

# Röntgenographische Untersuchungen über die Versetzungsanordnung in plastisch verformten Kupfer-Einkristallen

Von Manfred WILKENS und Konrad ECKERT

Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart

(Z. Naturforschg. **19 a**, 459—470 [1964]; eingegangen am 24. Oktober 1963)

Kupfereinkristalle wurden in Einfachgleitung bis in den Bereich II der Einkristallverfestigungskurve verformt und anschließend mit BERG-BARRETT-Aufnahmen untersucht (Anordnung in symmetrischer BRAGG-Reflexion). Die aus den massiven Einkristallen herauspräparierten ebenen Oberflächen lagen jeweils parallel  $\{111\}$  oder  $\{002\}$ . Die BERG-BARRETT-Aufnahmen zeigen Versetzungsanhäufungen parallel zur Hauptgleitebene, deren Abstände senkrecht zur Hauptgleitebene in der Größenordnung  $10\ \mu\text{m}$  liegen. Diese Versetzungsanhäufungen bilden ihrerseits Versetzungswände senkrecht zur Hauptgleitrichtung, in denen eine Gitterdrehung lokalisiert ist, die durch eine Drehachse parallel den Stufenversetzungen des Hauptgleitsystems beschrieben werden kann (Hauptkomponente des LAUE-Asterismus). Die Ergebnisse zeigen gute Übereinstimmung mit elektronenmikroskopischen Oberflächenabdruck- und Durchstrahl-Untersuchungen sowie mit theoretischen Vorstellungen über die Verfestigung von kubisch-flächenzentrierten Einkristallen.

Ferner wird über Messungen der Streuintensität als Funktion des Glanzwinkels (Reflexionskurve) und über Messungen der sogenannten ROCKING-Kurve berichtet.

Zur Untersuchung der Versetzungsanordnung in plastisch verformten kubisch-flächenzentrierten Einkristallen dienten bisher vorwiegend lichtoptische und elektronenmikroskopische Gleitlinienaufnahmen<sup>1</sup> und seit einigen Jahren in steigendem Maße elektronenmikroskopische Durchstrahlungen dünn polierter einkristalliner Bleche bzw. aus dem massiven Einkristall herauspräparierter Scheiben<sup>2-9</sup>. Ferner ist in der letzten Zeit die Ätzgrübchenmethode wesentlich verfeinert worden<sup>10</sup>.

Insbesondere den elektronenmikroskopischen Durchstrahlungen verdanken wir zahlreiche Detailinformationen über die Versetzungsanordnung. Der Nachteil dieser Methode liegt aber in dem relativ kleinen untersuchbaren Bereich, der im allgemeinen nur einige  $10\ \mu\text{m}$ , in Ausnahmefällen einige  $100\ \mu\text{m}$  Ausdehnung hat. Bei den Versetzungsdichten, die im Bereich I und im Anfangs- und Mittelteil des Bereichs II der Einkristallverfestigungskurve<sup>11</sup> auftreten, ist aber diese untersuchbare Fläche oft nicht groß genug, um statistisch repräsentative Aussagen über die Versetzungsanordnung zu gewinnen.

Mit röntgenographischen Methoden dagegen, z. B. in LAUE-Durchstrahlanordnung nach LANG<sup>12</sup>, lassen sich zwar Flächen von einigen  $\text{mm}^2$  abbilden. Bei der Beurteilung dieser Möglichkeiten für Fragen des Verfestigungsverhaltens von Einkristallen ist aber das geringe Auflösungsvermögen zu beachten.

1. Die optimale Dicke der zu durchstrahlenden Metallfolien entspricht etwa dem reziproken Absorptionskoeffizienten  $\sigma^{-1}$  (bei Kupfer mit Cu-K $\alpha$ -Strahlung ist  $\sigma^{-1} \approx 21\ \mu\text{m}$ ).

2. Auch in günstigen Fällen beträgt die Kontrastbreite röntgenographisch in Durchstrahlanordnung abgebildeter Versetzungen einige  $\mu\text{m}$ <sup>13</sup>.

Daraus folgt, daß die Abbildung einzelner Versetzungen bei Versetzungsdichten  $N_v$  oberhalb  $10^5$  bis  $10^6\ \text{cm}^{-2}$  wenig aussichtsreich erscheint.

Verzichtet man aber darauf, einzelne Versetzungen abzubilden, und fragt stattdessen nur nach räumlichen Orientierungsschwankungen des Gitters und nach der räumlichen Anordnung von Gebieten erhöhter Versetzungsdichte, so ergeben sich präparative Schwierigkeiten: Auf Grund der neueren elektronen-

<sup>1</sup> Zum Beispiel S. MADER, Z. Phys. **149**, 73 [1957].

<sup>2</sup> J. T. FOURIE u. M. J. MURPHY, Phil. Mag. **7**, 1617 [1962].

<sup>3</sup> A. HOWIE in <sup>4</sup>.

<sup>4</sup> Direct Observations of Imperfections in Crystals, herausgeg. von J. B. NEWKIRK u. J. H. WERNICK, Interscience Publ. Inc., New York 1962.

<sup>5</sup> S. MADER u. H.-M. THIERINGER in <sup>6</sup>, S. J 3.

<sup>6</sup> Proc. Int. Conf. Electron Microscopy, 5th Philadelphia, Academic Press, New York 1962.

<sup>7</sup> D. KUHLMANN-WILSDORF u. H. G. F. WILSDORF, in <sup>6</sup>, Seite J 2.

<sup>8</sup> J. W. STEEDS, zitiert von P. B. HIRSCH in <sup>6</sup>, Seite B 1, siehe ferner P. B. HIRSCH, Conference on the Relations between Structure and Strength in Metals and Alloys, N.P.L. Teddington 1963.

<sup>9</sup> U. ESSMANN, phys. stat. sol. **3**, 932 [1963].

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

<sup>11</sup> A. SEEGER, Kristallplastizität, Handbuch der Physik, Bd. VII/2, Verlag Springer, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1958.

<sup>12</sup> A. R. LANG, J. Appl. Phys. **30**, 1748 [1959].

<sup>13</sup> M. WILKENS u. F. MEIER, Z. Naturforschg. **18 a**, 26 [1963].





**Zu (1):** Ein durch schwarzes Papier lichtgeschützter Film wird sanft an die Kristalloberfläche angedrückt. Die Emulsionsschicht des Filmes weist zur Kristalloberfläche und hat von ihr einen Abstand von etwa 0,15 mm. Der (monochromatisierte) Primärstrahl durchdringt den Film und schwärzt ihn total. Die reflektierte Strahlung bildet die Kristalloberfläche auf dem Film neben diesem total geschwärzten Streifen ab. Durch diese Anordnung wird ein kleinstmöglicher Abstand des Films von der Kristalloberfläche erreicht, was für eine möglichst scharfe und kontrastreiche Abbildung von Vorteil ist. Ein Beispiel zeigt Abb. 3\*.

Die zu beobachtenden Kontrasterscheinungen haben zwei Ursachen, auf die in Abschnitt 2 noch näher eingegangen wird.

a) Orientierungsunterschiede zwischen benachbarten, in sich relativ ungestörten Kristallbereichen. Dabei werden vorwiegend solche Orientierungsänderungen aufgelöst, deren zugehörige Drehachse eine Komponente senkrecht zur horizontalen Einfallsebene des Strahlengangs, also parallel zur Achse des Drehtisches, hat.

b) Vergrößerte Breite der Reflexionskurve in Kristallbereichen mit starken Gitterstörungen (= Verringerung der Extinktion).

**Zu (2):** Um diese beiden Kontrastursachen trennen zu können, wird der Kristall während der Belichtung des Filmes durch den Reflexionsbereich hindurchgeschwenkt. Orientierungsunterschiede zwischen benachbarten Kristallbereichen geben dann keinen Kontrast. Man erhält eine topographische Abbildung der Extinktion bzw. in grober Näherung der Versetzungsdichte. Für einzelne Versetzungen ist dieses Verfahren schon von BONSE<sup>15</sup> angewandt worden.

**Zu (3):** Die am Kristall reflektierte Intensität wird in einem offenen Zählrohr aufgefangen und mit einem Schreiber als Funktion der Kristallstellung (Winkel  $\varepsilon$ ) registriert. Da die Glanzwinkel  $\Theta_1$  und  $\Theta_2$  am Monochromatorkristall bzw. am Kupferkristall nicht gleich sind, entspricht die gemessene Kurve  $R(\varepsilon)$  nicht ganz der sogenannten ROCKING-Kurve. Jedoch ist die zusätzliche „apparative“ Verbreiterung wegen der Beschränkung auf die  $\alpha_1$ -Komponente der Eigenstrahlung gering ( $\approx 1'$ ) im Vergleich mit den Breiten der an verformten Kristallen gemessenen  $R(\varepsilon)$ -Kurven.

**Zu (4):** Die während der Kristallschwenkung reflektierte Intensität wird auf einem stehenden Film im Abstand  $c$  von der Kristallprobe registriert, siehe Abb. 1. Ist  $a$  der Abstand Brennfleck—Monochromator und  $b$  der Abstand Monochromator—Kristallprobe, so wird durch geeignete Wahl des Längenverhältnisses

$$c/(a+b) = \tan \Theta_1 / (\tan \Theta_1 - 2 \tan \Theta_2)$$

die Wellenlängendispersion der Eigenstrahlung kompensiert<sup>16</sup>. In unserem Fall war

$$\begin{aligned} a &= 92 \text{ mm}, & b &= 51 \text{ mm}, \\ c &= 410 \text{ mm bei } \{111\}\text{-Reflexionen,} \\ &= 630 \text{ mm bei } \{002\}\text{-Reflexionen.} \end{aligned}$$

Abgesehen von der Verbreiterung am Kupferkristall ist die apparative Verbreiterung unter diesen Bedingungen vorwiegend durch die Breite des Strichfokus der RÖNTGEN-Röhre ( $\approx 40 \mu\text{m}$ ) und in geringerem Maße durch die Breite der Reflexionskurve des Monochromatorkristalls gegeben.

