

## Zur Kristallographie der Gleitverformung von Wolfram-Einkristallen im Zugversuch

Von

**O. Schob**

Aus dem Zentrallaboratorium Licht der N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken  
Eindhoven, Niederlande

Mit 9 Abbildungen

*(Eingegangen am 17. Mai 1971)*

### *The Crystallography of Tungsten Single Crystal Slip Deformation in the Tensile Test*

Strain-free tungsten single crystal tensile test specimens of various orientations were grown in an electron beam zone melting furnace using the "floating zone" method. The specimens were deformed under tension at a stretching rate of approx. 2.4 %/min in an Instron Universal Testing Machine. Stress—strain curves show a strong dependence of the mechanical behaviour of the single crystals upon crystal orientation. As the observed slip traces on the surface of the crystals could only be indexed as belonging to {110} slip planes, the critical resolved shear stress law was applied to the active {110} <111> slip systems. In view of the inconsistencies of the measured proportional-limit stresses with the expected values for the different orientations an interpretation of the orientation-dependent slip mechanism for tungsten is proposed.

Mittels einer speziellen Methode wurden spannungsfreie Wolfram-Einkristall-Zugproben verschiedener Orientierung im Elektronenstrahl-Zonenschmelzofen nach dem „floating-zone“-Verfahren hergestellt und nachfolgend auf einer Instron-Universalprüfmaschine im Zugversuch bei etwa 2,4%/Min. Dehnungsgeschwindigkeit verformt. Die erhaltenen Spannungs—Dehnungs-Diagramme zeigen eine starke Abhängigkeit des mechanischen Verhaltens der Einkristalle von der jeweiligen Kristallorientierung. Da die beobachteten Gleitspuren an der Oberfläche der Kristalle ausnahmslos als zu {110}-Ebenen gehörend indiziert werden konnten, wurde versucht, für die wirksamen {110}<111>-Gleitsysteme das kritische Schubspannungsgesetz anzuwenden. Auf Grund der auftretenden Diskrepanz zwischen den zu erwartenden und den tatsächlich gemessenen Spannungswerten bei der Proportionalitätsgrenze wird eine Interpretation des orientierungsabhängigen Abgleitverhaltens bei Wolfram gegeben.

Im Zuge verschiedener Untersuchungen über das mechanische und kristallographische Verhalten von Wolframdrähten in Glühlampen wurde auch der Modellfall des Wolframeinkristalls an Hand von Gleitmechanismen bei Zugbeanspruchung behandelt.

Messungen und Beobachtungen am verunreinigungsfreien Einkristall können nämlich als Ausgangspunkt dienen, um die Änderung von Eigenschaften bei der Einführung von Gitterbaufehlern (z. B. Korngrenzen, erzeugt durch Verformung und nachfolgende Rekristallisation) zu verfolgen, und damit die Auswirkungen bestimmter Bearbeitungen auf das Kristallverhalten abzuschätzen.

Herstellung der Einkristalle, Vorbereitung der Zugproben

Als Ausgangsmaterial wurden Stäbe von normalem, „ungedoptem“ Produktionswolfram\* verwendet, welche nach dem Sintern und Rundhämmern bei einem Durchmesser von etwa 4 mm durch Rundschleifen ohne Zentrum auf die gewünschte Dicke (entweder 2 oder 3 mm) reduziert wurden. Die Stäbe von etwa 150 mm Länge wurden in einem Elektronenstrahl-Zonenschmelzofen bei  $10^{-5}$  Torr erst ausreichend entgast und unmittelbar danach im „floating-zone“-Verfahren (vertikales Zonenschmelzen längs eines an den beiden Enden fest eingespannten Stabes) zu Einkristallen umgeschmolzen<sup>1</sup>. Die Anzahl der Zonendurchgänge spielte dabei keine allzu große Rolle, denn schon nach ein bis zwei Durchgängen mit einer „Zonengeschwindigkeit“ von 3 mm/Min. waren die meisten Stäbe monokristallin. Weitere Zonendurchgänge hatten nur noch eine etwas bessere Reinigung der Einkristalle zur Folge. Diese findet während der ersten zwei Durchgänge hauptsächlich durch Abdampfung der flüchtigen Verunreinigungen statt (bei der Schmelztemperatur des Wolframs sind dies ohnehin die meisten der üblicherweise auftretenden Verunreinigungen), während weitere Zonendurchgänge noch zusätzlich einen geringfügigen Zonenreinigungseffekt bewirken.

Der Reinheitsgrad der Einkristalle (spektrochemische Analyse, Gasextraktionsanalyse und Restwiderstandsmessungen) entsprach nach den beschriebenen Behandlungen den Erwartungen, charakterisiert durch die Abwesenheit ( $< 0,5$  ppm) aller spektrochemisch erfaßbaren Elemente, mit Ausnahme von Fe und Mo, die in Mengen von je 9 ppm nachgewiesen wurden. Die Gasextraktionsanalyse (Platinbad-Schmelze im Graphittiegel, 2500° K, He als Trägergas) zeigte Restgehalte an Kohlenstoff (20 ppm), Stickstoff (3 ppm) und Sauerstoff (5 ppm). Das Restwiderstandsverhältnis  $R_{293\text{°K}}/R_{4,2\text{°K}}$  wurde zu 7700 bestimmt, was erfahrungsgemäß einer Totalkonzentration an Fremdatomen von ungefähr 40–50 ppm entspricht.

