

3. EXPERIMENTELLE METHODEN

3.1. Probenmaterial

Als Ausgangsproben dienten ≈ 8 mm dicke, 100mm lange Co-Einkristalle.¹⁾ Diese wurden mit dem in /22/ geschilderten Verfahren gezüchtet. Das Restwiderstandsverhältnis betrug $\varrho(300K) / \varrho(4K) = 56 / 23$.

3.2. Orientierung der Kristalle

Um Proben gewünschter Orientierung herstellen zu können, muß die Orientierung des Ausgangskristalls, z.B. die kristallographische Richtung der Stabachse bekannt sein. Diese wurde im Laue-Rückstrahlverfahren bestimmt. Um leicht auswertbare Röntgendiagramme zu erhalten, empfiehlt es sich, die Kristalle kurz in HNO_3 konz. anzuätzen. Dadurch werden auch Subkorn Grenzen besser sichtbar, dies erleichtert eine Auswahl der brauchbaren Bereiche.

3.3. Herstellung der Proben; Polieren

Aus dem kompakten Einkristall werden mit Hilfe der Funkenerosion Plättchen von 0,3 - 0,4mm Dicke geschnitten. Aus diesen, je nach Orientierung kreisrunden bis stark elliptischen Plättchen werden ebenfalls mit Hilfe der Funkenerosion runde Scheibchen mit 2,5mm Durchmesser geschnitten. In einigen Fällen, in denen eine leichte Verformung der Proben nicht störte, wurden die Scheibchen auch durch mechanisches Herausstanzen aus den Plättchen gewonnen. In jedem Fall aber müssen die erhaltenen Scheibchen auf eine Dicke von $\approx 0,1$ mm abgeschliffen werden. (Toleranzbereich 0,07 - 0,15mm.) Denn einerseits wird die bei der Funkenerosion entstandene Oberflächenschicht vom Poliermittel nicht angegriffen, und muß deshalb vollständig entfernt werden. Andererseits war die Politur für Dicken, die außerhalb des oben angegebenen Toleranzbereich lagen, meist schlecht. Geschliffen wurde mit Hilfe eines einfachen Halters (siehe Fig. 3.1.) auf einer rotierenden Schleifscheibe (Körnung 400 und 600). Mit Hilfe dieses Halters lassen sich sauber

1) Herrn Dipl. phys. W. Dander danke ich für die Überlassung der Einkristalle.

4. BESTIMMUNG VON BURGERS- UND NORMALVEKTOR SOWIE
DEFEKTTYP DES VERSETZUNGSRINGES

4.1. Experimentelle Beobachtungen

Nach den in Kapitel 2 aufgeführten Regeln sind Strahlenschäden nur dann mit gutem Kontrast zu sehen, wenn b und n nicht allzuweit aus der x-y-Ebene (= Bildebene) herausgedreht sind. Die Anzahl der in einer gegebenen Folienorientierung verfügbaren Beugungsvektoren ist durch den Kippbereich des Goniometers begrenzt. Da über die Art der Strahlenschäden in Kobalt noch nichts bekannt war, wurden die Proben in drei verschiedenen Orientierungen untersucht, nämlich

- (1) Oberflächennormale nahe $\{0001\}$ (Basisebenenorientierung).
- (2) Oberflächennormale nahe $\{11\bar{2}2\}$ (Pyramidenebenenorientierung).
- (3) Oberflächennormale nahe $\{\bar{2}3\bar{1}0\}$ (Prismenebenenorientierung).

Bei (1) erwartet man guten Kontrast für Ringe auf Prismenebenen, bei (2) für Ringe auf Pyramidenebenen, bei (3) für Ringe auf Basisebenen.

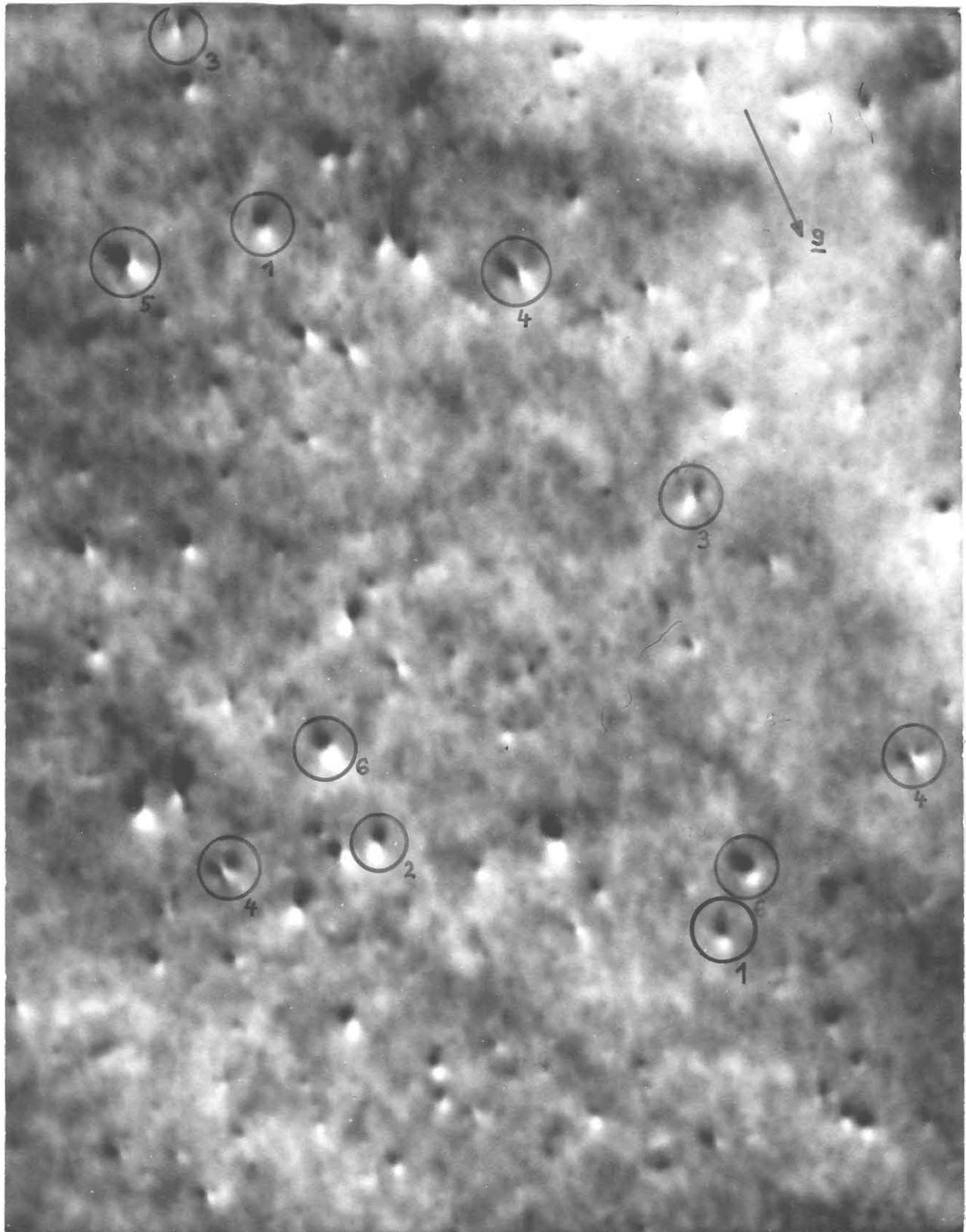


Fig. 4.1. Typische Dunkelfeldaufnahme von S-W-Kontrasten bei Folienorientierung nahe $\{0001\}$ und $\underline{g} = \{11\bar{2}0\}$ $v \approx 500\ 000\ x$; Dosis $\approx 2,4 \cdot 10^{11}\ \text{cm}^{-2}$; 60keV. Au^{++} -Ionen