Bei den Messungen (1) und (2) wurde Agepe-Film verwandt, der eine relativ dünne Trägerfolie hat und eine Strichauflösung von etwa 200 Linien pro mm bietet. Bei der Messung (4) wurde Schleusner-Neotestfilm benutzt. Die Schwärzungsprofile wurden mit einem Joyce-Mikrodensitometer analysiert.

Die für Einfachgleitung orientierten Kupfer-Einkristalle (99,98% Cu, 5 mm Durchmesser) wurden mit dem BRIDGMAN-Verfahren gezüchtet. Abb. 2 zeigt die Ausgangsorientierung und die Indizierung der Ebenen. Die Einkristalle wurden bei Raumtemperatur im Zugversuch bis zu Fließspannungen des Hauptgleitsystems  $\tau = 1,12 \text{ kp/mm}^2$  bzw.  $\tau = 1,59 \text{ kp/mm}^2$  verformt. Dem entspricht der Anfang bzw. die Mitte des Bereiches II der Einkristall-Verfestigungskurve. Die verformten Einkristalle wurden in Araldit eingebettet und die gewünschte ebene Oberfläche mit einer feinen Laubsäge herausgesägt. Wie an anderer Stelle berichtet wird<sup>17</sup>, hat bei Kupfer-Kristallen, die in der oben angegebenen Weise vorverformt wurden, die vom Sägen gestörte Schicht eine Dicke kleiner als 0,15 mm. Diese Schicht wurde durch chemisches Ätzen und anschließendes elektrolitisches Polieren entfernt.

## 2. Experimentelle Ergebnisse

Bei allen aus dem verformten Kristall herauspräparierten Kristallflächen zeigten die BERG-BARRETT-Aufnahmen Hell-Dunkel-Strukturen, die eine Überlagerung von drei Strukturarten darstellen.

1. Eine feine lineare Struktur jeweils parallel der Spur der Oberfläche mit der Hauptgleitebene (111). Diese Struktur wollen wir die (111)-Streifung oder (111)-Streifenstruktur nennen.

2. Eine wesentlich gröbere Struktur jeweils parallel der Spur der Oberfläche mit der Ebene (101), d. h. mit der Ebene senkrecht zur Hauptgleitrichtung. Wir nennen sie die (101)-Streifung.

3. Eine mehr oder minder regellose „Substruktur“ mit nur wenig kristallographischen Aspekten.

Wir besprechen diese drei Strukturarten nacheinander ohne Rücksicht darauf, daß sie im allgemeinen gleichzeitig auftreten.

Alle Maßangaben in den folgenden Abschnitten beziehen sich auf den Kristall, der bis  $\tau = 1,12 \text{ kp}$

<sup>15</sup> U. BONSE in 4.

<sup>16</sup> F. SEBBILEAU u. A. GUINIER, C. R. Acad. Sci., Paris **235**, 888 [1952]. Siehe auch Acta Cryst. **13**, 332 [1960].

<sup>17</sup> M. WILKENS, U. ESSMANN u. K. ECKERT, Veröffentlichung demnächst.

\* Abb. 2—9 auf Tafel S. 464 a, b.

pro  $\text{mm}^2$  verformt wurde. Bei dem anderen Kristall mit  $\tau = 1,59 \text{ kp/mm}^2$  waren alle Maße etwas kleiner bzw. die Breiten der  $I(\theta)$ - und der  $R(\varepsilon)$ -Kurven etwas größer. Wir haben den Unterschied in der vorliegenden Arbeit aber nicht quantitativ verfolgt.

In den ersten beiden Unterabschnitten werden die (111)-Streifung und die (T01)-Streifung an Hand der folgenden Schnitte erläutert: (002), (020),  $(200) = \{002\}$  und  $(11\bar{1})$ ,  $(1\bar{1}1)$ ,  $(\bar{1}11) = (11\bar{1}) \simeq^{18}$ .

Da der Schnitt (111) eine Sonderstellung einnimmt, wird er zusammen mit der Subkornstruktur im dritten Unterabschnitt behandelt. Wie sich im Laufe der Untersuchungen herausgestellt hat, war die Breite der Reflexionskurven  $I(\theta)$  bei unseren Untersuchungen nur relativ wenig von der Indizierung der Oberfläche und vom Verformungsgrad abhängig. Wir besprechen die gemessenen  $I(\theta)$ -Kurven deshalb in einem eigenen Unterabschnitt.

### 2.1 Die (111)-Streifung

Es ist zweckmäßig, zur Charakterisierung der Stellung des Kristalls bezüglich einer Drehung um die Oberflächennormale (=Netzebenennormale) einen Winkel  $\delta$  einzuführen. Für alle untersuchten Ebenen mit Ausnahme der Hauptgleitebene (111) bedeutet  $\delta$  den Winkel zwischen der Oberflächenspur der (111)-Ebene und der Horizontalebene, d. h. der aus Primärstrahl und reflektiertem Strahl gebildeten Einfallsebene.

Abb. 3 zeigt als Beispiel für die (111)-Streifung die BERG-BARRETT-Aufnahme von einem (T11)-Schnitt (= unerwartete Gleitebene) mit  $\delta = -9^\circ$ . Man erkennt deutlich, daß die Spur der Hauptgleitebene eine ausgezeichnete Richtung darstellt. Die feine Streifung liegt parallel oder nahezu parallel zu dieser Richtung. Gelegentlich sind die Streifen schwach gegen die (111)-Spur geneigt ( $\lesssim 10^\circ$ ). Man erkennt aber in einigen dieser Fälle, daß sie dann in Wirklichkeit aus kürzeren, gegeneinander versetzten Streifen bestehen, die ihrerseits nicht gegen die (111)-Spur geneigt ist. Ist die (T01)-Streifung nur schwach ausgeprägt oder gar nicht vorhanden, so ist die Länge der (111)-Streifen oft größer als die Breite des Gesichtsfeldes ( $\approx 0,25 \text{ mm}$ ). Bei ausgeprägter (T01)-Streifung beträgt sie z. B. bei den Schnitten (1 $\bar{1}$ 1) und (020) nur einige  $10 \mu\text{m}$ , siehe Abb. 5.

In Bereichen mit günstigen Kontrastbedingungen beträgt der Streifenabstand etwa 10 bis  $20 \mu\text{m}$ , wobei die einzelnen Streifen in Extremfällen nur etwa  $2 \mu\text{m}$  breit sind.

Um die Bedeutung der Streifung zu verstehen, unterscheiden wir auf dem abgebildeten Bereich in Abb. 3 drei verschiedene Kontrastformen. Der weiße Bereich A hat triviale Bedeutung. Dort ist der Kristall so weit gegenüber dem BRAGG-Winkel desorientiert, daß keine Strahlung reflektiert wird. Der nahezu homogen geschwärzte Bereich B ist dagegen etwa gerade in Reflexionsstellung. Allerdings ist die Schwärzung nicht völlig homogen. Sie läßt noch eine schwache Streifung erkennen. Diese Streifung wird wesentlich deutlicher, wenn der jeweilige Kristallbereich schwach gegenüber dem BRAGG-Winkel verkippt ist. Das gilt z. B. für den Bereich C in Abb. 3. Verändert man den Anstellwinkel  $\varepsilon$  des Kristalls in kleinen Schritten (z. B.  $\Delta\varepsilon \approx 1'$ ) und verfolgt z. B. den Bereich B, so findet man, daß er nur über ein Winkelintervall  $\Delta\varepsilon$  von  $2'$  bis  $3'$  eine (nahezu) homogene Schwärzung liefert. Verändert man  $\varepsilon$  weiter (nach der einen oder nach der anderen Seite), so entsteht ein Streifenkontrast wie im Bereich C. Die einzelnen Streifen erscheinen häufig über ein Winkelintervall  $\Delta\varepsilon$  von  $7'$  bis  $10'$ . Diese vergrößerte Winkelansprechbreite für Reflexion legt die Vermutung nahe, daß die feinen Streifen durch lokalisierte starke Gitterstörungen (hohe Versetzungsdichte und, damit verbunden, herabgesetzte Extinktion) verursacht werden. Diese Vermutung läßt sich mit Hilfe der in Abschnitt 1 erläuterten Schwenkaufnahmen prüfen. Abb. 6 gibt ein Beispiel. Man erkennt über einem grauen Untergrund eine schwarze Streifung, parallel der Spur der (111)-Ebene, die den auf der Kristalloberfläche streifenförmigen Gebieten verringerter Extinktion bzw. erhöhter Integralintensität entspricht.

