

6. DISKUSSION

6.1. Defekttyp

Um unsere Ergebnisse mit den bei flächen- und raumzentrierten Metallen gewonnenen Erkenntnissen in Beziehung setzen zu können, wird zunächst ein Überblick über die Verhältnisse in diesen Metallen gegeben.

6.1.1. Kubisch-flächenzentrierte Metalle

Die Natur der Strahlenschädigung in kfz-Metallen wie Al, Ni, Cu und Au wurde von mehreren Autoren untersucht (siehe die Übersichtsartikel von Rühle /2/ und Eyre /4/). Übereinstimmend wird gefunden, daß nach Bestrahlung mit schweren hochenergetischen Ionen Franksche Versetzungsringe mit dem Burgersvektor $\underline{b}_F = 1/3 \langle 111 \rangle$ entstehen. Die Ringe sind vom Leerstellentyp, ihre Zahl steigt linear mit der Dosis, wobei die Ausbeute A bis zu 1 betragen kann. (Mechanismen, die zu Punktfehleragglomeraten durch statistische Anhäufung von Punktfehlern führen, benötigen für etwa gleiche Flächendichten der sichtbaren Defekte etwa hundertfach höhere Dosen /33/.) Dies zeigt, daß die Ringe aus Defektkaskaden durch Kondensation der Leerstellen auf den dichtest gepackten $\{111\}$ -Ebenen entstehen. Der dabei vorhandene Stapelfehler ist niederenergetisch, sodaß ein Scherprozeß zur Beseitigung dieses Stapelfehlers im allgemeinen nicht beobachtet wird.

6.1.2. Kubisch-raumzentrierte Metalle

Mehrere Untersuchungen, speziell die Häussermann'schen Untersuchungen in Wolfram und Molybdän /12/13/ zeigen, daß durch Bestrahlung mit hochenergetischen Au^{++} -Ionen ebenfalls Leerstellenringe entstehen. Wiederum kondensieren die Leerstellen auf den dichtest gepackten Ebenen; in diesem Falle sind dies die $\{110\}$ -Ebenen. Der dabei entstandene Stapelfehler ist jedoch so hochenergetisch, daß ein Scherpro-

zeß zur Beseitigung dieses Stapelfehlers nach der folgenden Reaktionsgleichung stattfindet

$$\begin{aligned} \underline{b}\text{-Stufe} &+ \underline{b}\text{-Scher} &= &\underline{b}\text{gesamt} \\ 1/2 [110] &+ 1/2 [001] &= &1/2 [111] \\ \text{oder } 1/2 [11\bar{0}] &+ 1/2 [00\bar{1}] &= &1/2 [11\bar{1}] \end{aligned}$$

Dieser Scherprozeß wird manchmal auch unterdrückt, sodaß Franksche Versetzungsringe mit $\underline{b}_F = 1/2 \langle 110 \rangle$ und $\underline{n} = \{110\}$ zu beobachten sind. Die Ringe mit Scherkomponenten sind dank ihres vollständigen Burgersvektors gleitfähig, dies führt dazu, daß durch die elastische Wechselwirkung mit der Probenoberfläche Ringe mit bestimmten Konfigurationen aus der Folie gleiten können. Außerdem beeinflusst diese Wechselwirkung auch die möglichen Scherprozesse. /25/. Beide Effekte führen zu einer Unsymmetrie der verschiedenen, aber kristallographisch gleichwertigen Konfigurationen.

6.1.5. Hexagonale Metalle - eigene Ergebnisse

Die in Kobalt beobachteten Versetzungsringe wurden als Ringe mit Scherkomponenten bestimmt, die durch Leerstellenkondensation auf $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen entstehen, und anschließend abscheren. Dies wird durch die folgende Reaktionsgleichung ermöglicht:

$$\begin{aligned} \underline{b}\text{-Stufe} &+ \underline{b}\text{-Scher} &= &\underline{b}\text{gesamt} \\ 1/2 [1\bar{1}00] &+ 1/6 [11\bar{2}0] &= &1/3 [\bar{2}110] \\ 1/2 [1\bar{1}00] &+ 1/6 [\bar{2}110] &= &1/3 [1\bar{2}10] \end{aligned}$$

Es sind also zwei gleichberechtigte Scherprozesse möglich, die bei gleichem Normalenvektor zu verschiedenen Burgersvektoren führen.