4.1.1. Oberflächennormale nahe $\{0001\}$

Fig. 4.1 und 4.2 zeigen bei dynamischen Abbildungsbedingungen (Zweistrahlfall; $s = 0$) aufgenommene Dunkel-feldbilder. Der Beugungsvektor war vom Typ $g = \{11\bar{2}0\}$. Betrachtet man zunächst Fig. 4.1, so stellt man fest, daß sechs deutlich verschiedene Typen von S-W-Kontrasten auftreten. Besonders prominente Vertreter der einzelnen Typen sind zur Hervorhebung mit einem Kreis markiert und mit einer Typen-Nr. gekennzeichnet. Die einzelnen Typen lassen sich weiterhin klassifizieren: (Zur Abkürzung setzen wir $\gamma = \angle(g, \underline{l})$; $\gamma > 0$ bzw. < 0 für \underline{l} rechts bzw. links von g .)

Typ 1 und 6	normal	$\gamma \approx \pm 14^\circ$
Typ 2 und 5	schwach verzerrt	$\gamma \approx \pm 35^\circ$
Typ 3 und 4	stark verzerrt	$\gamma \approx \pm 55^\circ$

Die geringe Zahl der Defekte läßt eine Häufigkeitsstatistik der einzelnen Typen nicht zu, jedoch scheint kein Typ nennenswert zu überwiegen.

Fig. 4.2 zeigt eine mit höherer Dosis bestrahlte Probe. Die Bestrahlungs- und Aufnahmebedingungen waren sonst gleich wie bei Fig. 4.1. Auch hier kann die Klassifizierung von Bild 4.1 angewandt werden; hervorragende Vertreter der einzelnen Typen sind ebenfalls gekennzeichnet. Jedoch fällt auf, daß viele S-W-Kontraste vom Typ 1 oder 6, also normale Kontraste deutlich größer sind als bei Fig. 4.1, außerdem zeigen sie eine Feinstruktur des Kontrastes dort, wo der weiße und schwarze Teil sich berühren. (Innenstruktur). Wie im Anhang gezeigt wird, besteht diese Innenstruktur in einer Aufspaltung der Trennlinie zwischen schwarzem und weißem Teil, so daß eine kreis- bis ellipsenförmige Fläche mit der Dichte des Untergrundes die beiden Hälften des S-W-Kontrastes trennt.

Weiterhin ist ein ungleich häufigeres Auftreten der S-W-Kontraste mit $\gamma > 0^\circ$; also der Typen 1, 2 und 3 festzustellen. Man erkennt dies vor allem an den Typ 1 Kontrasten.

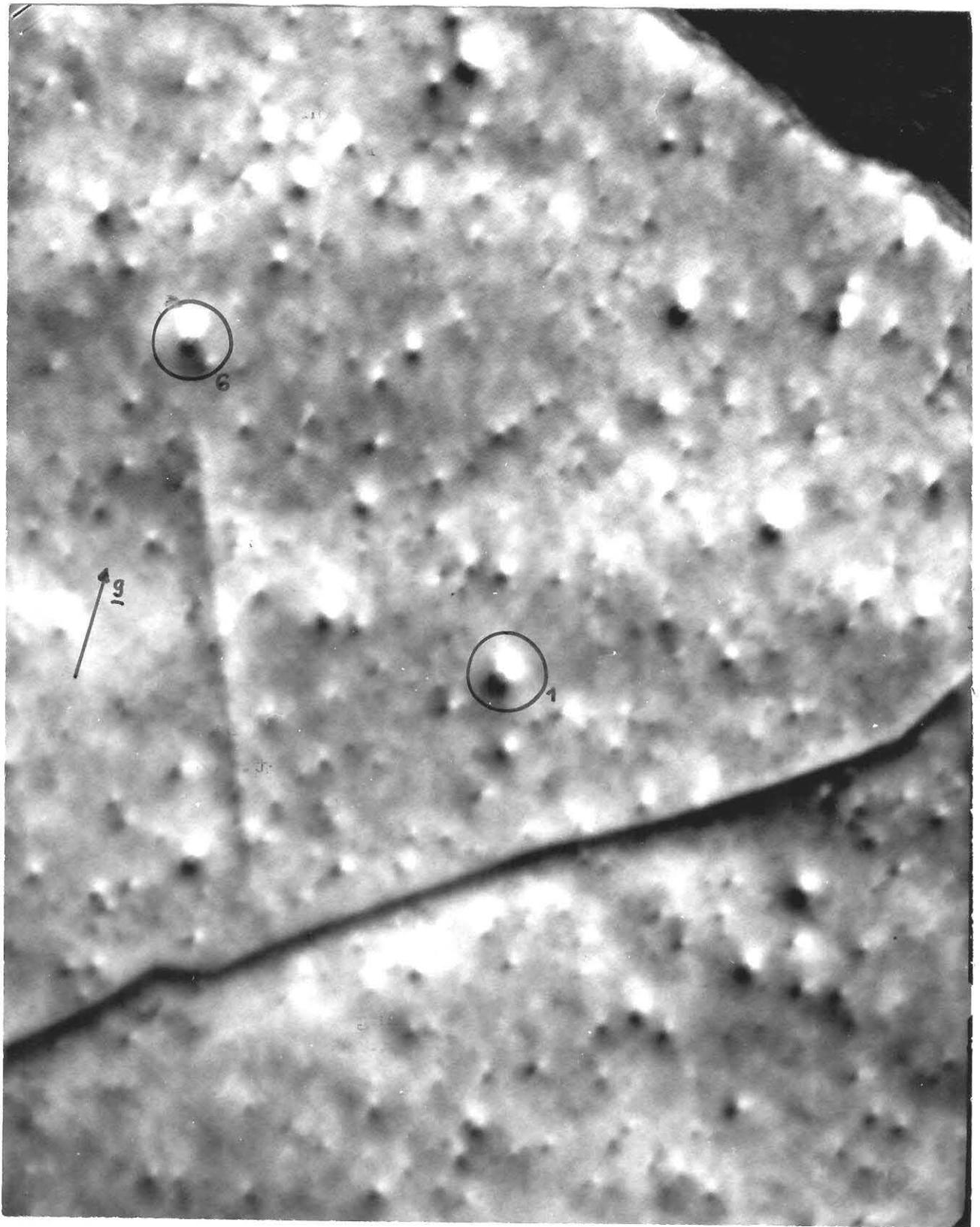


Fig. 4.2. Typische Dunkelfeldaufnahme von S-W-Kontrasten bei Polienorientierung nahe $\{0001\}$ und $g = \{11\bar{2}0\}$ $v \approx 300\ 000\ x$; Dosis $\approx 9,4 \cdot 10^{11}\ \text{cm}^{-2}$; 60keV Au^{++} -Ionen

(Typ 3 Kontraste lassen sich auf diesem Bild nicht mit Sicherheit identifizieren). Ein gemeinsames Merkmal beider Bilder ist, daß auf ihnen magnetische Bereichsstrukturen sichtbar sind (Abwechselnde hellere und dunklere Streifen; bei Betrachtung unter kleinem Winkel am besten zu sehen.)