Aus der Tatsache, daß die Streifenstruktur parallel zur (111)-Spur auf allen untersuchten Schnitten [natürlich mit Ausnahme des (111)-Schnittes] gefunden wurde, kann man jetzt schließen, daß der verformte Einkristall starke Versetzungsanhäufungen auf einzelnen (111)-Hauptgleitebenen bzw. -ebenenpaketen enthält, wobei die Dicke dieser Versetzungsanhäufungen 1 bis  $2 \mu\text{m}$  nicht wesentlich übersteigt und ihr Abstand nach dem oben Gesagten in Übereinstimmung mit Abb. 6 etwa 10 bis  $20 \mu\text{m}$  beträgt. Ferner kann aus der Beobachtung, daß die einzelnen Bereiche vom Typ A, B oder C in Abb. 3

<sup>18</sup> Das Symbol  $\simeq$  faßt in leicht erkennbarer Weise die drei von der Hauptgleitebene (111) wesentlich verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen zusammen.



ihre Grenzen vorwiegend parallel der (111)-Spur haben, geschlossen werden, daß die scheibenförmigen Versetzungsanhäufungen häufig (aber nicht immer) eine Orientierungsänderung von einigen Winkelminuten zwischen den benachbarten relativ versetzungsarmen Gebieten vermitteln. Die Drehachse dieser Orientierungsänderung hat vermutlich eine wesentliche Komponente parallel zur Normalen der Hauptgleitebene. Wir kommen weiter unten darauf noch einmal zurück.

Bislang haben wir die (111)-Streifung nur beim Winkel  $\delta \cong 0$  betrachtet. Verändert man  $\delta$ , so wird die Streifenstruktur um so unschärfer, je mehr sich  $\delta$  dem Wert  $\pm 90^\circ$  nähert. In diesem Extremfall unterscheidet man auf den Aufnahmen nur noch Streifen, deren Breite größer oder gleich  $15 \mu\text{m}$  beträgt. Abb. 4 und Abb. 5 geben Beispiele. Zum Verständnis dieser Erscheinung erinnern wir daran, daß die Streifenstruktur am besten dann zu beobachten ist, wenn die relativ ungestörten Kristallbereiche zwischen den Streifen etwas außerhalb der BRAGG-Bedingung orientiert sind. Für den Strahlengang im Kristallinneren brauchen dann keine dynamischen Extinktionseffekte berücksichtigt zu werden. Man kann eine mittlere Eindringtiefe  $t$  definieren, bei der der Strahlenweg im Kristall die Länge  $\sigma^{-1}$  ( $\sigma$  = Absorptionskoeffizient) durchläuft. Bei symmetrischer BRAGG-Reflexion ist

$$t = \frac{1}{2} \sigma^{-1} \sin \Theta.$$

Wir vernachlässigen, daß die (111)-Ebenen nicht genau senkrecht auf der Oberfläche stehen [der Winkel beträgt  $71^\circ$  bei den (111)  $\alpha$  und  $55^\circ$  bei den {002}-Schnitten] und nehmen an, daß der Kristall senkrecht zur Oberfläche orientierte „Wände“ starker Gitterstörungen enthält. Ist die „Wand“ parallel zur Einfallsebene des Strahlengangs orientiert, d. h. ist  $\delta = 0$ , so entspricht die Kontrastbreite an der Oberfläche gerade der „Wanddicke“  $B_w \approx 2 \mu\text{m}$ . Ist die „Wand“ um den Winkel  $\delta$  gegenüber der Einfallsebene verdreht, so ergibt die endliche Eindringtiefe eine zusätzliche Kontrastbreite  $B_t$

$$B_t = t \cot \Theta |\sin \delta| = \frac{1}{2} \sigma^{-1} \cos \Theta |\sin \delta|.$$

Setzt man  $\sigma^{-1} = 21 \mu\text{m}$ ,  $\cos \Theta \cong 0,9$  für {111} und {002} und betrachtet man den Extremfall mit  $|\sin \delta| = 1$ , so folgt als Kontrastbreite  $B$

$$B \cong B_t + B_w \cong 12 \mu\text{m}.$$

Dieses Maß steht in Übereinstimmung mit der beobachteten Breite der (111)-Streifung bei  $|\delta| = 90^\circ$  in

Abb. 4 und Abb. 5<sup>19</sup>. Mit den gleichen Argumenten kann auch der Befund erklärt werden, daß die (111)-Streifung der Schwenkaufnahmen diffuser und schwächer wird. Bei  $|\delta| = 90^\circ$  ist sie nicht mehr zu erkennen, weil  $B$  größer als der mittlere Abstand zwischen den Bereichen erhöhter Versetzungsdichte ist.

Ist  $\mathbf{R}$  das Verschiebungsfeld einer Versetzung und ist  $\mathbf{g}$  die Normale der reflektierenden Netzebenen-schar bzw. der zugehörige reziproke Gittervektor, so geben Versetzungen keinen Kontrast, wenn die Bedingung  $(\mathbf{R}, \mathbf{g}) = 0$  erfüllt ist. Näherungsweise kann man dafür die Bedingung  $(\mathbf{b}, \mathbf{g}) = 0$  setzen, wobei  $\mathbf{b}$  der BURGERS-Vektor der Versetzung ist. Die Beobachtung, daß die Streifenstruktur bei den sechs Schnitten (111)  $\alpha$  und {002} im wesentlichen gleich scharf ist und gleiche Abstände enthält, bedeutet deshalb, daß in den parallel (111) sich erstreckenden Versetzungsanordnungen zu einem nennenswerten Bruchteil Versetzungen sekundärer Gleitsysteme mit BURGERS-Vektoren ungleich  $\mathbf{b}_p = \frac{1}{2} [\bar{1}01]$  enthalten sind. Eine Betrachtung der Originalaufnahmen zeigt, daß die (111)-Streifung auf den beiden Schnitten (111) und (020) im allgemeinen etwas schärfer als auf den übrigen vier Schnitten ist (infolge des harten Umkopierens ist dieser Unterschied auf den Reproduktionen nicht mehr zu erkennen). Dieser Befund weist darauf hin, daß die Versetzungen des Hauptgleitsystems mit dem BURGERS-Vektor  $\mathbf{b}_p$  eine Sonderstellung einnehmen, denn bei diesen beiden Schnitten ist gerade  $(\mathbf{b}_p, \mathbf{g}) = 0$ , so daß die (111)-Streifenstruktur nur durch die Versetzungen sekundärer Gleitsysteme verursacht werden kann.

Wir weisen noch auf eine Erscheinung hin, die bei dem besonders gründlich untersuchten Schnitt (111) (= unerwartete Gleitebene) häufig gefunden wurde. Abb. 7 zeigt BERG-BARRETT-Aufnahmen von jeweils der gleichen Stelle des Kristalls, wobei der Anstellwinkel  $\varepsilon$  von Aufnahme zu Aufnahme um  $2'$  bis  $3'$  verändert wurde. Verfolgt man die Aufnahmen von links nach rechts, so erkennt man an den Stellen A, B und C, daß ein anfänglich kurzer schwarzer Strich breiter und länger wird, um dann in zwei sich voneinander fortbewegende Striche aufzuspalten. Auf den nicht veröffentlichten Bildern dieser Serie erkennt

<sup>19</sup> Berücksichtigt man die wirkliche Neigung der (111)-Ebenen gegen die Oberfläche, so ergibt sich aus dieser einfachen Modellrechnung in Übereinstimmung mit der Beobachtung, daß die (111)-Streifung für einen bestimmten kleinen Winkel  $\delta \neq 0$  am schärfsten ist. Der Kürze halber gehen wir darauf nicht weiter ein.

man, daß diese Aufspaltung schließlich vom Winkel  $\varepsilon$  unabhängig wird, was bei A und B in Abb. 7e nahezu erreicht ist. Der Abstand der Streifen liegt dann in der Größenordnung  $10\ \mu\text{m}$ . Schwenkt man den Kristall noch weiter, so kommen die außen an die beiden Streifen angrenzenden Kristallbereiche in Reflexionsstellung (wobei manchmal das eine „Ufer“ dem anderen „Ufer“ um einige Winkelminuten vorangeht), während der Zwischenraum zwischen beiden Streifen nicht reflektiert. Zwischen der Reflexionsstellung des „kurzen schwarzen Striches“, z. B. A und B in Abb. 7a, und der Reflexionsstellung der beiden „Ufer“ liegen etwa 10 bis 15'.

Diese Erscheinung kann in etwas vereinfachter Weise wie folgt erklärt werden: Das dem kurzen schwarzen Strich, z. B. A oder B in Abb. 7a, entsprechende Kristallgebiet ist ein Gebiet erhöhter Versetzungsdichte, das gegenüber dem umgebenden Kristallgitter um Winkel der Größenordnung  $10'$  verdreht ist. Dieses Gebiet nennen wir der Kürze halber „Verdrehungskopf“. Die Drehachse liegt parallel zur Normalen der Hauptgleitebene (111). Ausgehend vom umgebenden Gitter ist diese Verdrehung zu einem Teil (etwa der Hälfte) in zwei Verdrehungskleinwinkelkorngrenzen (twist boundaries, im folgenden kurz Verdrehgrenze) lokalisiert, die dort liegen, wo die Streifen ihre „stationäre“ Lage haben, und deren Drehsinn jeweils entgegengesetzt ist. Der restliche Teil der Verdrehung verteilt sich zwischen dem Verdrehungskopf und den beiden Verdrehgrenzen kontinuierlich, und zwar jeweils mit entgegengesetztem Vorzeichen. Bei entsprechendem Anstellwinkel  $\varepsilon$  gibt es dann zwei streifenförmige Gebiete auf beiden Seiten des Verdrehungskopfes, die gerade in Reflexionsstellung sind und deren Abstand empfindlich von  $\varepsilon$  abhängt.

Verdrehgrenzen parallel zu (111) können am einfachsten aus Schraubenversetzungen in der Hauptgleitebene aufgebaut werden. Die Frage, ob die kontinuierlich verteilte Drehung zwischen dem Verdrehungskopf und den Kleinwinkelkorngrenzen durch entsprechend räumlich verteilte Verdrehgrenzen oder durch elastische Spannungen zwischen dem Verdrehungskopf und dem umgebenden Gitter erzeugt wird, kann jetzt noch nicht entschieden werden und bedarf weiterer Untersuchungen.

