

# Magnetische und elektronenmikroskopische Untersuchungen zum plastischen Verhalten von vielkristallinem Nickel\*

Von G. ZANKL

Aus dem II. Physikalischen Institut der Universität München  
(Z. Naturforsch. 18 a, 795—809 [1963]; eingegangen am 22. April 1963)

An vielkristallinen Nickeldrähten wurden die Remanenz, die Koerzitivkraft und die Dehnung in Abhängigkeit von der Spannung gemessen, sowie die bei der plastischen Verformung auftretenden Oberflächenerscheinungen lichtmikroskopisch und elektronenmikroskopisch verfolgt. Dabei fanden wir:

a) Die Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Nickel läßt sich auf Grund der magnetischen und mechanischen Messungen in drei Bereiche einteilen.

b) Jedem Bereich sind charakteristische Oberflächenerscheinungen zugeordnet.

Im einzelnen erhielten wir folgende Ergebnisse:

1. Die plastische Verformung setzt nicht einheitlich in sämtlichen Körnern ein, sondern erstreckt sich auf ein Verformungsintervall bis zu einer Gesamtdehnung von 0,1%, wobei die Verformung in großen Körnern beginnt und sich dann auf die übrigen Körner ausdehnt. — Es liegt immer Mehrfachgleitung vor.

2. Der Verfestigungsbereich 1 reicht bis zu einer Dehnung von etwa 1% und ist charakteristisch für den Vielkristall. Die Länge der Gleitlinien ist gleich dem jeweiligen Korndurchmesser. Es werden stets mehrere Gleitsysteme in den einzelnen Körnern betätigt. Die Ableitung pro Gleitstufe beträgt im Mittel 75 Å und ist im Rahmen der Meßgenauigkeit unabhängig von der Verformungstemperatur und der Korngröße.

3. Der Bereich 2 erstreckt sich von 1% Dehnung bis etwa 5%. Die Gleitlinienlänge nimmt in derselben Weise ab, wie es bei Einkristallen im Verfestigungsbereich II gefunden wird. Wir beobachten eine Aufteilung der Körner in einzelne Gebiete, in denen jeweils ein Gleitsystem vorherrschend betätigt wird. Die Gleitlinien treten gebündelt auf, was bei höheren Spannungen zu Gleithändern und Deformationsbändern führt.

4. Im Bereich 3, der bei einer Dehnung von etwa 5% einsetzt, wird stark zunehmende Quergleitung beobachtet. Der Beginn von Bereich 3 läßt sich quantitativ mit dem Beginn von Bereich III der Einkristallverfestigungskurve vergleichen.

Die plastische Verformung von Metallen geschieht durch Gleitvorgänge, die an die Existenz von Versetzungen im Metall gebunden sind<sup>1</sup>. In zahlreichen Untersuchungen an Einkristallen hat man wesentliche Eigenschaften der Versetzungen und ihrer Wechselwirkungen ermittelt, und unter Ausnutzung dieser Kenntnisse gelingt es heute weitgehend, die Verfestigungskurve eines kubisch-flächenzentrierten Einkristalls zu verstehen<sup>2</sup>.

Wir haben uns nun die Aufgabe gestellt, die Besonderheiten des Vielkristalls bei der plastischen Verformung an Nickel zu untersuchen. Dazu führten wir mechanische und magnetische Messungen und elektronenmikroskopische Beobachtungen aus.

In einer früheren Arbeit stellten wir bereits den

starken Einfluß einer plastischen Verformung auf die Remanenz von Nickel fest<sup>3</sup>, und wir haben vor kurzem darauf hingewiesen, daß magnetische Messungen klarere Aussagen über das plastische Verhalten des Nickel-Vielkristalls liefern, als es mit mechanischen Messungen allein möglich ist<sup>4</sup>.

Bei Einkristallen hat sich für die Aufklärung der Verformungsvorgänge die elektronenmikroskopische Methode der Oberflächenbeobachtung besonders bewährt<sup>5, 6</sup>. Wesentlicher Inhalt unserer Untersuchungen wird es daher sein, die bei einer plastischen Verformung auftretenden Oberflächenerscheinungen zu studieren und zu versuchen, sie der Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Nickel zuzuordnen.

\* Dissertation, München 1963.

<sup>1</sup> E. OROWAN, Z. Phys. 89, 634 [1934]. — M. POLANYI, Z. Phys. 89, 660 [1934]. — G. I. TAYLOR, Proc. Roy. Soc., Lond. A 145, 362 [1934].

<sup>2</sup> A. SEEGER, Handbuch der Physik VII/2 [1958]. — L. M. CLAREBROUGH u. M. E. HARGREAVES, Progr. Met. Phys. 8, 1 [1959].

<sup>3</sup> CH. SCHWINK u. G. ZANKL, Z. Phys. 158, 181 [1960].

<sup>4</sup> CH. SCHWINK u. G. ZANKL, Phys. Stat. Sol. 2, K 241 [1962].

<sup>5</sup> S. MADER, Z. Phys. 149, 73 [1957].

<sup>6</sup> H. WILSDORF u. D. KUHLMANN-WILSDORF, Z. angew. Phys. 4, 361, 409, 418 [1952].



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.

## I. Bisherige Untersuchungen zur Vielkristallplastizität

### 1. Der Beginn der plastischen Verformung

Beim Vielkristall beobachtet man bereits unterhalb der makroskopischen Fließgrenze bleibende Verformungen und bei vielen Untersuchungen findet man einen stetigen Übergang vom elastischen zum plastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Das Gebiet der „Mikrodehnungen“ von  $10^{-6}$  bis  $10^{-4}$  wurde von VREELAND, WOOD und CLARK<sup>7</sup>, THOMAS und AVERBACH<sup>8</sup> sowie BROWN und LUKENS<sup>9</sup> an kubisch-flächenzentrierten und -raumzentrierten Kristallen näher untersucht. Nach der Vorstellung von BROWN und LUKENS senden die in einem Kristallit vorhandenen Versetzungsquellen Versetzungsringe aus, die sich an den Korngrenzen stauen. Die Zahl der aufgestauten Versetzungen hängt von der Korngröße  $D$  und der wirksamen Spannung  $\sigma$  ab<sup>10</sup>. Unter der Voraussetzung, daß sich jeder einzelne Kristallit unabhängig von seinen Nachbarkörnern verformt, berechnen BROWN und LUKENS die Gesamtdehnung

$$\varepsilon = C \varrho D^3 (\sigma - \sigma_0) / G \sigma_0$$

und stellen gute Übereinstimmung mit dem Experiment fest ( $\varrho$  ist die Versetzungsquellendichte;  $\sigma_0$  ist die Spannung, um eine Versetzungsquelle im günstigsten Gleitsystem zu aktivieren;  $G$  ist der Schubmodul;  $C$  ist eine Konstante  $\approx 1/2$ ).

### 2. Die Fließspannung

Für eine quantitative Deutung der makroskopischen Fließgrenze geht man von der Annahme aus, daß merkliches plastisches Fließen erst dann erfolgen kann, wenn die Versetzungsaufstauungen an der Korngrenze selbst neue Gleitvorgänge auslösen können. Dies kann auf zwei Arten geschehen:

a) Infolge eines Durchbruchs von Versetzungen durch die Korngrenze<sup>11, 12</sup>: Erreicht die an der Korngrenze wirksame Spannung einen kritischen

Wert  $\tau_{\text{krit}}$ , so soll ein Überlaufen der Versetzungen ins Nachbarkorn möglich sein, und neue Versetzungen können nachrücken. Für die aufzuwendende Schubspannung  $\tau_0$  ergibt sich dann<sup>13</sup>:

$$\tau_0 - \tau_s = \sqrt{G b \cdot \tau_{\text{krit}} / 2 \pi D}.$$

b) Durch Aktivierung von neuen Versetzungsquellen<sup>14, 15</sup>: Eine Versetzungsaufstauung an der Korngrenze erzeugt in ihrer Umgebung ein Spannungsfeld, das die Betätigung einer FRANK-READ-Versetzungsquelle der Länge  $x$  im Abstand  $y$  von der Korngrenze bewirken kann. Damit erhält man für die Schubspannung das Gesetz:

$$\tau_0 - \tau_s = (G b/x) \cdot \sqrt{y/D}.$$

In beiden Fällen ergibt sich für die Fließspannung  $\sigma_0$  dieselbe Abhängigkeit von der Korngröße:

$$(\sigma_0 - \sigma_s) \sim 1/\sqrt{D}.$$

Wenn auch diese Beziehung meist annähernd erfüllt ist, so konnte doch noch kein direkter experimenteller Nachweis für eins der beiden Modelle a) oder b) erbracht werden.

### 3. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve

Es ist das Ziel einer Theorie der Vielkristallplastizität, den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve  $\sigma = f(\varepsilon)$  bei vorgegebenen Anfangsbedingungen qualitativ und quantitativ anzugeben. Unter den Anfangsbedingungen verstehen wir die Versetzungsstruktur der Probe vor der Versuchsdurchführung sowie die Angaben über Probengeometrie, Korngröße, Korngrößenverteilung, Textur, Verformungstemperatur und -geschwindigkeit.

Von SACHS<sup>16</sup> wurde die naheliegende Annahme gemacht, daß sich ein Korn des Vielkristalls nach derselben Verfestigungskurve  $\tau = f(a)$  wie ein entsprechend orientierter Einkristall verformt. Damit ergibt sich die vielkristalline Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einem gemittelten Orientierungsfaktor  $\bar{m}$ <sup>17</sup>:  $\sigma = \bar{m} f(\bar{m} \cdot \varepsilon)$ . Für kubisch-flächenzentrierte Kristalle

<sup>7</sup> T. VREELAND JR., D. S. WOOD u. D. S. CLARK, Acta Met. **1**, 414 [1953].

<sup>8</sup> D. A. THOMAS u. L. AVERBACH, Acta Met. **7**, 69 [1959].

<sup>9</sup> N. BROWN u. K. F. LUKENS, Acta Met. **9**, 106 [1961].

<sup>10</sup> J. D. ESHELBY, F. C. FRANK u. F. R. NABARRO, Phil. Mag. **42**, 351 [1951].

<sup>11</sup> E. O. HALL, Proc. Phys. Soc., Lond. B **64**, 747 [1951].

<sup>12</sup> N. J. PETCH, J. Iron Steel Inst. **174**, 25 [1953].

<sup>13</sup> Wir verwenden die folgenden Bezeichnungen:  $\tau$  ist die Schubspannung und  $a$  die Abgleitung im betätigten Gleitsystem;  $\sigma$  ist die wirksame Spannung an der Probe und

$\varepsilon$  ist die Dehnung der Probe ( $\varepsilon = \Delta l/l_0$ ). Mit  $\tau_s$  bzw.  $\sigma_s$  bezeichnen wir den Anteil der Fließspannung, der von Schneidprozessen herrührt;  $b$  ist der BURGERS-Vektor.

<sup>14</sup> A. N. STROH, Phil. Mag. **46**, 968 [1955].

<sup>15</sup> J. FRIEDEL, Les Dislocations, Gauthier Villars, Paris 1956.

<sup>16</sup> G. SACHS, Z. Ver. dt. Ing. **72**, 734 [1928].

<sup>17</sup> Der Orientierungsfaktor  $m$  bzw.  $\mu = 1/m$  ist definiert durch  $m = 1/\cos \lambda \cos \chi$ , wobei  $\lambda$  der Winkel zwischen Stabachse und Gleitrichtung und  $\chi$  der Winkel zwischen Stabachse und Gleitebenenormale ist.

beträgt  $\bar{m} = 2,24$ . Dieser Wert stellt sich bei einem Vergleich mit dem Experiment als zu niedrig heraus<sup>18</sup>.

Während sich ein Einkristall mittlerer Orientierung in der Regel mittels Einfachgleitung verformt – es wird nur eine Gleitebene und eine Gleitrichtung betätigt –, trifft diese Annahme für einen entsprechenden Kristalliten im Vielkristall nicht zu. Die Verformung muß volumenerhaltend ablaufen, was nur bei Betätigung mehrerer Gleitsysteme möglich ist. Wie v. MISES<sup>19</sup> gezeigt hat, läßt sich mit 5 der 12 Gleitsysteme eine beliebige Formänderung eines kubisch-flächenzentrierten Kristalls ausführen.