4.1.2. Oberflächennormale nahe $\{2\bar{3}10\}$, Prismenebenenorientierung

Einige Bestrahlungsexperimente mit Proben in dieser Orientierung brachten kein Ergebnis, d.h. es waren keine S-W-Kontraste sichtbar. Um sicher zu gehen, daß die Probe vom Ionenstrahl getroffen wurde, führten wir ein Doppelbestrahlungsexperiment analog zu Häussermann /12/ durch. Dabei werden zwei Proben übereinander auf denselben Halter montiert. Die untere Probe dient als Sonde, sie wird durch das Polierloch der ersten bestrahlt. Findet man dann auf der Sonde S-W-Kontraste, ist auch ein Treffen der eigentlichen Probe mit dem Ionenstrahl absolut sichergestellt. Fig. 4.3. zeigt ein Bild der Sonde (Co in $\{0001\}$ -Orientierung). Man erkennt die Grenze zwischen im Strahl liegendem und durch die Probe abgeschattetem Gebiet. (Zur besseren Erkennung markiert.) Damit ist sicher gestellt, daß die Probe getroffen wurde.

Fig. 4.4. zeigt eine typische Dunkelfeldaufnahme der $(2\bar{3}10)$ -Probe im Lichte des $\{0002\}$ -Reflexes. Man erkennt keinen eindeutigen S-W-Kontrast, obwohl, wie man an den Tiefenoszillationen der Versetzungen erkennt, ein exakter Zweistrahlfall eingestellt war. Weiterhin war die Auflösung recht gut, man erkennt dies ebenfalls an der markierten Versetzung. Man schließt daraus, daß Versetzungsringe mit Durchmessern $\geq 25\text{\AA}$ noch zu sehen sein müssten. Da dies nicht der Fall ist, gibt es entweder keine Versetzungen auf der Basisebene, oder ihre Größe liegt unterhalb 25\AA .

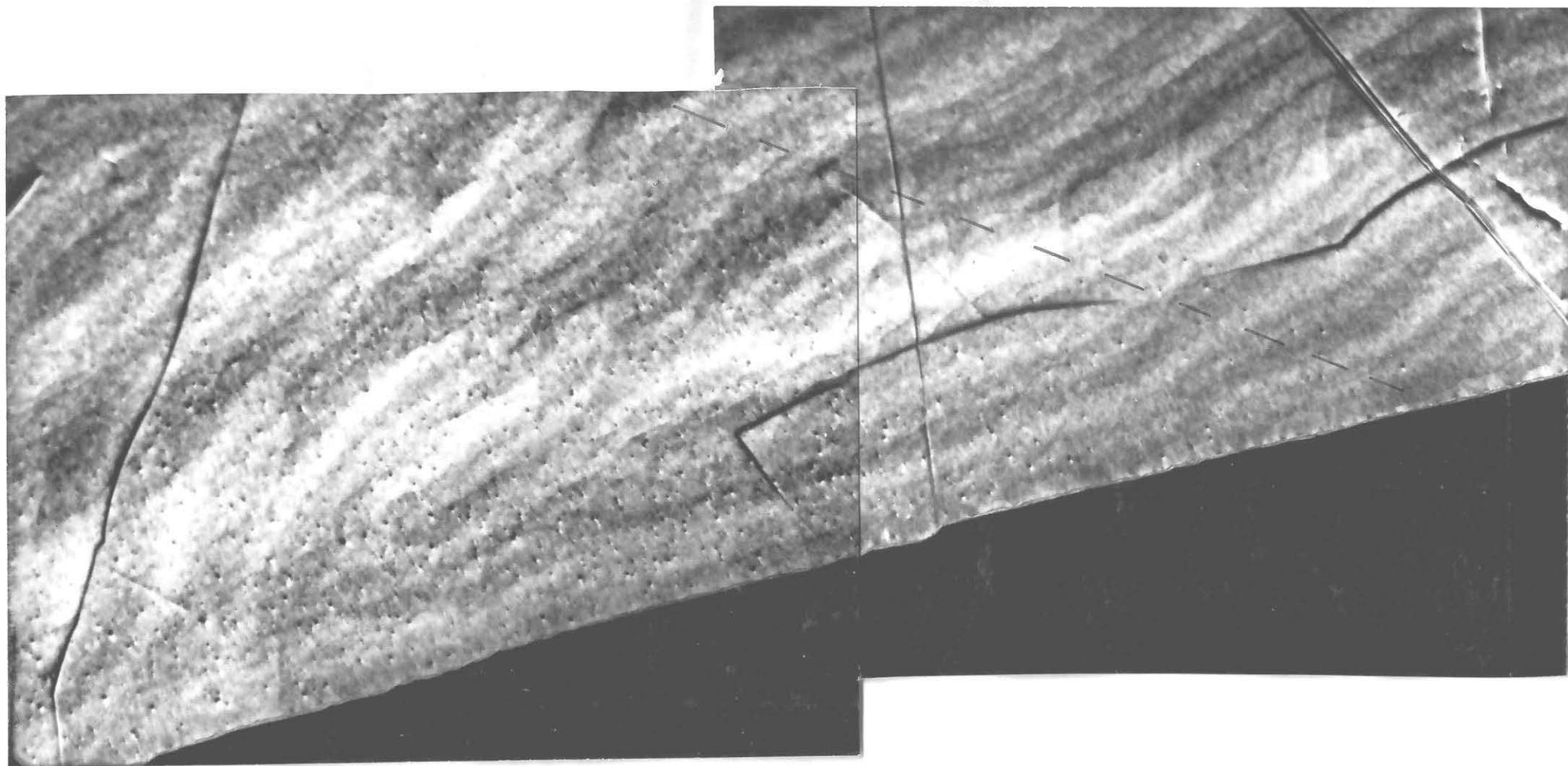


Fig. 4.3. Dunkelfeldbild der Sonde des Doppelbestrahlungsexperimentes (siehe Text); $v \approx 52\ 000 \times$;
Dosis $\approx 9,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$; 60keV Au⁺⁺- Ionen