Ganz analoge Erscheinungen, wie sie hier am Schnitt (111) beschrieben wurden, lassen sich auch am Schnitt (111) beobachten. Wir kommen in der

Diskussion noch einmal auf diese Verdrehgrenzen zurück.

## 2.2 Die $(\bar{1}01)$ -Streifung

Der im letzten Abschnitt besprochenen (111)-Streifenstruktur ist in allen Fällen mehr oder minder stark eine zweite Struktur überlagert, die z. B. auf den Abb. 4a und 5a zu erkennen ist. Grob gesprochen zeigt sich diese zusätzliche Streifung daran, daß helle und dunkle Gebiete auf den BERG-BARRETT-Aufnahmen Abgrenzungen haben, die jeweils ungefähr senkrecht auf der Hauptgleitrichtung  $[\bar{1}01]$  stehen. Die Grenzflächen sind demnach etwa parallel zu  $(\bar{1}01)$ -Ebenen ausgerichtet. Der Abstand zwischen diesen Grenzflächen liegt in der Größenordnung 50 bis  $100\ \mu\text{m}$ ; kleinere Werte werden auch beobachtet. Auch der Kontrast der  $(\bar{1}01)$ -Streifung hat zwei Ursachen.

a) Zum Beispiel auf den Abb. 5a oder 8 erkennt man die Grenzlinien der  $(\bar{1}01)$ -Streifung deutlich daran, daß kurze Stücke der (111)-Streifung in der Grenzlinie noch dann reflektieren, wenn die umgebenden Kristallgebiete außerhalb der Reflexionsstellung stehen. Wir entnehmen daraus, daß jeweils dort, wo die flächenhaften Versetzungsanordnungen parallel (111) eine Grenzfläche der  $(\bar{1}01)$ -Streifung durchschneiden, eine verstärkte Anhäufung von Versetzungen stattfindet. In Übereinstimmung damit erkennt man auf den zugehörigen Schwenkaufnahmen eine Verstärkung der (111)-Streifung jeweils dort, wo ausgeprägte Grenzflächen der  $(\bar{1}01)$ -Streifung liegen<sup>20</sup>.

b) Der Flächenkontrast der  $(\bar{1}01)$ -Streifung entsteht durch Orientierungswechsel zwischen benachbarten Kristallbereichen. Diesen Orientierungswechsel beschreiben wir durch eine Drehachse  $\mathbf{D}$ . Deren Komponente  $\mathbf{D}_{\parallel}$  parallel zur Oberflächennormalen gibt zu keinen Kontrasterscheinungen Anlaß (Oberflächennormale = Netzebenennormale). Von der Komponente  $\mathbf{D}_{\perp}$  senkrecht zur Oberflächennormalen gibt wiederum nur die Projektion  $\mathbf{D}_{\perp v}$  auf die vertikale Schwenkachse einen Beitrag zum Kontrast. Dreht man also die Kristalloberfläche um ihre Normale, d. h. verändert man den Winkel  $\delta$ , so gibt die  $(\bar{1}01)$ -Streifung einen optimalen Kontrast, wenn die Drehkomponente  $\mathbf{D}_{\perp}$  vertikal auf der Einfallsebene des Strahlengangs, also parallel zur Schwenkachse steht.

<sup>20</sup> Diese Erscheinung ist nicht sehr ausgeprägt. Da sie bei der Klischee-Herstellung verlorengehen würde, haben wir auf eine Wiedergabe verzichtet.

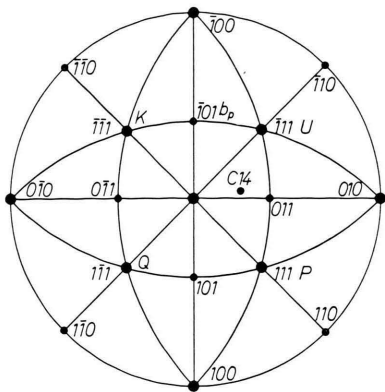


Abb. 2. Stereographische Projektion mit eingetragener Ausgangsorientierung der Kristalle. P=Hauptgleitebene; U=unerwartete Gleitebene; Q=Quergleitebene; K=konjugierte Gleitebene;  $b_p$ =Hauptgleitrichtung.

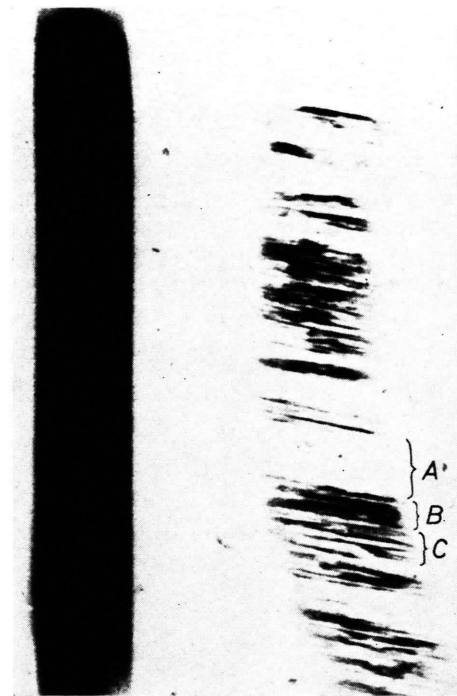


Abb. 3. Beispiel einer BERG-BARRETT-Aufnahme an der  $(\bar{1}11)$ -Ebene als Oberfläche.  $\tau=1,12 \text{ kp/mm}^2$ ,  $\delta=-9^\circ$ . Man erkennt die ausgeprägte  $(111)$ -Streifung. Links ist der total geschwärtzte Streifen zu sehen, der von der (monochromatisierten) Primärstrahlung herrührt. Vergr. 40-fach.

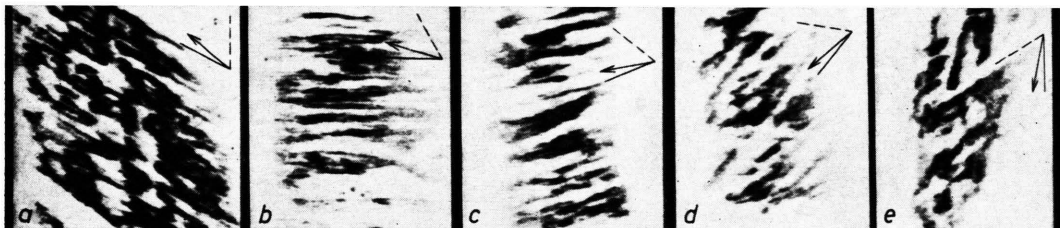


Abb. 4. Die  $(111)$ - und die  $(\bar{1}01)$ -Streifung in Abhängigkeit von dem Winkel  $\delta$ .  $(\bar{1}11)$ -Ebene als Oberfläche;  $\tau=1,59 \text{ kp/mm}^2$ . Der eingezeichnete Winkel kennzeichnet die Spur der  $(111)$ -Ebene (—), die Spur der  $(\bar{1}01)$ -Ebene (---) und die Richtung der Drehkomponente  $D_\perp$  ( $\longrightarrow$ ). Vergr. 40-fach.

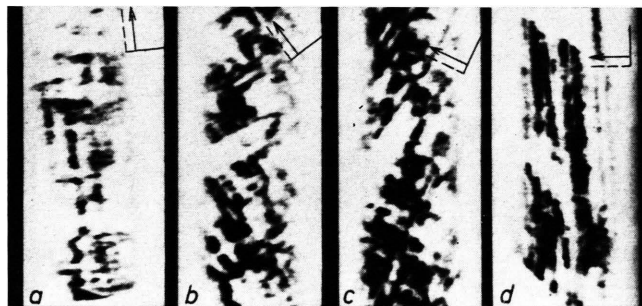


Abb. 5. Das gleiche wie Abb. 4, jedoch  $(020)$ -Ebene als Oberfläche.

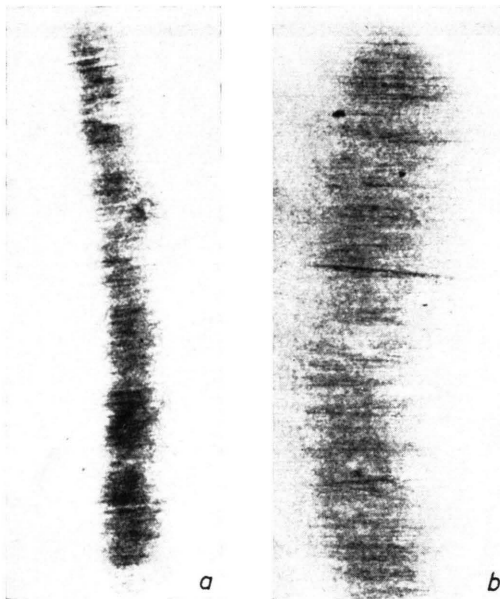


Abb. 6. Schwenkaufnahmen zur Abbildung des streifenförmigen Extinktionskontrastes parallel zur Spur der (111)-Ebene.  $\tau = 1.59 \text{ kp/mm}^2$ . a) (200)-Ebene als Oberfläche; b) ( $\bar{1}11$ )-Ebene als Oberfläche. Vergr. 40-fach.