TAYLOR<sup>20</sup> berücksichtigt die Vielfachgleitung und berechnet einen mittleren Orientierungsfaktor  $\bar{m} = 3,06$  unter der Voraussetzung, daß die Verformung eines Korns geometrisch ähnlich der Verformung des Gesamtvolumens ist. Experimentell stellt man jedoch fest, daß sich die einzelnen Körner verschieden stark deformieren. Aus diesem Grund gehen BISHOP und HILL<sup>21</sup> von der modifizierten Voraussetzung aus, daß die Verformungsarbeit eines Korns gleich der auf ein Korn bezogenen Verformungsarbeit der Gesamtprobe sein soll und gelangen dabei zu demselben Wert für den mittleren Orientierungsfaktor wie TAYLOR. KOCKS<sup>22</sup> führt einen experimentellen Vergleich einer Aluminium-Vielkristallkurve mit der Verfestigungskurve eines nach  $\langle 111 \rangle$  orientierten Einkristalls durch, für den Mehrfachgleitung beobachtet wird. Beide Kurven laufen parallel und können sogar zur Deckung gebracht werden, wenn man von der Einkristallkurve den Anfangsbereich bis etwa 1% Dehnung abzieht.

Berechnungen von GREENOUGH<sup>23</sup> ergeben, daß sich bereits bei kleinen Verformungen auf Grund der Streckgrenzenunterschiede der verschieden orientierten Körner ein Eigenspannungssystem ausbildet, das in den einzelnen Kristalliten zu unterschiedlichen effektiven Spannungen führt. Es gelingt damit aber noch nicht, den Spannungszustand einer

Probe insbesondere bei starken Verformungen quantitativ zu erfassen<sup>24, 25</sup>.

KRÖNER<sup>26</sup> hat nun eine Methode angegeben, mit der man den gesamten Spannungszustand einer polykristallinen Probe exakt berechnen kann, wenn man die sogenannten „Einkristall-Dehnungskurven“ für alle möglichen Orientierungen der Kristallite kennt. Diese „Einkristall-Dehnungskurven“ geben die Spannungs-Dehnungs-Kurve eines Einkristallits einer bestimmten Orientierung im vielkristallinen Verband an. Neben der Orientierung hängen diese Kurven aber auch noch von der Kristallitgröße ab, da durch deren Größe die Versetzungslaufwege beschränkt werden. Eine experimentelle Bestimmung dieser Einkristallkurven wird daher besonders schwierig sein.

Bei experimentellen Untersuchungen über den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Aluminium beobachten CRUSSARD, JAOUL und BRICOT<sup>27</sup> einen Übergangspunkt bei einer Dehnung von 1,4% und einer Spannung von 2,4 kp/mm<sup>2</sup>, den sie mit einer Änderung im Verfestigungsmechanismus deuten. In ähnlicher Weise unterteilen DERNER und KAPPLER<sup>28</sup> die vielkristalline Verfestigungskurve von Aluminium in zwei Bereiche. FELTHAM und MEAKIN<sup>29</sup> versuchen ebenfalls, die Spannungs-Dehnungs-Kurve in Bereiche aufzuteilen. Sie finden für Kupfer einen linearen Anfangsteil bis etwa 1% Dehnung, dem sich ein parabolischer Bereich anschließt.

FRIEDEL<sup>30</sup> gibt eine theoretische Deutung für eine Bereichseinteilung. Die Annahme einer GAUSSschen Verteilung der Eigenspannungen, die durch die elastische Anisotropie im Vielkristall erzeugt werden, liefert für den Beginn der plastischen Verformung einen parabolischen Kurvenverlauf. Im Anschluß daran sollte die gleichzeitige Betätigung von mehreren Gleitsystemen zu einer raschen Bildung von LOMER-COTTRELL-Hindernissen führen und einen linearen Bereich II ergeben, wie ihn FELTHAM und

<sup>18</sup> A. KOCHENDORFER, Plastische Eigenschaften von Kristallen und metallischen Werkstoffen, Verlag Springer, Berlin 1941.

<sup>19</sup> R. v. MISES, Z. angew. Math. Mech. **3**, 161 [1928].

<sup>20</sup> G. I. TAYLOR, J. Inst. Metals **62**, 307 [1938].

<sup>21</sup> J. F. W. BISHOP u. R. HILL, Phil. Mag. **42**, 414, 1298 [1951].

<sup>22</sup> U. F. KOCKS, Acta Met. **6**, 85 [1958].

<sup>23</sup> G. B. GREENOUGH, Proc. Roy. Soc., Lond. A **197**, 556 [1949].

<sup>24</sup> C. M. BATEMANN, Acta Met. **2**, 451 [1954].

<sup>25</sup> E. MACHERAUCH u. P. MÜLLER, Naturw. **44**, 389 [1957]. – K. KOLB u. E. MACHERAUCH, Naturw. **46**, 624 [1959].

<sup>26</sup> E. KRÖNER, Acta Met. **9**, 155 [1961].

<sup>27</sup> CH. CRUSSARD u. B. JAOUL, Rev. Mét. **47**, 589 [1950]. – CH. CRUSSARD, Rev. Mét. **50**, 697 [1953]. – B. JAOUL u. I. BRICOT, Rev. Mét. **52**, 629 [1955].

<sup>28</sup> P. DERNER u. E. KAPPLER, Z. Naturforsch. **14a**, 1080 [1959].

<sup>29</sup> P. FELTHAM u. J. D. MEAKIN, Phil. Mag. **2**, 105, 1237 [1957].

<sup>30</sup> J. FRIEDEL, Proc. Roy. Soc., Lond. A **242**, 147 [1957]; Proc. Symposium on Internal Stresses and Fatigue in Metals, Elsevier, Amsterdam 1959, p. 220.



MEAKIN<sup>29</sup> für Dehnungen unter 1% finden. Den Beginn eines gekrümmten Teils III schreibt FRIEDEL dem Einsetzen von Quergleitung zu.

#### 4. Zusammenfassung

Die theoretischen Überlegungen gehen weitgehend von dem Grundgedanken aus, daß die Verformung so ablaufen muß, daß das Volumen im Vielkristall erhalten bleibt. Von experimenteller Seite her wurde versucht, die Vielkristallkurve auf die Einkristallkurve zu beziehen, die bei starken Verformungen einander sehr ähnlich sind (HOWE und ELBAUM<sup>31</sup>, vgl. Abb. 1). Zu Beginn der plastischen Verformung ist die Verfestigung stets größer als beim Einkristall, was gewöhnlich damit erklärt wird, daß kein „easy-glide“-Bereich beim Vielkristall existieren kann. Über die tatsächlich ablaufenden Vorgänge – insbesondere bei schwachen Verformungen – konnte aber noch nichts ausgesagt werden. Nach den theoretischen Überlegungen von KRÖNER<sup>26</sup> kommen die typischen Vielkristalleigenschaften besonders bei Verformungen unter 1% zur Geltung; daher muß gerade dieser Bereich für eine Untersuchung der Vielkristallplastizität besonders wesentlich sein.

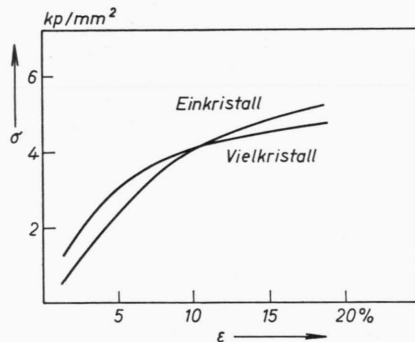


Abb. 1. Vergleich der Verfestigungskurve eines Aluminium-Vielkristalls mit der eines  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Einkristalls nach HOWE und ELBAUM<sup>31</sup>.

## II. Experimentelle Grundlagen

Die Untersuchungsmethoden zur Kristallplastizität lassen sich in zwei Gruppen einteilen:

a) Untersuchungen über die Änderungen von Volumeneigenschaften. Hierunter fällt die Messung der Spannungs-Dehnungs-Kurve, des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, des  $E$ -Moduls, der elektrischen Leitfähig-

keit sowie bei ferromagnetischen Materialien die Bestimmung magnetischer Kenngrößen, wie Koerzitivkraft, Anfangspermeabilität und Remanenz.

b) Untersuchungen über die Oberfläche bzw. oberflächennahere Bereiche und deren Veränderungen. Hierzu gehören röntgenographische Untersuchungen, die elektronenmikroskopische Betrachtung von Oberflächenabdrücken, Beobachtungen mit Hilfe der Ätzgrübchentechnik. Auch das elektronenmikroskopische Durchstrahlungsverfahren für dünne Schichten soll zu dieser Gruppe gezählt werden.

Es ist zweckmäßig, für eine Untersuchung am gleichen Material Methoden aus beiden Gruppen auszuwählen, um sowohl über die Einzelprozesse bei der plastischen Verformung aus Oberflächenuntersuchungen als auch über das Gesamtverhalten aus einer Volumengröße Aussagen zu erhalten.

Wir wählten für unsere Untersuchungen aus:

Zu a):

1. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve.

Sie konnte sowohl statisch mit Hilfe einer einfachen Ziehvorrichtung als auch dynamisch an einer Instron-Verformungsapparatur aufgenommen werden (gewählte Dehngeschwindigkeit:  $1,7 \cdot 10^{-4}$ /sec). Es war möglich, die bleibende Dehnung auf  $2 \cdot 10^{-5}$  genau zu messen. Die Versuche konnten bei Zimmertemperatur und bei 90 °K ausgeführt werden.

2. Die Remanenz und die Koerzitivkraft.

Diese Messungen erfolgten nach der ballistischen Methode; die Versuchsdurchführung beschrieben wir bereits früher<sup>3</sup>. Die Meßgenauigkeit betrug 0,5%.

Zu b):

Die elektronenmikroskopische und lichtoptische Oberflächenuntersuchung.

Dazu stellten wir Platin-vorbeschattete Kohleabdrücke her und beobachteten sie mit einem Elektronenmikroskop UM 100 der Fa. Siemens. Die Orientierung von einzelnen Kristalliten bestimmten wir mit einer Ätzmethode im Auflichtmikroskop. Es gelang, die Orientierung von Kristalliten bis zu einer minimalen Korngröße von etwa 0,02 mm auf  $2^\circ$  genau auszumessen. Die experimentellen Einzelheiten beschreiben wir an anderer Stelle ausführlich.

Als Probenausgangsmaterial stand Nickeldraht der Fa. V a c u u m s c h m e l z e in zwei verschiedenen Reinheitsgraden zur Verfügung:

Ni-S (Carbonylnickel)<sup>32</sup>,

Ni-L (Reinnickel mit Siliciumzusatz)<sup>33</sup>.

Der Probendurchmesser betrug 2 mm, für elektronenmikroskopische und lichtoptische Untersuchungen wurden außerdem 3 mm starke Proben verwendet.

Wir führten die magnetischen Messungen in der Regel an 55 cm langen Proben durch; für die mikroskopischen Beobachtungen reichte eine Länge von 7 cm aus.

<sup>31</sup> S. HOWE u. C. ELBAUM, Phil. Mag. 6, 37 [1961].

<sup>32</sup> 0,01% C, 0,002% Fe, 0,002% Cu, 0,001% Si.

<sup>33</sup> 0,07% C, 0,02% Fe, 0,003% Cu, 0,20% Si, 0,02% Mg, 0,15% Co, 0,004% Mn.



Die Proben wurden in einem Rohrofen unter Wasserstoffschutzgas 2 Stunden lang geglüht. Mit höherer Glüh Temperatur nimmt dabei die Korngröße zu, wobei man bei derselben Glüh Temperatur um so größere Körner erhält, je reiner die Nickelsorte ist (vgl. Tab. 1). Die Schwankungen der Korngröße innerhalb einer Probe können recht beträchtlich sein. So finden wir bei Ni-S mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,2 mm auch Körner bis zu 1,5 mm Größe. Um die Voraussetzungen für einen echten Vielkristall einzuhalten — Korngröße  $\ll$  Probenabmessungen —, setzen wir daher den mittleren Korndurchmesser von 0,2 mm als die obere Grenze für unsere Untersuchungen an.

