

## 5. WEITERE EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE

### 5.1. Vergleich der beobachteten mit berechneten KF.;

#### Abbildung derselben Defekte mit verschiedenen Beugungsvektoren

Zu dem in Kap. 4. gefundenen Ergebnis gelangten wir unter Verwendung nur weniger experimenteller Daten. Insbesondere spielte die genaue Form des S-W-Kontrastes keine Rolle. Wenn das Ergebnis korrekt ist, ergeben sich daraus aber Folgerungen für die Gestalt des S-W-Kontrastes, sowie für deren Änderungen beim Wechsel des Beugungsvektors.

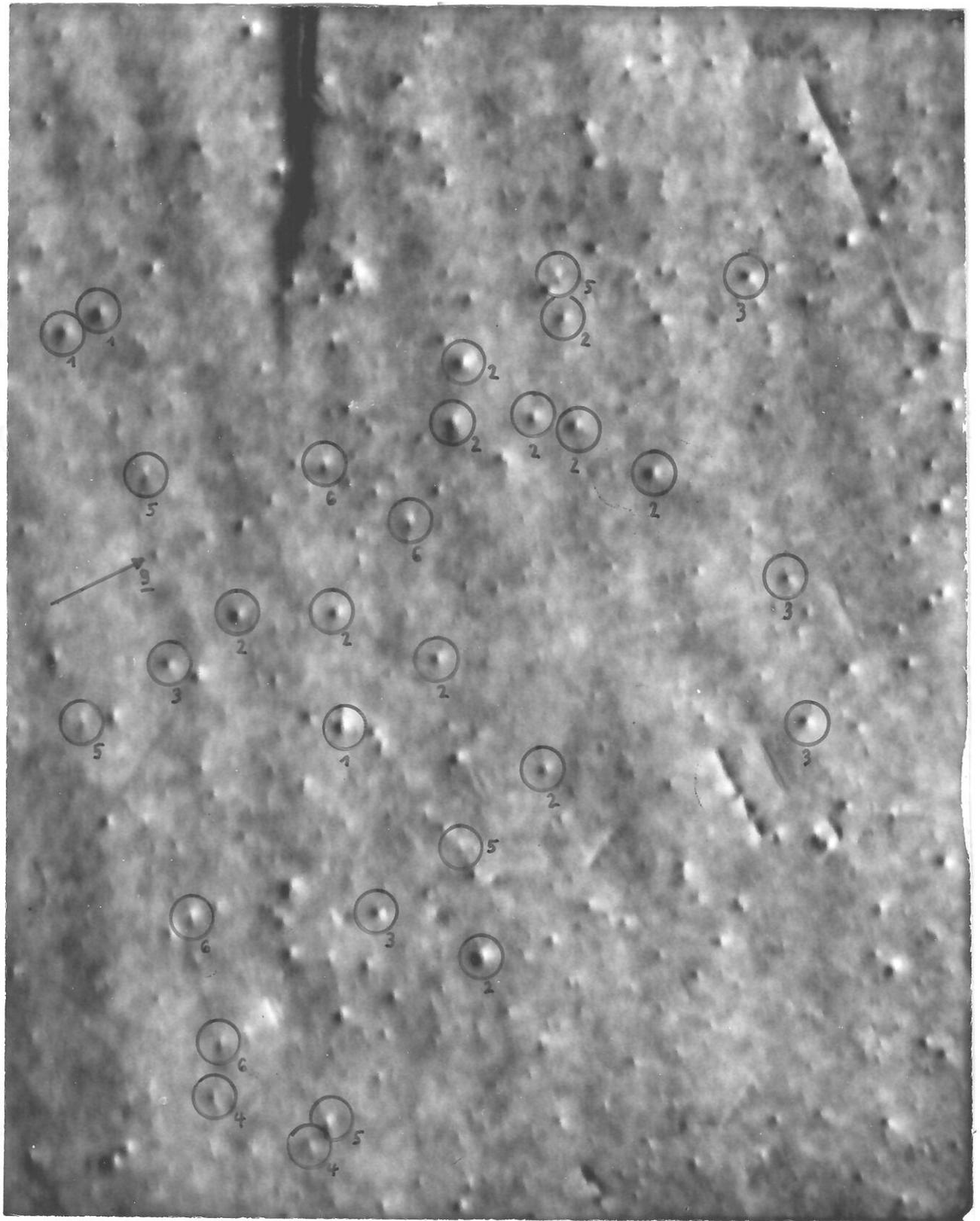
Die in 4.2.6. aufgeführten Konfigurationen der Versetzungsringe liegen den in 2.3.2. berechneten KF. zugrunde. Ein direkter Vergleich ist also möglich. Zum Vergleich von photographisch registrierten S-W-Kontrasten mit der berechneten KF. ist in manchen Fällen ein spezielles photographisches Verfahren von Vorteil, das sogenannte Äquidensitenverfahren. Dieses mit Hilfe eines Spezialfilms (Agfa - Contour Professional) ermöglichte Verfahren extrahiert aus der Originalaufnahme nur die Kurven bzw. Flächen, die innerhalb eines Dichteintervalls  $\Delta I$  liegen. (Weitergehende Erläuterungen im Anhang). Fig. 5.1. zeigt einige mit diesem Verfahren erhaltene Äquidensiten im Vergleich zur gerechneten Kontrastfigur. Dazu werden zwei Äquidensitenauszüge, die bei photographischen Dichten etwas ober- bzw. unterhalb der Dichte des Untergrundes gemacht wurden, zusammenkopiert um einen direkten Vergleich zu ermöglichen. Man muß beim Vergleich von gerechneten KF. mit S-W-Kontrasten allerdings immer berücksichtigen, daß die Rechnung für  $\varphi \approx 0$  versagt. Deshalb kann nicht erwartet werden, daß die Kontrastdetails, die sich für  $\varphi \approx 0$  ergeben, bei realen S-W-Kontrasten beobachtbar sind. Man erwartet stattdessen, daß der Kontrast in diesen Regionen über  $\Delta\varphi \approx d_{\text{Ring}}$  ausgeschmiert sein wird.



Fig. 5.1. Vergleich gerechneter KF. mit Äquidensiten-  
beobachteter S-W-Kontraste

Man erkennt, daß im Rahmen der oben gemachten Einschränkungen die gerechneten und beobachteten KF. sich ausgezeichnet entsprechen.

Die folgenden Figuren 5.2., 5.3., und 5.4. zeigen dasselbe Gebiet, aufgenommen mit verschiedenen Beugungsvektoren. Die in 4.2.6. eingeführte Einteilung in Typen ist beibehalten, einige S-W-Kontraste sind zum besseren Vergleich markiert.