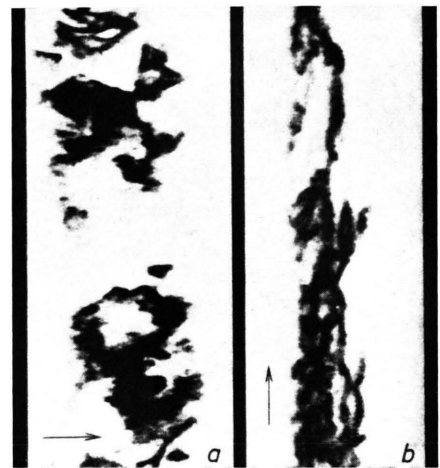


Abb. 9. Die Hauptgleitebene (111) als Oberfläche.  $\tau = 1.59 \text{ kp/mm}^2$ . Die Richtung  $[1\bar{2}1]$  ist eingetragen. a) zeigt die „Subkornstruktur“, die in b) von der ( $\bar{1}01$ )-Streifung überdeckt wird. Vergr. 40-fach.

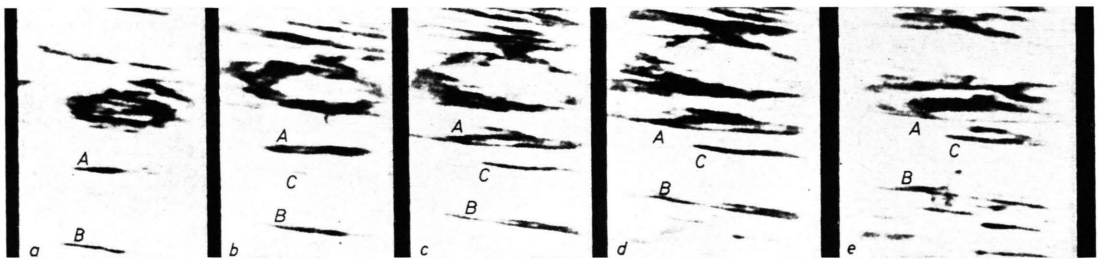


Abb. 7. Die Entwicklung spezieller streifenförmiger Kontrasterscheinungen an der ( $\bar{1}11$ )-Ebene als Oberfläche.  $\tau = 1.12 \text{ kp/mm}^2$ ;  $\delta = 0^\circ$ . Zwischen den Aufnahmen wurde der Kristall, von links nach rechts gehend, um die Winkel  $\Delta\epsilon = 3', 3', 1.5'$  bzw.  $2.2'$  weitergedreht. Der Bildausschnitt ist nicht immer exakt der gleiche. Vergr. 60-fach.

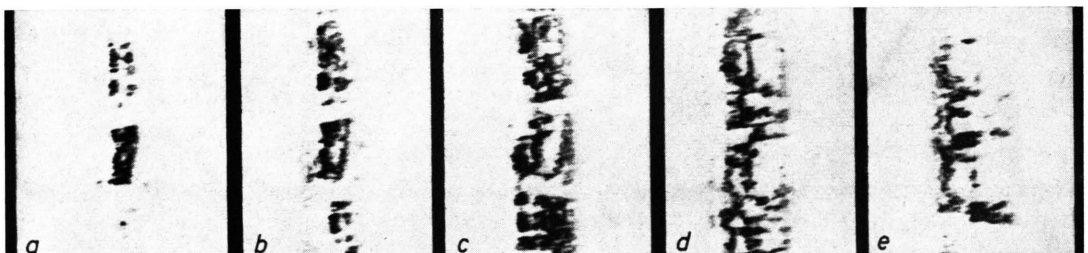


Abb. 8. Die ( $\bar{1}01$ )-Streifung in Abhängigkeit vom Winkel  $\epsilon$ . (020)-Ebene als Oberfläche;  $\tau = 1.12 \text{ kp/mm}^2$ ;  $\delta = 0^\circ$ . Zwischen den Aufnahmen wurde der Kristall, von links nach rechts gehend, um die Winkel  $\Delta\epsilon = 3', 4.5', 6'$  bzw.  $12'$  weitergedreht. Vergr. 40-fach.



In diesem Fall ist  $\mathbf{D}_{\perp} = \mathbf{D}_{\perp v}$ . Mit Hilfe solcher Versuche ergab sich, daß die  $(\bar{1}01)$ -Streifung bei allen untersuchten Schnitten durch eine Drehachse parallel zur Richtung  $[1\bar{2}1]$  beschrieben werden kann. Man vergleiche dazu die Abb. 4 und 5, in die neben den Spuren der Ebenen  $(111)$  und  $(\bar{1}01)$  die Richtung der Drehkomponente  $\mathbf{D}_{\perp}$  eingetragen ist. Man erkennt, daß die  $(\bar{1}01)$ -Streifung um so deutlicher ist, je senkrechter der  $\mathbf{D}_{\perp}$ -Pfeil steht. Dieses Ergebnis wird wesentlich durch das Verhalten der ROCKING-Kurven  $R(\varepsilon)$  gestützt. Die ROCKING-Kurven sind jeweils dann am schmalsten und zeigen einen relativ glatten Verlauf, wenn der Winkel  $\delta$  so eingestellt ist, daß  $\mathbf{D}_{\perp v} = 0$  ist (d. h.  $\mathbf{D}_{\perp} = \text{horizontal}$ ).

Ist umgekehrt  $\mathbf{D}_{\perp v} = \mathbf{D}_{\perp}$ , so ist die ROCKING-Kurve am breitesten und zeigt oft einen zerklüfteten Verlauf. Zur Veranschaulichung enthält Tab. 1 einige Werte für die Halbwertsbreiten jeweils für  $\delta = 0^\circ$  und für  $|\delta| = 90^\circ$ . Man erkennt, daß von den beiden Winkeln jeweils derjenige die breitere ROCKING-Kurve ergibt, bei dem die Komponente  $\mathbf{D}_{\perp v}$  der Drehachse  $\mathbf{D} = (6^{-1/2})[1\bar{2}1]$  den größeren Wert hat.

Zur Deutung dieser Befunde greifen wir auf das einfache Bild einer Kleinwinkelkorngrenze zurück. Ordnet man parallel  $[1\bar{2}1]$  liegende Stufenversetzungen mit dem BURGERS-Vektor  $\mathbf{b}_p = \frac{1}{2}[\bar{1}01]$  äquidistant in einer Ebene  $(\bar{1}01)$  an, so entsteht die einfachste Anordnung einer Kleinwinkelkorngrenze, deren Dreh- oder Kippachse parallel  $[1\bar{2}1]$  liegt und deren Kippwinkel  $\alpha$  durch  $\alpha = b/D$  gegeben ist ( $b$  = Stärke des BURGERS-Vektors,  $D$  = Abstand be-

nachbarter Versetzungen). In unserem Fall muß dieses Bild etwas abgewandelt werden. Die unter a) und b) skizzierten Kontrastursachen legen folgende Interpretation nahe. Innerhalb der den scharfen Streifenkontrast gebenden versetzungshaltigen Hauptgleitebenen bzw. -ebenenpaketen befinden sich auf den Schnittlinien mit bestimmten  $(\bar{1}01)$ -Ebenen erhöhte Konzentrationen von Versetzungen. Diese Bereiche erhöhter Versetzungsdichte enthalten Stufenversetzungen des Hauptgleitsystems mit jeweils einem Vorzeichen im Überschuß, so daß der resultierende BURGERS-Vektor eines solchen Bereiches im wesentlichen parallel  $[\bar{1}01]$  weist. Innerhalb einer solchen parallel  $(\bar{1}01)$  aufgebauten Versetzungswand ist das Vorzeichen des resultierenden BURGERS-Vektors jeweils gleich. Auf die Zahl der im Überschuß vorhandenen Stufenversetzungen kommen wir weiter unten noch zurück.

### 2.3 Der Schnitt (111)

Orientiert man den bislang nicht behandelten Schnitt (111) in der Weise, daß die Richtung  $[1\bar{2}1]$  in der Horizontalebene liegt, so findet man auf den BERG-BARRETT-Aufnahmen eine regellose Subkornstruktur, deren einzelne Bereiche Abmessungen von 0,1 bis 0,2 mm haben, siehe Abb. 9 a. Es ist möglich, daß diese Subkornstruktur mit der Grundstruktur des unverformten Kristalls zusammenhängt (siehe nächsten Abschnitt), da die Grenzflächen im allgemeinen keine kristallographischen Orientierungen zu haben scheinen. In einigen Fällen, auch in

Schnitt bzw. reflektierende Netzebene	Volle Halbwertsbreite $\Delta\theta$ der Reflexionskurve $I(\theta)$ in Winkelsekunden			Volle Halbwertsbreite $\Delta\varepsilon$ der ROCKING-Kurve $R(\varepsilon)$ in Winkelminuten			
	unverformt $\Delta\theta$		verformt ( $\tau = 1,12 \text{ kp/mm}^2$ ) $\Delta\theta$ gemessen <sup>b</sup>	$\delta = 0$		$\delta = 90^\circ$	
	berechnet	gemessen		$\Delta\varepsilon^c$	$D_{\perp v}$	$\Delta\varepsilon^c$	$D_{\perp v}$
$(1\ 1\ 1)\text{P}^a$			33, 37	18	0	25	1
$(\bar{1}\ 1\ 1)\text{U}$			38, 45	9	$\frac{1}{6}$	21	$\frac{1}{2}\sqrt{3}$
$(1\ \bar{1}\ 1)\text{Q}$	26,5	$26 \pm 3$	31, 32, 34, 37	25, 29	$\frac{1}{3}$	16, 11	0
$(1\ 1\ \bar{1})\text{K}$			29, 33, 48	13, 14	$\frac{1}{6}$	23, 43	$\frac{1}{2}\sqrt{3}$
$(2\ 0\ 0)$			35, 43, 44	11	$\frac{1}{6}\sqrt{3}$	32	$\frac{1}{2}\sqrt{3}$
$(0\ 2\ 0)$	22	$21 \pm 3$	40, 47, 52, 55	29, 22	$1/\sqrt{3}$	14, 16	0
$(0\ 0\ 2)$			34, 36, 40, 48	13, 14	$\frac{1}{6}\sqrt{3}$	16, 29	$\frac{1}{2}\sqrt{3}$

Tab. 1. Halbwertsbreiten der Reflexionskurven  $I(\theta)$  und der ROCKING-Kurven  $R(\varepsilon)$ .