Beim Schmelzen ohne Aufwachskeime entstanden Einkristalle verschiedener Orientierung, wobei bemerkt werden muß, daß sich alle Stabachsenrichtungen von 30 Einkristallen innerhalb eines bestimmten Gebietes im stereographischen Grunddreieck befanden, welches man als etwa 15°

---

\* Hersteller: N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Chemiewerk Maarsse, Holland („ungedopt“, ohne die in der Glühlampenindustrie üblichen Zusätze zum Wolfram, welche das Durchhängen der Glühwendeln verhindern).

breites Band zwischen  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 110 \rangle$  bezeichnen kann. Dies ist wahrscheinlich auf die Verformungstextur der rundgehämmerten Stäbe zurückzuführen, welche eine Ausrichtung der Kristallite in  $\langle 110 \rangle$ -Richtung aufweist. Außerhalb dieses Gebietes liegende Orientierungen, u. a. auch  $\langle 111 \rangle$  und die exakte  $\langle 100 \rangle$ , konnten nur durch Aufwachsen auf speziell hergestellte Keime erhalten werden. Aus Abb. 1 sind die Orientierungen der untersuchten Einkristallproben zu ersehen.

Hier muß erwähnt werden, daß die Proben für die Zugversuche nach einer speziellen Methode hergestellt wurden, die bereits von *Votava*<sup>2</sup> bei der

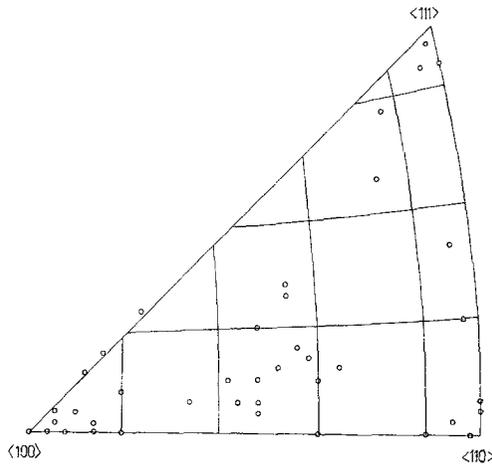


Abb. 1. Stereographisches Grunddreieck mit den Stabachsenorientierungen der Zugproben

Untersuchung der mechanischen Eigenschaften von Niob-Einkristallen angewendet wurde. Dabei wird im Elektronenstrahl-Zonenschmelzofen durch vertikale Verschiebung einer beweglichen Stabhalterung die geschmolzene Zone zu einem kugelförmigen Tropfen gedrückt, dessen Durchmesser dem zwei- bis dreifachen Stabdurchmesser entspricht. Diese Behandlung, während eines kontinuierlichen Zonendurchgangs im gewünschten Abstand wiederholt, ergibt eine hantelförmige Probe, wie sie in Abb. 2 zu sehen ist. Eine so hergestellte Probe braucht vor dem Zugversuch nicht mehr bearbeitet zu werden und bleibt daher spannungsfrei.

In allen bisher beschriebenen Zugversuchen an Wolframeinkristallen wurden Zugproben verwendet, welche durch mechanische Bearbeitungen in die geeignete Probenform gebracht wurden. Es erschien deshalb besonders interessant, für die hier berichteten Versuche erstmalig nicht bearbeitete, spannungsfreie Einkristallzugproben zu verwenden.

Die Probe wird beim Zugversuch in spezielle, kalottenförmige Fassungen eingehängt und justiert sich bei der nachfolgenden Zugbelastung selbsttätig in die axiale Zugrichtung.

Der erreichte Grad der Kristallperfektion wurde durch elektrolytisches Ätzen in *Murakami*-Ätzmittel (10 g NaOH, 10 g  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ , in 100 ml destill.  $\text{H}_2\text{O}$ ) untersucht, wobei Versetzungen auf  $\{100\}$ -,  $\{111\}$ - und  $\{112\}$ -

Ebenen sichtbar gemacht werden konnten. Es wurde eine mittlere Versetzungsdichte von  $2 \cdot 10^6$  Linien pro  $\text{cm}^2$  gemessen und die Anwesenheit einer geringen Anzahl von Subkorn Grenzen beobachtet.

An den geätzten Stäben erfolgte auch die Bestimmung der Achsenorientierung der Einkristalle, und zwar durch Messung der Winkel zwischen den maximalen Lichtreflexionen, welche auf den nicht angeätzten  $\{110\}$ -Ebenen auftritt. Zu diesem Zweck wurde der zu messende Kristallstab in

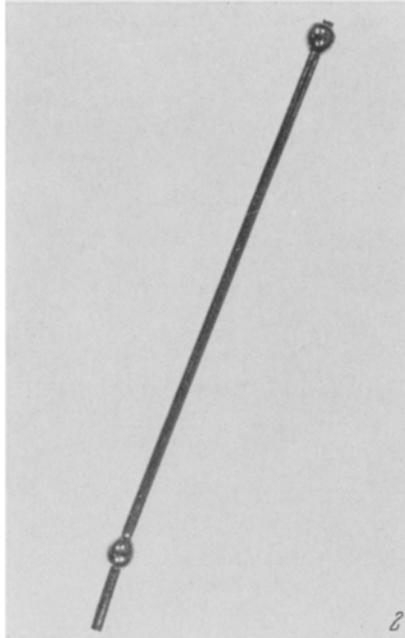


Abb. 2. Hantelförmige Wolframeinkristallprobe, hergestellt im Elektronenstrahl-Zonenschmelzofen nach dem „floating-zone“-Verfahren<sup>2</sup>

