *Phil. Mag. Lett.* **71**, 91.
- Feuerbacher, M., Rosenfeld, R., Baufeld, B., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Wollgarten, M., Urban, K. (1995b). Proc. 5th Int. Conf. on Quasicrystals, Eds. Janot, C., Mosseri, R., World Scientific, Singapore, 714.
- Feuerbacher, M., Weller, M., Diehl, J., Urban, K. (1996a). *Phil. Mag. Lett.*, **74**, 81.
- Frank, F.C. (1957). *Proc. Phys. Soc. Lond. B* **70**, 1022.
- Frank, W., Hörner, A., Scharwaecher, P., Kronmüller, H. (1994). *Mat. Sci. Eng.* A179/180, 36.
- Frank, W., Seeger, A., Gösele, U. (1981). Defects in Semiconductors, Eds. Narayan, Tan, S.I., North Holland, 31.
- Franz, V. (1996). Elektronenmikroskopische Untersuchungen von Phasendefekten in Quasikristallen, Diplomarbeit RWTH Aachen.
- Friedel, J. (1964). Dislocations, Pergamon, London.
- Giacovazzo, C., Monaco, H.L., Viterbo, D., Scordari, F., Gilli, G., Zanotti, G., Catti, M. (1992). Fundamentals of Crystallography, Ed. Giacovazzo, C., Oxford University Press.
- Gibbs, G.B. (1964). *Phys. Stat. Sol.* **5**, 993.
- Gibbs, G.B. (1965a). *Phys. Stat. Sol.* **10**, 507.
- Gibbs, G.B. (1965b). *Phil. Mag.* **13**, 317.
- Gibbs, G.B. (1967). *Phil. Mag.* **16**, 97.
- Gillam, E. (1969). Materials under Stress, Newnes-Butterworths, London.
- Gillis, P.P., Gilman, J.J. (1965a). *J. Appl. Phys.* **36**, 11, 3370.
- Gillis, P.P., Gilman, J.J. (1965b). *J. Appl. Phys.* **36**, 11, 3380.
- Gödecke, T., Lück, R. (1995). *Z. Metallk.* **86**, 109.
- Gottstein, G. (1994). Einführung in die allgemeine Metallkunde und in die Werkstoffwissenschaften, Vorlesungsskript, RWTH Aachen.
- Granato, A.V., Lücke, K., Schlipf, J., Teutonico, L.J. (1964). *J. Appl. Phys.* **35**, 2732.
- Gross, B. (1953). Mathematical Structure of the Theories of Viscoelasticity. Hermann, Paris.
- Guryan, C.A., Goldman, A.I., Stephens, P.W., Hiraga, K., Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1989). *Phys. Rev. Lett.* **62**, 2409.
- Guyot, P. (1996). Persönliche Mitteilung.
- Haasen, P. (1984). Physikalische Metallkunde, Springer, Berlin.
- Ham, R.K., Sharpe, N.G. (1961). *Phil. Mag.* **6**, 1193.
- Haneczok, G., Weller, M. (1990). *J. Less. Comm. Met.* **159**, 269.
- He, L.X., Li, X.Z., Zhang, Z., Kuo, K.H. (1988). *Phys. Rev. Lett.* **61**, 1116.
- Heimendahl, M. von, (1970). Einführung in die Elektronenmikroskopie, Vieweg, Braunschweig.
- Hiraga, K., Zhang, B.P., Hirabayashi, M., Inoue, A., Masumoto, T. (1988). *Jpn. J. Appl. Phys. Pt2.* **27**, 951.
- Hirth, J.P., Lothe, J., (1968). Theory of Dislocations, McGraw-Hill, New York.
- Hirth, J.P., Nix, W.D. (1969). *Phys. Stat. Sol.* **35**, 177.