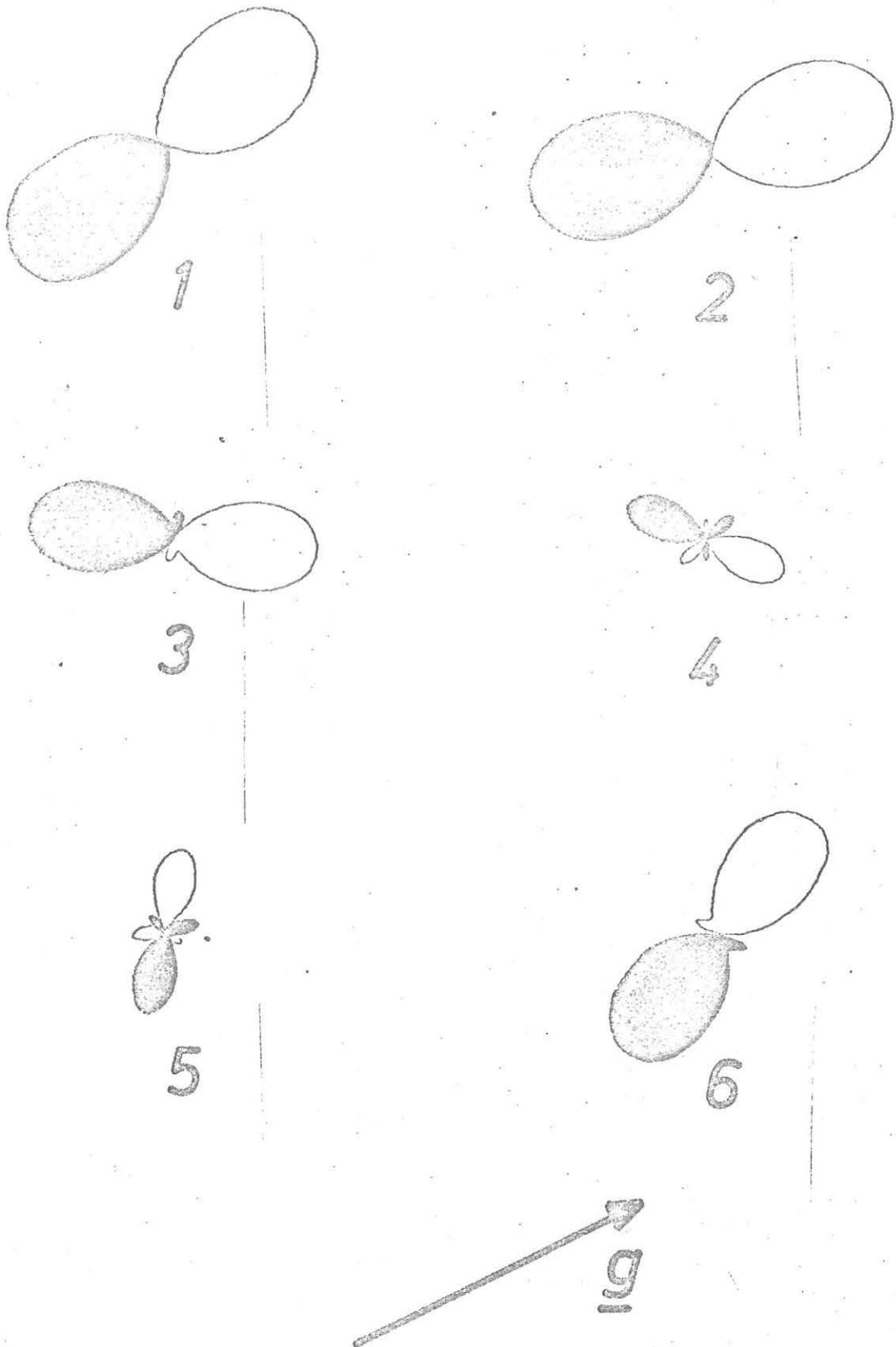
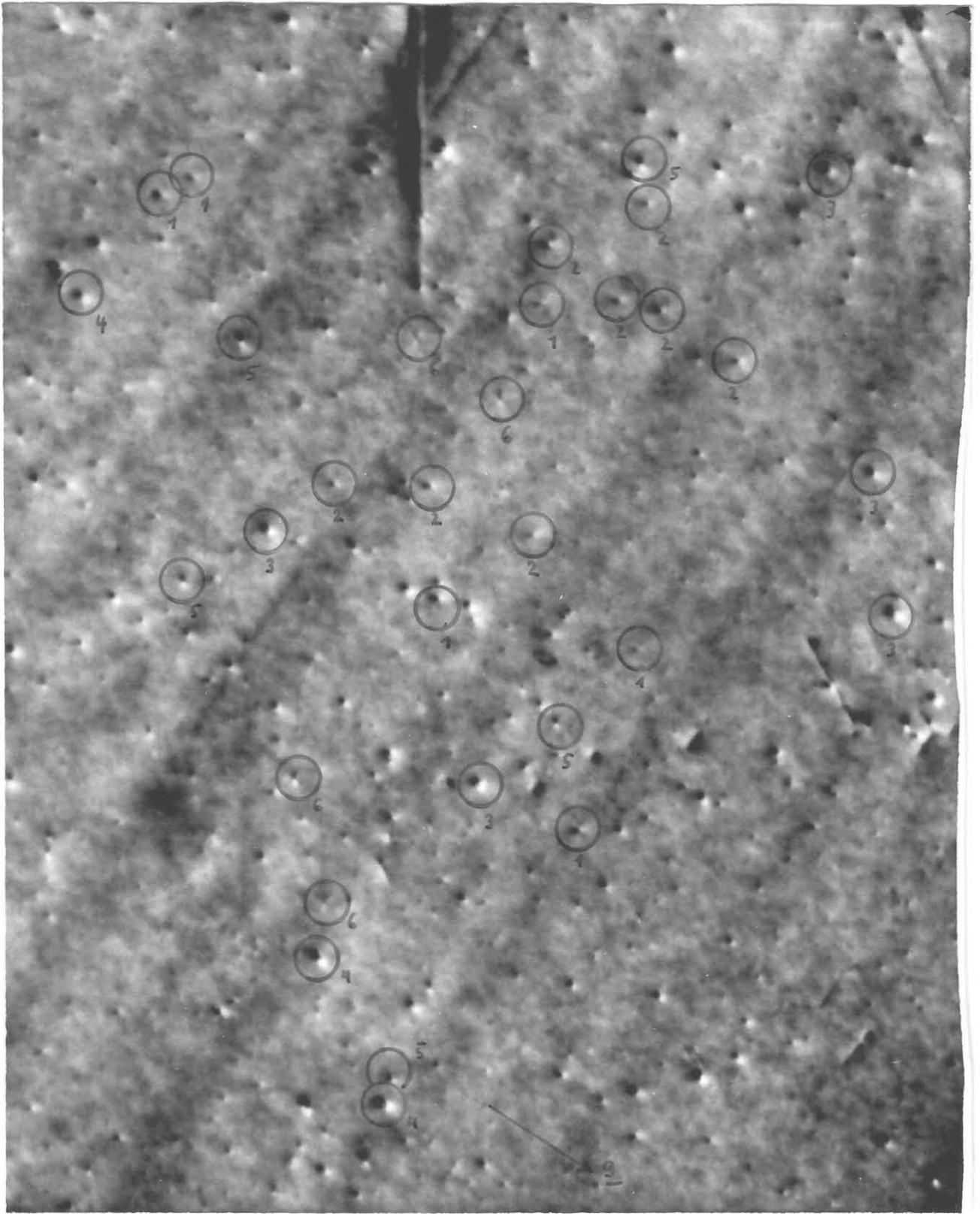


Fig. 5.2. Vergleich der beobachteten S-W-Kontraste mit berechneten KF. Dunkelfeld;  $v = 180\ 000 \times$ ; Dosis =  $2,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$



