

Gleitanisotropie von Strontium dotierten  
Kaliumbromid - Einkristallen

Diplomarbeit

vorgelegt von

Werner Skrotzki

aus

Hann.-Münden

---

Institut für Metallphysik  
der Georg-August-Universität Göttingen

Januar 1977

A Druck- und Schubverformung von Strontium dotierten  
Kaliumbromid - Einkristallen

1.	<u>Einleitung</u>	1
2.	<u>Experimentelle Verfahren</u>	4
2.1	Kristallherstellung	4
2.1.1	Züchtung dotierter Kristalle an Luft	4
2.1.2	Züchtung von "suprapur"-Kristallen unter Schutzgas	5
2.2	Probenherstellung	7
2.2.1	Probengeometrie	7
2.2.2	Temperaturbehandlung	7
2.2.3	Polieren, Selektives Ätzen	8
2.3	Verformungsmethoden	9
2.3.1	Druckverformung	9
2.3.2	Schubverformung	10
3.	<u>Experimentelle Ergebnisse</u>	12
3.1	Kritische Schubspannung	12
3.1.1	Abhängigkeit von der Zusatzkonzentration	14
3.1.2	Abhängigkeit von der Temperatur	16
3.2	Abhängigkeit der Verfestigungsparameter von der Zusatzkonzentration	16
3.2.1	Verfestigungskurven	17
3.2.2	Steigung von Bereich I	17
3.2.3	Steigung von Bereich II	18
3.2.4	Länge von Bereich I	18

	<u>Seite</u>	
3.3	Nachweis der betätigten Gleitsysteme	18
3.3.1	$\langle 110 \rangle$ $\{110\}$ - Gleitsystem	19
3.3.2	$\langle 110 \rangle$ $\{100\}$ - Gleitsystem	20
4.	<u>Diskussion der Ergebnisse</u>	23
4.1	Vergleich der Ergebnisse mit Theorien zur kritischen Schubspannung von Alkalihalogeniden	23
4.2	Qualitative Deutung des Verfestigungsverhaltens im Druck- und Schubversuch	35
5.	<u>Zusammenfassung von Teil A</u>	39
B Latente Verfestigung in Strontium dotierten Kaliumbromid-Einkristallen		
6.	<u>Einleitung</u>	40
7.	<u>Experimentelle Methoden</u>	42
8.	<u>Experimentelle Ergebnisse</u>	43
8.1	Probengeometrie	43
8.2	Ätzgrübchenuntersuchung	44
8.3	Abhängigkeit der latenten Verfestigung von der Vorverformung	44
8.4	Abhängigkeit des latenten Verfestigungsverhältnisses von der Verunreinigungskonzentration	46
8.5	Verfestigungsanstieg bei Primär- und Sekundärverformung	47

	<u>Seite</u>
9. <u>Diskussion der Ergebnisse</u>	48
10. <u>Zusammenfassung von Teil B</u>	53
Literaturverzeichnis	54
Figuren	58
Tabellen	80



A. Druck- und Schubverformung von Strontium dotierten Kaliumbromid - Einkristallen

1. Einleitung

In Alkalihalogeniden lassen sich neben dem Hauptgleitsystem  $\langle 110 \rangle \{110\}$  sekundäre Gleitsysteme mit zunehmender Polarisierbarkeit (Summe der elektronischen Polarisierbarkeiten der Ionen, die den Kristall bilden) leichter betätigen. Diese plastische Anisotropie läßt sich quantitativ durch Messung der kritischen Schubspannungen der jeweiligen Gleitsysteme fassen. Dazu müssen Verformungsexperimente so angelegt werden, daß die in der Probe erzeugte Spannungsverteilung zu Einfachgleitung führt. Diese Bedingung wird weitgehend im schrägen Schubversuch mit kurzem Fassungsabstand erfüllt. Verformungen dieser Art wurden bisher von Franzbecker [ 1 ] an NaCl und von Steinbrech [ 2 ] an KCl durchgeführt. Mit Messungen an KBr wird dieser Weg in Richtung höherer Polarisierbarkeit fortgesetzt.

Ziel der Untersuchungen ist es, Informationen über die die kritischen Schubspannungen bestimmenden Mechanismen zu erhalten. Dies erreicht man bei vorgegebener Polarisierbarkeit durch Messung des Einflusses von Temperatur und Verunreinigungskonzentration. Der Gang der kritischen Schubspannung auf  $\langle 110 \rangle \{100\}$  mit der Polarisierbarkeit deutet darauf hin, daß elektrostatische Wechselwirkung in der Frage nach der Ursache der Gleitanisotropie eine entscheidende Rolle spielt. Modellvorstellungen, die dies berücksichtigen, sind von Gilman [ 3 ] und Haasen [ 4,5 ] entwickelt worden.

Gilman betrachtet die Ionenkonfiguration einer  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Versetzung nach einem halben Gleitschritt, wo

sich Ionen gleichen Vorzeichens am nächsten gegenüberstehen. Aus der Energie, die aufgebracht werden muß, um die Versetzung über diese Lage zu bringen, berechnet er die kritische Schubspannung, wobei der elektrostatische Anteil 200 mal größer ist als der elastische.

Haasen geht davon aus, daß die kritische Schubspannung durch Wechselwirkung von Versetzungen und höherwertigen Verunreinigungen bestimmt wird. Neben der elastischen Wechselwirkung kommt bei Stufenversetzungen noch ein entscheidender elektrostatischer Beitrag hinzu. Dieser soll wegen der unterschiedlichen Ionenkonfiguration im Kern von  $\langle 110 \rangle$   $\{110\}$  - und  $\langle 110 \rangle$   $\{100\}$  - Stufenversetzungen ausschlaggebend für die Gleitanisotropie sein.

Bei der Bestimmung der kritischen Schubspannung muß gewährleistet sein, daß die Gleitung auch hauptsächlich auf dem gewünschten System abläuft, d.h., daß man mit der benutzten Anordnung Einfachgleitung erzeugt. Steinbrechs Untersuchungen haben gezeigt, daß bei Schubverformungsexperimenten mehr Störgleitung auftritt, als von Franzbecker angegeben wurde. Daraufhin angestellte Berechnungen der Spannungsverteilung in der Probe konnten diesen Befund qualitativ erklären. Auf diese Schubverformungsprobleme wird weiter unten eingegangen. Im Gegensatz zu Franzbecker gelang es Steinbrech nicht,  $\langle 110 \rangle$   $\{100\}$  - Einfachgleitung mit Hilfe der Replicamethode nachzuweisen. Der Grund hierfür wurde, gestützt auf Haasens Theorie, zunächst in der Reinheit der Kristalle (p.a. Material) vermutet. Deshalb wurden in Zusammenarbeit mit dem Kristall-Labor Göttingen reinere Kristalle hergestellt. Untersuchungen daran konnten jedoch die Diskrepanz nicht beseitigen. Vielmehr verstärkte sich die Vermutung, daß die beobachtete Oberflächenstruktur durch Quergleitung der durch die  $\{112\}$  - Unterseite stoßenden Schraubenversetzungen hervorgerufen wird. Da Quergleitung oft durch Verunreinigungen erschwert wird, wurde nun auf dotierte Kristalle übergegangen. Aber auch hier blieb die

Replicamethode erfolglos. Somit war es erforderlich, nach neuen Nachweismöglichkeiten für  $\{100\}$  - Gleitung zu suchen. Als geeignet erwies sich das Anätzen der Stufenversetzungs-gleitbänder auf der  $\{110\}$  - Seitenfläche mit selektiven Ätzmitteln und die durch Abschrägung der Seitenfläche gegebene Möglichkeit zur Gleitstufenbildung durch Stufenversetzungen.

Außerdem konnte anhand der selektiven Ätzmittel untersucht werden, inwieweit sich die Gleitung über den Bereich zwischen den Fassungen hinaus erstreckt. Diese Klärung war notwendig, da in die Berechnung der Schubspannungs-Abgleichungs-Kurven der Fassungsabstand eingeht.

Da Druckverformungen leichter durchzuführen sind als Schubverformungen, wurde im Falle der  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitung die kritische Schubspannung in Abhängigkeit von der Temperatur nach der ersten Methode bestimmt. Ein Vergleich der beiden Verformungsarten bei Raumtemperatur legte dies nahe.