Entsprechend kann der Burgersvektor $1/3 [2\bar{1}\bar{1}0]$ durch zwei Scherprozesse entstehen:

$$\begin{aligned} 1/2 [1\bar{1}00] + 1/6 [11\bar{2}0] &= 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0] \\ 1/2 [10\bar{1}0] + 1/6 [1\bar{2}10] &= 1/3 [2\bar{1}\bar{1}0]. \end{aligned}$$

Ringe auf anderen Ebenen, speziell auf der Basisebene wurden nicht beobachtet.

In kfz- und krz- Metallen wurden die dichtest gepackten Ebenen als Habitusebenen der Versetzungsringe bevorzugt. Die Gesamtlänge der Versetzung, die die Leerstellenscheibe berandet, also der Umfang des Versetzungsringes ist dann am kleinsten. (Bei der Berechnung der Gesamtenergie darf allerdings nicht einfach die Linienenergie aufsummiert werden, da bei kleinen Versetzungsringen die gegenseitige Beeinflussung der Versetzungssegmente nicht vernachlässigt werden darf.) Versetzungsringe auf anderen als dichtest gepackten Ebenen könnten dann entstehen, wenn der zugehörige Burgersvektor einen so kleinen Betrag hat, daß trotz des größeren Umfanges des Versetzungsringes ein Energiegewinn möglich ist. Falls der Burgersvektor nicht vollständig ist, muß außerdem die Energie des Stapelfehlers berücksichtigt werden.

In hexagonalen Stoffen ist die dichtest gepackte Ebene für $c/a > 1,732$ die Basisebene; für $c/a < 1,732$ die $\{1\bar{1}00\}$ -Prismenebene. An dieser Stelle muß zunächst auf eine Schwierigkeit des hexagonalen Gitters aufmerksam gemacht werden, nämlich, daß bei den meisten Ebenen keine einheitlichen Abstände existieren. So folgen z.B. die Atomebenen parallel $\{1\bar{1}00\}$ in den relativen Abständen $1/3; 2/3; 1/3; \dots$ aufeinander. Wenn wir von der $\{1\bar{1}00\}$ -Ebene sprechen, so verstehen wir darunter immer die beiden dicht benachbarten Atomebenen des $\{1\bar{1}00\}$ -Typs.

Für Kobalt mit dem Achsenverhältnis $c/a = 1,625$ ist also die $\{1\bar{1}00\}$ -Ebene am dichtesten gepackt, das Verhältnis p_0 der Packungsdichte der $\{1\bar{1}00\}$ -Ebene zur Packungsdichte der $\{0001\}$ -Ebene beträgt $p_0 = 1,06$. Ringe auf der Basisebene können also allein auf Grund des geringen Unterschieds der Packungsdichten nicht mit Sicherheit ausgeschlossen werden.

Ringe auf der $\{1\bar{1}00\}$ -Ebene haben den Burgersvektor $\underline{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$, vollständige Ringe auf der Basisebene hätten den Burgersvektor $\underline{b} = \langle 0001 \rangle$; dieser ist erheblich größer als der erstere. Man versteht von hier aus die Bevorzugung der $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen, diese sind in jedem Fall energetisch begünstigt. Dies gilt offenbar auch für Ringe mit Stapelfehlern, die auf der Basisebene entstehen könnten. Nimmt man eine Leerstellenkondensation auf der $\{0001\}$ -Ebene an, so entsteht zunächst ein hochenergetischer Stapelfehler, bei dem die Atome in einer "Kopf auf Kopf" - Lage sind. (Stapelfolge ABBABA; $\underline{b} = 1/2 \langle 0001 \rangle$) Durch einen Scherprozeß kann ein niederenergetischer Stapelfehler entstehen. (Stapelfolge ABCECB; $\underline{b} = 1/6 \langle 20\bar{2}3 \rangle$) /16/27/. Dieser Burgersvektor hat aber etwa denselben Betrag wie $\underline{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$; da der Ring immer noch einen Stapelfehler umfaßt, ist auch diese Möglichkeit ungünstiger als die verwirklichte.