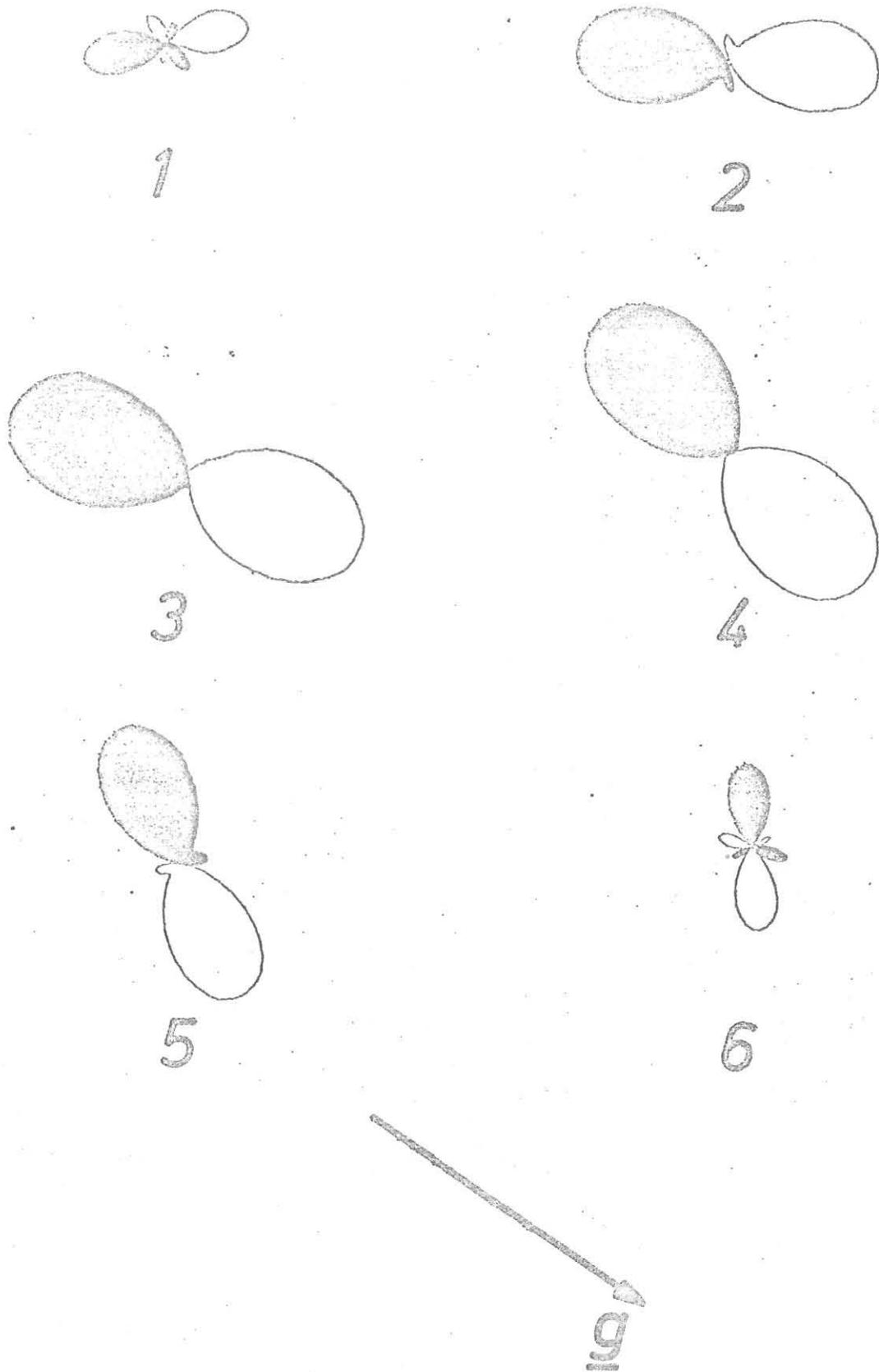
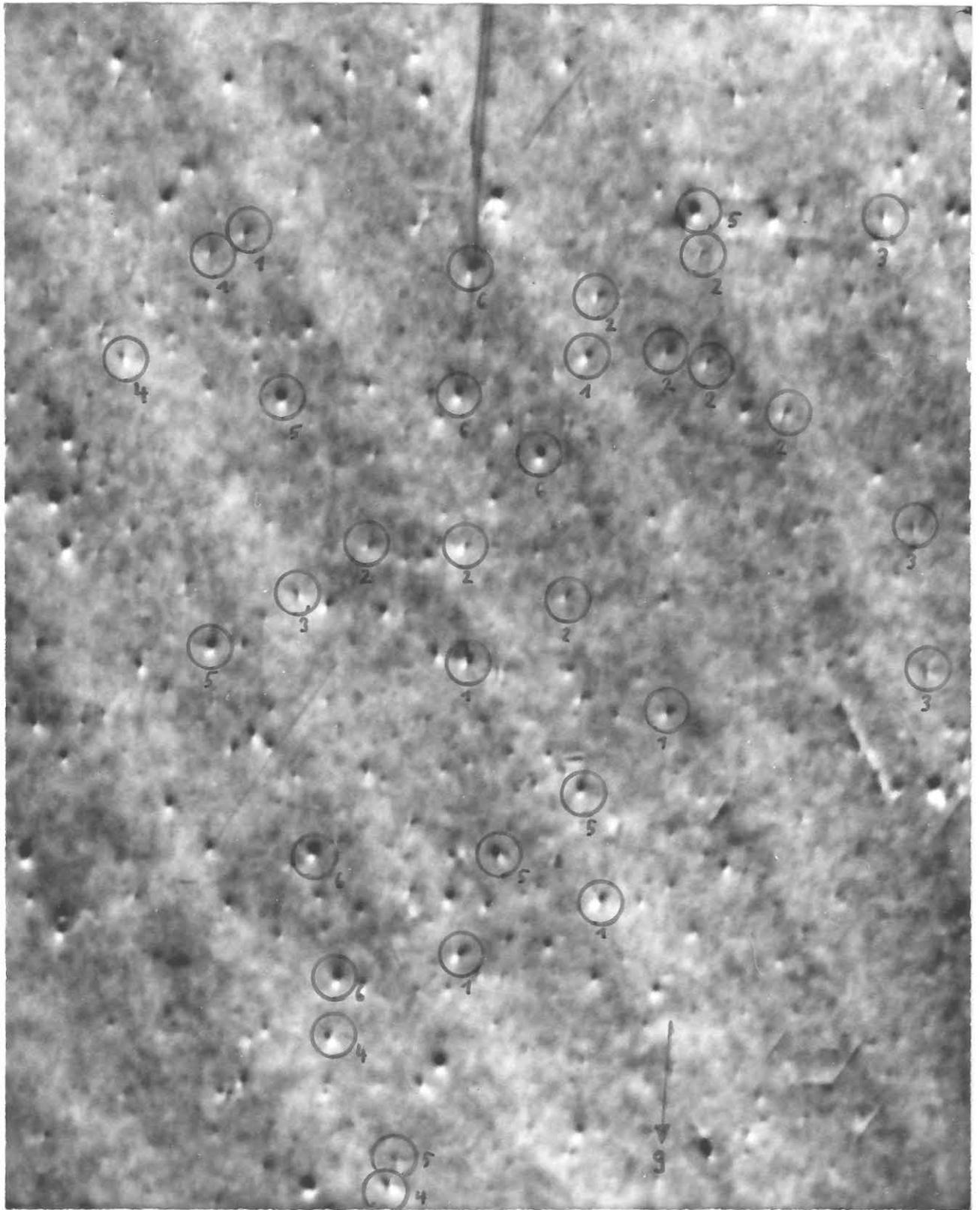