### III. Ergebnisse

#### A. Mechanische und magnetische Untersuchungen

##### 1. Die Meßergebnisse

Die Änderungen der Koerzitivkraft und der Remanenz wurden im entlasteten Zustand einer im statischen Zugversuch verformten Probe bestimmt. Wir vergleichen daher diese Messungen mit einer statisch gemessenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.

Die Abb. 2 bis 5 zeigen die relative Remanenz  $I_R/I_S$  und die Koerzitivkraft sowie die Dehnung

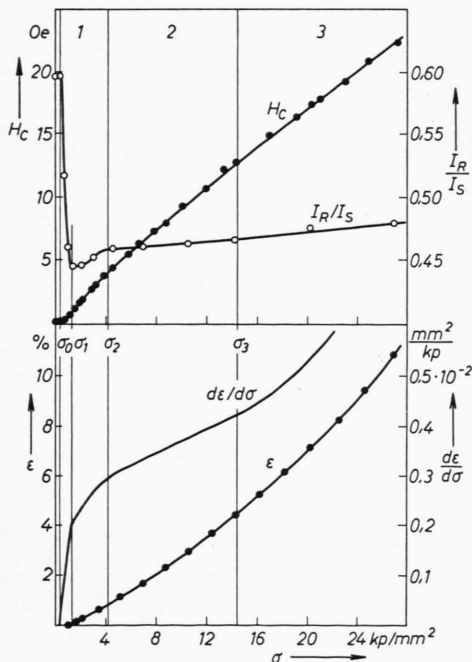


Abb. 2. Koerzitivkraft  $H_c$ , relative Remanenz  $I_R/I_S$ , Dehnung  $\epsilon$  und Dehnungszunahme ( $d\epsilon/d\sigma$ ) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-S mit einer Korngröße von 0,2 mm (Verformungstemperatur  $T=293^\circ\text{K}$ ).

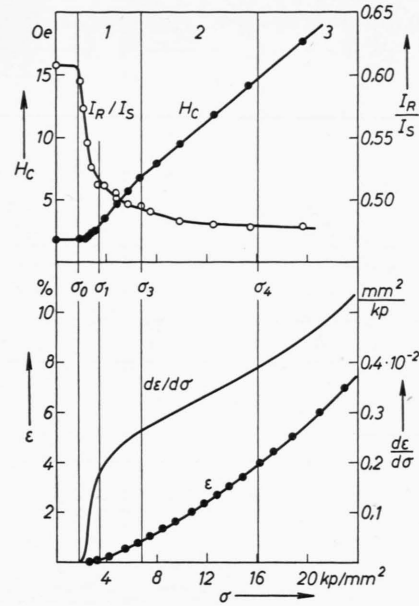


Abb. 3. Koerzitivkraft  $H_c$ , relative Remanenz  $I_R/I_S$ , Dehnung  $\epsilon$  und Dehnungszunahme ( $d\epsilon/d\sigma$ ) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-S mit einer Korngröße von 0,04 mm ( $T=293^\circ\text{K}$ ).

In der Abbildung muß es  $\sigma_2$  und  $\sigma_3$  statt  $\sigma_3$  und  $\sigma_4$  heißen.

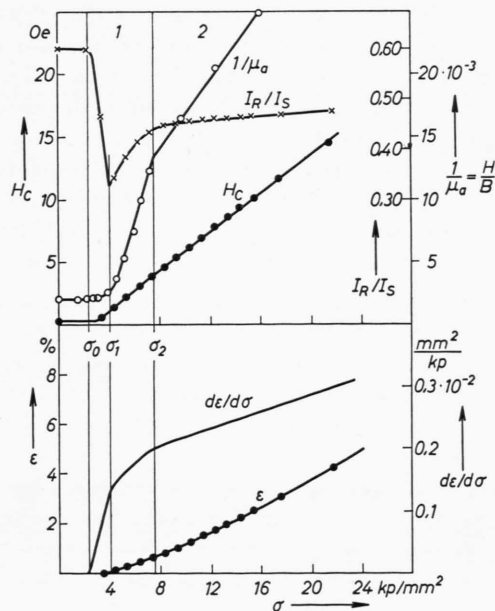


Abb. 4. Koerzitivkraft  $H_c$ , relative Remanenz  $I_R/I_S$ , reziproke Anfangspermeabilität  $1/\mu_a$ , Dehnung  $\epsilon$  und Dehnungszunahme ( $d\epsilon/d\sigma$ ) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-L mit einer Korngröße von 0,2 mm ( $T=293^\circ\text{K}$ ).

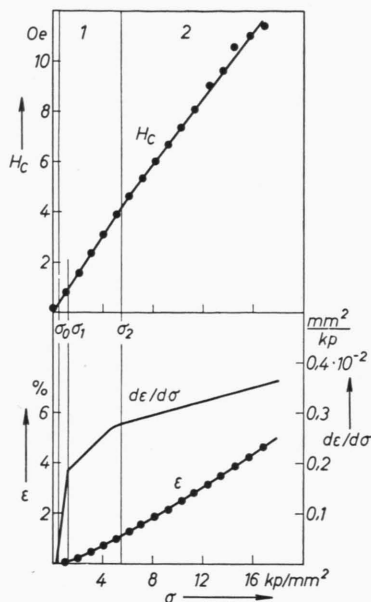


Abb. 5. Koerzitivkraft  $H_c$ , Dehnung  $\varepsilon$  und Dehnungszunahme ( $d\varepsilon/d\sigma$ ) für Ni-S mit einer Korngröße von 0,2 mm bei einer Verformungstemperatur von 90 °K.

und deren erste Ableitung in Abhängigkeit von der Reckspannung bei den angegebenen Versuchsbedingungen.

Bei kleinen Spannungen bleibt der Ausgangswert der Koerzitivkraft und der Remanenz für den geglähten Probenzustand erhalten. Gleichzeitig mit dem Einsetzen der plastischen Verformung bei  $\sigma_0$  ändern sich die beiden magnetischen Meßgrößen. Die Koerzitivkraft steigt nach einem stark gekrümmten Übergangsbereich linear bis zu einer Spannung  $\sigma_2$ . Oberhalb von  $\sigma_2$  läuft die Kurve ebenfalls linear, aber mit geringerer Steigung weiter. Bei einer Spannung  $\sigma_3$  stellt man ein erneutes Abknicken fest.

Die Remanenz fällt unmittelbar nach dem Einsetzen der plastischen Verformung innerhalb eines kleinen Spannungsintervalls zwischen  $\sigma_0$  und  $\sigma_1$  stark ab. Sie erreicht bei  $\sigma_2$  einen Wert von  $I_R/I_S = 0,48 \pm 0,02$  und ändert sich für Spannungen über  $\sigma_2$  nurmehr geringfügig.

Abb. 4 zeigt zusätzlich den reziproken Wert der Anfangspermeabilität<sup>35</sup> in Abhängigkeit von der Recklast. Die Anfangspermeabilität hängt nach der BECKER-KERSTENSCHEN Spannungstheorie eng mit

der Koerzitivkraft zusammen<sup>36</sup>. Auch hier ist ein deutlicher Knickpunkt bei  $\sigma_2$  erkennbar.

Die ausgezeichneten Punkte  $\sigma_0$  bis  $\sigma_3$  hängen stark vom Probenausgangsmaterial und den Versuchsbedingungen ab (vgl. Tab. 1). Im Gegensatz dazu sind die Dehnungen bei den Spannungen  $\sigma_1$  bis  $\sigma_3$  für die verschiedenen Kurven nahezu gleich:

$$\varepsilon_1 = (0,1 \pm 0,02)\%, \quad \varepsilon_2 = (1 \pm 0,2)\%, \quad \varepsilon_3 = (5 \pm 0,5)\%.$$

Die dynamischen Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen ebenfalls eine starke Abhängigkeit von der Korngröße, der Verformungstemperatur, der Reinheit und zusätzlich noch von der Verformungsgeschwindigkeit – s. Abb. 6 bis 8. Das Gemeinsame dieser Kurven ist jedoch, daß sich – ähnlich wie bei den statischen Spannungs-Dehnungs-Kurven –

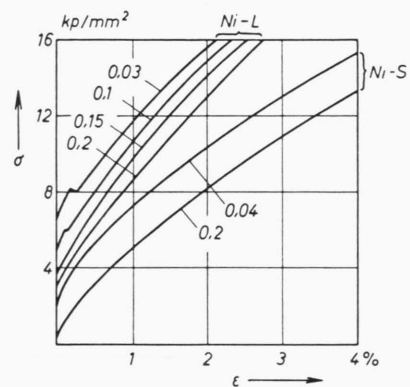


Abb. 6. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-L und Ni-S bei 293 °K; Parameter: Korngröße in mm.

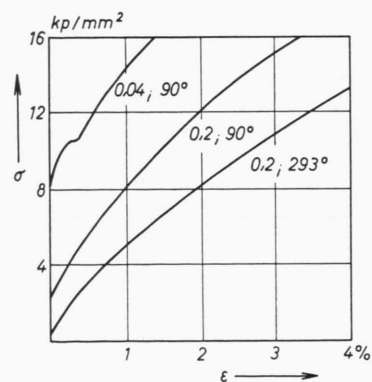


Abb. 7. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-S bei verschiedenen Verformungstemperaturen und Korngrößen.

<sup>34</sup> Gemessen wurde die scheinbare Remanenz beim äußeren Feld  $H_a = 0$ . Der Einfluß des entmagnetisierenden Feldes von den Probenenden blieb unberücksichtigt (vgl. <sup>3</sup>).

<sup>35</sup> Für die Messungen der Anfangspermeabilität danke ich Herrn Dr. H. MURRMANN.

<sup>36</sup> R. BECKER u. W. DÖRING, Ferromagnetismus, Verlag Springer, Berlin 1939.

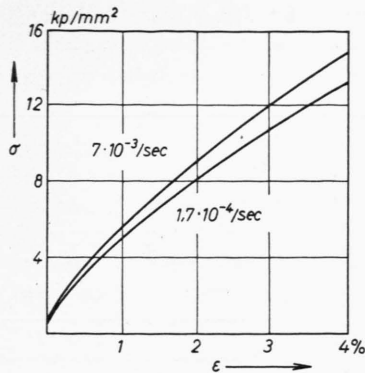


Abb. 8. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-S (Korngröße: 0,2 mm) bei 293 °K; Parameter: Dehngeschwindigkeit.

durch Bildung von  $d\varepsilon/d\sigma$  eine einheitliche Bereichseinteilung durchführen läßt (Tab. 1). Unter bestimmten Bedingungen (kleine Korngröße, tiefe Verformungstemperatur, starke Verunreinigungen) treten Streckgrenzeneffekte auf, die wir jedoch in unsere Untersuchungen nicht einbeziehen.

## 2. Die Bereichseinteilung der Spannungs-Dehnungs-Kurve

Die qualitative Übereinstimmung der Ergebnisse an den verschiedenen Proben erlaubt folgende allgemeinen Schlüsse:

a) Die vielkristalline Spannungs-Dehnungs-Kurve von Nickel läßt sich in mehrere Bereiche einteilen.

b) Man findet jeweils *dieselbe* Einteilung, wenn man die einzelnen Bereiche mit Hilfe der Remanenz, der Koerzitivkraft oder der Dehnungszunahme  $d\varepsilon/d\sigma$  festlegt.

Dieses Ergebnis spricht sehr dafür, daß der getroffenen Einteilung physikalische Bedeutung zukommt. Wir fragen deshalb im weiteren danach, ob sich in den einzelnen Bereichen verschiedene Vorgänge innerhalb der Versetzungsstruktur abspielen, die das plastische Verhalten bestimmen. Zu diesem Zweck wenden wir die elektronenmikroskopische Untersuchungsmethode an, um die Oberflächenerscheinungen in den einzelnen Bereichen der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu studieren.