einem speziell konstruierten Zweiwinkelgoniometer mit Beleuchtungsvorrichtung vertikal aufgestellt, und mittels eines Meßfernrohres die Winkelwerte der maximalen Lichtreflexionen auf  $\pm 1^\circ$  genau bestimmt. Die so erhaltenen Winkelwerte wurden in einer stereographischen Projektion aufgetragen und daraus die Staborientierung graphisch ermittelt. Diese relativ einfache Methode wurde mehrmals mit der Laue-Rückstrahlmethode kontrolliert, wobei sich ausgezeichnete Übereinstimmung zwischen den auf verschiedene Weise erhaltenen Werten ergab.

Vor dem Zugversuch wurden die Proben entweder in verd. NaOH oder in *Murakami*-Ätzmittel elektrolytisch glattpoliert, um die Identifizierung der an der Kristalloberfläche auftretenden Gleitspuren zu ermöglichen. Die Indizierung der Gleitebenen aus den Gleitspuren erfolgte nach der Methode von *Barrett*<sup>3, 9</sup>.

Die Gleitrichtung wurde aus der Rotation der Stabachsenorientierung als Folge der Zugbeanspruchung ermittelt. Dazu wurde in verschiedenen Stadien des Zugversuches die Probe einer röntgenographischen Orientie-

rungsbestimmung unterworfen. Aus einer stereographischen Projektion der jeweiligen Orientierung war deutlich eine Verschiebung der ursprünglichen Orientierung zu ersehen.

### Zugversuchsbedingungen

Auf einer Instron-Universalprüfmaschine wurden die Einkristall-Zugproben bei 298° K bis zum Auftreten des Bruches auf Zug belastet. Die konstante Klemmbackengeschwindigkeit betrug dabei 1 mm/Min. Da die Probenlänge von 42 bis 44 mm variierte, ergibt sich eine Verformungsgeschwindigkeit von 2,3—2,4%/Min.

Allerdings muß erwähnt werden, daß bei der genannten Verformungsgeschwindigkeit nur sehr schwache und undeutliche Gleitspuren an der Oberfläche zu erkennen waren, so daß bei anderen Versuchen, bei denen nicht das Verformungsdiagramm, sondern die Erzeugung von Gleitspuren das Ziel war, die Geschwindigkeit auf das Zehnfache erhöht wurde.

### Versuchsergebnisse

Bei der Betrachtung der erhaltenen Spannungs—Dehnungs-Diagramme (Abb. 3) fällt sofort die Orientierungsabhängigkeit des mechanischen Verhaltens auf. Die drei Eckenorientierungen im stereographischen Grundreieck zeigen deutlich verschiedene Bilder.

*Die (100)-Orientierung (Abb. 3 A):* Aus der betreffenden Spannungs—Dehnungs-Kurve ist zu ersehen, daß bereits bei sehr niedrigen Spannungswerten plastische Verformung auftritt. Da bei den gewählten Versuchsbedingungen die Meßbarkeit der wahren Elastizitätsgrenze nicht gegeben war, wurde angenommen, daß der Beginn der plastischen Verformung mit dem Abbiegen der Kurve vom geraden Verlauf zusammenfällt. Die bei dieser Proportionalitätsgrenze beobachtete Spannung betrug 16 kg/mm<sup>2</sup>, wobei die an mehreren Proben gefundenen Werte nur eine geringfügige Streuung aufweisen.

Der weitere Verlauf der Kurve zeigt homogene plastische Verformung mit beträchtlicher Verfestigung, die bei Dehnungswerten von 8—10% abflacht. Bei Dehnungen von 12—16% tritt ohne sichtbare Einschnürung Bruch auf, wobei auf den Bruchflächen in den meisten Fällen Zwillingsbildung nachzuweisen ist (Abb. 4). Die Bruchspannung betrug maximal 110 kg/mm<sup>2</sup>.

*Die (111)-Orientierung (Abb. 3 F):* Im wesentlichen tritt hier der gleiche Kurventyp wie bei der (100)-Richtung auf, nur mit anderen Kennwerten: Die Proportionalitätsgrenze liegt bei 40 kg/mm<sup>2</sup>, danach erfolgt homogene plastische Verformung mit deutlich steilerem Anstieg der Verfestigung; die Bruchspannung betrug maximal 130 kg/mm<sup>2</sup> bei einer Bruchdehnung von 10—12%. Auch hier tritt Bruch ohne sichtbare Einschnürung auf, wobei die Bruchfläche entweder aus Zwillingsflächen oder aus Spaltflächen mit {100}-Orientierung besteht.