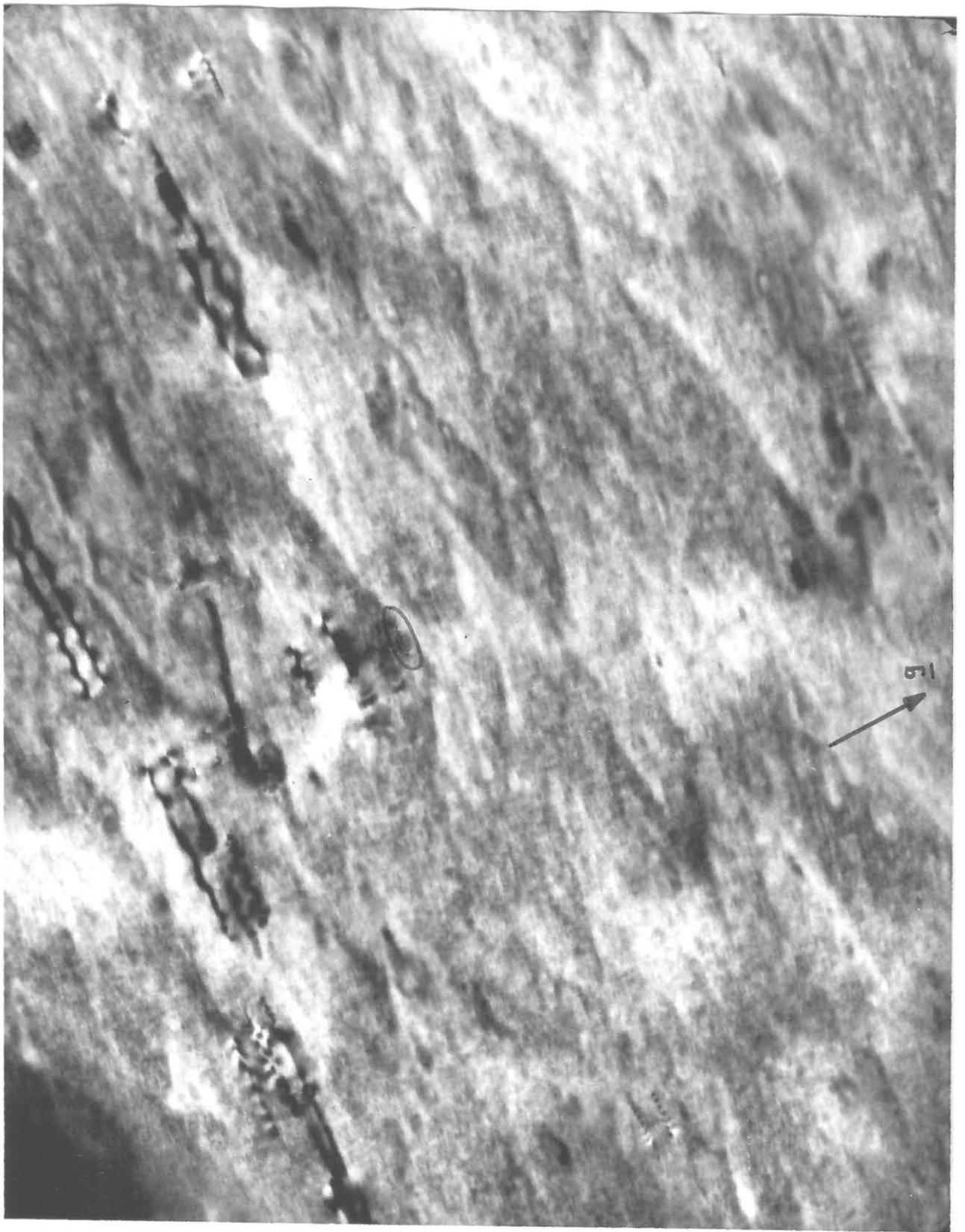


Fig. 4.4. Typische Dunkelfeldaufnahme einer bestrahlten Co - Probe in der Prismenebenenorientierung $v \approx 150\ 000 \times$; Dosis $\approx 9,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$; 60keV Au⁺⁺-Ionen

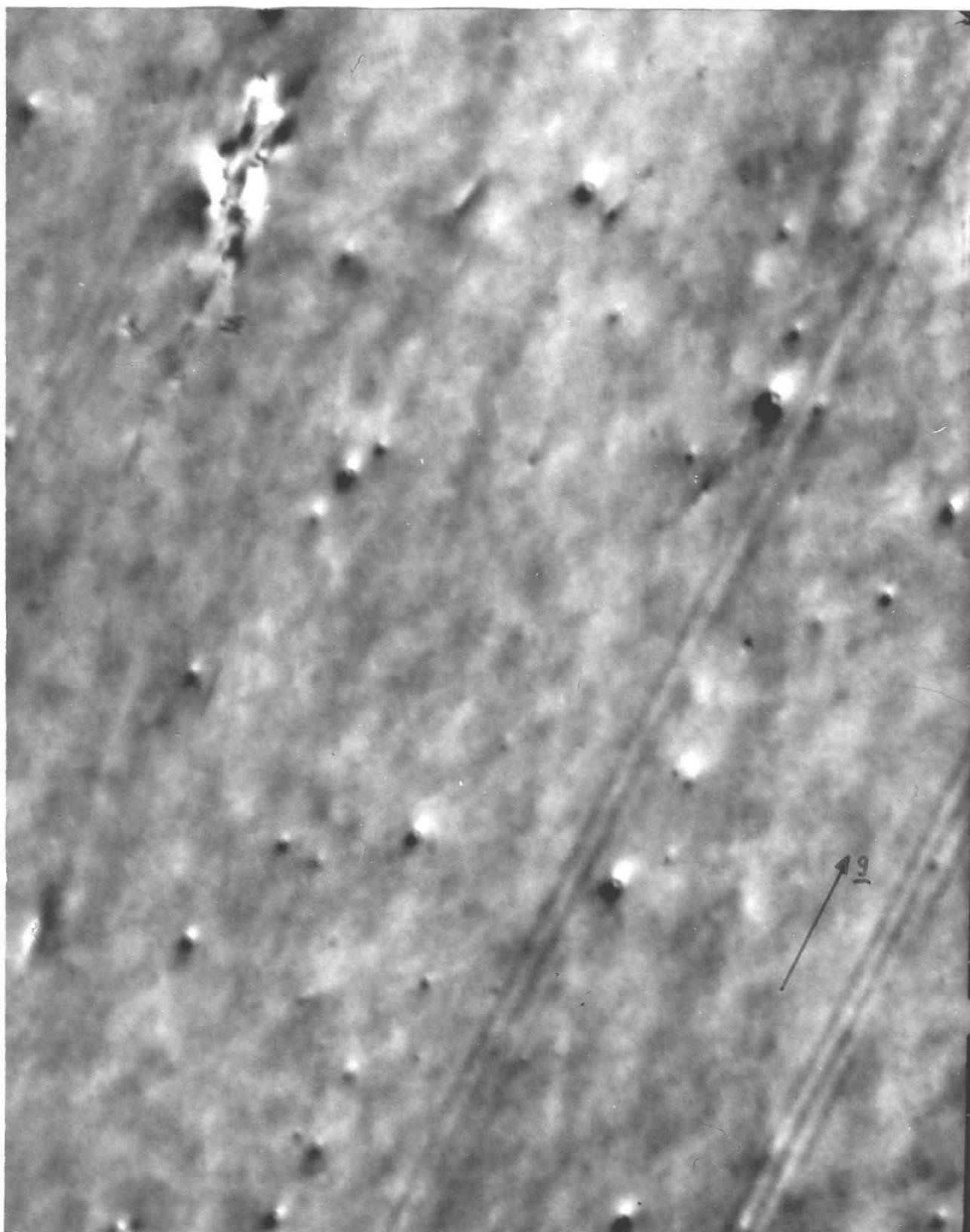


Fig. 4.5. Typische Dunkelfeldaufnahme von S-W-Kontrasten in Co mit Foliennormale nahe $\{11\bar{2}2\}$ und $g = \{11\bar{2}0\}$
 $v \approx 300\ 000\ x$; Dosis $\approx 0,4 \cdot 10^{11}\ \text{cm}^{-2}$; 60keV Au⁺⁺-Ionen

plangeschliffene Proben bis zu 0,05mm Dicke erhalten. Die abgeschliffenen Scheibchen werden mit einem in Alkohol oder Aceton getränktem Wattebausch von magnetisch anhaftendem Co-Staub gereinigt und sind dann polierfertig.