Wir führen folgende Benennung ein:

Das Gebiet zwischen  $\sigma_0$  und  $\sigma_2$ , das sich bis zu einer Dehnung von 1% erstreckt, bezeichnen wir mit Bereich 1.

Den Teil der Verformungskurve zwischen  $\sigma_2$  und  $\sigma_3$  und einer Dehnung zwischen 1% und 5% nennen wir Bereich 2.

Deformationen über 5% für Spannungen größer als  $\sigma_3$  gehören zu Bereich 3.

Proben-Nr.	Verformungs- temperatur °K	Glühtemp. °C	Korngröße mm	$\sigma_0$ kp/mm <sup>2</sup>	$\sigma_1$ kp/mm <sup>2</sup>	$\sigma_2$ kp/mm <sup>2</sup>	$\sigma_3$ kp/mm <sup>2</sup>
a) Ni-S (statische Versuchsführung)							
1	35/2	293	800	0,04	1,8	3,3	7,0
2	49/1-4	90	800	0,04	0,4	1,3	4,0
3	37/1	90	800	0,04	3,0	5,0	9,0
4	41/1	900	0,2	0,4	2,2	5,5	16,0
b) Ni-S (dynamische Versuchsführung)							
5	42/1	293	800	0,04	2,2	3,3	7,0
6	43/1	900	0,2	0,5	2,3	6,5	10,2
7	42/2	90	800	0,04	2,5	3,8	8,5
8	43/2	900	0,2	0,5	2,8	7,0	11,8
9	43/5*	293	900	0,2	0,5	2,5	6,5
c) Ni-L (statische Versuchsführung)							
10	48/1+2	293	1100	0,2	2,2	4,1	7,3
d) Ni-L (dynamische Versuchsführung)							
11	42/3	293	800	0,03	6,3	8,2	
12	43/3	900	0,1	5,0	6,5		
13	44/1	1000	0,15	3,8	5,2	7,2	
14	45/1	1100	0,2	3,2	5,0	7,0	

\* Dehngeschwindigkeit:  $7 \cdot 10^{-3}/\text{sec}$ .

Tab. 1.



## B. Mikroskopische Untersuchungen

### 1. Die Erscheinungen in Bereich I

#### a) Der Beginn der plastischen Verformung in einzelnen Körnern

Im Gegensatz zum Einkristall mit einer ausgeprägten kritischen Schubspannung finden wir beim Vielkristall einen allmählichen Übergang zum plastischen Verhalten.

Wir führten Beobachtungen im Auflichtmikroskop durch und stellten fest, daß die plastische Verformung eines Vielkristalls damit beginnt, daß zunächst in *einzelnen* Körnern Abgleitungen auftreten. Die Zahl der an der Verformung beteiligten Körner wächst so lange, bis bei der Spannung  $\sigma_1$  in *sämtlichen* Körnern Abgleitungen stattfinden.

In diesen Bereich fällt auch der starke Remanenzabfall, der steile Anstieg der Funktion  $d\epsilon/d\sigma = f(\sigma)$ , sowie die starke Krümmung von  $H_c = f(\sigma)$ . Wie man den Abb. 9 und 10 entnimmt, stimmt das Span-

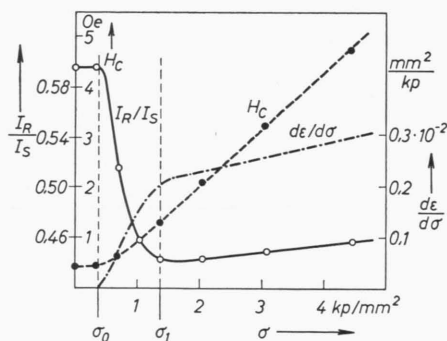


Abb. 9. Relative Remanenz  $I_R/I_S$ , Koerzitivkraft  $H_c$  und Dehnungszunahme ( $d\epsilon/d\sigma$ ) für kleine Reckspannungen (Ni-S, Korngröße: 0,2 mm).

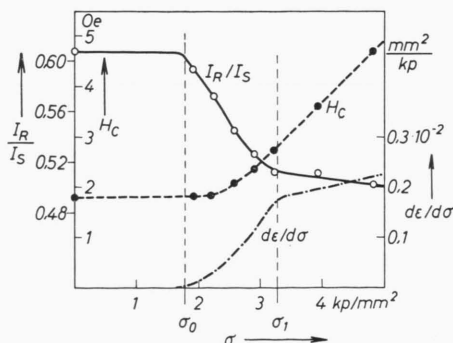


Abb. 10. Relative Remanenz  $I_R/I_S$ , Koerzitivkraft  $H_c$  und Dehnungszunahme ( $d\epsilon/d\sigma$ ) für kleine Reckspannungen (Ni-S, Korngröße: 0,04 mm).

nungsintervall für den Anfangsteil der 3 Kurven quantitativ bei der jeweiligen Korngröße überein.

Der Verlauf dieser Kurven zwischen  $\sigma_0$  und  $\sigma_1$  wird also dadurch bestimmt, daß die an der Verformung beteiligten Körner zunehmen; von der Spannung  $\sigma_1$  an treten in sämtlichen Körnern der Probe plastische Deformationen auf.

Mit licht- und elektronenoptischen Beobachtungen untersuchen wir nun, in welchen Körnern die Verformung *zunächst* einsetzt. Es gibt dafür folgende Möglichkeiten:

a) In Körnern mit günstiger Orientierung eines Gleitsystems relativ zur Stabachse, d. h. in denen die wirksame Schubspannung am größten ist.

b) In Oberflächenkristalliten. Bei ihnen sind die Gleitversetzungen nach einer Richtung frei beweglich und können unbehindert aus dem Kristall austreten.

c) In Körnern, die groß gegenüber der mittleren Korngröße sind. In großen Körnern ist die Behinderung der Versetzungsbewegung durch die aufstauende Wirkung der Korngrenzen geringer als in kleinen.

Wir beobachten, daß die ersten Körner mit Gleitspuren tatsächlich besonders große Körner sind (Fall c); ein Einfluß der Orientierung ist nicht feststellbar. Mit wachsender Verformung treten dann bevorzugt Abgleitungen auf den Körnern auf, die sich in der Nähe solcher großen Kristallite befinden. Die Möglichkeit, daß auf Oberflächenkörnern Gleitspuren auf Grund von geringeren Gleitschritten pro Gleitlinie nicht erkannt werden, schließen wir mit Hilfe unserer elektronenmikroskopischen Untersuchung aus: Die Stufenhöhe einer Gleitlinie ist unabhängig von der Verformung (Abb. 15 und 16) und für verschiedene Korngrößen gleich groß.

Neben der Größe der Kristallite ist auch deren Lage innerhalb der Probe von Bedeutung: In einer früheren Arbeit<sup>3</sup> konnten wir zeigen, daß bei Beginn der plastischen Verformung in den Oberflächenschichten bevorzugt Gleitvorgänge einsetzen.

Die wesentliche Ursache für einen allmählichen Übergang zur plastischen Verformung aller Körner ist also in der Tatsache zu suchen, daß wir in einem Vielkristall stets eine bestimmte Korngrößenverteilung vorfinden, wobei sich große Körner – insbesondere große Oberflächenkörner – als erste plastisch verformen.

Unsere Ergebnisse deuten wir so:

Geht man von der experimentell beobachteten Tat-

sache aus, daß die Zahl der Versetzungen pro Gleitlinie für alle Korngrößen im Mittel gleich ist, dann läßt sich eine Spannung  $\sigma(D)$  angeben, bei der in einem Korn Gleitung auftritt<sup>37</sup>. Diese kritische Fließspannung  $\sigma$  wird in Tab. 2 für die experimentell gefundenen maximalen und minimalen Korngrößen angegeben.

	Korngröße mm	$\sigma(D)$ kp/mm <sup>2</sup>	$\sigma_0$ kp/mm <sup>2</sup>	$\sigma_1$ kp/mm <sup>2</sup>
$\bar{D}$	0,2	1,1	0,4	1,3
$D_{\max}$	1,0	0,4		
$D_{\min}$	0,1	2,2		
$\bar{D}$	0,03	6,2	1,8	3,3
$D_{\max}$	0,1	2,0		
$D_{\min}$	0,01	18,2		

Tab. 2.

In dem berechneten Spannungsintervall liegen tatsächlich die experimentell beobachteten Werte für  $\sigma_0$  und  $\sigma_1$ . Während die Übereinstimmung für  $\sigma_0$  recht gut ist, fällt  $\sigma_1$  etwa mit dem Wert zusammen, den wir für die mittlere Korngröße berechnen. Das läßt sich qualitativ leicht verstehen: Die plastischen Verformungen eines Korns bewirken gleichgroße elastische Verformungen von noch unverformten Nachbarkörnern. Bei der Dehnung  $\varepsilon_1 = 10^{-3}$  bei  $\sigma_1$  können diese elastischen Zusatzspannungen bis zu  $\sigma = E \varepsilon_1 = 20 \text{ kp/mm}^2$  betragen. Wie man aus Tab. 2 ersieht, genügt diese Spannung, um bei  $\sigma_1$  bereits die kleinsten Körner plastisch zu verformen.

## b) Die elektronenmikroskopischen Beobachtungen\*

Wesentliche Aussagen über die Vorgänge innerhalb der Versetzungsstruktur bei der plastischen Verformung liefern die folgenden elektronenmikroskopisch meßbaren Größen:

Die Orientierung der betätigten Gleitebenen, die Gleitlinienlänge, die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche, die Abgleitung pro Gleitstufe.

### 1. Die Gleitsysteme

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen erlauben es uns, in Verbindung mit dem lichtoptischen Verfahren der Orientierungsbestimmung die in den einzelnen Kristalliten betätigten Gleitebenen zu be-

stimmen. Wir gehen dabei von der Tatsache aus, daß bei kubisch-flächenzentrierten Kristallen die (111)-Ebenen in erster Linie als Gleitebenen betätigt werden.

Unsere Untersuchung liefert folgende Ergebnisse: 1. In überwiegendem Maße werden bei den Oberflächenkörnern 2, 3 und 4 *Gleitebenen* betätigt (Mehrfachgleitung), s. Abb. 11 und 12. Über die Zahl der tatsächlich betätigten *Gleitsysteme* können wir keine Aussage machen, da die Gleitrichtungen in einer Gleitebene nicht bekannt sind.

2. Die Abgleitung auf sekundären Gleitebenen trägt zur Gesamtdehnung etwa gleich viel bei wie die Abgleitung auf den primären Gleitebenen. (Die primäre Gleitebene eines Kristallits ist die, in der die höchste Schubspannung auftritt.)

3. Mehrfachgleitung setzt mit der ersten plastischen Verformung ein. In diesem Bereich ( $\varepsilon < 0,2\%$ ) wird auch ein Einzelfall von nichtoktaedrischer Gleitung beobachtet<sup>38</sup>.

4. Das Gleitsystem, das die größte Dehnung bewirkt, ist nicht notwendigerweise das Gleitsystem mit der günstigsten Orientierung relativ zur Probenachse. Besonders in Korngrenznähe findet man häufig stärkere Gleitung auf sekundären Gleitebenen, was man auf Abb. 13 deutlich erkennen kann.

Welche Auswirkungen ergeben sich, wenn wir unsere Aussagen auf das Innere der Probe erweitern wollen? Im Innern der Probe ist die gegenseitige Behinderung der einzelnen Körner bei der Verformung größer als an der Oberfläche. Wir erwarten daher, daß im Innern die Mehrfachgleitung noch mehr überwiegt als bei den Oberflächenkörnern; ähnliches dürfte auch für das Auftreten von nichtoktaedrischer Gleitung gelten.

### 2. Die Gleitlinienlänge

Die Bestimmung der Gleitlinienlänge liefert Aussagen über den Laufweg der Versetzungen im Kristall.

