

Zur röntgenographischen Ausmessung des Verzerrungsfeldes einzelner Versetzungen

Von U. BONSE, E. KAPPLER und F. J. SIMON

Physikalisches Institut der Universität Münster

(Z. Naturforsch. **14** a, 1079–1080 [1959]; eingeg. am 4. November 1959)

Das Verzerrungsfeld, welches mit einer einzelnen Versetzung verknüpft ist, kann mit der Doppelkristallmethode^{1, 2} röntgenographisch abgebildet werden. Hierbei bewirken die Verzerrungen je nach ihrem Vorzeichen eine örtliche Zu- oder Abnahme der doppelt reflektierten RÖNTGEN-Strahlung. Mit ihr wird eine photographische Platte, die in geringem Abstand von der Probe parallel zu ihrer Oberfläche sich befindet, belichtet. Auf der Platte kommt so ein „Abbild“ der Verzerrungen in der Umgebung der einzelnen Versetzungslinie zustande. Der Abbildungsmaßstab ist hierbei etwa 1 : 1. Auf diese Weise wird nicht nur die Versetzung überhaupt sichtbar³, sondern man kann hoffen, darüber hinaus quantitativen Aufschluß über das die einzelnen Versetzungen umgebende Feld der Gitterverzerrungen zu gewinnen, das man dann mit den Aussagen der Versetzungstheorie vergleichen kann. Mit dieser Zielsetzung wurde die vorliegende Untersuchung gemacht. Die Abb. 1* zeigt einige Beispiele derartiger RÖNTGEN-Aufnahmen mit etwa 150-facher lichteoptischer Nachvergrößerung. Es handelt sich um Versetzungen in Ge-Einkristallen. Einige Versetzungslinien verlaufen nahezu parallel zur Oberfläche (Striche im Bild). Außerdem ist in Abb. 1 d eine Kleinwinkelkorngrenze zu sehen.

Zur quantitativen Erfassung des elastischen Verzerrungsfeldes, das in günstigen Fällen eine nachweisbare Ausdehnung bis zu 40 μ hat, ist eine reproduzierbare Photometrierung der Aufnahmen Voraussetzung. Dies gelingt bei Verwendung besonders hoch auflösender Emulsionen. Für die Photometrierung eignen sich besonders solche Versetzungslinien, die über eine Länge von 10–100 μ oder mehr parallel zur Oberfläche verlaufen. Derartige Linien werden in Ge-Kristallen mit (111)-Oberflächen bevorzugt in (110)-Richtungen beobachtet. Zur Messung der Schwärzung wurde ein registrierendes Mikrophotometer mit Multiplier als Lichtstrommesser entwickelt, das mit einer effektiven Spaltabmessung auf der Photoschicht von 0,3–0,6 μ Breite und 10–60 μ Länge arbeitet. Es lassen sich verschiedene Linien„typen“ unterscheiden. Abb. 2 bringt zwei Beispiele.

Die Verzerrungen ergeben sich aus der Intensitätsmessung auf Grund der Tatsache, daß – wie an anderer Stelle dargelegt² – unter vereinfachenden Annahmen zwischen der Intensitätsänderung und der sog. kombinierten Verzerrung $\delta = \delta_d + \cotg \Theta \cdot \delta\theta$ Proportionalität besteht. Hierbei wird die Verzerrung als Überlage-

rung der relativen Gitterkonstantenänderung δ_d und der Orientierungsänderung $\delta\theta$ der reflektierenden Netzebenenchar aufgefaßt. Θ ist der BRAGGSche Winkel.

Der genannte Zusammenhang zwischen Intensität und Verzerrung bietet eine Möglichkeit, theoretische Verzerrungen, die bei Anwendung der linearen Elastizitätstheorie⁴ erhalten werden, mit den aus der gemessenen