Sämtliche Proben wurden mit der beidseitigen Jet-Methode poliert. (Im Tenupol, kommerzielles Gerät der Firma Struers). Der zum Gerät gehörende Probenhalter, in dem die Probe zwischen zwei gekreuzte Platinbänder eingeklemmt wird, erwies sich jedoch für Proben mit Dicken um

0,1mm nicht geeignet. Da die Probe nur festgeklemmt wird, kam es oft vor, daß sie unter dem Druck der Polierflüssigkeit verrutschte. Es wurde deshalb ein neuer Halter gebaut, der befriedigende Ergebnisse ergab. Als Polierelektrolyt wurde der in /24/ angegebene Elektrolyt verwendet, bestehend aus 13g Aluminiumchlorid (Wasserfrei); 50g Zinkchlorid (Wasserfrei); 27ml Salzsäure (38%); 5ml Wasser (dest.) 20ml Butanol; 200ml Äthylalkohol (96%). Die Polierspannung betrug 50V= (bei {0001}-Orientierung) bzw. 40V= (bei Prismen- und Pyramidenebenenorientierung.) Die polierten Proben wurden zur Beseitigung der Elektrolytreste in Alkohol abgespült und im Warmluftstrom getrocknet. Anschließend erfolgte die Montage auf einen Probenhalter, der sich sowohl zur Ionenbestrahlung als auch zum Mikroskopieren eignete.

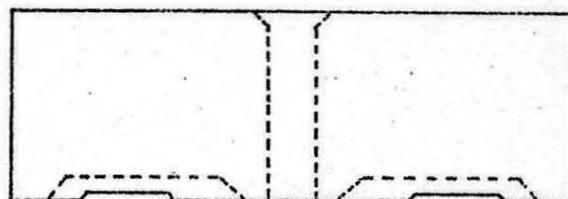
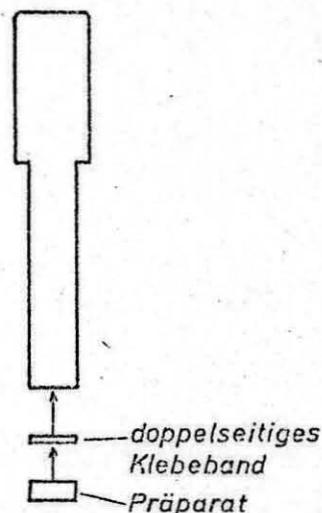


Fig. 3.1. Probenhalter zum Schleifen der Proben

Die so erhaltenen Proben sind im allgemeinen gut durchstrahlbar, jedoch von sehr unterschiedlicher Polierqualität. Während Proben mit Oberflächennormale nahe $\{0001\}$ meist gut poliert werden, war dies bei Proben mit anderen Orientierungen oft nicht der Fall. Vor allem bei Proben in der Prismen-Ebenenorientierung ließ sich eine mehr oder weniger ausgeprägte Ätzstruktur nicht ganz vermeiden.

Um die störenden ferromagnetischen Eigenschaften des Kobalts weitgehend auszuschalten, sollten die fertigen Proben eine möglichst geringe Masse haben. Dies war bei der verwendeten Poliermethode jedoch nicht der Fall, da ein verhältnismäßig großer, das Polierloch begrenzender Rand übrigblieb. Es wurde deshalb versucht, den störenden Rand zu beseitigen. Dazu wird die Probe mit Ausnahme des Randes mit Lacomit abgedeckt, und im Tenupol noch so lange weiterbehandelt, bis der Rand zum überwiegenden Teil abgeätzt ist. Nach Ablösen des Lacomits mit Aceton wird die Restprobe auf ein Netz geklebt und auf den Probenhalter montiert. Trotz der diffizilen Präparationstechnik konnten die störenden magnetischen Eigenschaften nicht wesentlich unterdrückt werden, während andererseits, bedingt durch die lange Zeit die zum Ablösen des Randes erforderlich war, oftmals Elektrolydflüssigkeit unter das Lacomit kroch und die Probe verätzte. Da der Aufwand in keinem Verhältnis zum Ergebnis steht, wurde die Methode kaum angewandt.

3.4. Bestrahlen der Proben

Sämtliche Proben wurden mit Au^{++} -Ionen im Energiebereich von 40 - 60keV bestrahlt. Die Dosen lagen zwischen $1 \cdot 10^{11}$ und $5 \cdot 10^{12}$ Ionen/cm². Aufbau und Wirkungsweise des verwendeten Ionen-Beschleunigers wurden in früheren Arbeiten schon mehrfach beschrieben /10/25/ und werden deshalb hier nicht näher erläutert.

3.5. Arbeiten mit dem Elektronenmikroskop

Sämtliche hier gezeigten Bilder wurden mit einem JEM-150 Elektronenmikroskop bei einer Strahlspannung von 150 kV aufgenommen. Nach Auswahl eines geeigneten Gebietes wird mit Hilfe der Feinbereichsbeugung der gewünschte Beugungsvektor durch Verkippen der Probe eingestellt. Dies kann unter Verwendung des Kikuchi-Bildes sehr genau geschehen. Jedoch wird das Auffinden der gewünschten Beugungsvektoren oft sehr erschwert, da es für hexagonale Metalle keine vollständige Kikuchi-Karte gibt. (Eine Kikuchi-Karte für Probenorientierungen um $\{0001\}$ gibt /26/.)

Durch die ferromagnetischen Eigenschaften des Kobalts und durch die verwendete Poliermethode ergaben sich beim Mikroskopieren einige wesentliche Schwierigkeiten:

- (1) Der Ferromagnetismus der Probe führt zu einer Dejustierung des Objektivastigmatismus, die je nach Probenorientierung und Lage des Präparates im Mikroskop beträchtlich werden kann. Die Korrektur muß mit eingeschleustem Präparat vorgenommen werden. Am einfachsten ist dies bei leichter Unter- oder Überfokussierung des Objektivs vorzunehmen, da dann der Untergrund eine Vorzugsrichtung erhält. Diese Vorzugsrichtung ist aber schon bei noch nicht einwandfreier Korrektur scheinbar verschwunden, die Feinkorrektur muß allein nach der allgemeinen Schärfe des Bildes vorgenommen werden. Deshalb bringt auch eine reduzierte Masse des Präparates keine wesentliche Erleichterung der Astigmatismuskorrektur.
- (2) Die Dejustierung des Drehzentrums nimmt auf Grund der ferromagnetischen Eigenschaften oft Ausmaße an, die eine Korrektur sehr erschwert. Dies ist vor Allem dann der Fall, wenn das Magnetfeld der Probe senkrecht zum Elektronenstrahl steht, also in der Prismenebenenorientierung. Oft sind zur Korrektur so große Verkippen des Strahlkopfes notwendig, daß der verbliebene Spielraum nicht immer ausreicht, um bei Dunkelfeldabbildung bestimmte Reflexe anzuregen.