In zahlreichen Beobachtungen konnte sichergestellt werden, daß die Gleitlinienlänge in Bereich 1 durch die Abmessungen der einzelnen Körner bestimmt ist. Die Gleitlinien – insbesondere die des primären Systems – laufen mit unverminderter Stärke über die ganze Kornfläche hinweg und enden erst

<sup>37</sup> G. LEIBFRIED, Z. Phys. **130**, 214 [1951].

\* Abb. 11–20 und 22–29 auf Tafel S. 804 a, b.

<sup>38</sup> Vgl. hierzu auch R. J. HARTMANN u. E. MACHERAUCH, Naturw. **45**, 540 [1958]; Z. Metallkde. **52**, 353 [1961].

in unmittelbarer Nähe der Korngrenze, wobei wir zwei Extremfälle beobachten können:

a) Die Gleitlinien werden vor der Korngrenze schwächer und sind an der Korngrenze gar nicht mehr zu erkennen (Abb. 14). Das bedeutet, daß sich die Versetzungen vor der Korngrenze aufstauen. Unmittelbare experimentelle Beweise dafür liefern Untersuchungen von JACQUET<sup>39</sup> und LIVINGSTON<sup>40</sup> mit Hilfe der Ätzgrübchentechnik und die elektronenmikroskopischen Durchstrahlungsexperimente an dünnen polykristallinen Metallfolien von HIRSCH, HORNE und WHELAN<sup>41</sup>.

b) Die Gleitlinien laufen in unverminderter Stärke bis an die Korngrenze und hören dort plötzlich auf. Bei elektronenmikroskopischer Durchstrahlung kann man ähnliche Erscheinungen feststellen<sup>41</sup>. Die Vermutung liegt nahe, daß die Versetzungen eine Umordnung in der Versetzungsstruktur der Korngrenze bewirken, wenn der BURGERS-Vektor der Gleitversetzung günstig zur Korngrenze orientiert ist.

### 3. Die Stufenhöhe

Die Abgleitung pro Gleitstufe läßt sich aus der Gleitlinienbreite  $d$  und der Gleitrichtung bestimmen:  $s = d/\cos \alpha$ , wenn  $\alpha$  der Winkel zwischen  $d$  und der Gleitrichtung ist, der sich aus der stereographischen Projektion leicht ermitteln läßt. Die Schwankungen sind recht beträchtlich, es ergibt sich in Bereich 1:  $s = (75 \pm 40) \text{ \AA}$ .

Die Abgleitung pro Gleitstufe ist im Rahmen der Meßgenauigkeit unabhängig von der Recklast; für Ni-S mit einer Korngröße von 0,04 mm und an Proben, die bei 90 °K verformt wurden, erhält man denselben Mittelwert wie oben ( $s = 75 \text{ \AA}$ ).

Für eine Theorie der plastischen Verformung ist die Frage von Bedeutung, ob eine einmal gebildete Gleitstufe bei einer Spannungserhöhung weiterwächst. Hierzu 2 Beobachtungen:

- a) Abb. 15/16 und Abb. 17/18 zeigen, daß bei einer Zusatzverformung nur neugebildete Gleitlinien auftreten; ein Tiefenwachstum bei den bereits vorhandenen Gleitlinien kann nicht festgestellt werden.
- b) Auch bei kleinen Zusatzspannungen haben die neu entstandenen Gleitlinien bereits die mittlere Gleitlinienbreite.

Beide Beobachtungen deuten darauf hin, daß eine Versetzungsquelle bei der plastischen Verformung nur einmal betätigt wird. Die Dehnung in Bereich 1 ergibt sich also aus der Zunahme der Zahl der betätigten Versetzungsquellen.

### 4. Die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche

Die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche unterscheidet sich wesentlich von den bekannten Erscheinungen bei Einkristallen im Verfestigungsbereich I. Beim Vielkristall entstehen zusätzliche Gleitlinien immer vollkommen regellos. Die an Einkristallen beobachtete Feingleitung mit annähernd gleichen Abständen zwischen zwei Gleitlinien tritt bei Vielkristallen nicht auf. Erst gegen Ende von Bereich 1 der Vielkristallkurve hat sich eine gleichmäßige Verteilung der Gleitlinien des primären und der sekundären Systeme auf dem ganzen Kristallit bzw. auf einzelnen Gebieten eines Kristallits eingestellt.

### c) Die Vorgänge im Probeninnern

Wir wollen zunächst die Frage diskutieren, inwieweit die mitgeteilten Erscheinungen auch für das Innere der Probe zutreffend sind. Man kann zwei Gebiete getrennt betrachten:

#### 1. Oberflächenkörner:

Aus der Beobachtung, daß die Gleitlinienlänge gleich dem Korndurchmesser ist, schließen wir, daß die Versetzungen im Korninnern bis nahe an die Korngrenzen laufen.

#### 2. Probeninnere Körner:

Hier ist eine Entscheidung zwar schwieriger, doch können wir sie mit Hilfe der Meßresultate über die Koerzitivkraft und die Verfestigungskurve treffen. Beim Übergang von Bereich 1 zu Bereich 2 ändert sich die Steigung der Koerzitivkraft  $H_c$  mit der Spannung und ebenso die Steigung der Dehnungszunahme  $d\varepsilon/d\sigma$  mit der Spannung. Gleichzeitig mit diesen Volumengrößen tritt auch eine Änderung der elektronenmikroskopisch beobachteten Oberflächenstrukturen auf, was im nächsten Kapitel gezeigt wird. Das läßt sich zwanglos nur dadurch erklären, daß die Oberflächenerscheinungen repräsentativ für die Vorgänge im Probeninnern und mit diesen gleichzusetzen sind.

<sup>39</sup> P. A. JACQUET, Acta Met. **2**, 752, 770 [1954].

<sup>40</sup> J. D. LIVINGSTON, Acta Met. **10**, 229 [1962].

<sup>41</sup> P. B. HIRSCH, R. W. HORNE u. M. J. WHELAN, Dislocations

and Mechanical Properties of Crystals, J. Wiley, New York 1957, p. 92. — Über neuere Ergebnisse wurde referiert von H. ALEXANDER in Z. Metallkde. **51**, 202 [1960].



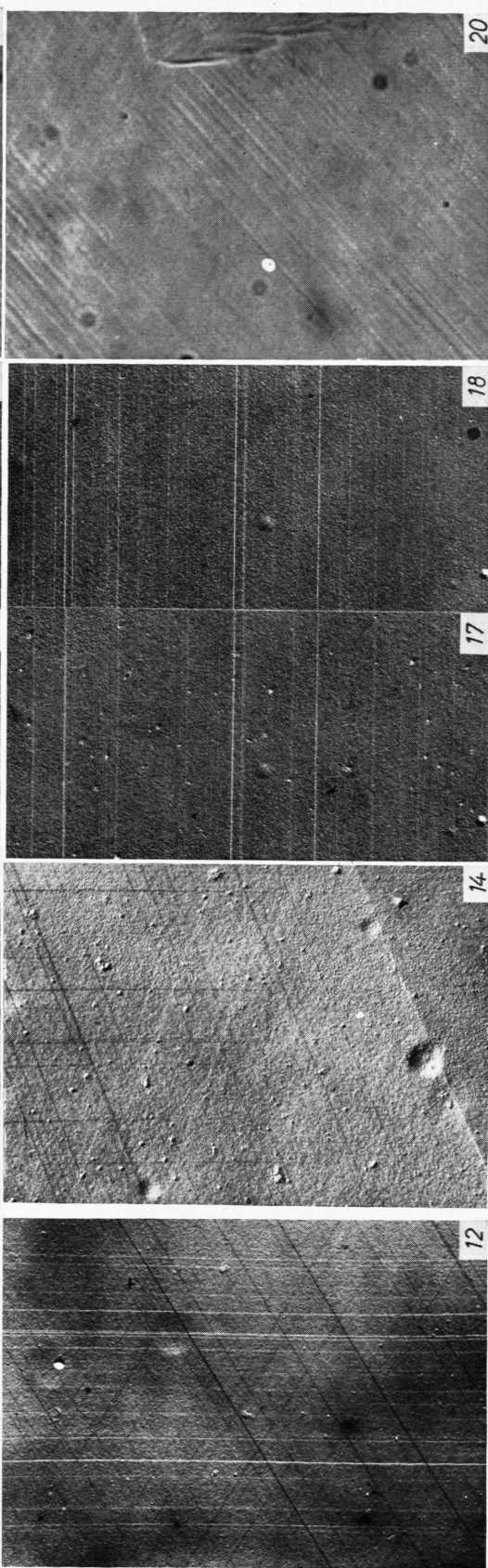
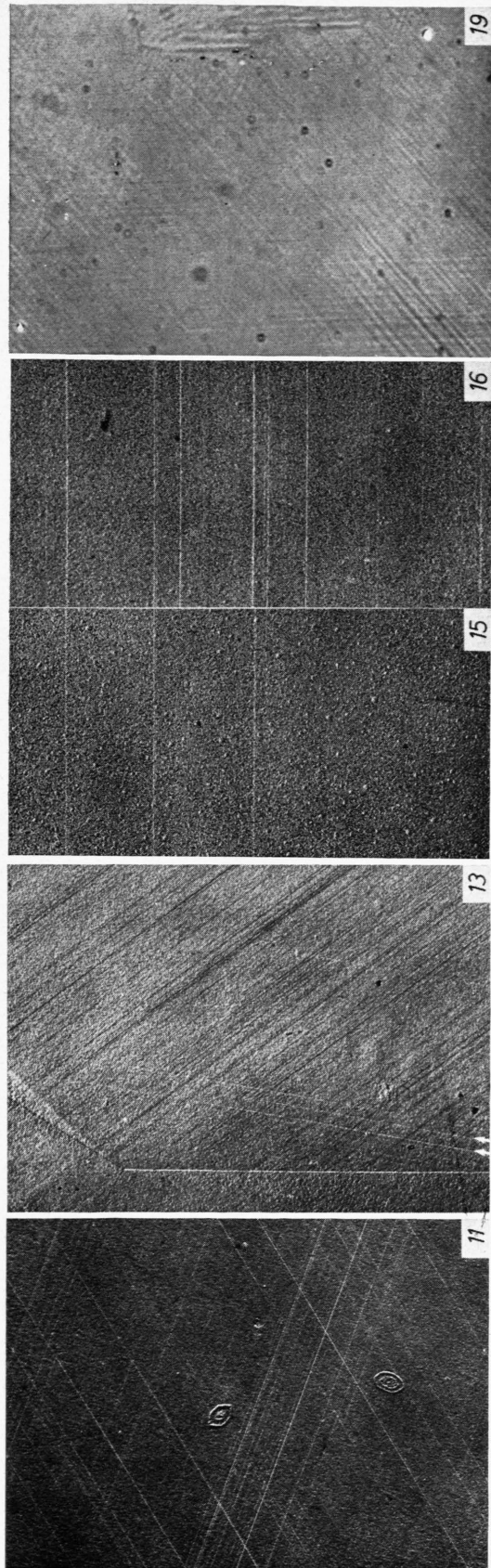


Abb. 11. Mehrfachgleitung im Verfestigungsbereich 1.  $\varepsilon=0,3\%$ ,  $\sigma=1,65 \text{ kp/mm}^2$ ,  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 5000.  
Abb. 12. Mehrfachgleitung im Verfestigungsbereich 1.  $\varepsilon=0,7\%$ ,  $\sigma=4,5 \text{ kp/mm}^2$ ,  $T=90^\circ\text{K}$ , Vergr. 5000.  
Abb. 13. Zusatzgleitung in Korngrenznähe; Vergr. 10 000.

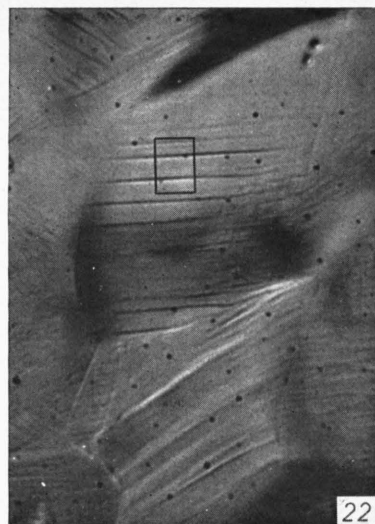
Abb. 14. Gleitung in Korngrenznähe: Schwächerwerden von Gleitlinien vor der Korngrenze; Vergr. 10 000.