*Die (110)-Orientierung (Abb. 3 E):* Das mechanische Verhalten von Proben dieser Orientierung weicht stark von dem der beiden anderen Eckenorientierungen ab. Typisch dafür ist das Auftreten eines Streckgrenzen-effektes mit einer oberen Streckgrenzenspannung von 82 kg/mm<sup>2</sup>. Der Abfall ist deutlich, wenn auch nicht sehr groß. Anschließend daran verformt sich die Probe durch weitere Dehnung ohne Verfestigung ( $d\sigma/d\varepsilon = 0$ ) bei der Spannung der unteren Streckgrenze (81,5 kg/mm<sup>2</sup>). Nach Ausbildung einer

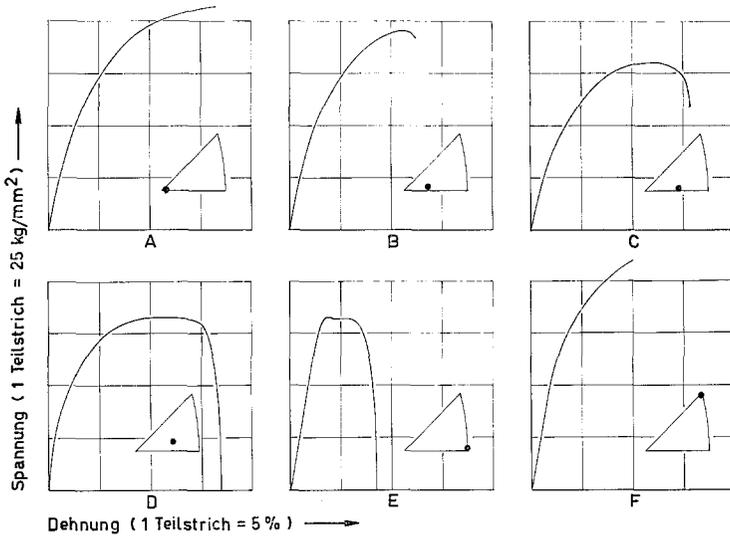


Abb. 3. Typische Spannungs—Dehnungs-Diagramme von Wolfram-Einkristallen verschiedener Orientierung



Abb. 4. Typische Bruchfläche eines  $\langle 110 \rangle$ -Wolfram-Einkristalls mit Zwillingsbildung auf  $\{112\}$  als Zwillingsfläche

Einschnürung und weiterlaufender symmetrischer Abgleitung erfolgt der Bruch mit einer scharfen Meißelschneide, welche in  $\langle 110 \rangle$ -Richtung liegt (Abb. 5). Die maximale Dehnung beträgt 6,5—8%. Beim  $\langle 110 \rangle$ -Kristall beobachtet man im Vergleich zu den anderen Eckenorientierungen den höchsten Spannungswert bei der Proportionalitätsgrenze, nämlich  $60 \text{ kg/mm}^2$ . Die obere Streckgrenze fällt nicht mit diesem Punkt zusammen, so daß eine deutliche Dehnung vor dem Eintreten des inhomogenen Fließens wahrzunehmen ist.



Abb. 5. Typischer Meißelbruch eines  $\langle 110 \rangle$ -Wolframeinkristalls, Meißelschneide in  $\langle 110 \rangle$ -Richtung

*Andere Orientierungen:* In Abb. 3 sind auch einige Zwischenorientierungen mit den dabei auftretenden Übergangsformen des Spannungs—Dehnungs-Diagramms aufgenommen. Dabei ist vor allem der Fall (Abb. 3 D) interessant, bei dem das erste Stadium der Verformung dem Verhalten des  $\langle 100 \rangle$ -Kristalls entspricht, während das zweite Stadium bis zum Auftreten des Bruches ähnlich wie beim  $\langle 110 \rangle$ -Kristall verläuft. Die im Beginn homogene plastische Verformung mit Verfestigung endet hier nicht in einem Spalt- oder Zwillingsbruch, sondern geht bei einer bestimmten Spannung über in eine Verformung durch symmetrische Abgleitung, die letztlich zur Bildung einer Meißelschneide führt.

Ein ähnliches Verhalten wurde bei mehreren Proben beobachtet, wobei die ursprüngliche Achsenorientierung innerhalb eines Umkreises von nicht mehr als  $20^\circ$  um die  $\langle 110 \rangle$ -Richtung lag. In allen beobachteten Fällen dieser Art trat der Übergang von Verfestigung zu inhomogenem Fließen bei einer Spannung von etwa  $82 \text{ kg/mm}^2$  auf.

### Diskussion der Versuchsergebnisse

Grundsätzlich kann angenommen werden, daß Abgleitung in Metallen auf den dichtest besetzten kristallographischen Ebenen in der dichtest besetzten kristallographischen Richtung stattfindet.

Im Gegensatz zur Einhelligkeit, mit der  $\langle 111 \rangle$  als die bei Wolfram wirksame Gleitrichtung bestimmt wurde, bestehen über die wirksamen Gleitebenen noch einander widersprechende Aussagen. Prinzipiell sind die bei Wolfram möglichen Gleitsysteme, die  $\langle 111 \rangle$  als Gleitrichtung enthalten:  $\{110\}\langle 111 \rangle$ ,  $\{112\}\langle 111 \rangle$  und  $\{123\}\langle 111 \rangle$ .

In einigen Arbeiten wurden bei Raumtemperatur  $\{110\}$  und  $\{112\}$  als aktive Gleitebenen festgestellt<sup>3, 4</sup>; nach anderen Autoren tritt jedoch die  $\{112\}$ -Ebene erst im Temperaturbereich oberhalb  $700^\circ \text{K}$  in Erscheinung<sup>5</sup>; bei noch höherer Temperatur ( $> 1660^\circ \text{K}$ ) wurden auch  $\{123\}$ -Gleitebenen beobachtet<sup>6</sup>. Über die Gleitung bei tieferen Temperaturen ( $< 200^\circ \text{K}$ ) besteht mehr Übereinstimmung; hier wurde bisher nur das  $\{110\}\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem festgestellt.