## 2. Experimentelle Verfahren

### 2.1. Kristallherstellung

#### 2.1.1 Züchtung dotierter Kristalle an Luft

KBr - Einkristalle wurden an Luft in einer offenen Kyropoulos-Apparatur gezogen. Ausgangsmaterial war KBr p.a. (Fa. Merck). Als Dotierungssubstanz wurde  $\text{SrBr}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  (Fa. Riedel-De Haën) benutzt, das vorher einer Glühbehandlung zur Entfernung des Kristallwassers unterzogen worden war. Es konnten Kristalle mit einer Länge von  $\approx 8$  cm und einem Querschnitt von  $\approx 2,5 \times 2,5 \text{ cm}^2$  gezogen werden. Die Analyse des  $\text{Sr}^{++}$  - Ionengehaltes erfolgte mit einem Atomabsorptionsspektrometer (Leitz, Unicam). Zur Bestimmung des Konzentrationsverlaufs innerhalb des Kristalls wurde dieser in 3 mm dicke Scheiben senkrecht zur Wachstumsrichtung gespalten. Die mittlere Konzentration jeder Platte als Funktion des Abstandes vom Kristallanfang ist in Fig.1 für zwei Kristalle dargestellt.

Ausschlaggebend für den Konzentrationsverlauf ist der Verteilungskoeffizient, der das Verhältnis der Zusatzkonzentration beiderseits der Phasengrenze fest/ flüssig angibt. Bei hinreichend kleinen Konzentrationen ist er konzentrationsunabhängig, da die Wechselwirkung (WW) der Beimengungsteilchen untereinander an der Phasengrenzfläche gegenüber der WW der Beimengung mit der Muttersubstanz vernachlässigt werden kann. Unter der Voraussetzung, daß sich die Beimengung in der Schmelze stets gleichmäßig verteilt, erhält man folgende Konzentrationsverteilung [ 6 ] :

$$c = k_0 c_0 (1 - g)^{k_0 - 1} \quad ( * )$$

$c_0$  : Anfangskonzentration in der Schmelze

$g$  : Bruchteil des erstarrten Materials

$k_0$  : Gleichgewichtsverteilungskoeffizient

Bewegt sich aber die Grenzfläche mit einer Geschwindigkeit  $R$ , die so groß ist, daß sich die an der Phasengrenze zurückgeworfenen Teilchen nicht schnell genug durch Diffusion auf die Restschmelze verteilen können, so bildet sich vor der Grenzfläche in der Schmelze eine Konzentrationspitze der Breite  $\delta = D/R$  ( $D$  : Diffusionskoeffizient). Für den Realfall, daß zusätzliche Konvektion die Diffusionspitze bis auf eine Randschicht der Dicke  $d$  abbaut, definiert man einen effektiven Verteilungskoeffizienten  $k_{\text{eff}}$  als das Verhältnis von  $c_s$  an der Grenzfläche zu  $c_L^\infty$ , der mittleren Konzentration in der Schmelze außerhalb der Diffusionsschicht :

$$k_{\text{eff}} = \frac{k_0}{k_0 + (1-k_0)e^{-d/\delta}}$$

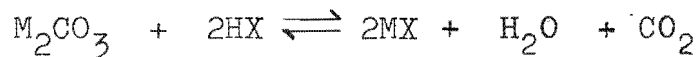
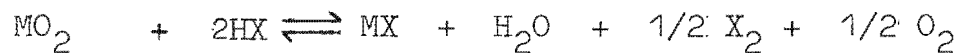
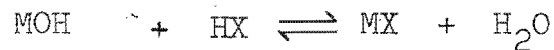
Theoretische Überlegungen[ 6] haben gezeigt, daß unter diesen Verhältnissen im stationären Zustand, d.h. ausgenommen Bereiche des Kristalls, in denen die Diffusionsschicht zeitlichen Änderungen unterworfen ist, Gleichung ( \* ) auch gilt, wenn man  $k_0$  durch  $k_{\text{eff}}$  ersetzt. Bei doppellogarithmischer Auftragung von ( \* ), Fig. 2, erhält man aus der Steigung  $k_{\text{eff}}(\text{Sr}^{++}) \approx 0,4$ . Dieser Wert gilt in Verbindung mit dem benutzten Zuchtverfahren für  $R \approx 20$  mm/h.

### 2.1.2 Züchtung von "suprapur" Kristallen unter Schutzgas

Bei erhöhter Temperatur entstehen in Alkalihalogeniden unter der Wirkung von Feuchtigkeit, Sauerstoff, Kohlendioxyd und ähnlichem sauerstoffhaltige Anionen als Verunreinigungen. Die wichtigsten und häufigsten sind Hydroxylionen ( $\text{OH}^-$ ), Karbonationen ( $\text{CO}_3^{--}$ ), selbständige Sauerstoffionen ( $\text{O}_2^{--}$ ) und Nitrationen ( $\text{NO}_3^{--}$ ). Eine gewisse Herabsetzung dieses

Anionengehaltes erreicht man durch Kristallzucht unter Inertatmosphäre. Drastische Beseitigung gelingt jedoch erst durch die Benutzung von flüchtigen Halogenisierungsmitteln [7,8] und Kohlenwasserstoffderivaten (z.B. Tetrachlorkohlenstoff) [9].

Wenn Halogenwasserstoff auf die Schmelze einwirkt, die neben den eigenen Halogenionen noch sauerstoffhaltige Anionen enthält, so können nach [9] folgende Reaktionen ablaufen :



(M = Alkalimetall , X = Halogen)

Ein Überschuß von Halogenwasserstoff schlägt das Gleichgewicht auf die Seite des reinen Salzes. Die Reaktionsprodukte -  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{O}_2$  und  $\text{CO}_2$  - müssen abgeführt werden, um erneute Verunreinigungsbildung zu verhindern.

Die Herstellung von Kristallen mit reduziertem sauerstoffhaltigen Verunreinigungsgehalt wurde in einer "geschlossenen" Kyropoulos-Apparatur [10] vorgenommen. Kristalle (Durchmesser  $\approx 3$  cm, Länge  $\approx 4$  cm) wurden aus KBr suprapur Material (Fa. Merck) bei 50 Torr unter Argonatmosphäre bzw. nach HBr - Behandlung gezogen. Ein empfindliches Maß für die Reinheit war die kritische Schubspannung, die gegenüber reinsten luftgezogenen Kristallen noch um einen Faktor  $\approx 2$  bzw.  $\approx 3$  niedriger lag. Eine weitere Senkung ist zu erwarten, wenn man durch Zonenreinigung auch noch den restlichen Kationenverunreinigungsgehalt herabsetzt. Gründig erreichte bei KBr mit 20 Zonendurchgängen einen Reinigungsfaktor von  $\approx 200$  bezogen auf analysenreines Ausgangsmaterial [7].

## 2.2. Probenherstellung

### 2.2.1 Probengeometrie

$\langle 100 \rangle$  - orientierte Proben mit  $\{100\}$  - Seitenflächen konnten leicht durch Spalten erhalten werden, während  $\langle 111 \rangle$  - orientierte Proben mit  $\{110\}$  - und  $\{112\}$  - Seitenflächen in entsprechenden Schablonen mit einem wasserbenetzten Faden herausgesägt werden mußten. Da  $\{100\}$  - Spaltflächen als Anlegeflächen dienten, stimmte die röntgenographisch überprüfte Orientierung auf  $\pm 1^\circ$ . Die Proben dimensionen betragen für Druckproben  $4 \times 4 \times (16-18) \text{ mm}^3$  und für Schubproben  $3,5 \times 3,5 \times (\approx 20) \text{ mm}^3$ . Der Einfluß der Probengröße auf die Druckverfestigungskurven von Alkalihalogeniden [11] wurde an verschiedenen dimensionierten Proben überprüft. Die am besten reproduzierbaren Verfestigungskurven ergaben sich für quadratische Proben mit einem Verhältnis  $3 < L/a < 5$  ( $L$  : Länge,  $a \approx 4 \text{ mm}$  : Breite). Ein Einfluß auf die kritische Schubspannung konnte innerhalb der Streuung nicht registriert werden.

Wegen des starken Zusatzkonzentrationsanstiegs am Ende der Kristallblöcke (Fig. 1) wurde nur ein 2 cm langer Bereich ab  $x \approx 1 \text{ cm}$  benutzt. Auf diese Weise erhielt man genügend Proben mit Konzentrationsschwankungen  $< 5\%$ . Alle Konzentrationsangaben stellen deshalb einen Mittelwert über diesen Bereich dar.

### 2.2.2 Temperaturbehandlung

Alle Proben wurden zur Beseitigung der beim Spalten erzeugten Spannungen 24 Stunden bei  $600^\circ\text{C}$  (Schmelzpunkt :  $730^\circ\text{C}$ ) auf einer Platinfolie geglüht. Die unter Schutzgas gezogenen Kristalle wurden ebenfalls unter Schutzgas getempert, alle anderen an Luft. Zur Vermeidung von thermischen Spannungen wurde als Abkühlgeschwindigkeit  $1^\circ\text{C} / \text{min}$  gewählt.

Ab etwa 300°C erfolgte wegen der guten Isolierung des Ofens eine langsamere Abkühlung.