Abb. 15 und 16. Die Entstehung von Gleitlinien im Anfangsbereich von Bereich 1. Beide Abb. zeigen denselben Oberflächenbereich (Abb. 15:  $\varepsilon=0,05\%$ , Abb. 16:  $\varepsilon=0,1\%$ );  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 15 000.

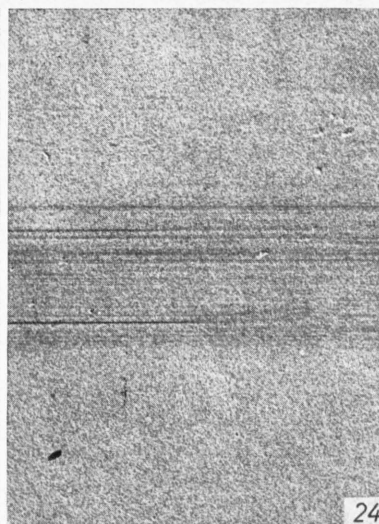
Abb. 17 und 18. Die Entstehung von Gleitlinien im Verformungsbereich 1. Beide Abb. zeigen denselben Oberflächenbereich (Abb. 17:  $\varepsilon=0,7\%$ ,  $\sigma=4,5 \text{ kp/mm}^2$ ; Abb. 18:  $\varepsilon=1,2\%$ ,  $\sigma=7,5 \text{ kp/mm}^2$ );  $T=90^\circ\text{K}$ , Vergr. 15 000.

Abb. 19. Lichtmikroskopisches Oberflächenbild nach Verformung in Bereich 1.  $\varepsilon=0,8\%$ ,  $\sigma=5,7 \text{ kp/mm}^2$ ,  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 200.

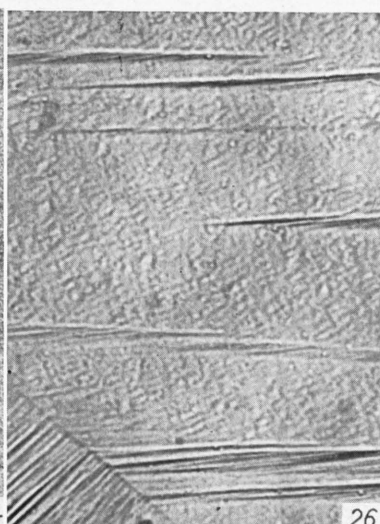
Abb. 20. Dieselbe Stelle wie bei Abb. 19 nach Verformung in den Bereich 2 hinein; die Gleitspuren von Bereich 1 wurden vor der Zusatzverformung elektrolytisch abpoliert.  $\varepsilon: 0,8 \text{ bis } 1,2\%$ ,  $\sigma: 5,7 \text{ bis } 7,1 \text{ kp/mm}^2$ ,  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 200.



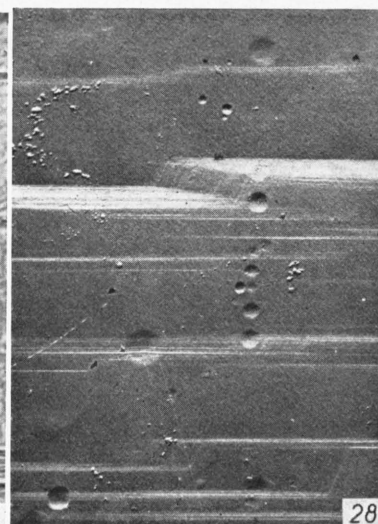
22



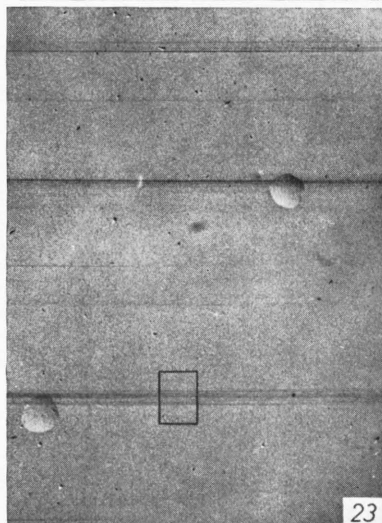
24



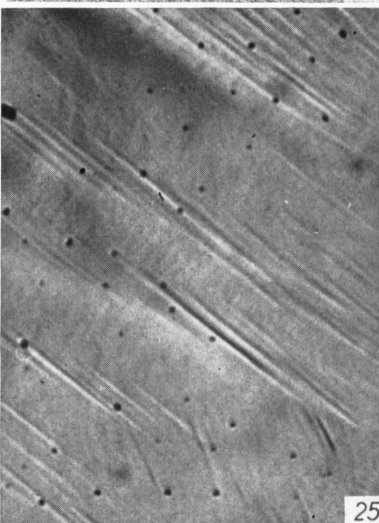
26



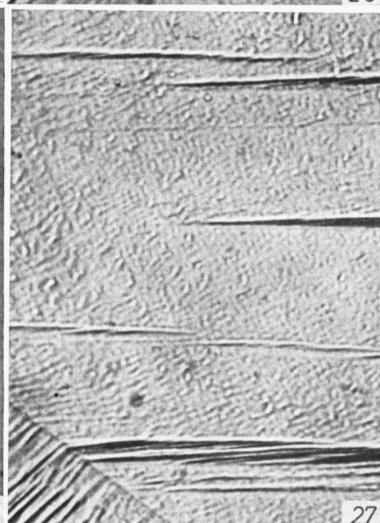
28



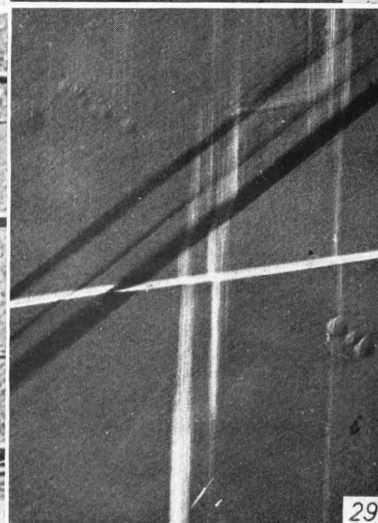
23



25



27



29

Abb. 22. Gleitbänder im Verformungsbereich 2; lichtmikroskopische Aufnahme.  $\epsilon$ : 4,6 bis 5%,  $\sigma$ : 16,8 bis 18 kp/mm<sup>2</sup>,  $T=90^\circ\text{K}$ , Vergr. 200.

Abb. 23. Elektronenmikroskopische Aufnahme des in Abb. 22 eingerahmten Gebiets, Vergr. 2000.

Abb. 24. Ausschnitt von Abb. 23 bei höherer Vergrößerung, Vergr. 20 000.

Abb. 25. Gleitbandgruppen im Verformungsbereich 2; lichtmikroskopische Aufnahme.  $\epsilon$ : 4,6 bis 5%,  $\sigma$ : 16,8 bis 18 kp/mm<sup>2</sup>,  $T=90^\circ\text{K}$ , Vergr. 250.

Abb. 26 und 27. Lichtmikroskopische Aufnahmen von Oberflächenerscheinungen im Verfestigungsbereich 3. Beide Bilder zeigen dieselbe Objektstelle für verschiedene Verformungsstufen; vor jeder Verformung wurden die vorher gebildeten Gleitspuren elektrolytisch

abpoliert. Abb. 26:  $\epsilon$ : 6,4 bis 8,4%,  $\sigma$ : 20,5 bis 24,5 kp/mm<sup>2</sup>; Abb. 27:  $\epsilon$ : 11,8 bis 15,2%,  $\sigma$ : 29 bis 33 kp/mm<sup>2</sup>;  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 200.

Abb. 28. Quergleitung im Verformungsbereich 3.  $\epsilon$ : 8 bis 9%,  $\sigma$ : 22 bis 24 kp/mm<sup>2</sup>,  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 5000.

Abb. 29. Quergleitung und Mehrfachgleitung im Verformungsbereich 3.  $\epsilon$ : 11 bis 13%,  $\sigma$ : 30 bis 32 kp/mm<sup>2</sup>,  $T=293^\circ\text{K}$ , Vergr. 5000.

Wir gewinnen damit für Bereich 1 die Vorstellung, daß die Versetzungen innerhalb eines Korns bis an die Korngrenzen laufen und sich dort aufstauen — bei besonders günstigen Orientierungen zwischen Gleitversetzungen und der Korngrenze können sie sogar selbst in die Korngrenze eindringen. Es tritt stets Mehrfachgleitung auf; die Gleitversetzungen der verschiedenen Gleitsysteme behindern sich nicht gegenseitig.

Mit diesem Modell läßt sich eine quantitative Beschreibung der Verformungskurve durchführen, die einen quadratischen Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung ergibt:  $\sigma^2 \sim \epsilon$ . Die dabei berechneten Werte für den Verfestigungskoeffizienten liegen in einem Bereich, der in der richtigen Größenordnung zu den gemessenen Werten steht.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die Vorgänge in Bereich 1 typisch für den Vielkristall sind und beim Einkristall nicht beobachtet werden.

## 2. Die Erscheinungen in Bereich 2

### a) Die Unterschiede in den Oberflächenerscheinungen zu Bereich 1

Bei der Spannung  $\sigma_2$ , bei der  $H_c$ ,  $I_R/I_S$  und  $d\epsilon/d\sigma$  einen Knick aufweisen (Abb. 2 bis 5), ändern sich auch die Oberflächenerscheinungen in typischer Weise.

Die in Bereich 1 deutlich erkennbare Mehrfachgleitung (Abb. 19) ist in Bereich 2 nicht mehr zu beobachten (Abb. 20). In den Hauptgebieten des abgebildeten Korns wird nur mehr eine Gleitebene betätigt. Wir beobachten außerdem die Aufteilung eines Korns in verschiedene Gebiete, innerhalb deren jeweils eine Gleitebene deutlich wirksam ist. Mehrfachgleitung tritt nur noch auf, wenn mehrere Gleitsysteme gleichberechtigt sind.

### b) Vergleich mit den Erscheinungen des Einkristallverfestigungsbereiches II

#### 1. Die Abnahme der Gleitlinienlänge mit der Verformung (Abb. 21):

Genaue Beobachtungen längs der Spannungs-Dehnungs-Kurve von Bereich 2 ergeben, daß die mittlere Gleitlinienlänge des primären Systems bei Beginn von Bereich 2 kleiner wird als der Korndurch-

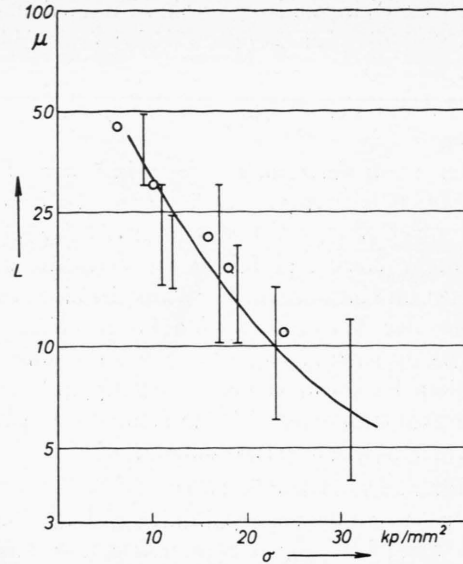


Abb. 21. Gleitlinienlänge  $L$  in Abhängigkeit von der Reckspannung für vielkristallines Nickel (O Meßpunkte von KRONMÜLLER<sup>42</sup> an Nিকেleinkristallen, die bei 90 °K verformt wurden — umgerechnet auf die wirksame Spannung  $\sigma$ ).

messer. Die Schwankungen der Gleitlinienlänge sind zwar recht groß, es läßt sich aber deutlich die Abnahme mit wachsender Spannung nachweisen. Die Meßwerte für Proben, die bei Zimmertemperatur und bei 90 °K verformt wurden, liegen innerhalb dieser Schwankungsbreite, so daß keine Temperaturabhängigkeit feststellbar war. Ein Vergleich mit entsprechenden Beobachtungen von KRONMÜLLER<sup>42</sup> an Nickel-Einkristallen zeigt, daß beide Ergebnisse recht gut übereinstimmen. Wir können daher sagen, daß beim Vielkristall dieselben Versetzungsreaktionen — zunehmende Bildung von LOMER-COTTRELL-Versetzungen — für den Ablauf der Verformung wesentlich sind.