Es kann deshalb als erwiesen gelten, daß im Falle des Wolframs die von *Andrade* und *Chow*<sup>7</sup> aufgestellte Relation nicht gilt, welche für *krz.* Metalle einen Zusammenhang zwischen der relativen Versuchstemperatur  $T/T_{sm}$  und der wirksamen Gleitebene voraussagt (Tab. 1).

Tabelle 1

$T/T_{sm}$	$T$ (für Wolfram)	wirksame Gleitebene
0,08—0,24	295—885° K	$\{112\}$
0,25—0,50	921—1842° K	$\{110\}$
$> 0,50$	$> 1842^\circ \text{K}$	$\{123\}$

( $T$  = Versuchstemperatur,  $T_{sm}$  = Schmelztemperatur des Metalles.)

Offenbar befindet man sich bei Raumtemperatur in einem Übergangsbereich, in dem die Auswahl der wirksamen Gleitebene nicht allein durch die Temperatur, sondern auch durch andere Faktoren, wie z. B. den Reinheitsgrad des Metalles, bestimmt wird. Daraus könnte die Nichtübereinstimmung der Ergebnisse verschiedener Arbeiten als Folge unterschiedlicher Herstellungsbedingungen des Versuchsmaterials gedeutet werden.

In den hier beschriebenen Versuchen konnte an Hand der deutlich sichtbaren Gleitspuren nur Abgleitung auf  $\{110\}$ -Ebenen festgestellt werden (Abb. 6 und 7). Im Gegensatz zu anderen Untersuchungen wurde demnach auch keine Orientierungsabhängigkeit des wirksamen Gleitsystems beobachtet<sup>8</sup>.

Dieses Ergebnis müßte bedeuten, daß für jede untersuchte Probenorientierung der Beginn der Abgleitung jeweils auf denjenigen  $\{110\}\langle 111 \rangle$ -Gleitsystemen einsetzt, die den günstigsten *Schmid*-Faktor besitzen,

d. h. wo die wirkende Schubspannung maximale Werte erreicht. Das sind im Falle der  $\langle 100 \rangle$ -Orientierung 4 Gleitebenen mit je 2 Gleitrichtungen, für welche ein *Schmid*-Faktor von 0,4081 errechnet werden kann; im Falle der  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung 4 Gleitebenen mit je einer Gleitrichtung (*Schmid*-Faktor 0,4083) und für die  $\langle 111 \rangle$ -Orientierung 3 Gleitebenen mit je 2 Gleitrichtungen, bei einem *Schmid*-Faktor von 0,2727.

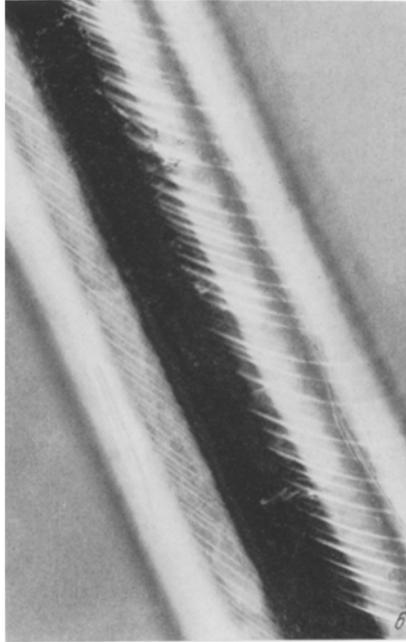


Abb. 6. Gleitspuren der Indizierung  $\{110\}$  auf einem  $\langle 921 \rangle$ -Wolfram-Einkristall

Beim Vergleich der  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen fällt auf, daß der *Schmid*-Faktor praktisch gleich groß ist, d. h. für diese beiden Staborientierungen müßte man auch ungefähr die gleiche Proportionalitätsgrenze erwarten. Die tatsächlich gefundenen Werte zeigen jedoch eine erhebliche Diskrepanz, nämlich  $16 \text{ kg/mm}^2$  für  $\langle 100 \rangle$ , wogegen für die  $\langle 110 \rangle$ -Richtung  $60 \text{ kg/mm}^2$  gefunden wurde.

Da kein Grund zur Annahme vorliegt, daß Wolfram nicht dem kritischen Schubspannungsgesetz gehorchen soll, muß eine anderweitige Erklärung für die beobachtete Diskrepanz gesucht werden.

Wenn man an relativ steifen Materialien — und Wolfram hat einen Elastizitätsmodulus von etwa  $40\,000 \text{ kg/mm}^2$  — mit normalen Prüfmaschinen Messungen im elastischen Bereich vornimmt, sind die Ergebnisse immer problematisch, weil durch die Nachgiebigkeit des Kraftübertragungsmechanismus eine Verfälschung der Spannungs- und

Dehnungswerte auftritt. Auch im vorliegenden Fall erhält man, wie aus den Kurven der Abb. 3 zu ersehen ist, zu niedrige Werte für den Elastizitätsmodulus von Wolfram. Dennoch kann der beobachtete große Unterschied in den Spannungswerten nicht aus dem Beitrag der Prüfmaschine erklärt werden.