<sup>a</sup> Für den Schnitt (111) bedeutet  $\delta = 0$  ( $\delta = 90^\circ$ ), daß die  $[1\bar{2}1]$ -Richtung horizontal (vertikal) liegt.

<sup>b</sup> Die einzelnen Werte betreffen Messungen an verschiedenen Stellen eines Schnittes bzw. an verschiedenen Schnitten.

<sup>c</sup> Die Werte bei  $\delta = 0^\circ$  und bei  $\delta = 90^\circ$  gehören etwa zur gleichen Stelle eines Schnittes, wenn jeweils nur ein Wert angegeben ist. Sind zwei Werte angegeben, so gilt das gleiche jeweils für den ersten bzw. den letzteren Wert.

Abb. 9 a, findet man die Grenzen ungefähr parallel zu Spuren der anderen  $(11\bar{1})$ -Ebenen mit der Oberfläche. Da aber die Schwenkaufnahmen an diesen Grenzen keine Kontrastverstärkungen zeigen, schließen wir daraus, daß in ihnen keine wesentlichen Anhäufungen von Versetzungen auftreten. Es ist möglich, daß sie ein Anzeichen für Gleitung auf sekundären Gleitsystemen darstellen. Eine nähere Untersuchung dieser Erscheinung steht noch aus.

Diese Subkornstruktur liegt wahrscheinlich auf allen Schnitten vor, sie wird aber durch die kontrastreichen und kristallographisch stärker orientierten Streifenstrukturen überdeckt. Der Grund für die gute Sichtbarkeit der Subkornstruktur im oben beschriebenen Fall liegt darin, daß die im letzten Abschnitt gefundene Drehachse der  $(\bar{1}01)$ -Streifung parallel  $[1\bar{2}1]$  orientiert ist und damit bei der oben angegebenen Einstellung der Oberfläche keine Komponente parallel der Schwenkachse hat. Die  $(\bar{1}01)$ -Streifung kann also keinen Kontrast geben. In Übereinstimmung mit diesen Schlußfolgerungen erscheint die  $(\bar{1}01)$ -Streifung aber wieder, wenn man die  $[1\bar{2}1]$ -Richtung aus der Horizontalen herausdreht, siehe Abb. 9 b. Gleichzeitig nimmt die Breite der ROCKING-Kurve  $R(\varepsilon)$  zu, wie Tab. 1 zeigt.

#### 2.4 Die Grundstruktur und die Reflexionskurve $I(\theta)$

Um Aussagen über den Ausgangszustand der Kristalle zu haben, wurden einige Schnitte von unverformten Kristallen untersucht. Da es aber im Gegensatz zu den verformten Einkristallen in diesen Fällen beim Abtragen der gestörten Sägeschicht kein klar erkennbares Anzeichen dafür gibt (siehe <sup>17</sup>), wann die gestörte Schicht entfernt ist, haben wir die Schnitte nach dem Abätzen noch 1 h bei 900 °C gegläht.

Die BERG-BARRETT-Aufnahmen zeigten eine unkristallographische Subkornstruktur, deren Durchmesser zwischen 0,1 und 0,2 mm lag und deren Begrenzungen nicht immer scharf definiert waren. Die Orientierungsänderungen von Bereich zu Bereich betrugen etwa 2 bis 3°. Dem entspricht eine untere Grenze der Versetzungsdichte in den Subkornwänden von einigen  $10^6 \text{ cm}^{-2}$ . Das liegt in der richtigen Größenordnung.

Die Reflexionskurven  $I(\theta)$  von diesen Schnitten waren gut reproduzierbar. Tab. 1 enthält als einfaches Maß für die Kurvenform die Halbwertsbreite.

Zum Vergleich zeigt die Tabelle jeweils für  $\{111\}$  und für  $\{002\}$  die theoretisch für den Idealkristall berechneten Halbwertsbreiten, die in folgender Weise gewonnen wurden:

Es wurde angenommen, daß die beobachtete Reflexionskurve durch die Faltung dreier Intensitätsfunktionen bestimmt wird.

1. Die Intensitätsfunktion des Röhrenbrennflecks,
2. die Reflexionskurve des Monochromatorkristalls,
3. die Reflexionskurve des Kupferkristalls, d. h. der Kristallprobe.

Der Beitrag 1. ist sehr gut durch eine GAUSSsche Fehlerfunktion anzunähern. Da die beobachteten Reflexionskurven in guter Näherung durch die GAUSSsche Fehlerfunktion beschrieben werden kann, nehmen wir für die Beiträge 2. und 3. ebenfalls solche Funktionen an, wobei deren Halbwertsbreite jeweils gleich dem aus der dynamischen Beugungstheorie des Idealkristalls folgenden Bereich  $\Delta\theta_{\text{tot}}$ <sup>21</sup> der Totalreflexion gesetzt wurde.

$$\Delta\theta_{\text{tot}} = \frac{4 \delta_0 \cdot F_H \cdot e^{-M}}{F_0 \cdot \sin 2\theta}; \quad \delta_0 = 4,47 \cdot 10^{-6} \cdot \lambda^2 \cdot F_0 \cdot V^{-1}.$$

Dabei ist  $F_0$  = Zahl der Elektronen pro Atom,  $F_H \cdot e^{-M}$  = effektive Zahl der in Richtung  $2\theta$  (an der Netzebenenschar H) streuenden Elektronen pro Atom,  $\lambda$  = RÖNTGEN-Wellenlänge,  $V$  = Atomvolumen,  $\lambda$  und  $V$  in Ångström-Einheiten gemessen.

Für  $F_H \cdot e^{-M}$  wurden folgende Werte benützt<sup>22</sup>:

$$\left. \begin{aligned} F_{111} \cdot e^{-M} &= 22,1 \text{ Elektronen pro Atom} \\ F_{002} \cdot e^{-M} &= 20,8 \text{ Elektronen pro Atom} \\ F_{044} \cdot e^{-M} &= 16,1 \text{ Elektronen pro Atom} \end{aligned} \right\} \text{ für Kupfer,} \\ \text{für Germanium.}$$

Zur Erleichterung der Rechnung haben wir ferner angenommen, daß die RÖNTGEN-Strahlen nach dem Monochromatorkristall voll polarisiert ist. Diese Annahme gilt nur näherungsweise, weil der Glanzwinkel  $\theta_1$  am Monochromatorkristall nicht 45° ( $\cos 2\theta = 0$ ), sondern 51° beträgt.

Mit diesen Vereinfachungen ergibt sich die beobachtete Reflexionskurve durch Faltung dreier Fehlerfunktionen, deren Halbwertsbreiten sich z. B. bei  $\{002\}$  wie 40 : 35 : 120 verhalten. Da bei der Faltung von GAUSSschen Fehlerfunktionen die Quadrate der Halbwertsbreiten zu addieren sind, erkennt man,

<sup>21</sup> R. W. JAMES, The Optical Principles of the Diffraction of X-Rays, G. Bell, London 1962.

<sup>22</sup> International Tables for Crystal Structure Analysis.

daß die Halbwertsbreite der resultierenden Funktion vorwiegend von der Reflexion am Kupfereinkristall bestimmt wird. Tab. 1 zeigt sehr gute Übereinstimmung zwischen den beobachteten und den berechneten Breiten<sup>23</sup>.

Wir schließen daraus, daß die Reflexionskurve von unverformtem Kupfer in guter Näherung derjenigen des Idealkristalls entspricht, obgleich die Versetzungsdichte innerhalb der „Subkörner“ bei unseren Kristallen sicherlich nicht kleiner, sondern eher größer als  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  ist. Eine ähnliche Beobachtung machte VOGES<sup>24</sup> bei der Untersuchung von Gitterquelleninterferenzen an Kupfereinkristallen. Er fand, daß Kristallbereiche der Größenordnung 0,1 mm die typische Feinstruktur der Interferenzlinien ergaben, wie sie die dynamische Theorie von v. LAUE<sup>25</sup> fordert.

Die Reflexionskurven, die an den verformten Einkristallen gewonnen wurden, erlauben keine detaillierten Aussagen. Ihre Halbwertsbreiten sind gegenüber denjenigen der unverformten Kristalle nur etwa verdoppelt, siehe Tab. 1. Für verschiedene Stellen der Oberfläche eines Schnittes streuen die Werte beträchtlich. Die Reflexionskurven der {002}-Reflexe sind zwar im Mittel breiter als die der {111}-Reflexe, wie man auf Grund des größeren BRAGG-Winkels der {002}-Reflexe und wegen der elastischen Anisotropie des Kupfers erwartet. Ein spezifischer Einfluß der Indizierung innerhalb dieser beiden Reflexgruppen ist aber nicht festzustellen. Wir nehmen an, daß diese unklaren Ergebnisse mit der inhomogenen Verteilung der Gitterstörungen zusammenhängen. Bei den relativ niedrigen Verformungsgraden, die wir untersucht haben, gehorchen die Reflexionskurven offenbar weder der kinematischen Beugungstheorie noch der dynamischen Theorie des Idealkristalls. Vielmehr erfordern sie zumindest im Mittelteil, wo die Halbwertsbreite gemessen wird, eine dynamische Theorie des gestörten Kristalls, für die zwar erste Ansätze vorliegen<sup>26</sup>, die aber für unsere Fragestellung noch nicht genügend ausgearbeitet ist.