### 2.2.3 Polieren, Selektives Ätzen

Das Polieren der Proben wurde in mehreren Schritten vorgenommen :

- a) Begradigung der Schnittflächen und Beseitigung von Spaltstufen auf feuchter Seide bzw. Photopapier. Das Lösungsmittel bestand wegen der hohen Wasserlöslichkeit von KBr zur Hälfte aus Äthanol und destilliertem Wasser
- b) Kurzzeitiges Waschen in der gleichen Lösung (ca. 2 sec)
- c) 15 sec Schwenken in einer Mischung von 73% Methanol, 3% Äthanol, 22% Glycerin und 2% Ammoniak [12]
- d) Dreimaliges Waschen in Äthanol zur Beseitigung des Glycerins (jeweils ca. 5 sec)
- e) Spülen in Butanol
- f) Trocknen im kalten Luftstrom.

Durch Variation von Lösungsmittel und Salz wurden zwei zuverlässige Ätzmittel mit unterschiedlichem Ätzverhalten gefunden. Dieses Verfahren wurde bereits von Gutmanas [13] und Gilman [14] auf andere Alkalihalogenide angewendet. Die Zusammensetzungen und charakteristischen Eigenschaften der beiden Ätzlösungen sind folgende :

#### Ätzmittel A :

Gesättigte Lösung von Methanol und Bleibromid

- {100} : Tiefe pyramidale Ätzgruben mit leicht gerundeten Oberflächenspuren parallel zu  $\langle 110 \rangle$  (Fig. 3a)  
Ätzdauer : ca. 5 - 10 sec
- {112} : Tetraedrische Ätzgruben mit Oberflächenspuren parallel zu  $\langle 110 \rangle$  und  $\langle 11\bar{3} \rangle$  (Fig. 3 d)  
Ätzdauer : ca. 60 sec



Ätzmittel B :

Gesättigte Lösung von Äthanol und Cadmiumjodid

{100} : Flache pyramidale Ätzgruben mit geraden Oberflächenspuren parallel zu  $\langle 100 \rangle$  (Fig. 3b)  
Ätzdauer : 1-2 sec

{110} : Pyramidale Ätzgruben mit Rechteckseiten parallel zu  $\langle 110 \rangle$  und  $\langle 100 \rangle$  (Fig. 3c)  
Ätzdauer : ca. 5 sec.

Die Kristalle wurden zum Beenden des Ätzzvorgangs in Butanol gespült und anschließend im kalten Luftstrom getrocknet.

Die mittlere Ausgangsversetzungsdichte (Ätzgrübchendichte auf {100} ) lag für alle Konzentrationen in der Größenordnung  $N_0 \approx 2 \cdot 10^6 / \text{cm}^2$ . Sie konnte durch die Temperaturbehandlung bis zu einem Faktor 10 erniedrigt werden.

2.3 Verformungsmethoden

2.3.1 Druckverformung

Die Verformung erfolgte in einer Instronmaschine im dynamischen Druckversuch. Die Axialität der Belastung war dabei durch Auflegen einer Stahlhalbkugel gewährleistet [ 15 ]. Als Gleitmittel zwischen Probenenden und Druckstempeln diente 0,1 mm starkes Teflonband. Die mittlere Abgleitgeschwindigkeit bezogen auf die Ausgangslänge der Proben betrug  $\dot{a} \approx 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ . Raumtemperaturverformungen wurden an Luft durchgeführt. Tiefere Temperaturen wurden in einem Isopentanbad erreicht, das sich mit Durchleiten von flüssigem Stickstoff bis auf 150 K abkühlen ließ. Bei Verformung in flüssigem Stickstoff erfolgte die langsame Abkühlung der Proben in kaltem Stickstoffgas. Experimente über Raumtemperatur (RT) wurden in einem geheizten Ölbad vorgenommen. Wegen der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Alkalihalogeniden führen

schnelle Temperaturänderungen zu thermischen Spannungen und können deshalb die Versetzungsdichte erhöhen [16]. Die Abkühl- bzw. Aufheizgeschwindigkeit war - ausgenommen Abkühlung auf Stickstofftemperatur - wesentlich kleiner als 50 K/min. Die Temperaturen ließen sich während der Verformung auf  $\pm 2$ K konstant halten; die Messung erfolgte mit einem Fe-Konst.-Thermoelement.

### 2.3.2 Schubverformung

Für Schubexperimente wurde die von Franzbecker konstruierte Apparatur (Fig. 1 in [1]) benutzt, die sich für quantitative Messungen in die Instron, für Probenbedampfung in Matuchas Vakuumtopf [17] einbauen ließ. Um zu vermeiden, daß die Proben vorverspannt wurden, mußte der Einbau der Fassungen in die Apparatur mit weichem, noch nicht ausgehärtetem Kleber erfolgen. Alle Proben wurden mit UHU Plus in Fassungen eingeklebt. Dies erforderte eine Aushärtzeit von  $\approx 20$  Stunden. Gegenüber schnell aushärtendem Kleber (Stabilit Express) hatte UHU Plus jedoch folgende Vorzüge :

- a) Geringe Verspannung der Proben beim Aushärten. Die Gesamtverspannung, inklusive zusätzliche Verspannung durch die Temperaturempfindlichkeit der Instron, betrug maximal  $0,25 \text{ N/mm}^2$ . Verspannungen senkrecht zur Verformungsrichtung konnten nicht kompensiert werden.
- b) Höhere Viskosität führte zu guter Benetzung der Probenoberflächen und damit zu besserer Haftung. Bei Stabilitklebung zeigte sich schon nach geringer Verformung deutlich ein Ablösen des Kristalls von den Fassungen.
- c) Die Verarbeitungszeit von 1 Stunde (gegenüber  $\approx 8$  min bei Stabilit Express) ermöglichte einen langsamen, sorgfältigeren Einbau.

Die benutzte Apparatur hatte den Nachteil, daß sie für Temperaturversuche vollständig in die in 2.3.1 beschriebenen Bäder getaucht werden mußte. Dies ergab Schwierigkeiten bei der Messung von kleinen Schubspannungen ( $< 1 \text{ N/mm}^2$ ), da die seitliche Verspannung der ziemlich massiven Apparatur nicht kompensiert werden konnte. Franzbeckers Messungen bei Temperaturen  $< 0^\circ\text{C}$  lassen sich nur bei hohen kritischen Schubspannungen ( $> 8 \text{ N/mm}^2$ ) durchführen, wo solche Effekte wohl vernachlässigt werden können. Bei Temperaturen über  $50^\circ\text{C}$  wurde der Kleber weich.

Alle Proben wurden mit einem Verhältnis  $1/3,5^2 < q < 2/3,5^2$  ( $q$  : Fassungsabstand/ Probenquerschnitt) verformt. Die mittlere Abgleitgeschwindigkeit lag je nach Fassungsabstand zwischen  $(4 - 8) 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ .

### 3. Experimentelle Ergebnisse

#### 3.1 Kritische Schubspannung

Die Festlegung der kritischen Schubspannung  $\tau_0$  aus der Verfestigungskurve erfolgt im allgemeinen durch Extrapolation von Bereich I auf die elastische Gerade. Bei der Vielfalt der Erscheinungsformen des Abknickpunktes ist diese Festlegung jedoch nicht immer sinnvoll. So zeigten viele Kristalle anfangs einen etwas größeren Verfestigungsanstieg als in Bereich I. Dies kann die Folge von anfänglicher Mehrfachgleitung und unebenen Druckflächen gewesen sein. Eine Verlängerung von Bereich I ergab in diesen Fällen ein höheres  $\tau_0$  und ließ sich bei einem kurzen linearen Bereich zudem nur ziemlich willkürlich festlegen. Deshalb wurde im Falle eines stärker gerundeten Übergangs als  $\tau_0$  die Schubspannung bei  $a = 0,2\%$  genommen. Somit entspricht  $\tau_0$  bei Druckproben der tatsächlichen Fließspannung bei  $a \leq 0,2\%$ .

Auf  $\langle 110 \rangle \{110\}$ -Systemen schubverformte Proben zeigten einen scharfen Übergang mit anschließendem Plateau. Als  $\tau_0$  wurden diejenigen Werte genommen, die sich durch Verlängerung des anfänglichen Verfestigungsbereichs auf den elastischen Anstieg ergaben. Im Falle von  $\langle 110 \rangle \{100\}$ -Schubverformung, wo bei dotierten Proben ausgeprägte Streckgrenzen auftraten, wurde der untere Streckgrenzenwert gewählt.

Die Umrechnung der Meßkurven  $K(s)$  auf Schubspannungs-Abgleitungs-Kurven  $\tau(a)$  erfolgte mit den folgenden Beziehungen für Einfachgleitung; spannungsoptische Untersuchungen druckverformter Proben zeigten, daß Gleitung eines Systems über größere Probenabschnitte auftritt. Die gleichen Beobachtungen machte Strunk [18] bei elektronenmikroskopischen

Durchstrahlungsexperimenten an NaCl.