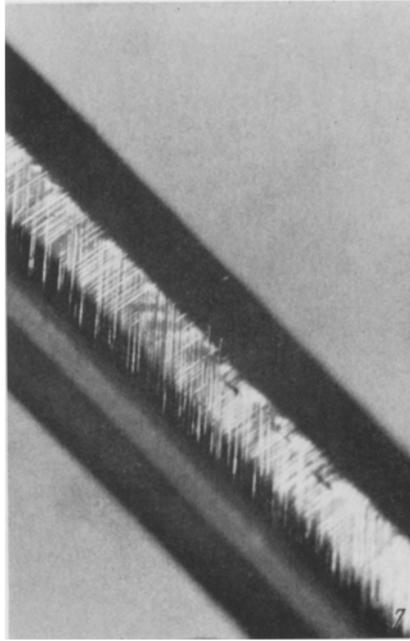


Abb. 7. Gleitspuren der Indizierung  $\{110\}$  auf einem  $\langle 111 \rangle$ -Wolfram-Einkristall

Es ist naheliegend anzunehmen, daß der tatsächliche Beginn der Abgleitung nicht erst bei der Proportionalitätsgrenze auftritt, sondern schon bei viel kleineren Spannungswerten. Aus bereits erwähnten Gründen kann mit der hier benützten Prüfmaschine die wahre Elastizitätsgrenze nicht bestimmt werden. Dies ist nur mit einer speziellen, sehr steifen Zugvorrichtung möglich, die außerdem noch Dehnungsmessungen in der Größenordnung von 0,0001% zulassen müßte, z. B. mit einem Extensometer.

Ohne den Ergebnissen zukünftiger Untersuchungen vorgreifen zu wollen, muß hier doch noch auf das grundsätzlich verschiedene Verhalten vor allem der  $\langle 110 \rangle$ -Kristalle gegenüber den beiden anderen Eckenorientierungen eingegangen werden. Nimmt man an, daß die Elastizitätsgrenze bei kleineren Spannungen als  $5 \text{ kg/mm}^2$  liegt, dann bleibt noch der gerade Anstieg der Spannungs—Dehnungs-Kurve beim  $\langle 110 \rangle$ -Kristall bis zum Spannungswert von  $60 \text{ kg/mm}^2$  zu erklären.

Es wurde bereits durch *Brown* und *Ekvall*<sup>10</sup> bei Messungen der Streckgrenze von hochreinem Eisen darauf hingewiesen, daß im Bereich der Mikrodehnung Versetzungsbewegungen stattfinden, die makroskopisch nicht detektierbar sind. Die genannten Autoren unterscheiden dann auch bei einer idealisierten Spannungs—Dehnungs-Kurve für *krz.* Metalle drei signifikante Gebiete vor dem Auftreten der makroskopisch detektierbaren Streckgrenze (Abb. 8).

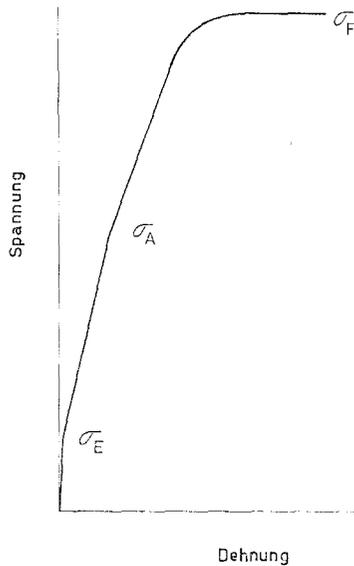


Abb. 8. Idealisierte Spannungs—Dehnungs-Kurve für kubisch raumzentrierte Metalle (nach *Brown* und *Ekvall*<sup>10</sup>)

Das erste Gebiet ist rein elastisch und wird begrenzt durch  $\sigma_E$ , die Spannung bei der wahren Elastizitätsgrenze. Diese wird bereits bei sehr kleinen Dehnungswerten erreicht, welche nur mit sehr verfeinerten Methoden gemessen werden können.

Das zweite Gebiet erstreckt sich von der Elastizitätsgrenze bis zur sogenannten Anelastizitätsgrenze (Spannung  $\sigma_A$ ). Der Kurvenverlauf in diesem Gebiet ist linear. Bei der Spannung  $\sigma_E$  beginnt die Bewegung von Stufenversetzungen. Es handelt sich hierbei um eine anelastische, konservative Bewegung von Stufenversetzungen innerhalb des vorhandenen Versetzungsnetzwerkes. Aus Messungen bei Belastungs—Entlastungs-Zyklen mit jeweils zunehmender Belastung kann man den Übergang vom elastischen in den anelastischen Bereich feststellen. Der Beginn der Versetzungsbewegung äußert sich dabei durch Ausbildung einer schmalen Hysteresis-Schleife in der Spannungs—Dehnungs-

Messung. Diese Schleife stellt den Energieverlust dar, welcher bei der Versetzungsbewegung auftritt.

Das dritte Gebiet beginnt bei  $\sigma_A$  und kann als Beginn der plastischen Verformung betrachtet werden. Bei dieser Spannung beginnt die Bewegung der Schraubenversetzungen, wodurch das Material eine Verformungsverfestigung erleidet, bis bei Erreichen der Fließspannung  $\sigma_F$  das makroskopisch sichtbare Fließen beginnt.

Bei den von *Brown* und *Ekvall* durchgeführten Messungen an Proben von polykristallinem Eisen war die Verformungsverfestigung so stark, daß in einem normalen Spannungs—Dehnungs-Diagramm das Gebiet zwischen  $\sigma_A$  und  $\sigma_F$  wegen des praktisch linearen Verlaufs nicht vom anelastischen und elastischen Gebiet unterschieden werden konnte.