Diese Überlegungen gelten auch für Zirkonium ($c/a = 1,59$; $p_0 = 1,09$) und Rhenium ($c/a = 1,615$; $p_0 = 1,08$). In der Tat wurden in diesen Metallen nach Bestrahlung auch Ringe auf $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen mit $\underline{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ gefunden. Die Ergebnisse sind jedoch nicht direkt vergleichbar, denn:

- a.) wurden die Rheniumproben bei 550°C mit Neutronen bestrahlt ($E > 1 \text{ MeV}$); die entstandenen Versetzungsringe hatten zwar Durchmesser $\lesssim 100\text{\AA}$, waren jedoch vom Zwischengitteratomtyp /15/!
- b.) wurden in Zirkonium nur große Ringe ($d > 200\text{\AA}$) untersucht, die vorwiegend vom Leerstellentyp waren und nach Erholung der neutronenbestrahlten Proben entstanden /14/.

Die in Zink /16/ gefundenen Versetzungsringe auf der Basisebene sind nicht durch Bestrahlung, sondern durch Verformung entstanden, außerdem viel größer als bei uns. Da die Entstehungsgeschichte vollständig anders verläuft, außerdem das Achsenverhältnis ($c/a = 1,856$; $p_0 = 0,94$) und die Stapelfehlerenergie eine Entstehung begünstigen können, lassen sich diese Beobachtungen nicht mit unseren vergleichen. (Große Versetzungsringe auf der Basisebene ($d > 1000\text{\AA}$) wurden auch bei uns beobachtet. Diese sind jedoch meistens in einer Linie aufgereiht, treten außerdem auch in unbestrahltem Material auf, sodaß ihre Entstehung über Versetzungsreaktionen wahrscheinlich ist.)

6.2. Ausbeute

Bei flächenzentrierten Metallen, speziell bei Cu und Au, steigt die Zahl der beobachtbaren Defekte linear mit der Dosis. Die Ausbeute ist also eine Konstante und kann je nach Art und Energie der einfallenden Ionen Werte bis $A = 1$ annehmen. (60keV - Au^{++} - Ionen auf Cu) /10/.

Bei raumzentrierten Metallen, speziell in Wolfram und Molybdän sind die Ausbeuten geringer und stark richtungsabhängig; sie haben Werte von 0,003 - 0,1 /12/25/. Für die Kleinheit und Richtungsabhängigkeit sind Channeling-Prozesse und ein Herausgleiten verschiedener Ringe zur Oberfläche verantwortlich.

Unsere Ausbeuten liegen bei $A \approx 0,07$ für $\{0001\}$ -orientierte Proben und $A \approx 0,18$ für Proben in der Pyramiden-ebenenorientierung, sind also niedriger als bei flächenzentrierten Metallen. In dem gemessenen Dosisbereich von $3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ bis $5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ steigt die Zahl der Defekte ungefähr linear mit der Dosis. Wir schließen daraus, daß die Versetzungsringe über den Kaskadenprozeß entstehen. Daß nur Leerstellenring auftreten ist bei Annahme des Kaskadenmodells leicht zu verstehen. Nach Seeger /34/ entsteht

dabei eine leerstellenreiche Zone, die sich leicht in einen Versetzungsring vom Leerstellentyp umlagern kann.

Die Ausbeute scheint mit wachsender Dosis etwas abzunehmen. Dies steht in Einklang mit der Beobachtung, daß die Defektgröße mit wachsender Dosis ansteigt. Offenbar können benachbarte Defekte zusammengleiten. Dies wird durch das Auftreten von Reihendefekten erhärtet (Fig. 5.5.). Dicht zusammenliegende Defekte, deren Normalen- und Burgersvektoren unkorreliert sind, so daß ein irregulärer S-W-Kontrast entsteht (wie z.B. in Cu /10/) wurden nicht beobachtet.