- (3) Die Zuordnung Bild -Beugungsbild in der Feinbereichs-
beugung ist wohl ebenfalls aufgrund der magnetischen
Eigenschaften so unsicher, daß eine exakte Einstellung
des Zwei-Strahl-Falles mit Hilfe des Beugungsbildes oft
noch keine dynamischen Bilder im ausgewählten Gebiet er-
gibt. Dieser Effekt wird noch verstärkt durch die fast
immer vorhandenen Verbiegungen, so daß nur in einem re-
lativ kleinen Gebiet die Zweistrahlbedingung erfüllt ist.

4.1.3. Oberflächennormale nahe $\{11\bar{2}2\}$, Pyramidenebenenorientierung

Bei dieser Orientierung lassen sich viele Reflexe zur Abbildung heranziehen, jedoch war bei keinem, mit Ausnahme des $\{11\bar{2}0\}$ Reflexes ein S-W-Kontrast zu erkennen. (Auf eine Bestimmung der verwendeten Reflexe wurde verzichtet, da daraus keine Informationen zu gewinnen sind; außerdem müßte durch das Fehlen einer Kikuchi-Karte in diesem Bereich ein erheblicher Rechenaufwand getrieben werden.) Eine typische Dunkelfeldaufnahme im Lichte des $\{11\bar{2}0\}$ Reflexes zeigt Fig. 4.5. Der S-W-Vektor liegt bei allen S-W-Kontrasten etwa parallel zu \underline{g} , es treten Winkel zwischen \underline{g} und \underline{l} von etwa ± 8 auf. Bemerkenswert ist weiterhin, daß bei allen S-W-Kontrasten oberhalb einer gewissen Größe eine deutliche Innenstruktur zu sehen ist.

4.2. Deutung der experimentellen Beobachtungen

4.2.1. allgemeine Schlußfolgerungen

Da bei allen verwendeten Reflexen S-W-Kontraste nur dann gefunden wurden, wenn die Beugungsvektoren in der Basisebene lagen, schließt man, daß Burgers- und Normalenvektor der kleinen Versetzungsringe ebenfalls in oder nahe der Basisebene liegen müssen.

Der negative Ausgang des Bestrahlungsexperimentes mit Proben in der Prismenebenenorientierung und $\underline{g} = \{0002\}$ zeigt außerdem eindeutig, daß keine Ringe (oder nur Ringe mit Durchmessern $\leq 25\text{\AA}$) auf der Basisebene vorkommen.

4.2.2. Folgerungen aus den Aufnahmen mit Folienorientierung nahe $\{0001\}$.

Aus der Tatsache, daß beim Beugungsvektor $\underline{g} = \{11\bar{2}0\}$ sechs verschiedene Typen von S-W-Kontrasten auftreten, folgt, daß die den S-W-Kontrasten zugrunde liegenden kleinen Versetzungsringe nicht einer Schar kristallographisch gleichwertigen Frank-Ringen zugeordnet werden können. Aus der 6-zähligen Symmetrie in dieser Orientierung und aus den im Kapitel 2 besprochenen Eigenschaften der KF. folgt, daß in diesem Fall nur drei verschiedene S-W-Kontraste auftreten dürfen. Ein Blick auf die Polfigur (Fig. 4.6.) zeigt, daß unter den in 4.2.1. genannten Einschränkungen entweder 6 (Fall 1) oder 12 (Fall 2) verschiedene, aber kristallographisch gleichwertige Ebenen in Frage kommen. (Bsp.: Habitus-ebene vom Typ $\{1\bar{1}00\}$: sechs Möglichkeiten; Habitusebene vom Typ $\{2\bar{2}01\}$: zwölf Möglichkeiten).

Fall 1: Hier sind je zwei der Möglichkeiten im Kontrastverhalten gleich, da Burgers- und Normalenvektor lediglich das Vorzeichen ändern. Es bleiben noch drei mit Hilfe von KF. zu unterscheidende Orientierungen übrig.

Fall 2: Hier sind aus den gleichen Gründen wie bei Fall 1 jeweils zwei Konfigurationen ununterscheidbar. Von den sechs verbleibenden unterscheiden sich wiederum zwei nur im Vorzeichen der z-Komponente von \underline{b} und \underline{n} . Da auch hier der Vorzeichenwechsel keine Rolle spielt, bleiben wiederum nur drei unterscheidbare Konfigurationen.

Da aber immer sechs verschiedene KF. auftreten, schließen wir daraus, daß die den S-W-Kontrasten zugrunde liegenden Versetzungsringe Scherkomponenten haben, sofern man die Existenz zweier kristallographisch verschiedener Frank-Ringe ausschließt.