Wenden wir die Betrachtungen der oben genannten Autoren auf den Fall der Wolfram-Einkristalle an, so kommen wir zu folgender Interpretation der Orientierungsabhängigkeit des Abgleitverhaltens:

Wenn überhaupt vorhanden, so dürfte bei der  $\langle 100 \rangle$ - und der  $\langle 111 \rangle$ -Orientierung das anelastische Gebiet nur sehr klein sein. Bei genügend verfeinerter Messung kommt man sehr wahrscheinlich zu Spannungswerten für  $\sigma_A$ , welche auf Grund des relativ großen Unterschieds im *Schmid*-Faktor für die aktiven  $\{110\}\langle 111 \rangle$ -Gleitsysteme bei den beiden genannten Orientierungen den nur graduellen Unterschied im Abgleitverhalten zur Genüge erklären. Dadurch ergeben sich bei der  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 111 \rangle$ -Richtung auch weitgehend normale Spannungs—Dehnungskurven.

Anders liegt der Fall bei der  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung. Hier tritt offenbar nach der Erreichung der Anelastizitätsgrenze, die theoretisch denselben Spannungswert wie bei der  $\langle 100 \rangle$ -Orientierung aufweisen muß, eine so starke Verformungsverfestigung auf, daß zumindest der Beginn dieses Verfestigungsbereiches praktisch linear verläuft. Dadurch kommt man bei der Interpretation der makroskopischen Spannungs—Dehnungskurve zur Annahme eines viel zu hohen Spannungswertes für den Beginn der plastischen Verformung.

Obwohl die hier verwendeten Wolfram-Einkristalle als hochrein zu bezeichnen sind, könnten die analytisch gefundenen Restgehalte an interstitiell eingebauten Verunreinigungen einen nicht zu vernachlässigenden Einfluß auf die Verfestigung ausüben. Die Interaktion von Schraubenversetzungen mit interstitiellen Fremdatomen nach dem von *Cottrell* und *Bilby*<sup>11</sup> vorgeschlagenen Mechanismus müßte im Fall des  $\langle 110 \rangle$ -Kristalls allerdings noch von einem Orientierungsabhängigen, durch die Lage des Kristallgitters bedingten Mechanismus überlagert werden.

Diese letztere Möglichkeit erscheint plausibel, wenn man bedenkt, daß bei der  $\langle 110 \rangle$ -Achsenorientierung nur 4 aktive Gleitsysteme zur Verfügung stehen, während dies 6 bei der  $\langle 111 \rangle$ - und 8 bei der  $\langle 100 \rangle$ -Orientie-

rung sind. Außerdem ist die geometrische Verteilung der  $\langle 111 \rangle$ -Gleitrichtungen auf die vorhandenen  $\{110\}$ -Gleitebenen bei der  $\langle 110 \rangle$ -Achsenorientierung wesentlich ungünstiger als bei den anderen Eckenorientierungen. Im ersten Fall sind nur 2 Gleitrichtungen vorhanden (gegenüber 3 bzw. 4 bei den beiden anderen Fällen) und diese müssen außerdem noch von je 2 Gleitebenen gemeinsam benützt werden. Das bedeutet eine erhebliche Reduzierung der Möglichkeiten für eine Quergleitung von Schraubenversetzungen, welche bei der  $\langle 111 \rangle$ - und  $\langle 100 \rangle$ -Richtung in reichlichem Maße vorhanden sind. Es ist bekannt<sup>12</sup>, daß bei Raumtemperatur Schraubenversetzungen wenig Neigung zum Wechsel der Gleitebene zeigen. Genau das wird aber von ihnen verlangt, wenn sich ein  $\langle 110 \rangle$ -Kristall durch Quergleitung homogen plastisch deformieren soll. Bei der  $\langle 111 \rangle$ - und  $\langle 100 \rangle$ -Richtung kann dagegen die Quergleitung ganz einfach durch Wechsel der Gleitrichtung in derselben Gleitebene zustande kommen, was schon bei viel kleineren Spannungen auftreten kann. Diese Vorstellungen werden auch durch den mikroskopischen Befund der Oberflächen der deformierten Kristalle bestätigt. Während  $\langle 111 \rangle$ - und  $\langle 100 \rangle$ -Kristalle reichlich Gleitspuren aufweisen, und meist noch von drei oder vier verschiedenen Gleitsystemen, ist an der Oberfläche von  $\langle 110 \rangle$ -Kristallen im allgemeinen keine Gleitspur zu entdecken, sondern nur eine undeutliche wellenartige Abweichung von der ursprünglich vorhandenen Oberflächenglätte zu beobachten. Nur in unmittelbarer Nähe des Meißelbruches sind Gleitspuren zu entdecken, welche von der inhomogenen Verformung durch Fließen stammen (Abb. 9).

Es ergibt sich also folgendes Bild: Nach Überschreiten der (relativ niedrig liegenden) Anelastizitätsgrenze tritt bei  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 111 \rangle$ -Kristallen sehr bald Quergleitung von Schraubenversetzungen auf, wodurch der Kristall eine Verformungsverfestigung erleidet. Mit zunehmender Bildung von neuen Versetzungen nimmt der Verfestigungsgrad ab, bis die zur Ausbildung eines Spaltbruches notwendige Spannung erreicht wird. In manchen Fällen kann durch Zwillingsbildung schon früher eine Bruchinitiation stattfinden. Dies geht jedoch über den Rahmen dieser Arbeit hinaus und soll deshalb auch hier nicht weiter erörtert werden.