Die Defektausbeuten von $\approx 0,05 - 0,1$ sind überraschend klein. Da die Ringe nicht zur Oberfläche gleiten können, scheidet diese Möglichkeit zur Verringerung der Anzahl aus. Möglich ist, daß ein beträchtlicher Teil der Versetzungsringe zu klein ist, um auf den Photographien erkannt zu werden. Weiterhin scheinen Channeling - Effekte aufzutreten. Betrachtet man Fig. 4.3., erkennt man, daß die Grenze zwischen bestrahltem und durch die Probe abgeschattetem Gebiet der Sonde sehr diffus verläuft. Dies bedeutet, daß viele Ionen die erste Probe durchdringen und noch ausreichende Energie besitzen, um die Sonde zu schädigen. Da die obere Probe mit der hexagonalen Achse senkrecht zum Ionenstrahl orientiert war, scheint es sich um "planar channeling" zu handeln. Eventuell tritt auch bei Bestrahlung in $\langle 0001 \rangle$ -Richtung ein Channelingeffekt auf, der eine Verminderung der Defektdichte nach sich zieht. Dies wird durch die Beobachtung erhärtet, daß Proben in der $\{11\bar{2}2\}$ -Orientierung, bei denen kein Channeling zu erwarten ist eine ungefähr dreifach größere Ausbeute zeigen.

7. ZUSAMMENFASSUNG

Einkristalline, verschieden orientierte Kobaltfolien wurden bei Raumtemperatur und einem Druck von $\approx 10^{-7}$ torr mit doppeltionisierten Gold - Ionen im Energiebereich von 40keV - 60keV beschossen. Die Dosen lagen zwischen $3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ und $5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Die bestrahlten Proben wurden in einem Elektronenmikroskop bei 150 kV Strahlspannung untersucht.

Bei Abbildung im Zweistrahlfall mit verschiedenen Beugungsvektoren wurden bei bestimmten Folienorientierungen sogenannte Schwarz- Weiß- Kontraste (S-W-Kontraste) gefunden. Mit Hilfe der Kontrasttheorie von Wilkens und Rühle /5/, die diskutiert und in einigen Punkten erweitert wurde, konnte der Defekttyp bestimmt werden. Es handelt sich um kleine Versetzungsringe vom Leerstellentyp mit Durchmessern $\approx 100 \text{ \AA}$. Sie entstehen durch Leerstellenkondensation auf den $\{1\bar{1}00\}$ - Ebenen zunächst als Franksche Versetzungsringe mit dem Burgersvektor $\underline{b}_F = 1/2 \langle 1\bar{1}00 \rangle$. Dieser wird im allgemeinen durch einen Scherprozeß nach der folgenden Reaktionsgleichung in einen vollständigen Burgersvektor vom Typ $\underline{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ umgewandelt:

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

Dieser Scherprozeß findet nicht immer statt; eine Unterscheidung zwischen abgescherten und nicht abgescherten Ringen war mit Hilfe der Kontrasttheorie möglich. Genaue Untersuchungen der S-W-Kontraste zeigten weiterhin, daß nach erfolgtem Scherprozeß eine Reorientierung des Normalenvektors stattfand.

In der Häufigkeitsverteilung der möglichen Konfigurationen traten manchmal Unsymmetrien auf, die von inneren Spannungen in der Probe herzurühren scheinen.

In einigen Fällen wurden Kontrastfiguren mit zweizähliger Symmetrie gefunden, diese konnten auf Versetzungsringe zurückgeführt werden, die in den sogenannten Zwischenschichten liegen. Dies wurde mit einer Modifikation der Kontrasttheorie von Wilkens und Rühle gezeigt.