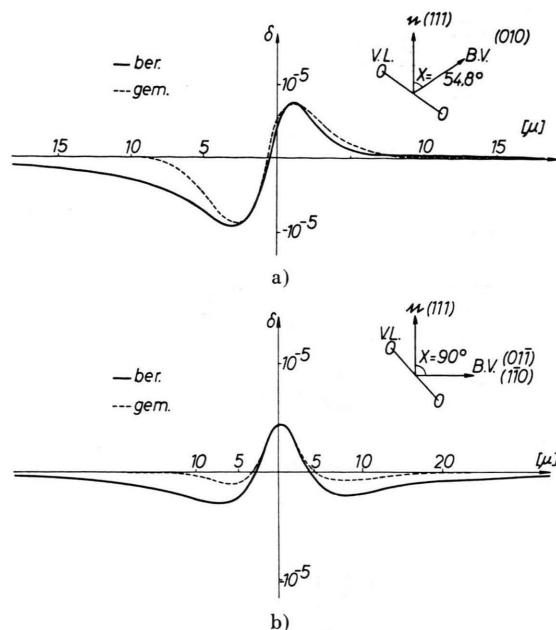


Abb. 2. Vergleich von berechneten Profilen der Verzerrung δ mit Photogrammen der RÖNTGEN-Intensität einzelner Linien. Die Ordinaten der Photogramme sind willkürlich normiert. a) Rechnung für den Fall, daß Stufenkomponente des BURGERS-Vektors einen Winkel von 54,8° mit der Oberflächennormalen bildet. Das Photogramm gehört zur langen Linie in Abb. 1 b. b) BURGERS-Vektor senkrecht zu Oberfläche; Photogramm von einer anderen, nicht abgebildeten Linie.

Intensitätsverteilung erschlossenen zu vergleichen. Demgemäß wurde δ für Versetzungen parallel zur (111)-Oberfläche eines Ge-Kristalls für den (444)-Reflex und CuK α -Strahlung theoretisch berechnet. Wie aus anderen Messungen hervorgeht, trägt zur Abbildung nur eine sehr dünne Oberflächenschicht des Kristalls bei. Man erhält daher eine sehr gute Näherung, wenn δ zunächst nur für die Oberfläche betrachtet wird. Die Rechnung ergibt, daß für Versetzungen parallel zur Oberfläche, wenn diese gleichzeitig reflektierende Netzebene ist, eine etwaige Schraubenkomponente keinen Beitrag zu δ liefert. Reine Schraubenversetzungen sind also in diesem Falle völlig unsichtbar. δ ist umgekehrt proportional dem Abstand a der Linie unter der Oberfläche. Ferner

¹ U. BONSE u. E. KAPPLER, Z. Naturforsch. **13** a, 348 [1958].

² U. BONSE, Z. Phys. **153**, 278 [1958].

³ Zur Sichtbarmachung von Versetzungen mit RÖNTGEN-Strahlung s. auch A. R. LANG, J. Appl. Phys. **29**, 597 [1958]; J. B. NEWKIRK, Phys. Rev. **110**, 1465 [1958]; G. BORMANN,

W. HARTWICH u. H. IRMLER, Z. Naturforsch. **13** a, 423 [1958];

H. BARTH u. R. ROSEMAN, Z. Naturforsch. **13** a, 792 [1958].

* Abb. 1 a–d auf Tafel S. 1038 d.

⁴ W. T. READ, Dislocation in Crystals, McGraw Hill, Book Comp. Inc., New York 1953, S. 158.



weitet sich das „Profil“ von δ proportional mit a aus, d. h. Linien, die tiefer unter der Oberfläche liegen, ergeben weiter voneinander entfernt liegende Extrema für δ . Dieser Umstand ermöglicht es, u. U. aus den Photogrammen a zu bestimmen.

Zum Vergleich der gemessenen Verzerrungen mit den theoretischen muß die Orientierung der Versetzungslinie, sowie ihr BURGERS-Vektor bzw. dessen Stufenkomponente bekannt sein. Der BURGERS-Vektor ist aber aus den Aufnahmen nicht unmittelbar zu entnehmen. Aus dem Profiltyp läßt er sich aber in manchen Fällen mit großer Wahrscheinlichkeit bestimmen, da bekanntlich die Auswahl der in Frage kommenden BURGERS-Vektoren sehr beschränkt ist. Abb. 2 zeigt z. B. 2 der beobachteten Profile (gestrichelte Kurven), dazu 2 theoretische (ausgezogene Kurven) *. Die der Rechnung zugrunde liegenden Versetzungen haben beide (101)-Richtung. Sie unterscheiden sich lediglich hinsichtlich der Orientierung der Stufenkomponente des BURGER-Vektors relativ zur Oberflächennormalen n . [Die Orientierung des BURGERS-Vektors ist festgelegt durch den Winkel χ (s. Abb. 2).] In Abb. 2 a hat der BURGERS-Vektor (010)-Richtung, in Abb. 2 b (011)- bzw. (110)-Richtung. Die Unterschiede im Profil sind deutlich, und die qualitative Übereinstimmung mit dem Photogramm ist erkennbar.