Bei der  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung findet im ersten Bereich der Verfestigungsstufe zwischen  $\sigma_A$  und  $\sigma_F$  die Verfestigung mit einem so hohen Grad statt, daß ein linearer Kurvenverlauf resultiert. Die Kurve weicht erst knapp vor Erreichen der oberen Streckgrenze von der Linearität ab; dies ist wahrscheinlich die quasihomogene Verformung, die zu den oben erwähnten wellenförmigen Oberflächenunebenheiten führt. Schließlich wird bei der oberen Streckgrenze eine genügend hohe Spannung erreicht, um die aufgestauten Versetzungen an einer Stelle von besonders hoher Spannungskonzentration zum Abgleiten zu bewegen. Nach der Initiation des Abgleitvorganges kann auf Grund der Kristallgeometrie die Ver-

setzungsbewegung ohne weitere Energiezufuhr bei konstanter Fließspannung bis zur Trennung des Kristalls fortschreiten.

Andere Orientierungen innerhalb des stereographischen Dreiecks zeigen je nach ihrer Lage ein Verhalten vom Typ der  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 111 \rangle$ -Orientierung, oder aber eine Kombination des eben erwähnten Kurven-

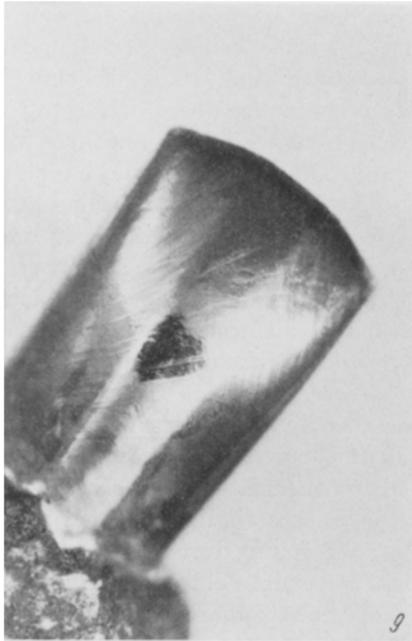


Abb. 9. Gleitspuren der Indizierung  $\{110\}$  in der Nähe des Meißelbruchs auf einem  $\langle 110 \rangle$ -Wolfram-Einkristall

typs mit dem der  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung. Im ersteren Fall endet die plastische Verformung mit einem Spalt- oder Zwillingsbruch nach Ausbildung einer stärkeren oder schwächeren Einschnürung. Im letzteren Fall — und dies tritt bei Kristallen mit der Achsenorientierung innerhalb eines Abstandes von  $20^\circ$  von der  $\langle 110 \rangle$  auf — nähert sich die Achsenorientierung im Zuge ihrer Wanderung nach der Gleitrichtung so sehr der  $\langle 110 \rangle$ , daß die symmetrisch liegenden Gleitsysteme dieser Eckenorientierung in Aktion treten können und zu einem Meißelbruch führen. Es ist dann auch bemerkenswert, daß das Spannungsplateau, bei dem diese Abgleitung stattfindet, stets zwischen  $81$  und  $82 \text{ kg/mm}^2$  liegt, was der Fließspannung für die  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung gleichkommt.

Die hier gegebene Interpretation des Abgleitverhaltens in Wolfram-Einkristallen soll noch durch weitere Versuche bei verschiedenen

Temperaturen und Messungen mit verfeinerten Methoden eine mehr quantifizierte Bestätigung erhalten.

Für die wertvolle technische und experimentelle Mitarbeit bin ich den Herren *W. Vrieze* und *W. van Hoorn* sehr zu Dank verpflichtet, Herrn Dr. *C. W. Berghout* danke ich für anregende Diskussionen.

### Literatur

- <sup>1</sup> *A. Calverley, M. Davis* und *R. Lever*, *J. Sci. Instr.* **34**, 142 (1957).
- <sup>2</sup> *E. Votava*, *Phys. stat. sol.* **5**, 421 (1964).
- <sup>3</sup> *H. W. Schadler*, *Trans. AIME* **218**, 649 (1960).
- <sup>4</sup> *R. G. Garlick* und *H. B. Probst*, *Trans. AIME* **230**, 1120 (1964).
- <sup>5</sup> *F. S. Goucher*, *Phil. Mag.* **48**, 800 (1924).
- <sup>6</sup> *J. L. Taylor*, *Trans. AIME* **236**, 464 (1966).
- <sup>7</sup> *E. N. da C. Andrade* und *Y. S. Chow*, *Proc. Roy. Soc. A* **175**, 290 (1940).
- <sup>8</sup> *A. S. Argon* und *S. R. Maloof*, *Acta Met.* **14**, 1449 (1966).
- <sup>9</sup> *C. S. Barrett* und *T. B. Massalski*, *Structure of Metals*, S. 44. New York: McGraw-Hill. 1966.
- <sup>10</sup> *N. Brown* und *R. A. Ekvall*, *Acta Met.* **10**, 1101 (1962).
- <sup>11</sup> *A. H. Cottrell* und *B. A. Bilby*, *Proc. Phys. Soc. A* **62**, 49 (1949).
- <sup>12</sup> *A. S. Keh*, *United States Steel Research Report* Nr. 908 (1960).