Druck [19]:

$$\tau = \frac{K}{Q_0} \left( \frac{l}{l_0} \right)^2 \cos \lambda_0 \left[ 1 - \left( \frac{l}{l_0} \right)^2 \sin^2 \theta_0 \right]^{1/2}$$
$$a = \left\{ \left[ \left( \frac{l_0}{l} \right)^2 - \sin^2 \theta_0 \right]^{1/2} - \cos \theta_0 \right\} / \cos \lambda_0$$

wobei  $l = l_0 - (s - s^*)$

mit :

K : Last

$Q_0$  : Ausgangsquerschnitt der Probe

$l_0$  : Ausgangslänge

$\lambda_0$  :  $\varphi$  Stabachse / Gleitrichtung

$\theta_0$  :  $\varphi$  Stabachse / Gleitebenennormale

s : Balkenweg der Instron-Verformungsmaschine

$s^*$  : elastische Dehnung der Apparatur

Schub [20]:

$$\tau = \frac{K}{Q_0} \sin \varphi$$
$$a = \frac{s - s^*}{\Delta}$$

mit :

$\varphi$  :  $\varphi$  Probenachse / Burgersvektor

$\Delta$  : Fassungsabstand

---

Alle Meßwerte sind durch mindestens zwei Proben einer Verformungsserie belegt.

### 3.1.1 Abhängigkeit von der Zusatzkonzentration

#### a) $\tau_0$ für $\langle 110 \rangle \{110\}$ - Gleitung bei RT im Druck- und Schubversuch

Die Abhängigkeit von  $\tau_0$  auf  $\langle 110 \rangle \{110\}$ ,  $\tau_0^{\{110\}}$ , von der  $\text{Sr}^{++}$  - Konzentration (Atom - ppm) ist für Druck- in Fig. 4 und Schubverformung in Fig. 5 (offene Kreise) dargestellt. In beiden Fällen erhält man einen linearen Verlauf. Innerhalb der Fehlergrenzen besteht gute Übereinstimmung von Schub- ( $\pm 2\%$ ) mit Druckwerten ( $\pm 5\%$ ). Dies wurde nicht unbedingt erwartet, da bei der Umrechnung von  $K(s)$  auf  $\tau(a)$  Spannungsinhomogenitäten unberücksichtigt blieben (hierauf wird noch näher in 3.3 eingegangen). Zusätzlich sind in Fig. 5 noch die Plateauspannungen eingezeichnet (Kurve a'). Sie liegen etwa 9% über den kritischen Schubspannungen. Der Achsenabschnitt  $\tau_0^{\{100\}*} = 0,52 \text{ N/mm}^2$ , Extrapolation auf  $c_{\text{Sr}^{++}} = 0$ , gibt den Beitrag der übrigen unerfaßten Verunreinigungen und der Ausgangsversetzungsdichte an.

Ein linearer Zusammenhang zwischen  $\tau_0^{\{110\}}$  und  $c$  bei RT ist bereits für unterschiedlich dotierte Alkalihalogenide gefunden worden. Ein Vergleich der Steigungen  $r$  zeigt, daß diese sich für alle vier Substanzen mit verschiedenen Zusätzen unwesentlich voneinander unterscheiden (Tab. 1).

#### b) $\tau_0$ für $\langle 110 \rangle \{110\}$ - Gleitung bei 77K im Druckversuch

Bei tiefen Temperaturen liegt  $\tau_0^{\{110\}}$  erheblich höher als bei RT (Fig. 4). Der Anstieg mit der Verunreinigungskonzentration ist nicht mehr linear. Der Achsenabschnitt  $\tau_0^{\{110\}*} (77 \text{ K}) = 1,73 \text{ N mm}^{-2}$  gibt den Beitrag der unerfaßten Hindernisse für die Versetzungsbewegung bei dieser Temperatur an.

c)  $\tau_0$  für  $\langle 110 \rangle \{100\}$  -Gleitung bei RT im Schubversuch

Die im Schubversuch ermittelte kritische Schubspannung für Gleitung auf  $\langle 110 \rangle \{100\}$  in Abhängigkeit von der Konzentration zeigt Kurve b in Fig. 5. Zusätzlich sind in diese Figur die Werte für die obere Streckgrenze (Kurve b') eingetragen.

Die Unterschiede zu  $\tau_0^{\{110\}}$  (c) sind folgende :

1.  $\tau_0^{\{100\}}$  ist stets höher als  $\tau_0^{\{110\}}$ , jedoch nimmt das Verhältnis  $\tau_0^{\{100\}} / \tau_0^{\{110\}}$  mit steigender Verunreinigungskonzentration ab (Fig. 6). Um auch Kristalle unbekannter Verunreinigungskonzentration in die Meßreihen einordnen zu können, wird  $\tau_0^{\{110\}}$  als Maß für den effektiven Verunreinigungsgehalt gewählt. Der Wert 2,4, den man durch Extrapolation auf  $\tau_0 = 0$  erhält, stellt offenbar eine obere Grenze dar.
2.  $\tau_0^{\{100\}}$  steigt monoton mit  $c_{Sr^{++}}$  (aber nicht linear).

Punkt 1 steht in Einklang mit Messungen an schubverformtem KCl [ 2 ] und NaCl [ 1,5 ] für zwei verschiedene Konzentrationen. Vergleicht man  $\tau_0^{\{100\}} / \tau_0^{\{110\}}$  der reinsten untersuchten Kristalle dieser Substanzen miteinander, so ist ein deutlicher Gang mit der Polarisierbarkeit zu erkennen (Tab.2).

### 3.1.2 Abhängigkeit von der Temperatur

Die Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung ist für verschiedene Zusatzkonzentrationen in Fig. 7 dargestellt.  $\tau_o \{110\}$  (Druck) läßt sich in einen stark und oberhalb  $T_o$  in einen schwach temperaturabhängigen Bereich aufteilen. (Die letztere Variation gleicht der des Schubmoduls, gestrichelte Linie in Fig. 7 :

$$\tau_o(RT) = \frac{\mu(T)}{\mu(RT)}, \quad \mu = (c_{44}(c_{11} - c_{12})/2)^{1/2}, \quad c_{ik}(T) \text{ nach [69] ).}$$

Die Übergangstemperatur  $T_o$  verschiebt sich mit zunehmender Konzentration leicht zu tieferen Temperaturen hin.

$\tau_o \{100\}$  (T) wurde wegen experimenteller Schwierigkeiten (vgl. 2.3.2) nur in einem kleinen Temperaturbereich gemessen (0 - 50°C). Im Gegensatz zu  $\tau_o \{110\}$  befindet man sich mit  $\tau_o \{100\}$  bei diesen Temperaturen nicht im temperaturunabhängigen Bereich.\*) Der monotone Abfall mit steigender Temperatur wird steiler für wachsende Konzentrationen. Sowohl  $\tau_o \{100\} - \tau_o \{110\}$  als auch  $\tau_o \{100\} / \tau_o \{110\}$  steigen mit fallender Temperatur.

Diese Ergebnisse stimmen mit Messungen von Steinbrech an KCl [2] überein, während Franzbecker bei NaCl (p.a.) [1] einen Plateaubereich fand, was bedeutet, daß sich bei  $\langle 110 \rangle \{100\}$ -Gleitung  $T_o$  mit steigender Konzentration zu höheren Temperaturen hin verschieben würde, im Gegensatz zur  $\langle 110 \rangle \{110\}$ -Gleitung.

### 3.2. Abhängigkeit der Verfestigungsparameter von der Zusatzkonzentration

Es werden folgende charakteristische Größen betrachtet :

$\mathcal{J}_I$  : Steigung des linearen Teils von Bereich I

$\mathcal{J}_{II}$  : Steigung des linearen Teils von Bereich II

$a_{II}$  : Länge von Bereich I, ermittelt durch den Schnittpunkt der linearen Teile von Bereich I und II

---

\*) Genau genommen nicht im schwach temperaturabhängigen Bereich;  $\tau_o = \tau_o(\mu(T))$ .



Alle Angaben über Verfestigungsparameter von Schubproben gelten für den in 2.3.2 angegebenen  $q$  - Wert. Der Einfluß des Fassungsabstandes wurde von Franzbecker an NaCl [1] untersucht.

Die Meßwerte von  $\mathcal{J}_I$  und  $\mathcal{J}_{II}$  sind mit einem durchschnittlichen Fehler von  $\pm 15\%$  behaftet, während der Fehler von  $a_{II}$  teilweise um 10% höher liegt.