Fig. 5.3. Vergleich der beobachteten S-W-Kontraste mit berechneten KF. Dunkelfeld;  $v = 180\ 000\ x$ ; Dosis =  $2,4 \cdot 10^{11}\ \text{cm}^{-2}$



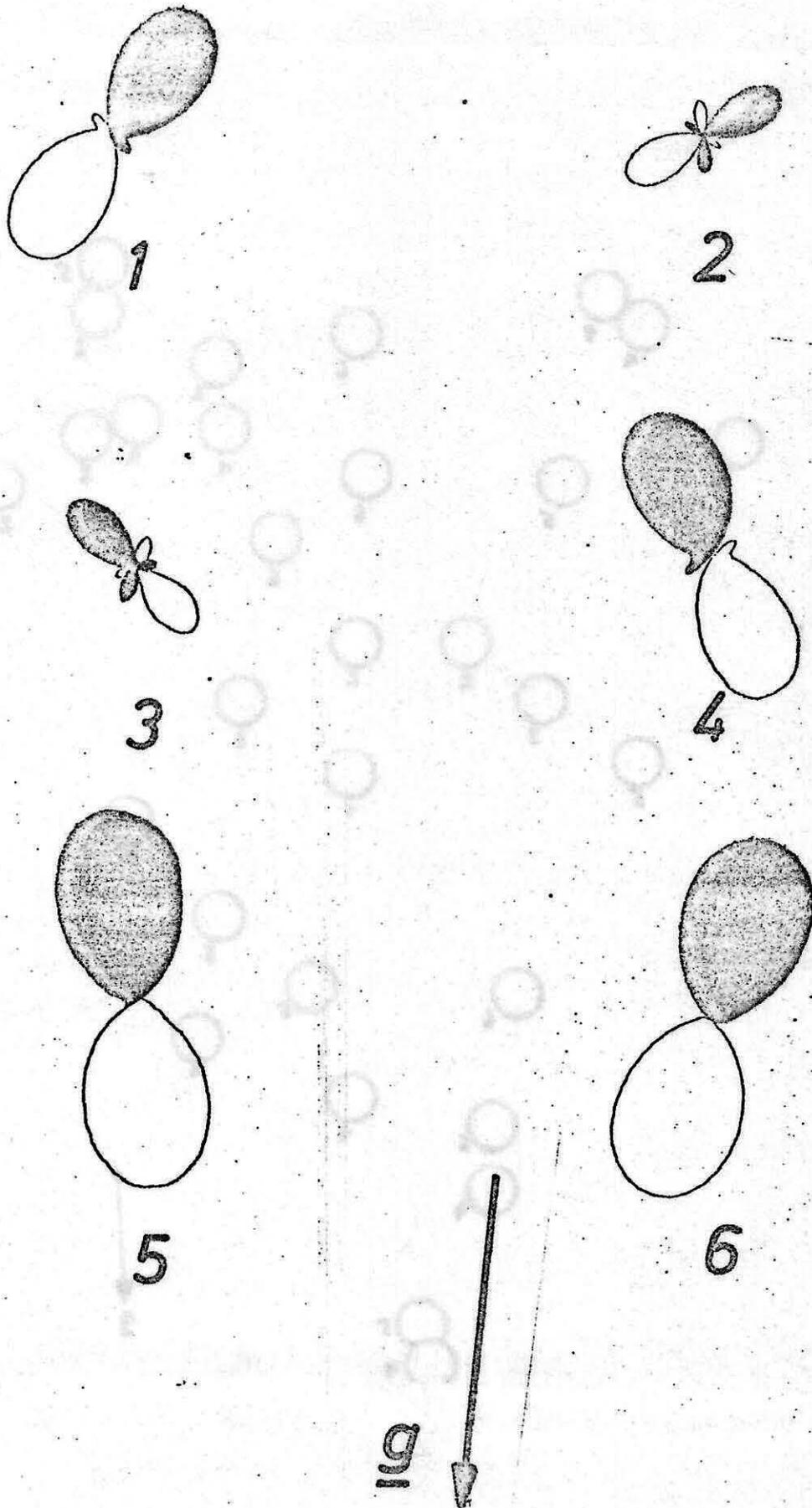


Fig. 5.4. Vergleich der beobachteten S-W-Kontraste mit berechneten KF. Dunkelfeld;  $v = 180\ 000\ x$ ; Dosis =  $2,4\ 10^{11}$

Man erkennt, daß die Änderung der Gestalt der KF. in befriedigender Weise den Rechnungen entspricht. Als weiteres Indiz für die Korrektheit des Ergebnisses kann die bei normalen KF. manchmal beobachtbare Innenstruktur dienen. Sie entsteht nach /30/ nur dann, wenn  $|\underline{g} \cdot \underline{b}| \geq 2$  ist. Dies ist für Ringe mit  $\underline{b} = 1/3 [11\bar{2}0]$  und dem Beugungsvektor  $\underline{g} = (11\bar{2}0)$  erfüllt ( $|\underline{g} \cdot \underline{b}| = 2$ ).

### 5.2. Defektausbeute und Defektgröße

Die Defektausbeute A ist definiert als die Zahl der von einem Ion erzeugten, im Elektronenmikroskop sichtbaren Defekte. Man erhält für Proben in der  $\{0001\}$  Orientierung für A die in der folgenden Tabelle aufgeführten Werte:

Dosis [ $\text{cm}^{-2}$ ]	$2,4 \cdot 10^{11}$	$5 \cdot 10^{11}$	$9,5 \cdot 10^{11}$	$5 \cdot 10^{12}$
Ausbeute	0,075	0,07	0,064	0,045

Tabelle 5.1. Ausbeute in Abhängigkeit von der Dosis.

Die Ausbeute ist also in gemessenen Dosisintervall annähernd konstant.

Bei der Probe in der Pyramidenebenenorientierung ergab sich eine Ausbeute von  $A = 6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Da aus Kontrastgründen nur 1/3 der Versetzungsringe sichtbar ist, ergibt sich eine Gesamtausbeute von 0,18 falls man die nicht sichtbaren Defekte einbezieht.

Die übliche Bestimmung der Defektgröße durch Ausmessen der Größe der schwarzen Punkte auf kinematischen Aufnahmen konnte hier nicht angewandt werden, da kein gutes kinematisches Bild zustande kam. Dies hängt mit der geringen Tiefe der Defekte in der Folie zusammen. Die Größe wurde deshalb durch Ausmessen des Durchmessers der S-W-Kontraste längs der Trennlinie zwischen schwarzem und weißem Teil bestimmt. Da bei gegebenem Ringradius die Größe der S-W-Kontraste