- Honeycombe, R.W.K. (1984). The Plastic Deformation of Metals, 2nd. Edition, Edward Arnold, London.
- Horiuchi, R., Yoshinaga, H., Hama, S. (1956a). *Trans. JIM* **6**, 123.
- Horiuchi, R., Yoshinaga, H., Hama, S. (1965). *Trans. JIM*, **6**, 123.
- Hull, D., Bacon, D.J. (1987). Introduction to Dislocations, *Mat. Sci. Tech.* **37**, Pergamon press, Oxford.
- Ilschner, B. (1973). Hochtemperatur-Plastizität. *Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellungen* **23**, Springer, Berlin.
- Ishii, Y. (1996). Proc. 5th. Int. Conf. on Quasicrystals, Eds. Janot, C., Mosseri, R., World Scientific, Singapore, 359.
- Ishimasa, T., Fukano, Y., Nissen, H.U. (1988). In Quasicrystalline Materials, Eds. Janot, C., Dubois, J.M., World Scientific, Singapore, 168.
- Ishimasa, T., Mori, M. (1992). *Phil. Mag. B* **66**, 513.
- Janner, A., Janssen, T. (1977). *Phys. Rev. B* **15**, 643.
- Janner, A., Janssen, T. (1979). *Physica A* **99**, 77.
- Janot, C. (1996a). *Phys. Rev. B* **53**, 181.
- Janot, C. (1996b). *Europhys. News* **27,2**, 60.
- Jaric, M.V., Sørensen, E.S. (1994). *Phys. Rev. Lett.* **73**, 18, 2464.
- Jonas, J.J., Luton, M.J. (1971). *Met. Trans.* **2**, 3492.
- Jonas, J.J., Luton, M.J., Surek, T. (1972). *Met. Trans.* **3**, 2295.
- Kalugin, P.A., Katz, A. (1993). *Europhys. Lett.* **21**, 9, 921.
- Kalugin, P.A., Kitayev, A.Y., Levitov, L.S. (1985). *J. Phys. Lett. (Paris)* **46**, L-601.
- Kalugin, P.A., Kitayev, A.Y., Levitov, L.S. (1985). *JETP Lett.* **41**, 145.
- Kang, S.S., Dubois, J.M. (1992). *Phil. Mag. A* **66**, 1, 151.
- Katz, A., Duneau, M. (1986). *J. Phys. Paris* **47**, 181.
- Katz, A., Gratias, D. (1994). In Lectures on Quasicrystals, Eds. Hippert, F., Gratias, D. Les Éditions de Physique, Les Ulis, 187.
- Kepler, J. (1619). *Harmonices Mundi*, Band 2, n.n.
- Kerkhof, F. (1970). Bruchvorgänge in Gläsern. Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft, Frankfurt.
- Kléman, M. (1988). In Quasicrystalline Materials, Eds. Janot, C., Dubois, J.M., World Scientific, Singapore, 318.
- Kocks, U.F., Argon, A.S., Ashby, M.F. (1975). Thermodynamics and Kinetics of Slip. *Prog. in Mater. Sci.* **19**, Pergamon press, Oxford.
- Köster, U., Liu, W., Liebertz, H., Michel, M. (1993). *J. Non Cryst. Sol.* **153&154**, 446.
- Kramer, M.J. (1995). Persönliche Mitteilung.
- Kramer, P., Neri, R. (1984). *Acta Cryst. A* **40**, 580.
- Krausz, A.S., Eyring, H. (1975). Deformation Kinetics, Wiley, New York.
- Krul, F., Mikulla, R., ????, Trebin, H.-R. (1996). In vorbereitung.
- Labusch, R. (1972). *Acta Met.* **20**, 917.
- Landau, L.D., Lifschitz, E.M. (1987). Lehrbuch der theoretischen Physik, Band VIII. Akademie Verlag, Berlin.
- Li, J.C.M. (1965). *Trans. Met. Soc. AIME* **233**, 219.
- Li, J.C.M. (1967). *Canad. J. Phys.* **45**, 493.
- Lubensky, T.C., Ramaswamy, S., Toner, J. (1986). *Phys. Rev. B* **33**, 7715.