### 3.2.1 Verfestigungskurven

Den typischen Verlauf der RT - Verfestigungskurven verschieden stark dotierter KBr - Kristalle zeigen Fig. 8, 9 und 10. Als unterschiedliches charakteristisches Merkmal läßt sich die Form des Übergangs elastisch-plastisch erkennen. Druckproben (Fig. 8) zeigen zunächst über kurze Abgleitung einen höheren Verfestigungsanstieg als  $\mathcal{J}_I$ , während Gleitung auf dem gleichen System im Schub (Fig. 9) durch einen scharfen Übergang mit nachfolgendem Plateau gekennzeichnet ist. Die Länge des Plateaus nimmt mit steigender Zusatzkonzentration zu. Bei  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Gleitung tritt ein noch stärkerer Streckgrenzeneffekt auf, der umso ausgeprägter erscheint, je höher die Konzentration ist (Fig. 10).

Die Parameter  $\mathcal{J}_I$ ,  $\mathcal{J}_{II}$ ,  $a_{II}$  werden in den folgenden drei Abschnitten aufgeführt.

### 3.2.2 Steigung von Bereich I (Fig. 11)

$\mathcal{J}_I$  für Druckmessungen steigt innerhalb der Fehlergrenze linear mit der Zusatzkonzentration, während  $\mathcal{J}_I$  im  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Schub als konzentrationsunabhängig anzusehen ist, und eine untere Verfestigungsgrenze  $\mathcal{J}_{I \min} \approx 10 \text{ N mm}^{-2}$  darstellt.  $\mathcal{J}_I$  im  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Schub zeigt einen kontinuierlichen Abfall mit steigender Konzentration und eine Annäherung an  $\mathcal{J}_{I \min}$ .

### 3.2.3 Steigung von Bereich II (Fig. 12)

$\mathcal{J}_{II}$  ist sowohl für  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Druck- und Schubverformung annähernd konzentrationsunabhängig.  $\mathcal{J}_{II}$  im Druck liegt etwa einen Faktor 3,  $\mathcal{J}_{II}$  im Schub etwa einen Faktor 1,5 höher als  $\mathcal{J}_{I \text{ min}}$ .  $\mathcal{J}_{II}$  für  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Schub fällt monoton mit der Zusatzkonzentration.

### 3.2.4 Länge von Bereich I (Fig. 13)

$a_{II}$  steigt in allen drei Fällen mit der Zusatzkonzentration, wobei die  $\{110\}$  - Schubwerte etwa 5% über denen des Drucks liegen.

## 3.3 Nachweis der betätigten Gleitsysteme beim Schubversuch

Nach Rechnungen von Steinbrech [2] treten beim Schubversuch nicht allein Schubspannungen über die Probe auf, sondern auch alle Übergangsformen bis hin zu Zug- und Druckspannungen. Zur Erzeugung von Einfachgleitung wählt man deshalb als Probenachse eine Orientierung, die auch im Druck- (Zug-) Versuch benutzt wird, weil dann das gewünschte Gleitsystem in den Probenbereichen, wo vornehmlich Druck- und Zugspannungen auftreten, einen günstigen Schmidfaktor besitzt. Trotzdem können andere Systeme schon allein wegen der unterschiedlichen kritischen Schubspannungen nicht völlig ausgeschlossen werden. Um zu entscheiden, inwieweit Einfachgleitung realisiert werden konnte, wurden Seitenfläche (SF) und Unterseite (US) der Proben lichtmikroskopisch und mittels der Replicamethode [17,1] untersucht.

### 3.3.1 $\langle 110 \rangle \{110\}$ - Gleitsystem

Bereits lichtmikroskopisch konnten grobe Gleitstufen auf der US erkannt werden. Die Entscheidung, ob auch Gleitung auf dem orthogonalen System stattgefunden hatte, konnte so nicht getroffen werden. Dies gelang erst durch Replicas der US, die zur Kontrastbildung mit Pt-Ir beschattet wurde. Die beiden orthogonalen Systeme unterscheiden sich dann durch helle und dunkle Linien. Alle untersuchten Proben zeigten in der Hauptsache Gleitung auf dem erwarteten Gleitsystem, wobei die Häufigkeit des Auftretens des orthogonalen Systems bei reinen Kristallen größer war. Starke Gleitung auf dem falschen System machte sich schon durch einen stärkeren Verfestigungsanstieg bemerkbar. Bei hoher Abgleitung traten auch vereinzelt auf der SF Gleitspuren der schrägen  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Systeme auf. Mit zunehmender Dotierung wurde die Gleitung inhomogener. Außerdem nahm die Länge der Gleitlinien ab. Für quantitative Aussagen wäre eine statistische Untersuchung erforderlich.

Wertvolle Informationen konnten zusätzlich durch Anätzen der SF gewonnen werden. Dabei wurde das Ätz- und Spülmittel mit einer Spritzflasche auf die unter Last stehende Probe gespritzt. Zur Vermeidung von zusätzlichen undefinierbaren Spannungen wurde ein Ausbau der Fassungen absichtlich vermieden. Um zu sehen, inwieweit sich die Gleitung in den Fassungen abspielt, wurde der Fassungsdeckel fortgelassen. Das Ergebnis dieser Untersuchung zeigt Fig. 14.

Es läßt sich folgendes erkennen :

- a) Die Gleitung findet im wesentlichen auf dem richtigen System statt. Einige wenige orthogonale Gleitspuren - leicht verbogen - müssen zu Beginn der Verformung entstanden sein.
- b) Die Gleitung ist auf den Bereich zwischen den Fassungen beschränkt. Der in die Berechnung der Abgleitung eingehende Fassungsabstand stimmt mit dem tatsächlichen Abgleitungsbereich auf  $\approx 20\%$  überein.

### 3.3.2 <110 > {100}- Gleitsystem

Beim Schub  $[1\bar{1}1]$ - orientierter Proben wurde wegen der inhomogenen Spannungsverteilung neben dem Gleitsystem  $[1\bar{1}0](001)$  auch Störgleitung auf  $\{110\}$ ,  $\{100\}$  und  $\{111\}$  Ebenen erwartet. Die Schnittlinien dieser bisher am häufigsten makroskopisch beobachteten Gleitebenen mit der  $(\bar{1}12)$  US und  $(110)$  SF der Probe sind in Fig. 15 eingezeichnet.

Im Gegensatz zu  $[100]$ - orientierten Proben waren bei  $[1\bar{1}1]$  auf der US lichtmikroskopisch keine geraden Gleitlinien, sondern nur eine wellige Struktur zu erkennen, welche die Richtung des erwarteten  $[1\bar{1}0](001)$  - Gleitsystems aufwies; senkrecht zu  $[1\bar{1}1]$  (Fig. 16a). Der Vergleich mit einer unverformten  $(\bar{1}12)$  - Fläche schließt einen Poliereffekt aus (Fig. 16b).

Auf der SF dagegen war das Bild völlig geändert (Fig. 17). Hier konnte man in Kantennähe, wo die Proben durch das Polieren leicht abgeschrägt waren und der Burgersvektor deshalb nicht mehr parallel zur Oberfläche liegt, Gleitstufen finden, die parallel zur Schubrichtung verliefen.

Anätzen der SF mit Ätzmittel B (Fig. 18) zeigte, daß neben Gleitbändern in Burgersvektorrichtung auch Spuren von schrägen  $\{100\}$  und weniger stark von  $\{110\}$ - Ebenen auftraten. Der Anteil dieser Systeme nahm mit zunehmender Reinheit der Kristalle zu. Auch hier stimmte die Breite des Abgleichungsbereichs mit dem gemessenen Fassungsabstand auf  $\approx 20\%$  überein. Gleitbänder der Störgleitebenen erstreckten sich weiter in die Fassungen.

In Fig. 15 ist ersichtlich, daß eine eindeutige Aussage über das betätigte System nur gemacht werden kann, wenn eine Zu-

ordnung sowohl auf SF wie auf US erfolgt ist, weil z.B. das erwartete System  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (001) und die Systeme  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (111) und  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (11 $\bar{1}$ ) auf der SF die gleiche Spur ergeben, sich aber auf der US unterscheiden. Da ein Anätzen der US mit Ätzmittel A unter den in 3.3.1 angeführten Bedingungen nicht gelang, wurde wie folgt zwischen dem  $\langle 110 \rangle$   $\{100\}$  - und den  $\langle 110 \rangle$   $\{111\}$  - Systemen entschieden. Die Probe wurde nach der Verformung auf der (001) Ebene gespalten und angeätzt. Da die (111)- und (11 $\bar{1}$ ) - Ebenen schräg zur (001)-Ebene stehen, hätten die Stufenversetzungen dieser Systeme auch auf (001) Gleitbänder in  $[\bar{1}\bar{1}0]$  - Richtung ergeben müssen, was nicht der Fall war.