Alle sonst noch gemessenen Profiltypen lassen sich

prinzipiell ihrer Form nach aus der theoretischen Formel für δ herleiten. Es ist noch nicht geprüft, ob man für diese Herleitung mit der Annahme sonst üblicher BURGERS-Vektoren [z. B. (100) bzw. $\frac{1}{2}$ (110)] auskommt oder ob ungewöhnliche BURGERS-Vektoren angenommen werden müssen.

Im Quantitativen ergeben sich allerdings — wie erwähnt — wesentliche Abweichungen. Diese sind manchmal noch größer, als es bei den hier wiedergegebenen Profilen der Fall ist. Ursache hierfür ist wohl in erster Linie eine nicht immer exakte Justierung auf der Mitte der Flanke der Rocking-Kurve². Diese Justierung ist notwendige Voraussetzung für den skizzierten Zusammenhang zwischen Intensität und Verzerrung. Darüber hinaus kann verminderte primäre Extinktion infolge der zunehmenden Verzerrung in der Nähe des Versetzungskernes eine Rolle spielen. Ferner muß noch die endliche Eindringtiefe berücksichtigt werden. Außerdem liegt den Rechnungen die Annahme eines elastisch isotropen Gitters zugrunde. Zur genaueren Klärung sind noch weitere Untersuchungen notwendig.

Eine ausführliche Darstellung wird an anderer Stelle gegeben werden.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Bereitstellung von Geräten.

* Die Ordinaten der gemessenen Profile sind willkürlich so normiert, daß beste Übereinstimmung erzielt wurde. Tatsächlich sind die gemessenen Verzerrungen nur etwa halb

so groß wie dargestellt. Hierzu vergleiche das weiter unten Gesagte.

Über den Zusammenhang der Vielkristalldehnungskurve mit den Einkristalldehnungskurven bei Aluminium

VON P. DERNER UND E. KAPPLER

Physikalisches Institut der Universität Münster
(Z. Naturforsch., 14 a, 1080—1081 [1959]; eingeg. am 4. November 1959)

Das in der Überschrift genannte Problem besteht aus 2 Fragen.

1. Die Einkristallkurven sind orientierungsabhängig. Gibt es eine mittlere Einkristallkurve, mit der sinnvoller Weise die Vielkristallkurve in Verbindung zu bringen ist und — wenn ja — nach welcher Gewichtsfunktion ist diese Mittelung über die verschiedenen Orientierungen zu bilden?

2. Läßt sich eine Vorschrift angeben, nach der man aus der mittleren Einkristallkurve die Vielkristallkurve berechnen und ableiten kann? Gilt z. B. eine Beziehung, wie sie von TAYLOR¹ angenommen worden ist, wonach die Fließspannung σ_V des Vielkristalls für alle Dehnungswerte durch einen konstanten Faktor aus derjenigen der mittleren Einkristallkurve σ_E ableitbar ist oder werden die Verhältnisse durch den Ansatz von KOCHEN-

DÖRFER² besser beschrieben, nach dem σ_V von σ_E um ein konstantes additives Glied σ_S (Spannungsverfestigung) verschieden ist oder sind kompliziertere Ansätze notwendig?

Die erste Frage soll hier nicht entschieden werden. Dann läßt sich natürlich auch die zweite Frage nicht vollständig beantworten. Immerhin sind auch ohne eine Lösung der ersten Frage bemerkenswerte Zusammenhänge zwischen dem plastischen Verhalten des Vielkristalls und des Einkristalls feststellbar. Im folgenden wird über Messungen der Vielkristalldehnungskurve bei verschiedenen Temperaturen an Proben aus technisch reinem Aluminium (99,5% Al) und Raffinal (99,99% Al) von verschiedener Korngröße (von 0,05 mm bis 5 mm ϕ) berichtet.

Es sei zunächst an die Besonderheiten der Einkristalldehnungskurven der kubisch-flächenzentrierten Metalle erinnert. Bei allen Orientierungen treten mehr oder weniger stark ausgeprägt 3 Bereiche auf: Der lineare Bereich I mit geringer Verfestigung („easy-glide-Bereich“ mit Einfachgleitung); der lineare Bereich II mit starkem, aber temperaturunabhängigem Verfestigungsanstieg (Einfachgleitung, jedoch unter Beteiligung latenter Gleitsysteme, die Hindernisse für das Hauptgleitsystem bilden); der stark temperaturabhängige Bereich III mit abnehmendem Verfestigungsanstieg (durch thermisch aktivierte Quergleitung wird stärkeres Gleiten ermöglicht).

¹ G. J. TAYLOR, J. Inst. Met. 62, 307 [1938].

² A. KOCHENDÖRFER, Plastische Eigenschaften von Kristallen, Springer-Verlag, Berlin 1941.