- Lubensky, T.C., Socolar, J.E.S., Steinhard, P.J., Bancel, P.A., Heiney, P.A. (1986). *Phys. Rev. Lett.* **57**, 1440.
- MacEwen, S.R., Kupcis, O.A. Ramaswami, B. (1969). *Scripta. Met.* **3**, 441.
- Mackay, A.L., (1962). *Acta Cryst.* **15**, 916.
- Matsubara, E., Waseda, Y., Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1990). *J. Mater. Sci.*, **25**, 2507.
- McKie, D., McKie, C. (1990). *Essentials of Crystallography I*, Blackwell Scientific Publications, Oxford.
- Messerschmidt, U. (1994). Persönliche Mitteilung.
- Messerschmidt, U., Bartsch, M. (1994). *Ultramic.* **56**, 163.
- Metzmacher, C. (1995). Untersuchungen zur Plastizität von Quasikristallen mittels elektronenmikroskopischer Methoden, Diplomarbeit RWTH Aachen.
- Mikulla, R. (1996). Atomistische Studien zur Versetzungsbewegung in zweidimensionalen Quasikristallen. Dissertation, Universität Stuttgart.
- Mikulla, R. Roth, J., Trebin, H.R. (1995a). *Phil. Mag. B* **71**, 981.
- Mikulla, R., Roth, J., Trebin H.R. (1995b). *Proc. 5th Int. Conf. on Quasicrystals*, Eds. Janot, C., Mosseri, R., World Scientific, Singapore, 298.
- Mitra, S.K., Osborne, P.W., Dorn, J.E. (1961). *Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* **221**, 1206.
- Morniroli, J.P. (1994). Philips CBED Workshop, Eindhoven.
- Mughrabi, H. (1993). In *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Eds. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J., *Mat Sci. Tech.* **6**, VCH, Weinheim, 3.
- Nabarro, F.R. (1948). *Rept. Conf. Strength of Solids*, Phys. Soc., London, 75.
- Nakajima, H., Asai, J., Nonaka, K., Shinbo, I., Tsai, A.P., Masumoto, T. (1993). *Phil. Mag. Lett.* **68**, 315.
- Niu, F., Wang, R. (1991). *Acta Cryst. A* **47**, 36.
- Nowick, A.S., Berry, B.S. (1961). *IBM J. Res. Develop.* **5**, 279.
- Nowick, A.S., Berry, B.S. (1972). *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*, Academic press New York, London.
- Okumura, H., Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1994). *Mat. Sci. Eng.* **A181/182**, 781.
- Ovid'ko, I.A. (1992). *Mat. Sci. Eng.* **A154**, 29.
- Paufler, P., Schulze, E.R. (1978). *Physikalische Grundlagen mechanischer Festkörpereigenschaften*, Vieweg, Braunschweig.
- Penrose, R. (1974). *Math. Intell.* **2**, 32.
- Peterson, N.L. (1968). *Sol. Stat. Phys.* **22**, 409.
- Phillips, W.L. Jr. (1962). *Trans. Met. Soc. AIME* **224**, 434.
- Poirier, J.P. (1985). *Creep of Crystals*, Cambridge University Press, New York.
- Reimer, L. (1989). *Transmission Electron Microscopy*, Springer Verlag, Berlin.
- Reppich, B. (1994). In *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Eds. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J., *Mat Sci. Tech.* **6**, VCH, Weinheim, 311.
- Reynolds, G.A., Golding, B., Kortan, A.R., Parsey, J.M. jr. (1990). *Phys. Rev. B* **41**, 1194.
- Rosenfeld, R. (1994). Elektronenmikroskopische Untersuchungen zur Plastizität von Quasikristallen, Diplomarbeit RWTH Aachen.
- Sainfort, P., Dubost, B. (1986). *J. Phys. Paris* **47**, C3, 321.
- Sainfort, P., Dubost, B. (1988). *Proc. ILL / CODEST workshop: Quasicryst. mat.*, Eds. Janot, C., Dubois, J.M., World Scientific, Singapore, 361.