Ursprünglich sollte der Nachweis des  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (001)-Gleitsystems allein mittels der Replicamethode geführt werden, da Gleitlinienaufnahmen von Franzbecker an NaCl dies nahelegten. In neuerer Zeit durchgeführte Untersuchungen von Steinbrech an NaCl konnten Franzbeckers Aussagen von homogener Einfachgleitung jedoch nicht bestätigen; (001) Gleitstufen wurden auf der US nicht beobachtet.

Dieses Ergebnis deckt sich mit Replica-Untersuchungen der  $\{112\}$  US von KBr - Proben (Fig. 19a). Auch hier konnten keine individuellen Gleitlinien aufgelöst werden. Die Oberflächenstruktur gleicht immer noch der von Fig. 16. Zum Vergleich ist wieder ein Oberflächenabdruck einer unverformten Probe gegenübergestellt (Fig. 19b).

Für ein höheres Auflösungsvermögen wurden einige Proben - US zwischen den Fassungen so angeschrägt, daß die neue US ungefähr  $30^\circ$  von der  $[\bar{1}\bar{1}1]$  - Orientierung abwich. Dadurch war es mit den benutzten Fassungen möglich, einen Beschattungswinkel  $< 10^\circ$  zu erreichen, was die Auflösung kleiner Gleitstufen erhöht. Außerdem sind die Gleitstufen etwas höher, weil der Burgersvektor nahezu senkrecht aus der Oberfläche austritt. Auch mit diesem Verfahren konnte keine eindeutige Gleitlinienstruktur, vergleichbar mit  $\langle 110 \rangle$   $\{110\}$  - Gleit-

tung, senkrecht zu  $[1\bar{1}1]$  aufgelöst werden. Stellenweise angedeutete kurze Linienstücke zeigten keine einheitliche Richtung.

Ähnliche Beobachtungen wurden an verformtem Niob gemacht [23]. Auf der Fläche, wo die Versetzungen hauptsächlich mit Stufenkomponenten heraustreten, wurden gerade Gleitstufen registriert; auf der Fläche, wo vornehmlich Schraubenkomponenten heraustreten, war eine wellige Quergleitstruktur zu sehen.

Die Neigung zur Quergleitung von  $\langle 110 \rangle \{100\}$  Schraubenkomponenten bestimmt auch die Ätzgrübchenanordnung (Fig. 20). Während reine Stufen scharfe Bänder ergeben, zeigen Versetzungen gemischten Typs aufgelockerte Bänder verschiedener Breite und Länge, deren Richtung teilweise um  $10^\circ$  von der erwarteten Oberflächenspur abweicht. Klyavin u.a. [24] machten die gleichen Beobachtungen mit Ätzgrübchenuntersuchungen an druckverformten NaCl-Proben mit einer um  $10^\circ$  von  $[1\bar{1}1]$  abweichenden Achsenorientierung.

Eine genauere Analyse mittels Durchstrahlungselektronenmikroskopie wird zur Zeit von H. Strunk, MPI Stuttgart, an schubverformten KCl - Proben von Steinbrech durchgeführt. Eine erste Untersuchung zeigte Versetzungen vom gewünschten Typ, jedoch auch viel Störgleitung. Detailliertere Aussagen können erst dann gemacht werden, wenn die durch das Dünnen der Folien verursachte Oberflächenätzung die Qualität der Durchstrahlungskontraste nicht mehr herabsetzt. Außerdem wird vermutet, daß beim Ausbau der Fassungen die Probe eventuell undefinierte Verformungen erlitten hat. Es ist daher angebracht, die Proben direkt aus der entlasteten Apparatur herauszusägen.

#### 4. Diskussion der Ergebnisse

##### 4.1 Vergleich der Ergebnisse mit Theorien zur kritischen Schubspannung von Alkalihalogeniden

Die Ergebnisse von 3.1 zeigen, daß die Zulegierung zweiwertiger Kationen ( $\text{Sr}^{++}$ ) zu analysenreinem KBr die kritische Schubspannung der Gleitsysteme  $\langle 110 \rangle \{110\}$  und  $\langle 110 \rangle \{100\}$  unterschiedlich stark beeinflußt. Aus der reinigenden Wirkung der Schutzgasbehandlung und der damit verbundenen Senkung der kritischen Schubspannung des Ausgangsmaterials kann geschlossen werden, daß auch bei den reinsten verwendeten Kristallen Verunreinigungen das Einsetzen plastischer Verformung bestimmen. Nach Friedrichs und Haasen [25] ist die Spannung zur Bewegung einer Versetzung über ein Spektrum von Punkthindernissen (verdünnte Legierung: Reichweite der Wechselwirkung (WW) klein gegen Fremdatomabstand) gegeben durch eine Verallgemeinerung der Fleischer-Friedelschen Beziehung:

$$\tau_o^{FH} \sim \varnothing(T) \frac{\sum_i c_i f_{oi}^2}{(\sum_i c_i f_{oi})^{1/2}} \quad (1)$$

mit:  $f_{oi}$ : maximale WW des Kraft-Abstands-Profiles der Fremdatomsorte  $i$

$\varnothing(T)$ : temperaturabhängige Funktion

Da von dem Restverunreinigungsgehalt keine Angaben über Zusammensetzung und WW-Stärken existieren, kann eine Überprüfung der Ergebnisse anhand dieser Formel nicht vorgenommen werden. Sie wird jedoch für theoretische Überlegungen weiter unten gebraucht. Computersimulation der Versetzungsbewegung durch eine statistische Verteilung von schwachen Punkthindernissen von Foreman und Makin [26] bestätigte Beziehung (1) für eine Hindernissorte. Für eine Verteilung

von zwei Hindernissorten mit den Hindernisstärken  $f_{01}$ ,  $f_{02}$  ergaben Computereperimente für  $f_{01} \approx f_{02}$

$$\tau_o^{FM} = \sqrt{\tau_{01}^2 + \tau_{02}^2} \quad (2)$$

wobei  $\tau_{0i}$  die kritischen Schubspannungen der binären Legierungen sind [27].

Nimmt man an, daß die mittlere WW - Stärke der unbekanntenen Verunreinigungen  $\overline{f_{ou}}$  in der Größenordnung von  $f_{oSr^{++}}$  liegt, so kann man mit Hilfe von Gleichung (2) den Beitrag der  $Sr^{++}$  - Konzentration aus der gemessenen kritischen Schubspannung separieren :

$$\tau_{oSr^{++}} = \sqrt{\tau_o^2 - \tau_{ou}^2}$$

Fig. 21 zeigt die Abhängigkeit  $\tau_{oSr^{++}} = \sqrt{\tau_o^{\{110\}}^2 - \tau_o^{\{110\}*2}}$  und  $\tau_{oSr^{++}}^{\{100\}} = \sqrt{\tau_o^{\{100\}}^2 - \tau_o^{\{100\}*2}}$  von der  $Sr^{++}$  - Zulegierung bei 77 K bzw. RT. In beiden Fällen ist eine Wurzelabhängigkeit von der Zulegierung recht gut erfüllt. Bei  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  - Gleichung führt bereits bei RT der induzierte Snoekeffekt [41] zu einer linearen Abhängigkeit von der Zusatzkonzentration (Fig. 4).

Im folgenden soll überprüft werden, ob die Modellvorstellungen zur Berechnung der maximalen WW - Energie bzw. WW - Kraft zwischen Verunreinigungen und Versetzungen die Steigungen  $\tau_o / \sqrt{c}$ , das Temperaturverhalten der kritischen Schubspannung und die Abhängigkeit der Gleitanisotropie von der Polarisierbarkeit erklären können. Dabei wird davon ausgegangen, daß in dem gewählten Konzentrations- und Temperaturbereich die Fremddionen in der Form von Verunreinigungs-Leerstellen-Paaren vorliegen [28]. Solche "Dipole" entstehen aufgrund elektrostatischer Anziehungskräfte zwischen den zweiwertigen Fremddionen und den zur Ladungskompensation



notwendigen Leerstellen des Kristallgitters. Sie stellen Gitterstörungen dar und führen deshalb zur WW mit Versetzungen.