Die Ausbeute war in der Größenordnung 0,07 und im gemessenen Dosisbereich annähernd konstant. Eine leichte Abnahme der Ausbeute mit wachsender Dosis läßt sich durch eine Zusammenlagerung benachbarter Versetzungsringe erklären. Das Auftreten von Reihendefekten in mit hoher Dosis bestrahlten Proben sowie eine Zunahme der Ringgröße mit wachsender Dosis weist ebenfalls auf ein Zusammengleiten benachbarter Defekte hin.

Alle Beobachtungen zeigen, daß die Versetzungsringe durch eine Umlagerung von Defektkaskaden entstehen.

8. ANHANG I. ERGÄNZENDE BEMERKUNGEN ZUM ARBEITEN MIT
DEM ELEKTRONENMIKROSKOP

Alle weiter vorne gezeigten Bilder in der $\{0001\}$ - Orientierung zeigen einen meist deutlich erkennbaren magnetischen Kontrast. Wie man an der Anzahl der hellen und dunklen Streifen erkennt, wechselt das Magnetfeld bis zu achtmal das Vorzeichen. Auf die davon verursachten Schwierigkeiten wurde schon in 3.5. eingegangen. Hier soll ein anderer Effekt angesprochen werden, nämlich daß:

- a.) in der $\{0001\}$ - Orientierung Bilder mit hoher elektronenoptischer Vergrößerung (100 000 x) oft schärfer waren als mit niedrigerer Vergrößerung (50 000 x); ein in der Praxis ungewöhnliches Phänomen.
- b.) Bilder in der Prismen- und Pyramidenebenenorientierung nach erfolgter Korrektur von Drehzentrum und Astigmatismus oft besser wurden, als Bilder von Proben in der $\{0001\}$ - Orientierung.

Die bei den Bildern in der $\{0001\}$ - Orientierung sichtbar werdenden magnetischen Strukturen stammen nach /35/ von den Streufeldern an der Ober- und Unterseite der Folie. Das Magnetfeld im Innern der Folie steht etwa parallel zum Elektronenstrahl und hat keinen Einfluß. Jedoch kann angenommen werden, daß das Magnetfeld in der Probe entsprechend der Streifenstruktur abwechselnd parallel bzw. antiparallel zum Elektronenstrahl (und damit zum Magnetfeld der Objektivlinse) steht. Bei den beiden anderen Orientierungen ist in den betrachteten Ausschnitten keine Bereichsstruktur sichtbar.

Die mangelnde Qualität der Bilder von Proben in der $\{0001\}$ - Orientierung scheint also von dem innerhalb des betrachteten Ausschnitts sehr inhomogenen Magnetfeld herzurühren. Dies ist verständlich, da ein inhomogenes Magnetfeld durch ein, im betrachteten Ausschnitt homogenes, äußeres Magnetfeld nur sehr ungenügend kompensiert werden

Kann. Dies erklärt auch die oft bessere Qualität der stark vergrößerten Bilder, ist der Wechsel der Magnetisierung hier doch weniger häufig. Außerdem ist das Magnetfeld der Objektivlinse stärker, so daß der Einfluß der Probe geringer wird.

In den beiden anderen Orientierungen ist das Magnetfeld der Probe im betrachteten Ausschnitt homogen; wenn hier die Korrektur der Justierung gelungen ist, ergeben sich oft recht scharfe Bilder. Jedoch ist allen drei Orientierungen gemeinsam, daß optimale Schärfe oft nur in einigen Bildteilen zu erreichen ist, in anderen Bildpartien wird die Korrektur schon wieder unwirksam.

Die vom Ferromagnetismus der Probe herrührenden Schwierigkeiten sind spezifisch für Kobalt. In Nickel treten sie, wie wir uns überzeugt haben, in weit geringerem Maße auf. Auch in Eisen sind sie in dieser Höhe nicht beobachtet worden. Dies hängt sicherlich damit zusammen, daß in Ni und Fe sechs Richtungen leichter Magnetisierung existieren; in Kobalt nur eine, die $\{0001\}$ -Richtung. Außerdem besitzt Co eine wesentlich feinere Domänenstruktur als Ni oder Fe.