

den (400)-Reflexen streut, hat nicht nur die beschriebene Intensitätsmodulation zur Folge, sondern sie gestattet auch, die Dicke der Glimmerschichten leicht zu berechnen.

Die Formel

$$N_{\varepsilon}/N = \sin^2[\pi(D/d)n\varepsilon]/[\pi(D/d)n\varepsilon]^2$$

beschreibt nämlich — nach der geometrischen Theorie, die hier als Näherung ausreicht — die Energieverteilung im reflektierten Strahl als Funktion des Winkels  $\varepsilon$ , der die Abweichung von der durch  $\vartheta$  in der Formel

$$n\lambda = 2d \sin \vartheta/2$$

definierten BRAGG-Richtung angibt, ( $N$ : Zahl der Elektronen bei Streuung unter dem BRAGG-Winkel,  $N_{\varepsilon}$ : bei Streuung unter einem um den Betrag  $\varepsilon$  abweichenden Winkel,  $D$ : Dicke des Präparates,  $d$ : Netzebenenabstand;  $n$ : Ordnung der Interferenz.) Das erste Nebenmaximum tritt auf für

$$\pi(D/d)n\varepsilon = 4,37.$$

$\varepsilon$  ist nun in diesem Fall

$$(\vartheta_{400} - \vartheta_{200})/2 = \vartheta_{200}/2 = 0,0081,$$

<sup>6</sup> H. HASHIMOTO, T. NAIKI u. M. MANNAMI, IV. Internat. Kongr. f. Elektr.-Mikr. Berlin 1958, S. 331 (1960).

da  $d_{200} = 2,58 \text{ \AA}$  und  $\lambda = 0,0418 \text{ \AA}$ . Mit diesen Werten ergibt sich  $D = 440 \text{ \AA}$ .

Wie die Abb. 3 und andere derartige Moiré-Bilder zeigen, ist Glimmer über relativ große Gebiete frei von Versetzungen. Das legt nahe, diesen Stoff als fehlerfreie Vergleichssubstanz nach der beschriebenen Methode mit anderen geeigneten Materialien zu kombinieren und dadurch aus den zu erwartenden Moirés Aussagen über Gitterfehler anderer Stoffe zu erhalten. An einigen Stellen findet man jedoch auch in Glimmer ausgedehnte Versetzungsnetzwerke (Abb. 5), die auch von SUGAR<sup>7</sup> beobachtet wurden, sowie Versetzungsschleifen (Abb. 6). Es handelt sich dabei aber vornehmlich um leicht erkennbare Versetzungslinien, die in der Basisebene, der (001)-Ebene des Glimmergitters, verlaufen. Sie lassen sich somit deutlich von den Versetzungen unterscheiden, die sich im Moiré als eingeschobene Linien bemerkbar machen. Letztere sind dann dem anderen mit dem Glimmer kombinierten Material zuzuordnen.

Wir danken der Arbeitsgemeinschaft für Elektronenoptik, der Deutschen Forschungsgemeinschaft sowie den Wirtschaftsministerien des Bundes und des Landes Baden-Württemberg für ihre Unterstützung.

<sup>7</sup> I. SUGAR, Z. Naturforschg. 16 a, 221 [1961].

## Eine Streckgrenzen- und Alterungserscheinung bei reinem Nickel

Von E. MACHERAUCH, K. KOLB und H. CHRISTIAN

Institut für Metallphysik am Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart

(Z. Naturforschg. 16 a, 1113—1114 [1961]; eingeg. am 11. August 1961)

Bei Verformungsversuchen von vielkristallinem, reinem Nickel wurden Streckgrenzen- und Alterungseffekte beobachtet. Das Untersuchungsmaterial vom Reinheitsgrad 99,8% Ni besaß die folgenden Verunreinigungen: 0,046% C, 0,04% Fe, 0,015% Co und Spuren von Cu, Mg, Mn und S. Gasanalysenwerte lagen nicht vor. Im einzelnen ergaben sich folgende Befunde:

1. Bei Zugverformung tritt eine ausgeprägte Streckgrenze auf, die mit sinkender Verformungstemperatur und abnehmender Kristallitgröße ansteigt. Die Streckgrenze nimmt proportional  $d^{-1/2}$  ( $d$ =mittlerer Kristallitdurchmesser), die Länge des Fließbereiches mit abnehmender Temperatur und abnehmender Kristallitgröße zu. Abb. 1 gibt bei einer Kristallitgröße von  $30 \mu$  die beobachtete Temperaturabhängigkeit der Streckgrenzenerscheinungen wieder.