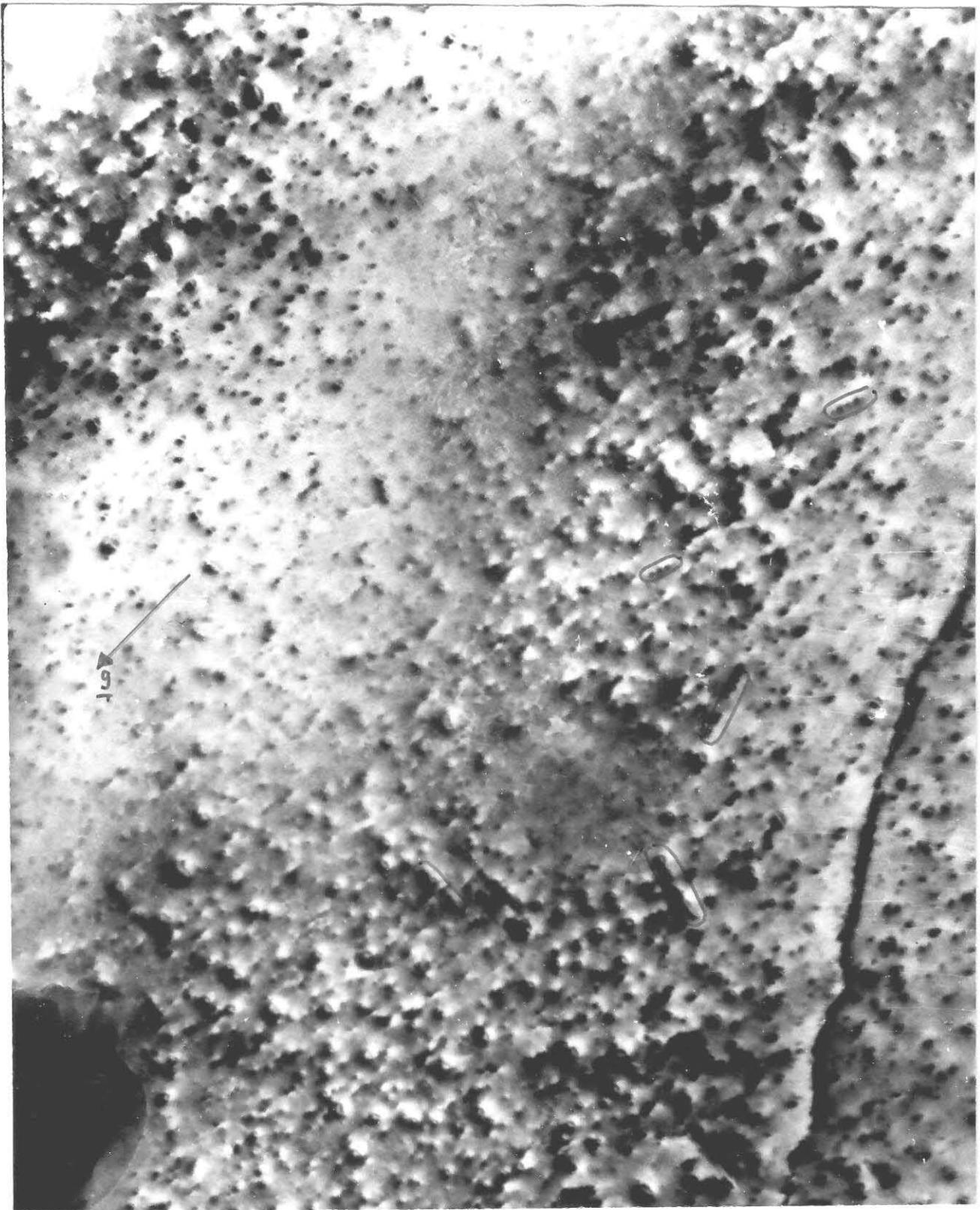


Fig. 5.5. Hellfeldaufnahme einer Probe in  $\{0001\}$ -Orientierung;  $v \approx 150\ 000\ x$ ; Dosis  $\approx 5\ 10^{12}\ \text{cm}^{-2}$ ;  $40\text{keV Au}^{++}$ -Ionen

aber auch von der Tiefenlage des Ringes in der Folie abhängt, ist der daraus sich ergebende Durchmesser der Ringe nur ein Maß für die Größenordnung und darf nicht als genaues Maß aufgefaßt werden. Man findet:  $25\text{\AA} \leq d \leq 100\text{\AA}$ . (in Einzelfällen bis zu  $150\text{\AA}$ ).

Zwischen Defektgröße und Dosis scheint ein Zusammenhang zu bestehen: je größer die Dosis, desto größer sind die Defekte. Dies ist auf allen vorhergehenden Bildern deutlich zu erkennen. Man kann daraus schließen, daß benachbarte Defekte soweit zusammengleiten können, daß sie nur einen S-W-Kontrast ergeben. Dies ist möglich, da fast alle Versetzungsringe aufgrund ihres vollständigen Burgersvektors gleitfähig sind. Daß dieser Prozeß stattfinden kann, wird durch Reihendefekte nahegelegt, die auf Fig. 5.5. zu sehen sind. Dies zeigt, daß die Versetzungsringe in der Lage sind, sich so anzuordnen, daß energetisch günstige Konfigurationen entstehen.

### 5.3. Nicht abgescherte Defekte

Wir nehmen an, daß die in der Verlagerungskaskade vorhandenen Leerstellen zunächst auf  $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen kondensieren und der so entstandene Franksche Versetzungsring mit  $\underline{b}_F = 1/2 \langle 1\bar{1}00 \rangle$  anschließend abschert. Dies geschieht nach der Reaktionsgleichung:

$$\begin{array}{l} \underline{b}_{\text{Stufe}} \quad + \quad \underline{b}_{\text{Scher}} \quad = \quad \underline{b}_{\text{gesamt}} \\ 1/2 [1\bar{1}00] \quad + \quad 1/6 [11\bar{2}0] \quad = \quad 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0] \\ \text{oder} \quad 1/2 [1\bar{1}00] \quad + \quad 1/6 [\bar{2}110] \quad = \quad 1/3 [1\bar{2}10] \end{array}$$

Die Möglichkeit, daß der Ring aus der Kaskade direkt in der abgescherten Form entsteht, wird ausgeschlossen. Dann ist es möglich, daß bei einzelnen Ringen der Scherprozess aus irgendwelchen Gründen unterdrückt wird. Zu klären ist, ob solche nicht abgescherte Ringe, falls es sie gibt, an ihren S-W-Kontrasten erkennbar sind.



Fig. 5.6. Dunkelfeldaufnahme einer Probe in  $\{0001\}$ -Orientierung;  $v \approx 150\ 000 \times$ ; Dosis  $\approx 2,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ; 60keV  $\text{Au}^{++}$ -Ionen

Nicht abgescherte Ringe haben also den Burgersvektor  $\underline{b}_p = 1/2 \langle 1\bar{1}00 \rangle$  und den Normalenvektor  $\underline{n} = \{1\bar{1}00\}$ . Die Winkel zwischen  $\underline{b}_p$  bzw.  $\underline{n}$  und  $\underline{g} = \{11\bar{2}0\}$  können also die Werte  $30^\circ$ ,  $60^\circ$  und  $90^\circ$  annehmen. In den beiden ersten Fällen entsteht eine normale bzw. leicht verzerrte KF. Obwohl der S-W-Vektor sich etwas von den S-W-Vektoren bei Ringen mit vollständigem Burgersvektor unterscheidet, ist eine sichere Unterscheidung in diesem Falle nicht möglich. Zwar gilt im Falle normaler Kontraste  $(\underline{b}_p \cdot \underline{g}) = 1,5$ ; eine Innenstruktur wie sie im Falle  $(\underline{b}_v \cdot \underline{g}) = 2$  auftritt /30/, sollte jetzt nicht mehr zu erkennen sein. Dies kann aber nicht als sicheres Unterscheidungsmerkmal herangezogen werden, da diese Innenstruktur auch im Falle  $\underline{b} = \underline{b}_v$  nicht immer zu erkennen ist.

Im Falle  $\angle(\underline{g}, \underline{b}_p) = 90^\circ$  ist eine Unterscheidung möglich. Nach 2.5.5. entsteht in diesem Fall als KF. ein "Schmetterling". Für  $\underline{b} = \underline{b}_v$  sind Winkel von  $90^\circ$  zwischen  $\underline{g}$  und  $\underline{m}$  nicht möglich, bei dieser Konfiguration können also keine "Schmetterlinge" entstehen. Die Existenz von "Schmetterlingen" ist also ein eindeutiger Beweis für Versetzungsringe ohne Scherkomponenten.