- Scharwaechter, P. (1996). Persönliche Mitteilung.
- Schaub, T.M., Bürgler, D.E., Güntherodt, H.-J., Suck, J.B. (1994). *Phys. Rev. Lett.* **73**, 1255.
- Schöck, G. (1965). *Phys. Stat. Sol.* **8**, 499.
- Schöck, G. (1980). In *Dislocations in Solids*, Ed. Nabarro, F.R.N, North Holland, 65.
- Seeger, A., Chik, K.P. (1968). *Phys. Stat. Sol.* **29**, 455.
- Senechal, M. (1995). *Quasicrystals and Geometry*, Cambridge University Press.
- Sevillano, J.G. (1993). In *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, Eds. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J., *Mat Sci. Tech.* **6**, VCH, Weinheim, 19.
- Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., Cahn, J.W. (1984). *Phys. Rev. Lett.* **53**, 1951.
- Sherby, O.D., Lytton, J.L., Dorn, J.E. (1957). *Acta Met.* **5**, 219.
- Shibuya, T., Hashimoto, T., Takeuchi, S. (1990). *Jpn. J. Appl. Phys.* **29**, 349.
- Shield, J.E., Kramer, M.J., McCallum, R.W. (1993). *J. Mat. Res.* **8**, 1199.
- Shield, J.E., Kramer, M.J., McCallum, R.W. (1994). *J. Mat. Res.* **9**, 343.
- Siethoff, H. (1969). *Acta Met.* **17**, 793.
- Snoek, J.L. (1939). *Physica* **6**, 591, 1939.
- Socolar, J.E.S., Lubensky, T.C., Steinhard, P.J. (1986). *Phys. Rev. B* **34**, 3345.
- Staiger, W., Yu, D.P., Kléman, M. (1993). *Phil. Mag. A* **67**, 991.
- Stephens, P.W., Goldman, A.I. (1986). *Phys. Rev. Lett.* **56**, 1168.
- Surek, T., Luton, M.J., Jonas, J.J. (1973). *Scripta Met.* **7**, 1131.
- Suzuki, K., Ichihara, M., Kimura, K., Takeuchi, S. (1987). *Key. Eng. Mat.* **13-15**, 237.
- Suzuki, T., Takeuchi, S., Yoshinaga, H. (1991). *Dislocation Dynamics and Plasticity. Series in Materials Science* **12**, Springer, Berlin.
- Takeuchi, S. (1995). Persönliche Mitteilung.
- Takeuchi, S., Hashimoto, T. (1993). *Jpn. J. Appl. Phys.* **32**, 2063.
- Takeuchi, S., Iwanaga, H., Shibuya, T. (1991). *Jpn. J. Appl. Phys.* **30**, 561.
- Tamura, N. (1995). Computerprogramm LALA.
- Tamura, N. (1996). *Phil. Mag. A*, im Druck.
- Tamura, N., Feuerbacher, M., Beyss, M., Urban, K. (1996). In Vorbereitung zur Veröffentlichung.
- Tanaka, M., Saito, R., Ueno, K., Harada, Y. (1980). *J. Electron Mic.* **29**, 408.
- Tanaka, M., Terauchi, M., Kaneyama, T. (1988a). Convergent Beam Electron Diffraction I. Jeol Ltd.
- Tanaka, M., Terauchi, M., Kaneyama, T. (1988b). Convergent Beam Electron Diffraction I. Jeol Ltd.
- Taylor, G.I. (1934). *Proc. Roy. Soc. A* **145**, 362.
- Trub, A., Trebin, H.R. (1994). *J. Phys. I Paris*, **4**, 1855.
- Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1987). *Jap. J. Appl. Phys.* **26**, L1505.
- Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1989a). *Acta Met.* **37**, 1443.
- Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1989b). *Mater. Trans. JIM* **30**, 463.
- Tsai, A.P., Inoue, A., Yokoyama, Y., Masumoto, T. (1990). *Mater. Trans. JIM* **31**, 98.
- Tsai, A.P., Yokoyama, Y., Inoue, A., Masumoto, T. (1992). *Jpn. J. Appl. Phys.* **31**, 2530.
- Tsai, A.P., Yokoyama, Y., Inoue, A., Masumoto, T. (1993). *J. Non Cryst. Sol.* **153&154**, 327.
- Urban, K., Wollgarten M., Gratias, D., Zhang, Z. (1993). *J. Non Cryst. Sol.* **153&154**, 519.
- VanCleve, J.E., Gershenfeld, N.A., Knorr, K., Bancel, P.A. (1990). *Phys. Rev. B*, **41**, 2, 980.