- a) Frank [ 29, 28 ] nimmt an, daß der Anstieg der kritischen Schubspannung der  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitsysteme unterhalb RT durch elastische WW der Versetzungen mit dem tetragonalen Verzerrungsfeld von  $\langle 110 \rangle$  - Dipolen herbeigeführt wird. Die Spannung, die für den Vorbeigleitprozeß erforderlich ist, beträgt für Schraubenversetzungen :

$$\tau_o^{Fr} = \frac{(9 + \sqrt{6})\sqrt{3}\mu \Delta\lambda^* \sqrt{c_{eff}}}{48 \sqrt{2} \pi d^2} \left[ 1 - \frac{(48 \sqrt{2} \pi d k T}{(9 + \sqrt{6})\sqrt{3}\mu b^3 \Delta\lambda^*} \ln\left\{\frac{nb^2 \nu}{a}\right\} \right]^{1/2} \quad (3)$$

mit :

d : Abstand der Dipole von der Gleitebene, in Einheiten von b

$\Delta\lambda^*$  : Dipolstärke; Differenz zwischen longitudinaler und transversaler Verzerrung

k : Boltzmann - Konstante

$\nu$  : Debye - Frequenz

n : bewegliche Versetzungsdichte bei Verformungsbeginn

$c_{eff}$ : effektive Hinderniskonzentration,  $c_{eff} = 4/3 c_D$

$c_D$  : atomare Konzentration der Dipole

$\mu$  : Schubmodul,  $\mu = (c_{44} (c_{11} - c_{12})/2)^{1/2}$ ,  $c_{ij}$  elastische Konstanten ( $\mu = \text{eff. Modul, Energiefaktor [ 45] }$ )

Trägt man  $\tau_{oSr^{++}}^{1/2}$  gegen  $T^{1/2}$  auf, so läßt sich aus der Steigung d und aus dem Achsenabschnitt  $\Delta\lambda^*/d^2$  und somit  $\Delta\lambda^*$  berechnen. Fig. 22, Kurve b (71 ppm  $Sr^{++}$ ) entnimmt man  $\tau_{oSr^{++}}^{1/2} (T=0) = 4,4 (Nmm^{-2})^{1/2}$  und die Steigung  $0,22 \left(\frac{Nmm^{-2}}{K}\right)^{1/2}$ . Mit  $n \approx 2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ \*,  $b=4,65 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ ,

\*) Über die Gesamtversetzungsdichte bzw. den Bruchteil der beweglichen Versetzungsdichte bei  $\tau_o$  liegen für KBr keine Angaben vor. Deshalb wurde in  $\tau_o$  Anlehnung an Frank n in der Größenordnung von  $N_o$  gewählt. Dies erscheint vertretbar, zumal n nur logarithmisch in d eingeht.

$\dot{a} = 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ ,  $\nu \approx 10^{13} \text{ sec}^{-1}$  erhält man

$$\begin{aligned} d &= 0,47 \\ \Delta\lambda^* &= 0,48 . \end{aligned}$$

$d$  liegt sehr nahe bei dem erwarteten Abstand  $d = 0,5$ , der jedoch die Gitterrelaxation in der Nähe der Dipole nicht berücksichtigt.  $\Delta\lambda^*$  läßt sich größenordnungsmäßig vertreten. Frank erhielt als Bestwerte für (LiF : Mg<sup>++</sup>)  $\Delta\lambda^* = 0,52$  und für (NaCl : Ca<sup>++</sup>)  $\Delta\lambda^* = 0,57$ . Als Aktivierungsenergie  $\Delta G_0$  bei  $\tau = 0$  erhält man aus der Beziehung

$$\Delta G_0 = \frac{(9 + \sqrt{6})\sqrt{3} \mu b^3 \Delta\lambda^*}{48\sqrt{2} \pi d}$$

$$\Delta G_0 = 0,58 \text{ eV.}$$

Mit den aus der Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung für 71 ppm Sr<sup>++</sup> - Kristalle abgeleiteten Größen  $d$  und  $\Delta\lambda^*$  läßt sich überprüfen, ob sie den Verlauf von  $\tau_0$  in Abhängigkeit von der Konzentration bei 77 K richtig beschreiben. Durch Einsetzen in Beziehung (3) erhält man  $\tau_0(77\text{K}) / \sqrt{c_D} = 708 \text{ N mm}^{-2}$ , in guter Übereinstimmung zur experimentellen Steigung von  $703 \text{ N mm}^{-2}$  (Fig. 21).

- b) Gegenüber Frank berücksichtigen Mitchell und Heuer [30], daß der mittlere Abstand  $l$  der von der Versetzung berührten Fremdatome sich mit der Spannung  $\tau$  ändern kann. Während Frank mit  $l \sim 1/\sqrt{c_D}$   $\tau_0^{\text{Fr}}(T=0) \sim \frac{\Delta\lambda^*}{d^2} \sqrt{c_D}$  erhält, führt bei Mitchell und Heuer  $l^3 \sim 1/\tau c_D$  zu  $\tau_0^{\text{MH}}(T=0) \sim \left(\frac{\Delta\lambda^*}{d^2}\right)^{3/2} \sqrt{c_D}$ . Außerdem berücksichtigen sie durch Verwendung einer Kraft - Abstands - Funktion der Fremdatom-Versetzungs-WW von Barnett und Nix [31] die starke elastische Anisotropie der Ionenkristalle. Diese Funktion besitzt drei Extremwerte, von denen einer

stark anziehender und einer stark abstoßender Natur ist. Bei der Berechnung der kritischen Schubspannung nehmen Mitchell und Heuer ein statistisches Mittel von  $f_{\max}^+$  und  $f_{\max}^-$  entsprechend Gleichung (1) und erhalten für die WW von Schraubenversetzungen der Gleitsysteme  $\langle 110 \rangle \{110\}$  mit elastischen  $\langle 110 \rangle$  - Dipolen bei  $T=0$  :

$$\tau_o^{MH} = \left( \frac{1,2 \hat{\Omega} \Delta \lambda^*}{4 \pi d^2} \right)^{3/2} \left( \frac{\beta t}{\Omega b^7} \right)^{1/2} \left( \frac{\alpha^{7/2} c_{44}^3}{\gamma_s \mu} \right)^{1/2} c_D^{1/2} \quad (4)$$

mit :

- $\hat{\Omega}$  : Defektvolumen,  $\hat{\Omega} = 2\sqrt{2} b^3$
- $\beta$  : Bruchteil der Komplexe aller Orientierungen, die von einer Versetzung passiert werden:  $\beta = 2/3$
- $t$  : Abstand zwischen Defektion und Leerstelle,  
 $t \approx b = a/\sqrt{2}$ ,  $a$  Gitterkonstante
- $\Omega$  : Atomvolumen des Kations,  $\Omega = a^3/4$
- $\alpha$  : Anisotropiefaktor :  $\alpha = \frac{c_{11} - c_{12}}{2 c_{44}}$
- $\gamma_s$  : Linienspannung einer Schraubenversetzung in Einheiten von  $\mu b^2$

Mit  $d = 1$ ,  $\alpha = 3,42$ ,  $c_{44} = 0,53 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$ ,  
 $\mu = 0,98 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$ ,  $\gamma_s = 0,27 [30]$ , erhält man  
 $\tau_o^{MH} / c_D^{1/2} = \Delta \lambda^* \cdot 0,87 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$ . Aus dem Vergleich mit dem experimentellen Wert  $\tau_o^{1/2} (T = 0) = 4,4 (\text{N mm}^{-2})^{1/2}$  für 71 ppm  $\text{Sr}^{++}$  (Fig. 22) ergibt sich

$$\Delta \lambda^* = 0,41$$

Mitchell und Heuer wählen als mittleren Abstand der Dipole von der Gleitebene  $d = 1$ , weil sie annehmen, daß bei dem kürzesten Abstand  $d = 0,5$  die Anwendung der linearen Elastizitätstheorie zweifelhaft ist. ( $d = 0,5$  ergäbe  $\Delta \lambda^* \approx 0,1$ ). Der Verzerrungsparameter  $\Delta \lambda^*$  hängt also von gewissen Annahmen ab; die größten Unsicherheiten stecken in den Werten von  $d$  und  $\hat{\Omega}$ . Eine ausführliche Diskussion der in (4) eingehenden Faktoren

ist in [30] zu finden.

- c) Nach einem Modell von Gilman [32] führt das Durchgleiten der Versetzung durch einen Dipol zu einer Trennung der Dipolkomponenten, wobei durch die Abstandsvergrößerung ein Anstieg seiner elektrostatischen Selbstenergie bedingt ist. Eine Erweiterung dieses Modells wurde von Mitchell und Heuer vorgenommen. Sie behandeln die Dipole als Hindernisse, zwischen denen sich die Versetzung unter der wirkenden Spannung ausbeult. Danach ist die kritische Schubspannung bei  $T = 0$  gegeben durch :

$$\tau_o^G = \left( \frac{4 \beta \eta^3}{81 \sqrt{3} \gamma_s t^5 b^4 \Omega \mu} \right)^{1/2} c_D^{1/2}$$

mit  $\eta = e^2 / \pi \epsilon_o \epsilon$

- $e$  : Elementarladung  
 $\epsilon_o$  : elektrische Feldkonstante  
 $\epsilon$  : Dielektrizitätskonstante

Mit  $\epsilon = \epsilon_{\text{statisch}} = 4,78$  [3] erhält man

$\tau_o^G / c^{1/2} = 104 \text{ N mm}^{-2}$ , im Gegensatz zum experimentellen Wert von  $730 \text{ N mm}^{-2}$  bei 77 K und dem extrapolierten Wert von  $2300 \text{ N mm}^{-2}$  bei 0K, der mehr als eine Größenordnung höher liegt.