Auf Fig. 5.6. sind nun mehrere eindeutig zu erkennende "Schmetterlinge" zu sehen (mit Kreis markiert). Es existieren also nicht abgescherte Versetzungsringe. Ein Verhältnis der Anzahl von Ringen mit und ohne Scherkomponenten kann nicht gegeben werden, da eindeutig zu erkennende "Schmetterlinge" nur auf diesem Bild, und auch hier nur in geringer Anzahl gefunden wurden. Jedoch scheint sich der Anteil nicht abgescherteter Ringe in der Größenordnung weniger Prozent zu halten.

#### 5.4. Häufigkeit der einzelnen Typen

Je unverbogener und homogener der untersuchte Bereich in einer Folie war, desto gleichmäßiger sind die sechs Typen verteilt. Sind Verbiegungen vorhanden, können die Vertreter eines oder zweier Typen stark überwiegen. Zum Beispiel überwiegen auf Fig. 4.2. S-W-Kontraste mit  $\varphi$  ( $\underline{g}$ ,  $\underline{l}$ )  $> 0^\circ$  stark. Jedoch wurden auch Aufnahmen von anderen Gebieten dieser Probe gemacht, bei denen annähernd Gleichverteilung herrscht. Auch auf Bild 5.5. scheinen, obwohl die hohe Dichte der S-W-Kontraste eine Identifizierung sehr erschwert, die Typen mit S-W-Vektor etwa antiparallel zu  $\underline{g}$  stark zu überwiegen. Hier sind gleichzeitig die Verbiegungen sichtbar (Biegekonturen).

Der Effekt zeigt sich auch an weiteren, hier nicht aufgeführten Bildern. Eine Systematik im Auftreten der bevorzugten Typen konnte nicht gefunden werden. Ein Einfluß der Oberfläche bzw. der durch sie erzeugten Bildkräfte, die in Wolfram die Unsymmetrie der Verteilung herbei führen /25/, bietet in unserem Falle keine Erklärungsmöglichkeit, da alle Ringe bezüglich der Oberfläche gleichberechtigt sind.

Da die Unsymmetrie bevorzugt in verbogenen Folien auftritt, liegt die Vermutung nahe, daß die durch die Verbiegung vorhandenen inneren Spannungen den Scherprozeß beeinflussen. Da die beiden Scherprozesse

$$1/2 [1\bar{1}00] + 1/6 [11\bar{2}0] = 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0]$$

$$1/2 [1\bar{1}00] + 1/6 [\bar{2}110] = 1/3 [1\bar{2}10]$$

im Prinzip gleichberechtigt sind, könnten schon geringe äußere Einflüsse eine Unsymmetrie herbeiführen. Möglicherweise erfolgt aber auch eine Umorientierung des Normalenvektors, dies wurde in einem Fall beobachtet.

### 5.6. Reorientierung des Normalenvektors

Ein Versetzungsring mit vollständigem Burgersvektor kann seine Energie erniedrigen, wenn der Normalenvektor sich so reorientiert, daß der Winkel zwischen  $\underline{n}$  und  $\underline{b}$  eine optimale Größe annimmt. Betrachtet man z.B. einen Stufenring, so wird eine Reorientierung des Normalenvektors zwar die Ringfläche, und damit die Länge der den Ring begrenzenden Versetzung erhöhen, gleichzeitig wird jedoch durch den jetzt vorhandenen Schraubenversetzungsanteil des Ringes die Linienenergie abnehmen. Es gibt deshalb einen optimalen Winkel zwischen  $\underline{b}$  und  $\underline{n}$ , dessen Größe von der Ringgröße abhängt. /31/ Für Ringe mit den bei uns gefundenen Größen kann dieser Winkel bis zu  $40^\circ$  betragen, ist also größer als der sich nach dem Scherprozeß ergebende Winkel von  $30^\circ$ . Kelly und Blake fanden bei großen Versetzungsringen in Zirkonium, die ebenfalls einen Burgersvektor  $\underline{b} = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$  haben, daß die Reorientierung entsprechend der in /31/ gegebenen Beziehung tatsächlich stattfindet. /32/ Wir erwarten deshalb auch bei uns einen Reorientierungsprozeß, der den Winkel zwischen  $\underline{b}$  und  $\underline{n}$  zwischen  $20^\circ - 40^\circ$  variieren läßt. Bei Ringen die normale oder nur schwach verzerrte KF. besitzen, ergeben sich praktisch keine Änderungen der Gestalt, und nur geringfügige Änderungen des S-W-Vektors bei Änderung von  $\underline{n}$  in diesem Winkelbereich. Da dieser jedoch immer nur sehr ungenau ( $\pm 5^\circ$ ) bestimmt werden kann, läßt sich aus diesen KF. keine genaue Aussage über den Winkel zwischen  $\underline{n}$  und  $\underline{b}$  gewinnen. Jedoch ist ein relativer Vergleich zwischen S-W-Kontrasten eines Typs möglich. Man erkennt auf den Bildern, die in den vorangegangenen Abschnitten gezeigt werden, daß die S-W-Vektoren eine gewisse Variationsbreite haben. Eine Abhängigkeit von der Größe ist nicht sicher zu finden. Diese kann, da die Größe der S-W-Kontraste unter anderem von der Tiefenlage des Ringes in der Folie abhängt auch kaum gefunden werden.

Bei Ringen, die eine stark verzerrte KF. ergeben, ist die Unterscheidungsmöglichkeit besser. Zum Beispiel ist für  $\angle(\underline{b}, \underline{n}) = 40^\circ$  der Winkel  $\delta$  zwischen  $\underline{g}$  und  $\underline{m}$  in diesem Falle  $\delta = 80^\circ$ . In diesem Bereich ist aber wie auf Fig. 2.11. hervorgeht die Gestalt der KF., empfindlich gegenüber Änderungen des Winkels zwischen  $\underline{g}$  und  $\underline{n}$ . Aus einem mäßig stark verzerrten Kontrast ( $\delta = 75^\circ$ ) wird ein stark verzerrter ( $\delta = 80^\circ$ ), im Extremfall ein Kontrast, der nahezu die Symmetrie eines "Schmetterlings" hat. ( $\delta = 85^\circ$ ). Derartige nahezu schmetterlingsähnliche KF. treten aber in den Fig. 4.1. und 5. 6. auf. (Fig. 4.1. ist ein Ausschnitt aus Fig. 5.6.) Diese S-W-Kontraste wurden auf Fig. 5.6. mit einem Quadrat markiert. Auch auf anderen, hier nicht gezeigten Bildern wurden manchmal sehr stark verzerrte KF. gefunden, die etwa der Rechnung für  $\delta = 80^\circ$ , also  $\angle(\underline{b}, \underline{n}) = 40^\circ$  entsprechen. Dies, zusammen mit der Beobachtung das die S-W-Vektoren der normalen und schwach verzerrten S-W-Kontraste eine gewisse Streuung aufweisen, deutet darauf hin, daß Reorientierungsprozesse stattfinden. (Der Übergang "Schmetterling" - stark gestörter Kontrast scheint fließend zu sein; bei einigen KF. ist eine genaue Zuordnung zu einer der beiden Gruppen auch unmöglich. Jedoch können die stark gestörten Kontraste nicht von nicht abgesicherten Defekten herühren, da bei diesen auf Grund ihres Stapelfehlers keine Reorientierung stattfinden kann.)