- Veyssiere, P. (1996). Persönliche Mitteilung.
- Wang, N., Fung, K.K., Kuo, K.H. (1988). *Appl. Phys. Lett.*, **52**, 2120.
- Wang, R., Cheng, Y. (1987). *Mat. Sci. Forum* **22-24**, 409.
- Wang, R., Dai, M.X. (1993). *Phys. Rev. B* **47**, 15326.
- Wang, R., Feuerbacher, M., Wollgarten, M., Urban, K. (1996a). In Vorbereitung.
- Wang, R., Feuerbacher, M., Yang, W., Urban, K. (1996b). In Vorbereitung.
- Wang, R., Yang, X., Zou, W., Wang, Z., Gui, J., Jiang, J. (1994). *J. Phys. Cond. Matt.* **6**, 9009.
- Webster, G.A. (1966). *Phil. Mag.* **14**, 775.
- Weertman, J. (1957). *J. Appl. Phys.* **28**, 1185.
- Weertman, J. (1968). *Trans. ASM.* **61**, 681.
- Weller, M. (1983). *J. Phys. Paris*, C9, **12**, 63.
- Weller, M. (1996a). *J. Phys. Paris*, Paris, C7, **5**, 199.
- Weller, M. (1996b). Antrag zum DFG Schwerpunktprogramm "Quasikristalle: Struktur und physikalische Eigenschaften".
- Weller, M., Haneczok, G., Diehl, J. (1992). *Phys. Stat. Sol. (b)* **172**, 145.
- Weller, M., Li, G.Y., Zhang, J.X., Kê, T.S., Diehl, J. (1981). *Acta Met.* **29**, 1047.
- Weller, M., Török, E. (1987). *J. Phys. Paris*, C8, **12**, 371.
- Wert, C., Zener, C. (1949). *Phys. Rev.* **76**, 1169.
- Wittmann, R. (1995). *Phil. Mag. Lett.* **72**, 87.
- Wollgarten M., Bartsch, M., Messerschmidt, U., Feuerbacher, M., Rosenfeld, R., Beyss, M., Urban, K. (1995). *Phil. Mag. Lett.* **71**, 99.
- Wollgarten M., Lakner, H., Urban, K. (1993c). *J. Non Cryst. Sol.* **153&154**, 108.
- Wollgarten M., Zhang, Z., Urban, K. (1992). *Phil. Mag. Lett.* **65**, 1.
- Wollgarten, M. (1993b). Elektronenmikroskopische Untersuchungen von Defekten in ikosaedrischen Quasikristallen. Dissertation RWTH Aachen.
- Wollgarten, M., Beyss, M., Urban, K., Liebertz, H., Köster, U. (1993a). *Phys. Rev. Lett.* **71**, 549.
- Wollgarten, M., Gratias, D., Zhang, Z., Urban, K. (1991). *Phil. Mag. A* **64**, 819.
- Yan, Y. (1994). Persönliche Mitteilung.
- Yang, W., Tamura, N., Feuerbacher, M., Wang, R., Urban, K. (1996). In Vorbereitung zur Veröffentlichung.
- Yokoyama, Y., Inoue, A., Masumoto, T. (1993). *Mat. Trans. JIM* **34**, 2, 135.
- Yokoyama, Y., Miura, T., Tsai, A.P., Inoue, A., Masumoto, T. (1992). *Mater. Trans. JIM* **33**, 97.
- Yu, D.P., Baluc, N., Kléman, M. (1995). Proc. 5th Int. Conf. on Quasicrystals, Eds. Janot, C., Mosseri, R., World Scientific, Singapore, 306.
- Zener, C. (1947). *J. Appl. Phys.* **18**, 1022.
- Zeger, G., Trebin, H.-R. (1996). *Phys. Rev. B* im Druck.
- Zener, C. (1948). Elasticity and Anelasticity of Metals, Univ. of Chicago Press, Chicago.
- Zhang, Z., Urban, K. (1989). *Phil. Mag. Lett.* **60**, 97.
- Zhang, Z., Urban, K. (1990). *Phil. Mag. Lett.* **61**, 125.
- Zhang, Z., Wollgarten M., Urban, K. (1990). *Phil. Mag. Lett.* **61**, 125.
- Zumkley, Th., Mehrer, H., Freitag, K., Wollgarten, M., Tamura, N., Urban, K. (1996). *Phys. Rev. B* im Druck.

Danksagung

Ohne die Hilfe der Mitglieder des Instituts für Mikrostrukturforschung und auch anderer Institute wäre das Erstellen dieser Arbeit nicht möglich gewesen. Ich bin allen, die mich dabei unterstützen zu großem Dank verpflichtet.