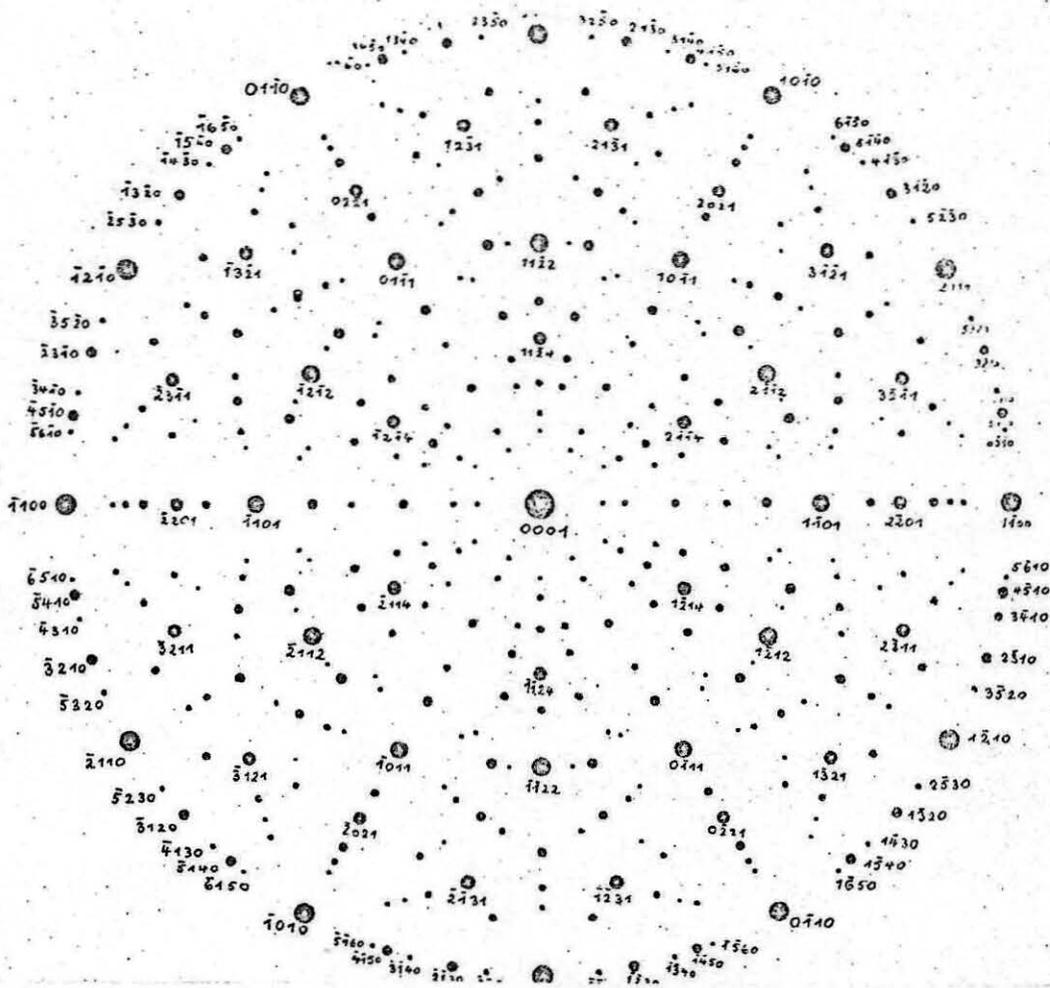


Fig. 4.6. Polfigur mit Pol = $\{0001\}$

4.2.3. Bestimmung des Burgersvektors

Da im Rahmen der von Wilkens und Rühle /5/ gegebenen Kontrasttheorie keine Unterscheidung zwischen \underline{b} und \underline{n} getroffen werden kann, muß der Burgersvektor auf andere Weise bestimmt werden.

Versetzungsringe mit Scherkomponenten können dann entstehen, wenn die z.B. durch Leerstellenkondensation auf einer dichtest gepackten Ebene entstandenen Versetzungsringe einen unvollständigen Burgersvektor haben. (Frank-Ringe). Dies bedeutet, daß der Ring einen Stapelfehler berandet, der durch ein Abscheren der Ringoberseite relativ zur Ring-

unterseite oder, was gleichbedeutend ist, durch das Überstreichen mit einer weiteren unvollständigen Versetzung zum Verschwinden gebracht werden kann. Dem Energiegewinn durch die Beseitigung des Stapelfehlers steht die nun höhere Linienenergie der jetzt vollständigen Versetzung gegenüber. Da die Energie des Stapelfehlers mit dem Quadrat der linearen Ausdehnung anwächst, die Linienenergie jedoch nur linear, wird oberhalb einer gewissen Größe die Beseitigung des Stapelfehlers durch den Scherprozess zu einem Energiegewinn führen. In 4.2.2. wurde gezeigt, daß keine Frank-Ringe vorliegen. Man kann also davon ausgehen, daß der Burgersvektor der Versetzungsringe vollständig ist. Nun sind die bislang beobachteten vollständigen Burgersvektoren in hexagonalen Kristallen vom Typ: $\langle 0001 \rangle$; $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ und $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ /27/. Die beiden ersteren besitzen große Komponenten in Richtung der hexagonalen Achse, kommen also aus den in 4.2.1. angeführten Gründen nicht in Betracht. Übrig bleibt ein Burgersvektor vom Typ $\underline{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Da dieser in der Basisebene liegt, ist die Bedingung für guten Kontrast erfüllt.

4.2.4. Bestimmung des Normalenvektors.

Da Scherwinkel $> 45^\circ$ unwahrscheinlich sind, suchen wir den zum Burgersvektor $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ gehörenden Normalenvektor in einer "45°-Umgebung" von $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$. (Im folgenden sind alle Richtungsangaben auf diesen Burgersvektor bezogen.) Ein Blick auf die Polfigur mit dem Pol $\{11\bar{2}0\}$ (Fig. 4.7.) zeigt, daß Ebenen vom Typ $\{1\bar{1}00\}$, $\{1\bar{1}01\}$, und $\{11\bar{2}2\}$ in Frage kommen. Die $\{11\bar{2}2\}$ -Ebene scheidet sofort aus; bei ihr ergäben sich, da die Projektion der Normalenvektoren \underline{n} auf die Basisebene mit \underline{b} zusammenfällt, wieder nur drei verschiedene KF. bei Proben mit Foliennormale nahe $\{0001\}$. Nun sprechen zwar verschiedene physikalischen Gründe für die $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen als Habitusebenen der Versetzungsringe, jedoch lassen sich die $\{1\bar{1}01\}$ -Ebenen auch mit Kontrastargumenten ausscheiden.

Betrachtet man die Polfigur mit dem Pol $\{11\bar{2}0\}$ (Fig. 4.7.) und setzt den Beugungsvektor $\underline{g} = (11\bar{2}0)$ erkennt man, daß im Fall $\underline{n} = \{1\bar{1}00\}$ (im folgenden \underline{n}_1) zwei verschiedene Möglichkeiten ($\underline{n}_1 = (10\bar{1}0); (01\bar{1}0)$); im Fall $\underline{n} = \{1\bar{1}01\}$ (im folgenden \underline{n}_2) aber vier Möglichkeiten ($\underline{n}_2 = (10\bar{1}1); (10\bar{1}\bar{1}); (01\bar{1}1); (01\bar{1}\bar{1})$) existieren. Wir unterscheiden nun zwei Fälle: Fall A mit Oberflächennormale der Folie nahe $\{0001\}$; Fall B mit Oberflächennormale der Folie nahe $\{11\bar{2}2\}$.