#### 5.6. Kontrastfiguren im symmetrischen Dreistrahlfall

Fig. 5.7. und Fig. 5.8. zeigen denselben Probenausschnitt. Auf Fig. 5.7. sind mehrere Kontrastfiguren sichtbar, die aus zwei weißen, durch eine dunkle Linie geteilten Hälften bestehen. Dieselben Defekte haben auf Fig. 5.8. normales Aussehen. Der Unterschied zwischen beiden Bildern besteht darin, daß bei Fig. 5.8. die Defekte im Zweistrahlfall, bei Fig. 5.7. im symmetrischen Dreistrahlfall abgebildet sind. (D.h., die beiden systematischen Reflexe links und rechts vom Primärstrahl sind gleichstark angeregt.)

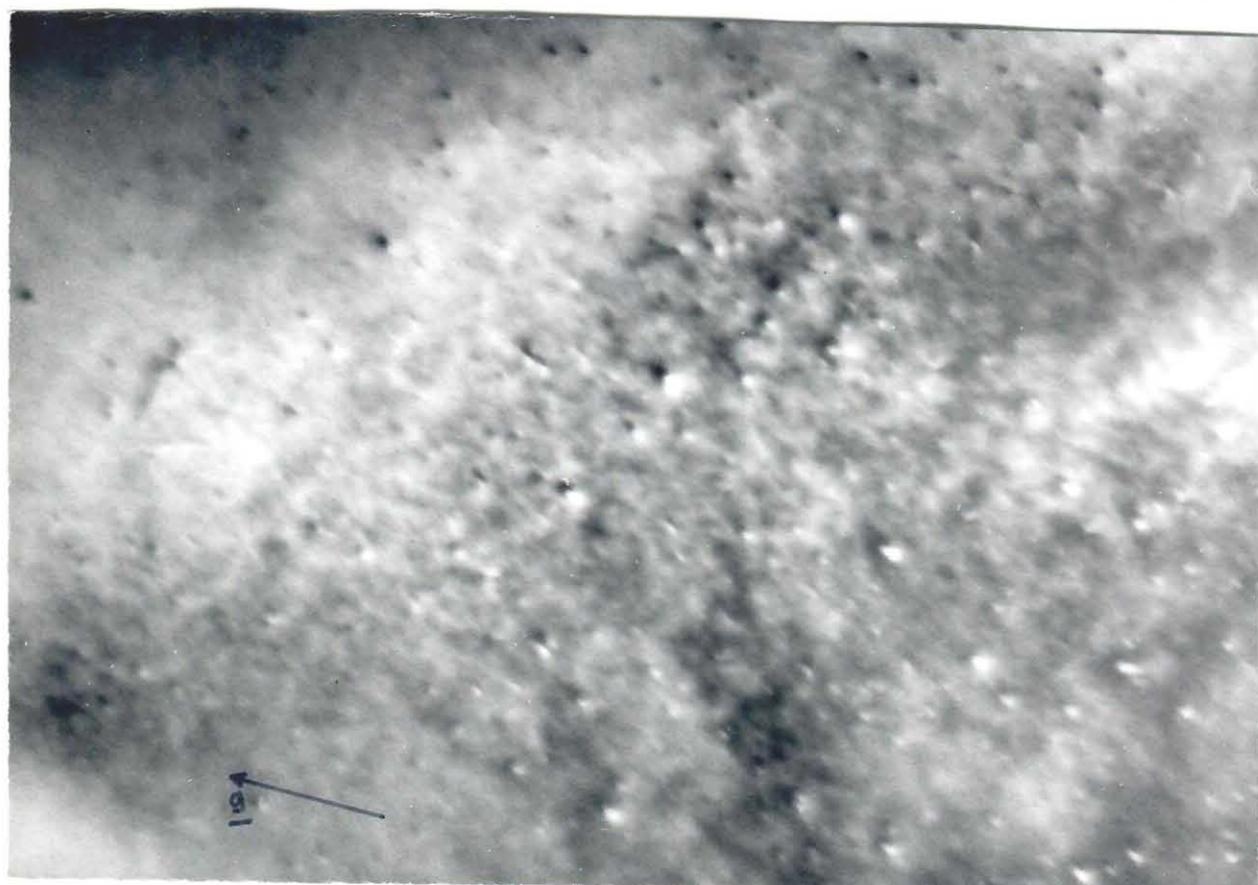
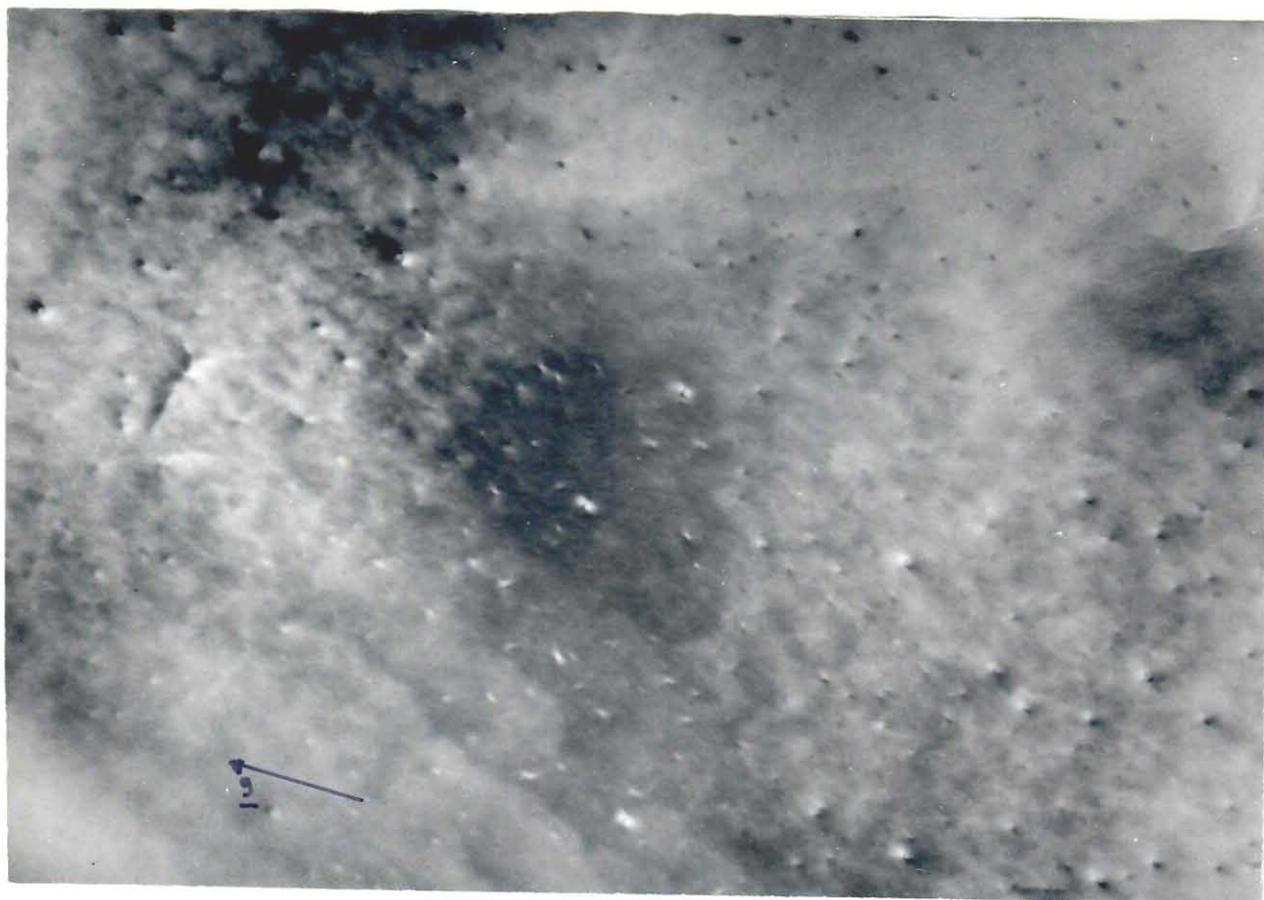