#### 2. Die Strukturierung der Gleitlinien:

Darunter verstehen wir die Gruppierung in Bereiche verschiedener Gleitliniendichte. Bei unseren Vielkristallen wie auch an Einkristallen in Bereich II beobachtet man, daß diese Bereiche nicht immer parallel zu den Gleitlinien verlaufen.

#### 3. Die Abhängigkeit der Koerzitivkraft von der Spannung:

An Einkristallen findet man in Bereich II, daß die Koerzitivkraft linear mit  $\tau$  ansteigt<sup>43-45</sup>. In ent-

<sup>42</sup> H. KRONMÜLLER, Z. Phys. **168**, 239 [1962].

<sup>43</sup> H. DIETRICH u. E. KNELLER, Z. Metallkde. **47**, 716 [1956]; E. KNELLER u. G. SCHMELZER, Z. Metallkde. **51**, 342 [1960].

<sup>44</sup> D. KRAUSE, Z. Phys. **168**, 239 [1962].

<sup>45</sup> E. KNELLER, Ferromagnetismus, Verlag Springer, Berlin 1962.



sprechender Weise finden wir eine Proportionalität von  $H_c$  zu  $\sigma$  für vielkristallines Nickel (vgl. Abb. 2 bis 5).

#### 4. Die latente Verfestigung von sekundären Gleitsystemen:

Reaktionen von Versetzungen des primären und der sekundären Gleitsysteme ermöglichen die Bildung von LOMER-COTTRELL-Versetzungen; sie behindern die Gleitung stark und führen zu Versetzungsaufstauungen im Korninnern. Die Folge ist eine rasche Zunahme der Versetzungsdichte im primären System. Die dadurch erzeugte hohe Verfestigung von sekundären Systemen (latente Verfestigung) bestätigt die Beobachtung, daß keine nennenswerte Gleitung in diesen Systemen stattfindet.

#### 5. Die Bildung von Gleitbändern:

Die Konzentrierung von Gleitlinien auf bestimmte Gebiete führt bei großen Spannungen zur Ausbildung von engbegrenzten Gleitbändern (Abb. 22 bis 24). Mehrere Gleitbänder können Gleitbandgruppen bilden, die oft nicht mehr der Richtung der Gleitbänder folgen (Abb. 25).

#### 6. Der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung:

Im Einkristallbereich II gilt die Linearität zwischen Schubspannung und Abgleitung recht gut sowohl für Kristalle mittlerer Orientierung als auch für verschiedene Verformungstemperaturen. Im Gegensatz dazu finden wir einen quadratischen Anstieg der vielkristallinen Spannungs-Dehnungs-Kurve im Verformungsbereich 2.

Der vielkristalline Verfestigungskoeffizient  $d\sigma/d\varepsilon$  beträgt bei Beginn von Bereich 2  $330 \text{ kp/mm}^2$  und sinkt bis auf etwa  $200 \text{ kp/mm}^2$  am Ende von Bereich 2 ab. Bei Einkristallen mißt man bei einer mittleren Orientierung:  $\Theta_{II} = d\tau/da = 22 \text{ kp/mm}^2$  (s. Anm. 42, 46) bzw.  $24 \text{ kp/mm}^2$  44. Setzen wir die beiden Verfestigungskoeffizienten zueinander in Beziehung  $d\sigma/d\varepsilon = \bar{m}^2 \cdot \Theta_{II}$ , so berechnen wir  $\bar{m} = 3,8$  für den Beginn und  $\bar{m} = 2,9$  am Ende von Bereich 2, was man mit dem theoretischen mittleren Orientierungsfaktor  $\bar{m} = 2,24$  von SACHS<sup>16</sup> vergleichen muß. Die Verfestigung ist also – insbesondere für den Beginn von Bereich 2 – wesentlich größer als bei einem Einkristall mittlerer Orientierung.

Diese Tatsachen weisen darauf hin, daß in diesem Bereich zusätzlich zu den von Einkristallen her bekannten Erscheinungen noch typische Vielkristall-

eigenschaften für die Verfestigung maßgebend sind. Zusammenfassend können wir feststellen:

Eine Reihe von Eigenschaften sprechen dafür, daß sich im Vielkristallbereich 2 dieselben Versetzungsreaktionen abspielen wie im Bereich II der Einkristall-Verfestigungskurve. Das genügt jedoch nicht, um den speziellen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einfachen Überlegungen aus den Einkristallkurven abzuleiten.

#### c) Deutung

Wir sehen folgende Möglichkeit, unsere Ergebnisse zu deuten:

Die Vielkristallbedingung der Volumenerhaltung läßt sich in Bereich 1 praktisch leicht erfüllen durch Mehrfachgleitung; in Bereich 2 ist das auf Grund der starken Verfestigung der sekundären Gleitsysteme nicht mehr möglich. Die Spannungen, die an den Korngrenzen wirksam werden, können dann so stark werden, daß eine direkte Wechselwirkung mit dem Nachbarkorn eintreten kann.

Die in Bereich 1 infolge Versetzungsaufstauungen aufgebaute starke Verfestigung des Korngrenzenbereichs (es treten bei  $\sigma_2$  Schubspannungen an der Korngrenze bis zu  $\tau = 40 \text{ kp/mm}^2$  auf) wird an einzelnen Stellen der Korngrenze dadurch abgebaut, daß im Nachbarkorn Gleitung induziert wird. Es kann allerdings nicht mehr ein beliebiges Gleitsystem im Nachbarkorn betätigt werden, sondern in der Regel nur mehr das primäre. Um nun mit Hilfe des primären Systems eine beliebige Formänderung zu erreichen, gruppieren sich die eng begrenzten Gleitzonen zu Gleitbandgruppen, deren Orientierung unabhängig von der Orientierung der betätigten Gleitebene ist.

Dieser Spannungsabbau an der Korngrenze ebnet den Weg für eine weitere Verformung und bewirkt so eine Abnahme des Verfestigungskoeffizienten. Sein hoher Wert zu Beginn von Bereich 2 ist nach unserer Ansicht eine direkte Folge der starken Versetzungsaufstauungen an den Korngrenzen.

#### 3. Die Erscheinungen in Bereich 3

##### a) Die elektronenmikroskopischen Beobachtungen

In Bereich 3 finden wir eine Weiterentwicklung der Erscheinungen, die wir bereits von Bereich 2 her kennen.

<sup>46</sup> P. HAASEN, Phil. Mag. 3, 384 [1958].

Die Gleitlinienlänge nimmt weiterhin ab (vgl. Abb. 21). Gleitbänder treten verstärkt in Erscheinung. Bei einzelnen Gleitbandgruppen beobachtet man wiederholt Abgleitungen in aufeinanderfolgenden Dehnungsintervallen (siehe Abb. 26 und 27).

Grundsätzlich neu ist in Bereich 3 das Auftreten von Quergleitung. Zunächst kann sie nur vereinzelt festgestellt werden, bei höheren Spannungen bestimmt sie in charakteristischer Weise das Oberflächenbild (Abb. 28 und 29). Die Orientierungsbestimmung ergab, daß es sich bei den Quergleitebenen immer um oktaedrische Flächen handelt; Hinweise auf nichtoktaedrische Gleitung konnten nicht gefunden werden.

#### b) Vergleiche mit dem Einkristallbereich III

Ein Vergleich unserer Beobachtungen mit denen, die für Bereich III der Einkristall-Verfestigungskurve typisch sind, liegt nahe:

1. Wir finden dieselben Oberflächenerscheinungen, die man bereits von Einkristalluntersuchungen her kennt<sup>2, 5</sup>.
2. Das Abbiegen der Koerzitivkraft bei wachsender Spannung vom linearen Verlauf wird bei Einkristallen ebenfalls im Verlauf der Kurve  $H_c = f(\tau)$  festgestellt<sup>43, 45</sup>.
3. Der Verfestigungskoeffizient sinkt mit zunehmender Spannung sowohl beim Einkristall wie auch beim Vielkristall.
4. Für den Beginn des Teils III gibt HAASEN<sup>46</sup> für Nickeleinkristalle (99,98%) bei Zimmertemperatur eine Schubspannung  $\tau_{III} = 5,5 \text{ kp/mm}^2$  an. Bei Berücksichtigung eines Orientierungsfaktors von  $m = 2$  ergibt das eine effektive Spannung von  $11 \text{ kp/mm}^2$ . Unsere dynamischen Ziehversuche weisen bei vergleichbarer Dehngeschwindigkeit und gleichem Reinheitsgrad ein  $\sigma_3$  von  $(10 \pm 1) \text{ kp/mm}^2$  auf, was sehr befriedigend mit den Messungen HAASENS übereinstimmt.
5. Zusätzlich noch drei weitere qualitative Bemerkungen: Bei einer Verformungstemperatur von  $90^\circ \text{K}$  erhält HAASEN<sup>46</sup> für  $\tau_{III}$  den Wert  $14 \text{ kp/mm}^2$ , was einer Spannung  $\sigma_3$  von  $30 \text{ kp/mm}^2$  entspricht. Da unser Meßbereich auf  $20 \text{ kp/mm}^2$  begrenzt ist, finden wir bei dieser Verformungstemperatur keinen Übergang zu einem Bereich 3. Bei einer größeren Verformungsgeschwindigkeit messen wir eine höhere Spannung  $\sigma_3$ , was auch für  $\tau_{III}$  bei Einkristallen zutrifft.

Die bekannte Tatsache, daß bei Proben mit Verunreinigungen der Beginn von Bereich III wesentlich später einsetzt, deckt sich mit unseren Messungen an Ni-L, die innerhalb des Meßbereichs keinen Übergang zu einem Teil 3 ergeben.

Wir können somit die für den Beginn von Bereich III der Einkristall-Verfestigungskurve charakteristischen Erscheinungen qualitativ, z. Tl. auch quantitativ nachweisen. Wir glauben damit, den experimentellen Beweis erbracht zu haben, daß der von uns beobachtete Übergang zum Vielkristallbereich 3 derselbe ist wie bei Einkristallen und wesentlich auf dem Einsetzen der thermisch aktivierten Quergleitung beruht.

#### IV. Vergleich mit Messungen anderer Autoren

In einem einleitenden Kapitel haben wir in einer kurzen Literaturübersicht die für unsere Arbeit wesentlichen Untersuchungen zur Vielkristallplastizität dargestellt. Jetzt fragen wir umgekehrt, inwieweit sich Meßergebnisse anderer Autoren in unsere Bereichseinteilung einordnen lassen.

Für die Untersuchungen von CRUSSARD et al.<sup>27</sup> an Aluminium ist diese Einordnung unter Berücksichtigung der bekannten Eigenschaften von Aluminium-Einkristallen gut möglich: Bei der Verformung von Aluminium-Einkristallen geht der Verfestigungsbereich I sofort über in Bereich III mit der charakteristischen Quergleitung; in derselben Weise setzt beim Vielkristall nach dem ersten Verformungsbereich unmittelbar Bereich 3 ein, ohne daß ein Bereich 2 auftritt (vgl. auch KNÖLL und MACHERAUCH<sup>47</sup>). Der Übergangspunkt bei  $2,4 \text{ kp/mm}^2$  und  $1,4\%$  Dehnung entspricht daher auch in unserer Darstellung einem Übergang von der „inter“-kristallinen zur „intra“-kristallinen Verfestigung.