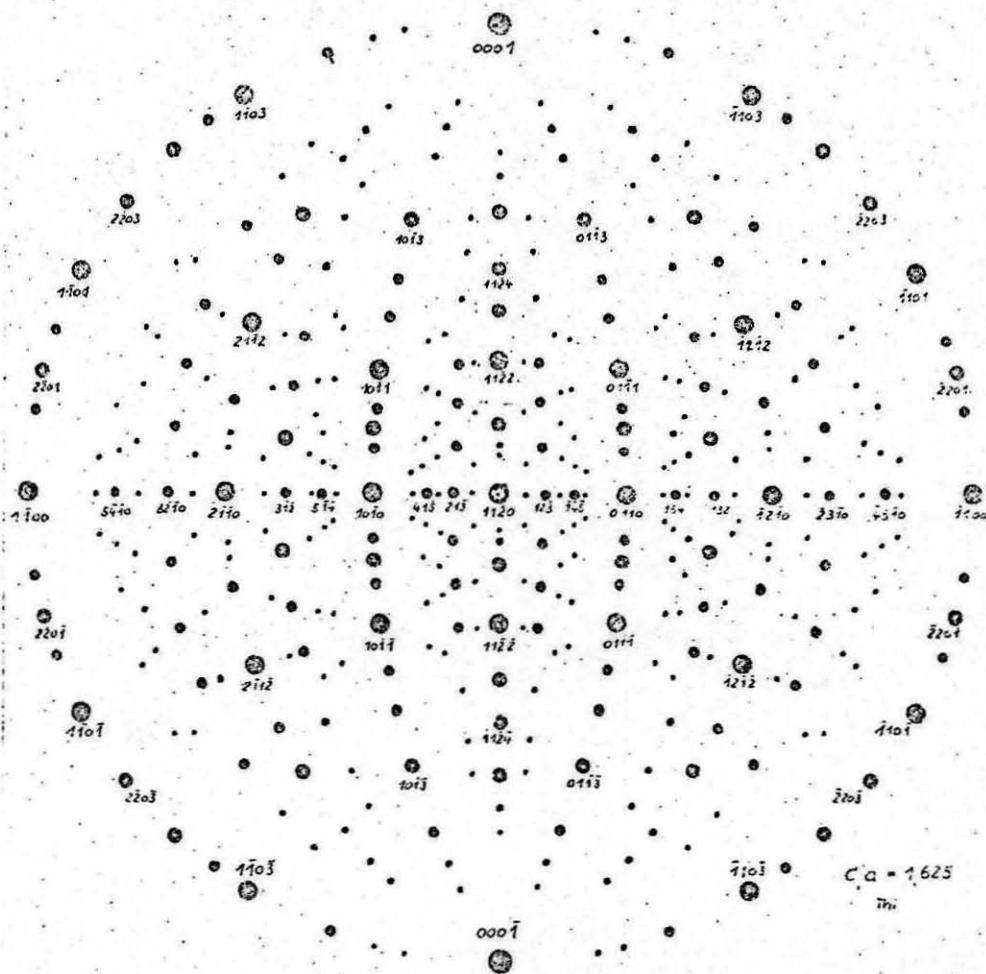


Fig. 4.7. Polfigur mit Pol = $\{11\bar{2}0\}$

Fall A: Für $\underline{n} = \underline{n}_2$ ergeben jeweils zwei der möglichen Normalenvektoren die gleiche KF. (Projektion des mittleren Orientierungsvektors auf die Bildebene ist ungefähr gleich.) Von den sechs möglichen Burgersvektoren vom Typ $\frac{1}{2}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ unterscheiden sich je zwei nur durch das Vorzeichen. Da zu jedem Burgersvektor zwei unterscheidbare Normalenvektoren gehören, ergeben sich sechs verschiedene KF.

Für $\underline{n} = \underline{n}_1$ gehören ebenfalls zu jedem Burgersvektor zwei unterscheidbare Normalenvektoren; Es ergeben sich also auch sechs verschiedene KF.

Daraus folgt, daß für Folienorientierungen nahe $\{0001\}$ keine Unterscheidung zwischen den beiden Möglichkeiten getroffen werden kann. Dies gilt auch noch annähernd bei Drehung um \underline{g} bis zu 30° , der maximalen Verkippmöglichkeit im Goniometer.

Fall B: Diese Orientierung entspricht einer Drehung um \underline{g} von 60° . In diesem Fall ergibt sich folgende Polfigur (Fig. 4.8.):

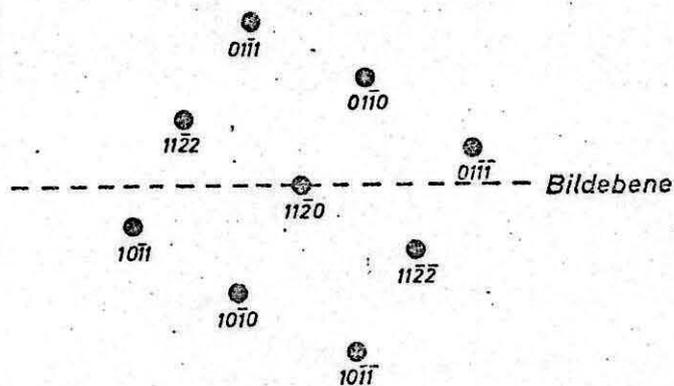


Fig. 4.8. Polfigur mit Pol = $\{11\bar{2}0\}$ nach Drehung um 60°

Die Projektionen der mittleren Orientierungsvektoren auf die Bildebene nehmen jetzt für $\underline{n} = \underline{n}_2$ vier verschiedene Winkel bezüglich \underline{g} an, nämlich $\approx \pm 4^\circ$ und $\approx \pm 20^\circ$. Für $\underline{n} = \underline{n}_1$ treten nur zwei Winkel auf, nämlich $\approx \pm 8^\circ$. In diesem Fall ist also eine Unterscheidung möglich.

Betrachtet man Fig. 4.5., die gerade in der Fall B entsprechenden Orientierung aufgenommen wurde, erkennt man eindeutig, daß die für $\underline{n} = \underline{n}_1$ vorausgesagte Konfiguration verwirklicht ist.

4.2.5. Defekttyp

Wir besprechen jetzt die Frage, ob die Versetzungsringe vom Leerstellen- oder Zwischengitteratomtyp sind. Nun ist bei allen Dunkelfeldaufnahmen das Skalarprodukt zwischen Beugungs- und S-W-Vektor positiv, d.h. der S-W-Vektor liegt grob gesagt parallel zum Beugungsvektor, d.h. $(\underline{g} \cdot \underline{l}) > 0$. Unter der Annahme, daß der überwiegende Teil der Strahlenschäden in der ersten Schicht L_1 liegt, ergibt sich aus Fig. 2.2., daß es sich um Ringe vom Leerstellentyp handelt. Die seltenen Fälle mit $(\underline{g} \cdot \underline{l}) < 0$ sind immer sehr klein und kontrastschwach, lassen sich also zwanglos durch Defekte in der zweiten Schicht erklären. Die Dicke der ersten Schicht beträgt in Kobalt für $\underline{g} = \{11\bar{2}0\}$ ungefähr 100Å ($= 0,25 \xi_3$). Durch den Einfluß der Oberfläche kann sie größer werden, bis zu 150Å /28/. Die sogenannte amorphe Eindringtiefe der 60keV Au^{++} -Ionen in Kobalt liegt bei $\approx 110\text{Å}$ /29/, so daß die obere Annahme gerechtfertigt ist.

4.2.6. Ergebnis

Aus den in den vorhergehenden Abschnitten gezogenen Schlüssen folgt das Ergebnis: Die kleinen Versetzungsringe haben Habitusebenen vom Typ $\{1\bar{1}00\}$ und Burgersvektoren vom Typ $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$; sind also Versetzungsringe mit Scherkomponenten.

Weiterhin sind sie vom Leerstellentyp, entstehen also durch Kondensation von Leerstellen auf $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen. Insgesamt ergeben sich die folgenden sechs, kristallographisch gleichwertigen, jedoch unterscheidbaren Konfigurationen.

$$\underline{b} = [11\bar{2}0] \quad \underline{n} = \begin{cases} (01\bar{1}0) & \text{Typ 6} \\ (10\bar{1}0) & \text{Typ 1} \end{cases}$$

$$\underline{b} = [2\bar{1}\bar{1}0] \quad \underline{n} = \begin{cases} (10\bar{1}0) & \text{Typ 2} \\ (1\bar{1}00) & \text{Typ 3} \end{cases}$$

$$\underline{b} = [1\bar{2}10] \quad \underline{n} = \begin{cases} (1\bar{1}00) & \text{Typ 4} \\ (0\bar{1}10) & \text{Typ 5} \end{cases}$$