2. Bis zum Ende des Fließbereiches verformte Zugproben zeigen bei Wiederbelastung normales Einmünden in die Verfestigungskurve wie ohne Zwischenentlastung verformte Proben. Bei Raumtemperatur bis zum Ende des Fließbereiches verformte Zugproben ergeben nach hinreichender Auslagerung bei höheren Tem-

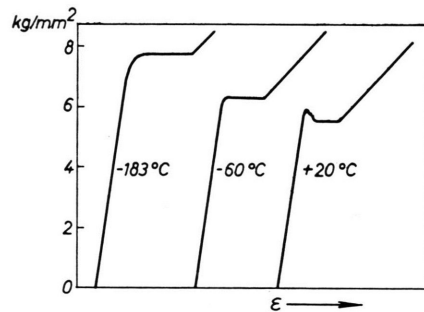


Abb. 1. Abhängigkeit der Streckgrenzenerscheinung von der Versuchstemperatur bei einer Kristallitgröße von  $30 \mu$ .

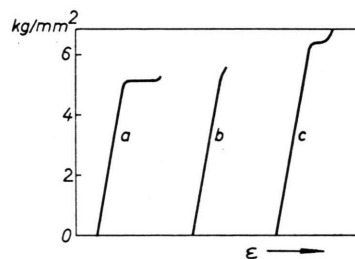


Abb. 2. Spannungs-Dehnungskurve einer Nickelprobe; a) im Ausgangszustand; b) nach sofortiger Wiederbelastung (es erfolgt an der Stelle ein Einmünden in die Verfestigungskurve, wo Kurve a abgebrochen wurde); c) nach 2-stdg. Auslagerung bei  $200^\circ\text{C}$ .



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

peraturen bei Wiederbelastung eine ausgeprägte untere Streckgrenze. In Abb. 2 zeigt Kurve a das Spannungs-Dehnungsdiagramm einer Nickelprobe im Ausgangszustand, Kurve b nach unmittelbarer Wiederbelastung und Kurve c nach Auslagerung von zwei Stunden bei 200 °C.

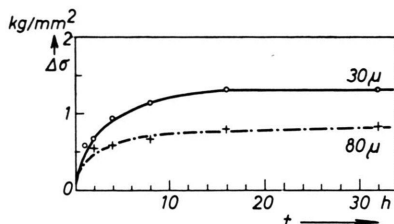


Abb. 3. Zunahme von  $\Delta\sigma$  (Differenz zwischen der nach Auslagerung bestimmten unteren Streckgrenze und der im vorangehenden Verformungsversuch erreichten Fließspannung) bei Nickelproben verschiedener Kristallitgrößen in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei 200 °C.

### Untersuchungen des Overhauser-Effekts in Lösungen freier Radikale mittels Wendeleitung

Von K. H. HAUSSEUR und F. REINHOLD

Max-Planck-Institut für medizinische Forschung,  
Institut für Chemie, Heidelberg

(Z. Naturforschg. 16 a, 1114—1116 [1961]; eingeg. am 12. August 1961)

Bei der Sättigung der Elektron-Spin-Resonanz (ESR) führt die Relaxation der Elektronen infolge der Wechselwirkung zwischen den Elektronen-Spins und den Kern-Spins zu einer erheblichen Erhöhung der Kernpolarisation. Es zeigte sich, daß dieser zuerst von OVERHAUSER<sup>1</sup> für Metalle angegebene Effekt eine allgemeine Eigenschaft paramagnetischer Systeme ist<sup>2</sup>. Zwischen den Spins der ungepaarten Elektronen und den Kern-Spins sind verschiedene Arten der Wechselwirkung möglich<sup>3</sup>, die zu unterschiedlicher Größe und Vorzeichen der Kernpolarisation führen. In den von uns untersuchten Systemen besteht zwischen den Elektronen-Spins der freien Radikale und den Protonen des Lösungsmittels eine magnetische Dipol-Dipol-Kopplung, die zu einer Kernpolarisation

$$\langle I_z \rangle = I_0 \left( 1 - \frac{1}{2} f s |\gamma_e / \gamma_k| \right) \quad (1)$$

führt, wobei  $I_0$  die Kernpolarisation im Temperaturgleichgewicht,  $\gamma_e$  und  $\gamma_k$  das magnetogyrische Verhältnis der Elektronen- bzw. Kern-Spins,  $s$  den Sättigungsparameter der ESR und  $f \leq 1$  einen Zahlenfaktor be-