Falls die thermisch aktivierte Quergleitung erst bei höheren Spannungen einsetzt, wie das für Aluminium bei tiefen Temperaturen, für Kupfer und Nickel bereits bei Zimmertemperatur der Fall ist, soll es nach KOCKS<sup>22</sup> auch beim Vielkristall einen dem Einkristallbereich II ähnlichen Verfestigungsbereich geben. Diese Vorstellung stimmt recht gut mit unseren Oberflächenbeobachtungen überein. Doch damit allein kann nach unseren Ergebnissen der Verlauf der vielkristallinen Spannungs-Dehnungs-Kurve in Bereich 2 noch nicht verstanden werden.

<sup>47</sup> H. KNÖLL u. E. MACHERAUCH, Phys. Stat. Sol. **2**, K 237 [1962].

FELTHAM und MEAKIN<sup>29</sup>, wie auch KNÖLL und MACHERAUCH<sup>47</sup> beobachten einen linearen Teil in der Spannungs-Dehnungs-Kurve von Kupfer bei Dehnungen bis etwa 1%, den wir bei vielkristallinem Nickel nicht vorfinden. Dieser lineare Teil wird mit dem Einkristallbereich II verglichen. Bei unseren elektronenmikroskopischen Beobachtungen im Verformungsgebiet unter 1% können wir jedoch keine Ähnlichkeit zu den entsprechenden Gleitvorgängen des Einkristalls feststellen.

Während die Deutungsversuche zum Verlauf der vielkristallinen Verfestigungskurve nicht immer mit unseren Ergebnissen übereinstimmen, lassen sich die bisherigen Oberflächenbeobachtungen recht gut einordnen:

BOAS und HARGREAVES<sup>48</sup>, BOAS und OGILVIE<sup>49</sup>, URIE und WAIN<sup>50</sup> untersuchen die starke Inhomogenität der Verformung innerhalb eines Korns und beobachten, daß die betätigten Gleitsysteme von Ort zu Ort innerhalb eines Kristallits wechseln können. Eine systematische Zuordnung der Oberflächenerscheinungen zur Spannungs-Dehnungs-Kurve wird nicht vorgenommen. Die Folgerungen von HARGREAVES<sup>51</sup>, ein Korn in ein Hauptgebiet aufzuteilen, das sich ähnlich wie ein Einkristall verformt, und andere Gebiete, die sich so verformen, daß der Zusammenhalt aller Kristallite gewahrt bleibt, entspricht weitgehend unseren Ergebnissen für Dehnungen über 1%.

Das Einsetzen der plastischen Verformung wird mit Hilfe einer elektrolytischen Ätztechnik von KARASHIMA, FUJIWARA und NAKAMURA<sup>52</sup> an  $\alpha$ -Messing eingehend untersucht. Sie stellen dabei fest, daß die Verformung bevorzugt an Oberflächenkörnern beginnt. Dies ist im Einklang mit unseren Ergebnissen, wie auch die von RAUZIN<sup>53</sup> beschriebene Erscheinung, daß Gleitspuren zunächst auf großen Körnern auftreten.

Hingegen liefern unsere Beobachtungen zur Fließgrenze keinen Hinweis dafür, daß an den Korngrenzen von einzelnen Versetzungsaufstauungen Versetzungen in das Nachbarkorn überlaufen oder im Nachbarkorn einzelne Versetzungsquellen aktiviert werden, wie das für die verschiedenen Theorien

zur Fließspannung vorausgesetzt wird (PETCH<sup>12</sup>). Das Überlaufen von Versetzungen geschieht nur dann — was auch OGILVIE<sup>54</sup> beobachtet —, wenn die Gleitebenen in der Korngrenze aufeinanderpassen, was für besondere Korngrenzenkonfigurationen möglich ist (Zwillingskorngrenze, Kleinwinkelkorngrenze).

Über den Bereich der schwachen Verformungen bis etwa 1% hat KRÖNER<sup>26</sup> quantitative Abschätzungen ausgeführt, die wir weitgehend bestätigt finden. So können wir nachweisen, daß Mehrfachgleitung bereits bei Deformationen unter 0,1% auftritt. Der Bereich der Versetzungsaufstauungen an den Korngrenzen geht jedoch bei uns bis etwa 1%; erst von da an beobachten wir ein starkes Einsetzen von Versetzungsaufstauungen auch im Korninnern und den Abbau der Spannungsfelder an den Korngrenzen. Unsere Ergebnisse entsprechen der Erwartung, daß für die vielkristalline Verformung die Vorgänge unter 1% Dehnung besonders wesentlich sind. Auf die Bedeutung dieser Tatsache weisen auch experimentelle Untersuchungen von HORDON, LEMENT und AVERBACH<sup>55</sup> hin, die für die Verformungsabhängigkeit des  $E$ -Moduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Aluminium Extremwerte bei Dehnungen von 0,1% und 1% beobachten.

An Hand dieser Darstellung sehen wir: Die Bereichseinteilung der Vielkristallverfestigungskurve, zu der uns unsere Messungen und Überlegungen führten, liefert einen Rahmen, in den sich nahezu alle uns bekannten Ergebnisse anderer Autoren zwanglos einfügen.

## V. Schlußbemerkung

Wir haben in dieser Arbeit versucht, den experimentellen Grundriß zu schaffen für eine eingehendere quantitative Behandlung des Problems der Vielkristallplastizität kubisch-flächenzentrierter Metalle.

Die experimentellen Ergebnisse legen folgendes Versetzungsmodell der Vielkristallplastizität nahe:

Die Versetzungen breiten sich in Bereich 1 bis nahe an die Korngrenzen aus und führen dort zu Ver-

<sup>48</sup> W. BOAS u. M. E. HARGREAVES, Proc. Roy. Soc., Lond. A **193**, 89 [1948].

<sup>49</sup> W. BOAS u. G. J. OGILVIE, Acta Met. **2**, 655 [1954].

<sup>50</sup> V. M. URIE u. H. L. WAIN, J. Inst. Metals **88**, 153 [1952/53].

<sup>51</sup> M. E. HARGREAVES, J. Austr. Inst. Metals **1**, 125 [1956].

<sup>52</sup> S. KARASHIMA, H. FUJIWARA u. Y. NAKAMURA, Proc. 1st Jap.

Congr. on Testing Mat., 59 [1958]; Mem. Inst. Sci. Indust. Res. Osaka Univ. **16**, 55 [1959].

<sup>53</sup> I. A. RAUZIN, Phys. Met. Metallogr. **8** (2), 57 [1959].

<sup>54</sup> G. J. OGILVIE, J. Inst. Metals **81**, 491 [1952/53].

<sup>55</sup> M. J. HORDON, B. S. LEMENT u. B. L. AVERBACH, Acta Met. **6**, 446 [1958].



setzungsaufstauungen. Dabei liegt durchwegs Mehrfachleitung vor.

In Bereich 2 wird der Laufweg der Versetzungen kleiner als die Korndimensionen, es ergeben sich Versetzungsaufstauungen in zunehmendem Maße im Korninnern. Die starke latente Verfestigung von sekundären Gleitsystemen hat zur Folge, daß Gleitungen nur mehr bevorzugt auf einem Gleitsystem stattfinden. Die starken Spannungsfelder an den Korngrenzen, die eine höhere Verfestigung im Vergleich zum Bereich II des Einkristalls bewirken, werden allmählich abgebaut.

Mit dem Einsetzen der thermisch aktivierten Quer-

gleitung von Schraubenversetzungen beginnt Bereich 3. Die Versetzungen können aus ihren Gleitebenen herauswandern und sich auf dazu parallelen Ebenen ausbreiten, was eine weitere Abnahme des Verfestigungskoeffizienten zur Folge hat.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. W. ROLLWAGEN, bin ich außerordentlich dankbar, daß ich in seinem Institut die vorliegende Arbeit anfertigen durfte. — Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. habil. CHR. SCHWINK, der diese Arbeit anregte und mit stets förderndem Interesse betreute. Für finanzielle Unterstützung und die Bereitstellung von Geräten danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft.

## Untersuchungen über die elektrischen Eigenschaften von Cadmiumselenid

Von U. DOLEGA \*

Standard Elektrik Lorenz AG, Geschäftsbereich Bauelemente

(Z. Naturforsch. **18 a**, 809—818 [1963]; eingegangen am 29. April 1963)

Es wird über die Untersuchungen der elektrischen Eigenschaften von CdSe berichtet, wobei besonders der Einfluß einer Thalliumdotierung im Vordergrund stand. Die durch gleichzeitiges Aufdampfen von Cd und Se hergestellten polykristallinen Schichten zeigen einen starken Cd-Überschuß. Eine Chlordotierung bis zu 150 g/t läßt keinen Einfluß auf die elektrischen Eigenschaften erkennen. Geringe Tl-Dotierungen erhöhen den spezifischen Widerstand von CdSe sehr stark, hohe Tl-Dotierungen setzen ihn wieder herab, wobei das CdSe ein n-Leiter bleibt. Für die effektive Zustandsdichte im Leitungsband wird  $N_c = 1,1 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  und für die effektive Masse der Leitungselektronen  $m_n^*/m = 0,13$  gefunden.

Es ist heute mit Sicherheit bekannt, daß sich bei der Herstellung von Selengleichrichtern zwischen dem Selen und der aufgespritzten Cd-haltigen Deckelektrode eine dünne Cadmiumselenid-Schicht bildet<sup>1-3</sup>, und daß die Gleichrichtereigenschaften durch den pn-Kontakt zwischen dem p-leitenden Selen und dem n-leitenden Cadmiumselenid bestimmt werden<sup>4-7</sup>. Die Sperreigenschaften des Selengleichrichters werden durch Thallium-Zusätze z. B. zum Deckelektrodenmetall, die Durchlaßeigenschaften durch eine Halogen-Dotierung des Selen verbessert, und man muß annehmen, daß in die sich bildende CdSe-Schicht Thallium- und Halogen-Atome eingebaut werden. Für das Verständnis der Wirkungsweise eines Selengleichrichters ist es daher von In-

teresse, die elektrischen Eigenschaften des Cadmiumselenids mit Thallium- und Halogenzusätzen zu kennen.

Nach zahlreichen bisherigen Untersuchungen ist CdSe ein Überschuß-Halbleiter. Für den spezifischen Widerstand bei Raumtemperatur werden Werte zwischen  $10^{-2}$  und  $10^{+8} \Omega \text{ cm}$  angegeben; er wird durch Temperung in Selendampf erhöht, durch Temperung in Cadmiumdampf erniedrigt<sup>8-11</sup>. HEINZ und BANKS<sup>10</sup> haben für einkristallines hexagonales Cadmiumselenid (mit Cd-Überschuß) aus HALL- und Leitfähigkeitsmessungen für die Elektronendichte  $n = 10^{17} \dots 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  und für die Beweglichkeit der Elektronen  $b = 400 \dots 900 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  erhalten. HAUFFE und FLINT<sup>9</sup> haben die Leitfähigkeit von

\* Nürnberg.

<sup>1</sup> M. TOMURA, Bull. Chem. Soc., Japan **22**, 82 [1949].

<sup>2</sup> S. POGANSKI, Diss., Technische Universität, Berlin 1950.

<sup>3</sup> J. YAMAGUCHI u. S. KATAYAMA, J. Phys. Soc., Japan **5**, 385 [1950].

<sup>4</sup> S. POGANSKI, Z. Elektrochem. **56**, 193 [1952].

<sup>5</sup> S. POGANSKI, Z. Phys. **134**, 469 [1953].

<sup>6</sup> A. HOFFMANN u. F. ROSE, Z. Phys. **136**, 152 [1953].

<sup>7</sup> J. YAMAGUCHI et al., J. Phys. Soc., Japan **10**, 233 [1955].

<sup>8</sup> K. WEISS, Diplomarbeit, Darmstadt 1950.

<sup>9</sup> K. HAUFFE u. H. G. FLINT, Ann. Phys., Lpz. **6. F.** **15**, 141 [1955].

<sup>10</sup> D. M. HEINZ u. E. BANKS, J. Chem. Phys. **24**, 391 [1956].

<sup>11</sup> H. STROSCHKE, Z. Phys. **140**, 409 [1955]; **145**, 597 [1956].