Herr Professor Dr. K. Urban stellte das interessante Thema und gab mir die Möglichkeit diese Arbeit an seinem Institut durchzuführen. Vor allem aber danke ich ihm für seine ständige Bereitschaft zu (teilweise sehr langen) Diskussionen. Er hat der Arbeit durch seinen Rat und seine Hinweise viele neue Impulse verliehen, ohne mich jedoch in irgendeiner Weise einzuschränken.

Herr Dr. M. Wollgarten führte mich in das Themengebiet "Quasikristalle" ein. Ich danke ihm für seine permanente Hilfsbereitschaft und dafür, daß er mir mit seinem enormen Fachwissen ständig mit Rat und Tat zur Seite stand. Auch lasen er und Herr Dipl.-Min. Chr. Metzmacher das Manuskript dieser Arbeit Korrektur.

Ein großer Teil des Erfolges der Arbeit ist der Tatsache zu verdanken, daß für die Experimente einquasikristallines Material zur Verfügung stand. Ich danke daher ganz besonders Herrn Dipl.-Ing. M. Beyss und Herrn G. Hanke für die gute Zusammenarbeit bei der Entwicklung und Züchtung des Materials. Maßgeblich beteiligt waren hier auch Herr Dr. N. Tamura, Herr Dipl.-Phys. R. Rosenfeld und Herr Dipl.-Min. Chr. Metzmacher. Ich danke auch Frau R. Fischer und Herrn Chr. Mambor.

Die plastischen Verformungsexperimente wurden in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Herrn Professor Dr. U. Messerschmidt am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle/Saale durchgeführt. Für die hervorragende Zusammenarbeit und für die freundliche Aufnahme in Halle danke ich Herrn Dipl.-Phys. B. Baufeld, Herrn Dr. M. Bartsch, Herrn Dipl.-Phys. B. Geyer und natürlich Herrn Professor Dr. U. Messerschmidt. Diese Zusammenarbeit ging weit über das übliche Maß einer Kooperation hinaus und war geprägt von großer Herzlichkeit und Freundschaftlichkeit. Auch die Zusammenarbeit mit verschiedenen Arbeitsgruppen aus Stuttgart war sehr intensiv und fruchtbar. Die mechanische Spektroskopie wurde mit Herrn Dr. M. Weller am Max-Planck-Institut für Metallforschung durchgeführt. Ich danke ihm für die Einführung in das Thema der inneren Reibung und für viele Diskussionen. Auch Herrn Professor Dr. J. Diehl danke ich für seine Unterstützung. Theoretischen Beistand bekam ich von der Arbeitsgruppe von Herrn Professor Dr. H.-R. Trebin am ITAP der Universität Stuttgart. Ihm und vor allem auch Herrn Dr. R. Mikulla danke ich für viele Diskussionen über Plastizität und Quasikristalle im allgemeinen.

Herr Professor Dr. R. Wang und Herr Dr. W. Yang brachten die Arbeitsgruppe "Quasikristalle" während ihrer Gastaufenthalte durch ihre Arbeit und ihr eingebrachtes Wissen weiter. In diesem Zusammenhang danke ich auch Herrn Dr. Y. Yan und Herrn Dr. D. Gratias. Besonders stark geholfen haben mir die Diskussionen mit Herrn Dr. N. Tamura, dessen Fähigkeiten mich immer wieder verblüfften. Meinen (Ex-)Diplomanden und vor allem Freunden, R. Rosenfeld, Chr. Metzmacher und V. Franz danke ich für die wunderbare Zusammenarbeit und vor allem für viel Spaß.

Ich bedanke mich bei allen Mitgliedern des Instituts für Mikrostrukturforschung für die freundliche Aufnahme und die schöne Arbeitsatmosphäre. Ich möchte nicht alle Namen derer nennen, die mir geholfen haben, sondern nur den Beistand von Frau G. Wassenhoven, Frau R. Schieren, Frau D. Meertens, Frau I. Radloff, Herrn Dipl.-Ing. K.-H. Graf und Herrn Dipl.-Ing. J. Hanßen hervorheben.

Nicht zuletzt danke ich den wichtigsten Menschen aus meinem Privatleben, meinen Eltern und Frau M. Winter, bei denen ich stets Rückhalt und Unterstützung fand.

Jül-3300
November 1996
ISSN 0944-2952