HORDON und AVERBACH<sup>27</sup> haben an verformten Kupfereinkristallen die Halbwertsbreiten der ROCKING-Kurven mit verschiedenen RÖNTGEN-Wellenlängen gemessen, um auf diese Weise Aussagen über die Breite

der Reflexionskurve und, davon ausgehend, Aussagen über die Versetzungsdichte und -anordnung zu gewinnen. Dabei haben sie vorausgesetzt, daß die Reflexionskurve auch schon zu Beginn der Verformung rein kinematisch verstanden werden kann. Unsere Ergebnisse bezüglich der Reflexionskurve sprechen aber dafür, daß insbesondere letztere Annahme nicht zutrifft und dieses Verfahren daher keine verlässlichen Werte liefert.

Andererseits kann man annehmen, daß es für die Ausläufer der Reflexionskurven ausreicht, kinematische Beugungsvorgänge zu betrachten, deren Zusammenhang mit der Versetzungsanordnung schon theoretisch untersucht wurde<sup>28</sup>. Unser experimenteller Aufwand (Filmaufnahmen mit photometrischer Registrierung) ist aber für die Analyse der Ausläufer nicht ausreichend, weshalb wir auf eine quantitative Untersuchung der Reflexionskurven verzichtet haben.

### 3. Diskussion der Ergebnisse

Wir stellen die experimentellen Ergebnisse noch einmal kurz zusammen, wobei sich die quantitativen Angaben auf die Fließspannung  $\tau = 1,12 \text{ kp/mm}^2$  beziehen.

1. Die Streifung parallel zur Spur der Hauptgleitebene mit der jeweiligen Oberfläche [(111)-Streifung] führt zu folgenden Aussagen:

1 a) Anhäufungen von Versetzungen liegen vorzugsweise in der Hauptgleitebene (111). Ihre Querausdehnung beträgt im allgemeinen nicht mehr als etwa  $2 \mu\text{m}$ .

1 b) Die Abstände dieser Anhäufungen senkrecht zu (111) betragen etwa 10 bis  $20 \mu\text{m}$ .

1 c) Sie enthalten einen merklichen Anteil Versetzungen von Nebengleitsystemen. Sind diese Versetzungen länger als  $2 \mu\text{m}$ , so liegen sie wegen 1 a) im Mittel etwa parallel zur Spur der zugehörigen Nebengleitebene mit der Hauptgleitebene.

1 d) Analoge flächenhafte Versetzungsanhäufungen auf den Nebengleitebenen wurden nicht gefunden.

2. Die Streifung parallel zur Spur der jeweiligen Oberfläche mit der Ebene senkrecht zur Hauptgleit-

<sup>23</sup> Dabei ist zu erwähnen, daß die Halbwertsbreiten auf den Filmen etwa  $100 \mu\text{m}$  betragen. Allein die Körnigkeit des Neotestfilmes bedingt Schwankungen von etwa  $10 \mu\text{m}$ .

<sup>24</sup> H. VOGES, Ann. Phys. **27**, 694 [1936]. Wir danken Herrn Prof. G. BORRMANN für den Hinweis auf diese Arbeit.

<sup>25</sup> M. VON LAUE, Ann. Phys. **23**, 705 [1935].

<sup>26</sup> S. TAKAGI, Acta Cryst. **15**, 1311 [1962].

<sup>27</sup> M. J. HORDON u. B. L. AVERBACH, Acta Met. **9**, 237 [1961].

<sup>28</sup> M. WILKENS, phys. stat. sol. **3**, 1718 [1963].

richtung [(T01)-Streifung] findet folgende Deutung:

2 a) Als Hauptkomponente der Gitterdrehung beobachtet man eine Drehung um die  $[1\bar{2}1]$ -Richtung, d. h. um die Richtung der Stufenversetzungen des Hauptgleitsystems.

2 b) Diese Drehung ist in (T01)-Wänden, d. h. in Wänden senkrecht zur Hauptgleitrichtung, lokalisiert.

2 c) Jeweils dort, wo die nach (111) ausgerichteten ebenen Versetzungsanhäufungen eine (T01)-Wand durchschneiden, befindet sich eine verstärkte Anhäufung von Versetzungen.

2 d) Der Abstand der (T01)-Wände liegt in der Größenordnung  $50 \mu\text{m}$ .

3. Ferner wird eine Drehung um die Normale der Hauptgleitebene (111) gefunden, die in (111)-Ebenen lokalisiert ist [Verdrehgrenzen parallel (111)].

Wir vergleichen jetzt diese Ergebnisse mit den in der Einleitung erwähnten Gleitlinien-, Ätzgrübchen- und elektronenmikroskopischen Durchstrahlungen und diskutieren sie im Zusammenhang mit der Verfestigungstheorie von SEEGER<sup>11, 29</sup>.

Für den Vergleich mit den Gleitlinienuntersuchungen können wir auf die Arbeit von MADER<sup>1</sup> zurückgreifen, da bei dieser Arbeit Kristalle etwa der gleichen Reinheit und der gleichen Ausgangsorientierung benützt wurden. Nach MADER ist für das Gleitlinienbild im Bereich II die sogenannte „strukturierte Feingleitung“ kennzeichnend. Sie bedeutet, daß die Abgleitung bevorzugt auf „Paketen“ von Hauptgleitebenen stattfindet, wobei die „Paket“-Dicke von der Größenordnung  $1 \mu\text{m}$  ist und der „Paket“-Abstand senkrecht zur Hauptgleitebene etwa 5 bis  $10 \mu\text{m}$  beträgt (in der Mitte des Bereichs II). Die Gleitlinienlänge beträgt dabei 20 bis  $30 \mu\text{m}$ .

Nimmt man an, daß innerhalb dieser Gleitebenenpakete während der Abgleitung etwa durch Ausziehen von Versetzungsdipolen eine erhöhte Versetzungsdichte entsteht, so liegt es nahe, die von uns gefundenen Versetzungsanhäufungen in (111)-Ebenen als direkte Folgeerscheinung der strukturierten Feingleitung zu betrachten. Wir nehmen an, daß die Versetzungsanhäufungen in den weiter unten zu besprechenden (T01)-Wänden als Gleithindernisse wirken und erwarten, daß die Gleitlinienlänge etwa dem Abstand zwischen den Versetzungswänden entspricht. Ferner erwarten wir einen Zusammenhang zwischen den Gleitlinienpaketen und dem Abstand zwischen den Versetzungsanhäufungen. Ein Vergleich der

MADERSchen Werte mit den unter 1 b. und 2 d. angegebenen Werten zeigt, daß unsere Werte etwa um einen Faktor 2 größer sind. Wegen der Unterschiede in den Meßmethoden sowie wegen des Umstandes, daß unsere Zahlenangaben sich auf den Anfang des Bereichs II beziehen, ist die Übereinstimmung befriedigend.

LIVINGSTON<sup>10</sup> hat plastisch verformte Kupfereinkristalle mit der Ätzgrübchenmethode untersucht. Bei Verformung bis in den Bereich II findet er Anhäufungen von Ätzgrübchen parallel zur Spur der Hauptgleitebene. Die Abstände dieser linienhaften Ätzgrübchenansammlungen liegen zwischen 5 und  $10 \mu\text{m}$ . Identifiziert man diese Ätzgrübchenansammlungen mit unseren Versetzungsanhäufungen, so ergibt sich wieder befriedigende Übereinstimmung der Abstände.

Bei elektronenmikroskopischen Durchstrahlungen von Nickel-Kobalt-Einkristallen fanden MADER und THIERINGER<sup>5</sup> bzw. SEEGER, MADER und THIERINGER<sup>30</sup>, daß für den Bereich II eindimensionale Versetzungsstränge in der Hauptgleitebene charakteristisch sind, wobei die Stränge ungefähr senkrecht zur Hauptgleitrichtung orientiert sind. Diese Versetzungsstränge wurden von STEEDS<sup>8</sup> und von ESSMANN<sup>9</sup> in Kupfereinkristallen ebenfalls gefunden. Sie enthalten nach Angabe der Autoren neben Versetzungsdipolen des Hauptgleitsystems zu einem merklichen Bruchteil Versetzungen von Nebengleitsystemen. An einem Kristall, der bis in den Anfang von Bereich II verformt war, findet ESSMANN, daß die Stränge senkrecht zur Hauptgleitebene Ausdehnungen von etwa  $1 \mu\text{m}$  haben. Innerhalb der Hauptgleitebene ist die Begrenzung weniger scharf. Nach ESSMANN mißt man Breiten von 2 bis  $3 \mu\text{m}$ , wobei in der Nähe der Stränge bis zu Abständen von etwa  $10 \mu\text{m}$  die Dichte der Versetzungen höher ist als bei größeren Abständen.

Geht man davon aus, daß das Auftreten von Versetzungssträngen in Hauptgleitebenen und etwa senkrecht zur Hauptgleitrichtung elektronenmikroskopisch gesichert ist, so ist es naheliegend, daß die röntgenographisch gefundenen Versetzungsanhäufungen auf (111)-Ebenen aus diesen Versetzungssträngen mit ihren in den (111)-Ebenen etwas unscharfen Abgrenzungen aufgebaut sind, während durch die gegenseitige Anordnung der Versetzungsstränge die (T01)-Wände entstehen. Berücksichtigt man noch

<sup>29</sup> A. SEEGER, J. DIEHL, S. MADER u. H. REBSTOCK, Phil. Mag. 2, 323 [1957].