Fig. 5.7. und 5.8. Hellfeldaufnahme einer Probe in  $\{0001\}$ -  
Orientierung; Erklärung siehe Text

Man erkennt dies daran, daß der S-W-Vektor und mithin der Beugungsvektor links oben und rechts unten von diesen Defekten das Vorzeichen wechseln. Dieser Effekt kommt durch die starke Verbiegung der Folie an dieser Stelle zustande. Die durch den symmetrischen Dreistrahlfall entstandenen KF. sind nicht zu verwechseln mit KF. von Versetzungsringen in Zwischenschichten, die ein ähnliches Aussehen haben können. (Siehe Fig. 2.14.) Versucht man eine Kontrastberechnung mit Hilfe des Blochwellenformalismus' erkennt man, daß die lineare Näherung verschwindet. Da ein Kontrasteffekt also erst in quadratischer Näherung zu erwarten ist, heißt dies, daß das Vorzeichen des Verschiebungsfeldes nicht eingeht; Leerstellen- und Zwischengitteratomringe ergeben also denselben Kontrast.

Ob die auf Fig. 5.7. unten links, aber auch auf Fig. 5.5. sichtbaren "Kaffeebohnen"- Kontraste auf denselben Effekt zurückgehen, kann nicht eindeutig geklärt werden. Da bei der sumetrischen Orientierung die Extinktionslänge merklich kleiner ist, kann es sein, daß es sich um Tiefenoszillationen handelt.

#### 5.7. Kontrastfiguren von Versetzungsringen in Zwischenschichten

Fig. 5.9. zeigt eine Aufnahme mit Folienorientierung nahe  $\{11\bar{2}2\}$  (Übersichtsaufnahme zu Fig. 4.5.). Man erkennt deutlich, einige KF. mit zweizähliger Symmetrie (markiert). Da die in 2.3.9. genannten Bedingungen erfüllt sind (merkliche z- Komponenten von  $\underline{n}$  und  $\underline{b}$ ) schließen wir, daß diese Kontraste von Versetzungsringen in der ersten Zwischenschicht stammen. (Ein Dreistrahlfall liegt erkennbar nicht vor.) Die besonders auffällige rosettenartige KF. (mit Doppelkreis markiert) läßt sich erklären, wenn man  $\underline{b}$ ,  $\underline{n}$  senkrecht zu  $\underline{g}$  annimmt, also einen nicht abgescherten Ring zugrunde legt. Die Weiß-Weiß-Kontraste können durch normale Ringe mit Scherkomponenten verursacht sein. (Zum Vergleich mit den entsprechenden berechneten KF. siehe 2.3.9.)

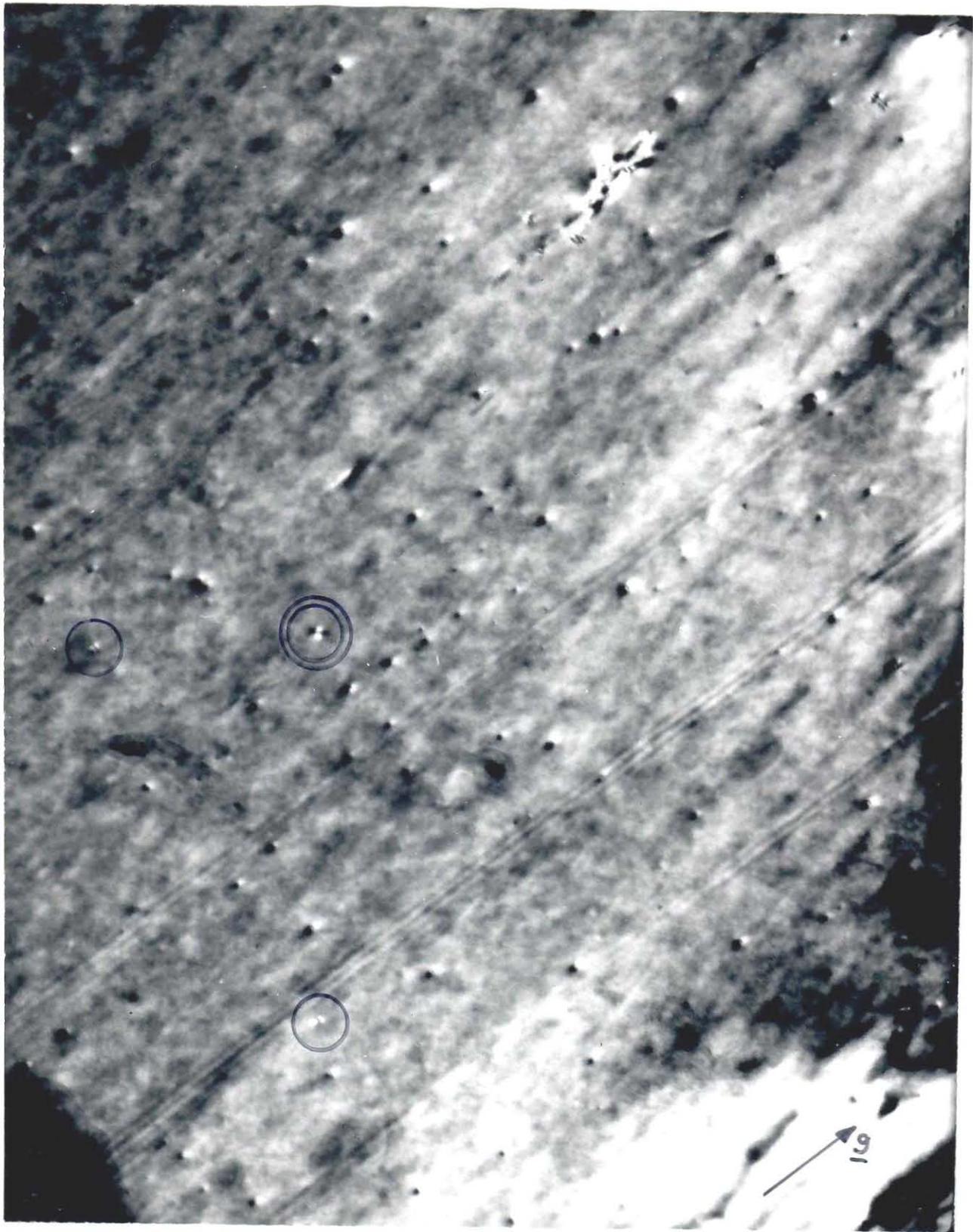


Fig. 5.9. Dunkelfeldaufnahme einer Probe in  $\{11\bar{2}2\}$ -  
Orientierung;  $v \approx 150\ 000 \times$ ; Dosis  $\approx 0,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ;  
60keV  $\text{Au}^{++}$ - Ionen