3. Mit anwachsender Alterungszeit nimmt die Anhebung der Streckgrenze bei konstanter Auslagerungstemperatur zu und erreicht nach ca. 25 Stdn. einen von der Kristallitgröße abhängigen Endwert. Der sich einstellende Endwert nimmt mit steigender Auslagerungstemperatur zu. Abb. 3 gibt die Alterung der unteren Streckgrenze von Nickelproben unterschiedlicher Kristallitgröße bei 200 °C wieder. Die  $\Delta\sigma$ -Werte geben die Spannungsdifferenzen zwischen der Fließspannung am Ende des Fließbereiches und der auftretenden unteren Streckgrenze nach verschiedenen langen Alterungszeiten wieder.

4. Durch Verformung einer Probe bestimmter Kristallitgröße bis zum Ende des Fließbereiches, anschließende Alterung und mehrmalige Wiederholung dieses Vorganges können bei Wahl geeigneter Alterungszeiten Streckgrenzanhebungen über 100% erreicht werden.

Sämtliche Verformungen erfolgten in einer POLANYI-Apparatur mit lichtoptischer bzw. elektrischer Kraftanzeige.

deutet, der der Tatsache Rechnung trägt, daß ein Teil der Spin-Gitter-Relaxation der Protonen ohne Beteiligung der Radikal-Elektronen-Spins erfolgen kann. Experimentell konnte eine solche dynamische Kernpolarisation von verschiedenen Autoren<sup>4</sup> gefunden werden; die meisten dieser Untersuchungen sind wohl aus experimentellen Gründen in niedrigen Magnetfeldern ( $H_0 < 100$  Gauß) durchgeführt worden.

Wir haben die Kernpolarisation der Protonen des Lösungsmittels (Benzol) in Lösungen der Radikale 1,3-Bisdiphenyl-2-phenyl-allyl (BPA) und 2,4,6-Triphenyl-phenoxy (TPPO) untersucht mit dem Ziel, Informationen über die Relaxationsmechanismen der Elektronen- und Kern-Spins zu erhalten.

### Experimentelles

Zur Sättigung der ESR diente ein Klystron (English Electric Valve Co., Typ K 350) mit einer maximalen Leistung von 1,2 Watt und einer Frequenz von ca. 8800 MHz. Dementsprechend betrug die magnetische Feldstärke  $H_0$  3440 Gauß und die Resonanzfrequenz der Protonen 13,365 MHz. Zum Nachweis der kernmagnetischen Resonanz (KMR) wurde eine Doppel-T-Brücke und als HF-Generator eine Frequenzdekade (XUD von Rohde und Schwarz) benutzt. Das Magnetfeld wurde in der bei der hochauflösenden KMR üblichen Weise langsam durchfahren und das Signal auf dem Oszillographen beobachtet.

Eine Schwierigkeit besteht darin, daß die Meßprobe zur Messung der KMR von einer Empfangsspule um-

<sup>1</sup> A. W. OVERHAUSER, Phys. Rev. **92**, 411 [1953].

<sup>2</sup> F. BLOCH, Phys. Rev. **93**, 944 [1954]; A. W. OVERHAUSER, Phys. Rev. **94**, 768 [1954]; J. KORRINGA, Phys. Rev. **94**, 1388 [1954].

<sup>3</sup> A. ABRAGAM, Phys. Rev. **98**, 1729 [1955].

<sup>4</sup> A. ABRAGAM, J. COMBRISSEUR u. I. SOLOMON, C. R. Acad. Sci., Paris **245**, 157 [1957]; L. H. BENNET u. H. C. TORREY, Phys. Rev. **108**, 499 [1957]; E. ALLAIS, C. R. Acad. Sci., Paris **246**, 2123 [1958]; A. LANDESMAN, C. R. Acad. Sci., Paris **246**, 1538 [1958].