<sup>30</sup> A. SEEGER, S. MADER u. H.-M. THIERINGER, J. Appl. Phys. 34, 3376 [1963].



die weiter vorne unter 2 a) und 2 c) aufgeführten Beobachtungen, so kommt man zu dem Ergebnis, daß die Stufenversetzungen des Hauptgleitsystems, die in den (101)-Wänden die Drehung um die  $[1\bar{2}1]$ -Richtung bewirken, jeweils in den Versetzungssträngen konzentriert sind<sup>31</sup>. Man kann also, wie schon in Abschnitt 2.2 ausgeführt wurde, die (101)-Wände in grober Näherung als elastisch günstige „Kleinwinkelkorngrenzen“ von Superversetzungen beschreiben. Noch ein weiterer Punkt verdient Erwähnung. Die in den (101)-Wänden konzentrierte Drehkomponente zeigt keine merkliche Abweichung von der Richtung  $[1\bar{2}1]$ . Das bedeutet, daß die Versetzungen von Nebengleitsystemen keinen wesentlichen Beitrag zu dem resultierenden BURGERS-Vektor eines Versetzungsstranges geben. In diesem Zusammenhang ist die Beobachtung von ESSMANN zu erwähnen, daß die Versetzungen im „Vorfeld“ eines Versetzungsstranges vorwiegend zum Hauptgleitsystem gehören und jeweils auf einer Seite des Stranges vorwiegend den gleichen BURGERS-Vektor haben.

Die Befunde 1 a), 1 c) und 1 d) spiegeln deutlich die bevorzugte Stellung der Hauptgleitebene bezüglich des Abgleitvorganges wider. Diese Befunde sagen, daß im Bereich II zwar Gleitung auf Nebengleitsystemen stattfindet, daß aber diese Gleitung – wahrscheinlich infolge Wechselwirkung mit den weitreichenden Gleitvorgängen auf der Hauptgleitebene – lokal eng begrenzt ist, so daß sich keine „flächenhaften“ Versetzungsanordnungen auf den Nebengleitebenen ausbilden können. Diese Schlußfolgerungen sind in Übereinstimmung mit der Verfestigungstheorie von SEEGER, in der gefordert wird, daß die makroskopische Abgleitung zwar im wesentlichen auf der Hauptgleitebene stattfindet, daß aber die für den Bereich II charakteristischen Gleithindernisse durch kurzreichende Gleitvorgänge auf Nebengleitsystemen aufgebaut werden.

Wir erwähnen noch kurz den Befund 3., d. h. die in Abschnitt 2.1 beschriebenen Verdrehgrenzen in der Hauptgleitebene (111). Solche Verdrehgrenzen lassen sich am einfachsten aus einem Netzwerk von Schraubenversetzungen in (111)-Ebenen aufbauen. Sie wurden an dem Schnitt (111) und auch an dem Schnitt (111) gefunden und näher untersucht. Bei

dem letztgenannten Schnitt liegt der BURGERS-Vektor  $\mathbf{b}_p = \frac{1}{2} [101]$  des Hauptgleitsystems in der reflektierenden Netzebenenschar. Insbesondere Schraubenversetzungen des Hauptgleitsystems sollten bei diesem Schnitt keine Kontrasterscheinungen geben. Wenn aber Verdrehgrenzen auch an diesem Schnitt zu beobachten sind, so bedeutet dies, daß sie neben Schraubenversetzungen mit dem BURGERS-Vektor  $\mathbf{b}_p$  auch Schraubenversetzungen mit den übrigen zu  $\mathbf{b}_p$  in der (111)-Ebene koplanaren BURGERS-Vektoren  $\mathbf{b}_1 = \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$  und  $\mathbf{b}_2 = \frac{1}{2} [01\bar{1}]$  enthalten. Das ist sehr befriedigend, da in der SEEGERschen Theorie für den Bereich II angenommen wird, daß durch LOMER–COTTRELL-Reaktionen von Versetzungen mit den BURGERS-Vektoren  $\mathbf{b}_1$  und  $\mathbf{b}_2$  Gleithindernisse für die Aufstauung von Schraubenversetzungen des Hauptgleitsystems entstehen.

Zum Schluß geben wir eine Abschätzung der Zahl der überschüssigen Stufenversetzungen eines Vorzeichens pro Versetzungsstrang. Für den Abstand  $D$  zwischen den Versetzungsanhäufungen wurden unter 1 b) Werte von 10 bis 20  $\mu\text{m}$  angegeben. Wir setzen hier  $D = 10 \mu\text{m}$ , da uns die untere Grenze des Intervalls wegen des begrenzten Auflösungsvermögens der Meßanordnung sicherer erscheint. Außerdem ist dieser Wert mit den Schwenkaufnahmen besser verträglich. Für den Kippwinkel  $\alpha$  innerhalb der (101)-Wände fanden wir Werte zwischen 5 und 10 Winkelminuten. Aus dem gleichen Grunde wie eben benutzen wir hier den unteren Wert,  $\alpha = 5'$ . Ist  $n$  die Zahl der überschüssigen Stufenversetzungen pro Versetzungsstrang und ist  $b = 2,5 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}$  der Betrag des BURGERS-Vektors, so gilt

$$n = \alpha(D/b) \approx 60.$$

Dieser Wert stimmt der Größenordnung nach mit dem Wert  $n = 25$  überein, der nach SEEGER bei Kupferkristallen als Zahl der pro Versetzungsgruppe (piled-up) aufgestauten Versetzungen des Hauptgleitsystems erwartet wird. Diese Übereinstimmung benutzen wir als weitere Stütze für die Annahme, daß die Versetzungsstränge eng mit der Aufstauung von Stufenversetzungen zusammenhängen. Wir prüfen diese Annahme noch, indem wir den Abstand  $D$  zwischen den Strängen mit dem aus der SEEGERschen Theorie folgenden mittleren Abstand  $D_g$  zwischen den Versetzungsgruppen vergleichen. In dieser Theorie wird angenommen, daß benachbarte Gruppen ihr Spannungsfeld gegenseitig abschirmen, so daß der Gruppenabstand zugleich die Reichweite des Span-

<sup>31</sup> Wir vermeiden deshalb den Ausdruck „Gleitpolygonisation“ oder „Querpolygonisation“, da diese Ausdrücke eine gleichmäßigere Verteilung der überschüssigen Stufenversetzungen in der Wand nahelegen.

nungsfeldes bedeutet. Letzteres trifft in unserem Fall zu, wenn wir die in „Kleinwinkelkornngrenzen“-Anordnung sich gegenseitig abschirmenden Versetzungsstränge mit Gruppen jeweils gleichen Vorzeichens identifizieren. Für den Abstand  $D_g$  soll gelten<sup>32</sup>

$$D_g = (2/\pi)^{1/2} \cdot G n b / \tau$$

mit  $n$  = Zahl der Versetzungen pro Gruppe,  $G$  = Schubmodul =  $4,7 \cdot 10^3$  kp/mm<sup>2</sup> bei Kupfer,  $\tau$  = Fließspannung. Setzt man hier  $\tau = 1,12$  kp/mm<sup>2</sup> und  $n = 25$ , so folgt  $D_g = 20$   $\mu$ m. Das ist die obere Grenze der beobachteten Werte für den Abstand  $D$ .

Wir finden also an den von uns analysierten (T01)-Wänden im Vergleich mit der Erwartung aus der Theorie,

a) daß die Abstände der Versetzungsstränge zu klein sind,

b) daß die Zahl der aufgestauten Versetzungen zu groß ist.

Vermutlich hängen diese Abweichungen mit dem begrenzten Auflösungsvermögen der Meßvorrichtung speziell für den Winkel  $\alpha$  zusammen, so daß unserer Überschlagsrechnung keine Mittelwerte, sondern Extremwerte zugrunde lagen. Andererseits kann man die Abweichungen wie folgt verstehen: Vom Mittel-

wert abweichende, zu kleine Gruppenabstände führen zu einer Reduzierung der Reichweite des Spannungsfeldes. Es erscheint nicht unvernünftig, daß dieser Effekt durch eine erhöhte Zahl von aufgestauten Versetzungen wieder ausgeglichen wird, so daß das innere Spannungsgleichgewicht gewahrt bleibt.

Zusammenfassend stellen wir fest, daß die Übereinstimmung mit der SEEGERschen Theorie im Qualitativen befriedigend ist. Im Quantitativen ergeben sich kleine Diskrepanzen, denen aber wegen der sehr begrenzten Genauigkeit unserer Meßwerte keine große Bedeutung zukommt. Für einen verfeinerten quantitativen Vergleich sind genauere Messungen, insbesondere in Abhängigkeit von der Fließspannung, erforderlich. Wünschenswert sind ferner Informationen über die Anordnung der Schraubenversetzungen des Hauptgleitsystems. Hierfür sind Untersuchungen an anderen Netzebenenscharen erforderlich.

Herrn Prof. Dr. A. SEEGER danken wir für zahlreiche Diskussionen. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft gebührt unser Dank für die Unterstützung dieser Arbeit im Rahmen des Schwerpunktprogramms „Kristallstrukturforschung“.

<sup>32</sup> H. KRONMÜLLER, A. SEEGER u. M. WILKENS, Z. Phys. **171**, 291 [1963].