- d) Eine Erweiterung der elastischen Modellvorstellungen a und b auf die WW von Versetzungen der  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Gleitsysteme mit  $\langle 110 \rangle$  - Dipolen läßt innerhalb einer Substanz keine große Gleitanisotropie erwarten. Unter den Alkalihalogeniden müßte sich nur der schwache Gang des Schubmoduls abzeichnen. Zur Erklärung der starken Gleitanisotropie und deren Abnahme mit zunehmender Polarisierbarkeit geht Haasen [4] deshalb davon aus, daß neben der elastischen WW bei Schrauben- und Stufenversetzungen im Falle der Stufenversetzungen noch ein entscheidender

elektrostatischer WW - Beitrag hinzukommt und dieser bei Versetzungen von  $\langle 110 \rangle$   $\{100\}$  größer ist als von  $\langle 110 \rangle$   $\{110\}$ . Dies wird deshalb vermutet, weil die Extrahalb-ebene einer Stufenversetzung auf einer  $\{100\}$  - Ebene mit einer Ionenreihe gleichen Vorzeichens endet, während auf einer  $\{110\}$  - Ebene die Ionen am Ende der Extrahalb-ebene alternieren.

Nach dieser Theorie ergibt sich die gesamte WW - Energie durch Kombination von elektrostatischem (madelungsch berechnet) und elastischem Anteil (WW zwischen Stufenversetzung und tetragonalem Verzerrungsfeld der Dipole, bzw. parelastischer WW bei nicht assoziierten Fremdionen).

Mit (1) erhält man

$$\tau_o \sim \varnothing (T) \frac{E_{\text{elast}}^2 + E_{\text{elektr}}^2}{(E_{\text{elast}} + E_{\text{elektr}})^{1/2}} c^{1/2}$$

Da  $E_{\text{elektr}}$  mit zunehmender Polarisierbarkeit abnimmt, während  $E_{\text{elast}}$  sich nur leicht, wie der Schubmodul, ändert, läßt sich qualitativ die beobachtete Abnahme von  $\tau_o^{\{100\}}$  mit steigender Polarisierbarkeit der Substanz erklären (Tab. 2).

Die Annahme, daß  $\tau_o^{\{100\}}$  durch die starke Behinderung von Stufenversetzungen bestimmt ist, wird durch das beobachtete Quergleiten der Schraubenkomponenten untermauert. Schraubenversetzungen besitzen keinen geladenen Kern wie Stufenversetzungen. Ihre Bewegung ist deshalb hauptsächlich durch die elastische WW mit Verunreinigungen bestimmt. Ein kleiner elektrostatischer Beitrag kann sowohl bei Stufen- als auch Schraubenversetzungen noch aus der WW von geladenen Sprüngen und Kinken mit geladenen Defekten resultieren [36].

Die Berechnung der maximalen elektrostatischen WW-Energie erfolgt nach Haasen rein madelungsch in zwei aufeinanderfol-

genden Schritten. Zunächst wird die Extrahalbebene durch Ionenreihen entgegengesetzten Vorzeichens kompensiert und die Potentialbeiträge aufsummiert. Dann läßt man das Gitter in die Versetzungskonfiguration relaxieren und berechnet das zusätzliche Potential der Verschiebungsdipole. Mit diesem Verfahren läßt sich die Position maximaler WW bestimmen. Die WW-Energie beträgt :

$$U_{\max} = \frac{e^2}{\epsilon a} K_{\max}$$

$K_{\max}$  : Konstante, die vom Ebenentyp abhängt.

Als  $\epsilon$  muß bei rein madelungscher Rechnung die Hochfrequenzdielektrizitätskonstante benutzt werden, die nur den elektronischen Anteil enthält. Benutzt man wie Haasen die statische Dielektrizitätskonstante (mit zusätzlichem ionischen Verschiebungsanteil) zur Berechnung von  $U_{\max}$ , so ergäbe sich nur ein leichter zur experimentellen Beobachtung entgegengesetzter Gang der Gleitanisotropie (vgl.  $\epsilon_{\text{stat}}$  in [3]).

Das Verhältnis der elektrostatischen WW-Anteile  $\frac{U_{\max} \{100\}}{U_{\max} \{110\}} = R$  ist in jedem Fall substanzunabhängig.

Steinbrech [2], der Haasens Rechnungen in verbesserter Form wiederholt hat, erhielt als Verhältnis der WW mit einem zweiwertigen Ion,  $R_{\text{Me}^{++}} = 1,9$ , und mit einem Dipol,  $R_{\text{Dipol}} = 2,9$ . Diese Ergebnisse hängen jedoch stark von der Ionenkonfiguration im Versetzungskern ab. Haasen konstruiert den Versetzungskern mit Hilfe des elastischen Verschiebungsfeldes. Ein genaueres Verfahren wurde von Granzer u.a. [33] entwickelt. Danach werden unter Anpassung an elastische Randbedingungen die Ionenlagen im Kern solange variiert, bis die Versetzungsenergie minimal wird. Postada [34] erhielt unter Benutzung eines so konstruierten Kerns für NaCl rein madelungsch,  $R_{\text{Me}^{++}} = 2,2$ ,  $R_{\text{Dipol}} = 2,7$ .

Durch Hinzunahme von Ionenrumpfabstoßung und van der Waals-Anteilen sowie der Verschiebungspolarisation um geladene Punktfehler berechnete Potstada die gesamte WW - Energie (Assoziationsenergie) von Stufenversetzungen mit  $\text{Ca}^{++}$  - Ionen und Leerstellen in verschiedenen Positionen des Kerns. Auch hier ergab sich eine stärkere WW auf  $\{100\}$  mit nicht assoziierten zweiwertigen Ionen. Setzt man jedoch die WW-Energie zwischen Dipol und Stufenversetzung einfach additiv aus den getrennt berechneten Assoziationsenergien für Kation und Leerstelle zusammen, so ergibt sich kaum ein Unterschied für beide Ebenen. Ähnliche Rechnungen von Vlasák u.a. [ 35 ] weisen in vergleichbaren Positionen starke Differenzen zu Potstadas Ergebnissen auf. Anhand der Veröffentlichungen kann jedoch nicht erklärt werden, wie diese Unterschiede zustandekommen. Trotzdem läßt sich sagen, daß dieses Verfahren ziemlich empfindlich auf die Wahl der Potentialansätze und die Ionenkonfiguration im Versetzungskern reagiert. Es stellt sich deshalb die Frage, wie schwer die von Potstada angeführten Vernachlässigungen ins Gewicht fallen.

Wenn auch zwischen den bisherigen Rechnungen und den experimentellen Ergebnissen bei NaCl [ 1 ] noch starke Differenzen bestehen, so stützen doch die Messungen an KBr die Grundidee der von Haasen entwickelten Modellvorstellung.

Bei all diesen Überlegungen ist eine eventuelle Versetzungsaufspaltung nicht berücksichtigt worden. Zwischen aufgespaltenen Versetzungen und Fremdionen erwartet man eine geänderte Assoziationsenergie. Da die Stapelfehlerenergie mit wachsender Polarisierbarkeit der Substanz fällt, ist die Änderung nicht einheitlich. In welche Richtung ein Aufspaltungseffekt führen würde, kann nicht übersehen werden.

Die Versetzungsaufspaltung in Ionenkristallen ist jedoch umstritten. Nach Rechnungen von Fontaine und Haasen [46,47] können Versetzungen auf  $\{110\}$  und  $\{111\}$  - Ebenen aufspal-

ten, während eine Aufspaltung auf  $\{100\}$  aus elektrostatischen Gründen nicht möglich ist. Die Druckabhängigkeit des Einsatzes von Bereich III bei NaCl spricht ebenfalls für eine  $\{110\}$  - Aufspaltung [48]. Dagegen lassen Computersimulationsexperimente zur Kernstruktur von  $\{110\}$ -Versetzen in KCl keine Tendenz zur Aufspaltung erkennen [70]. Eine experimentelle Klärung gelang bisher noch nicht. Untersuchungen mittels weak beam Technik an KJ [62], wo man aufgrund der hohen Polarisierbarkeit auch eine große Aufspaltungsweite erwartete, zeigten, daß eine mögliche Aufspaltung unterhalb der erreichten Auflösungsgrenze von 3,5 nm liegen muß. Dieser Wert beträgt die Hälfte des von Fontaine abgeschätzten.

Vermutungen, daß ein hohes Peierlspotential, bzw. der bei  $T > 0$  ablaufende thermisch aktivierte Prozeß der Kinkbildung, für die makroskopische kritische Schubspannung sekundärer Gleitsysteme verantwortlich ist, werden durch das beobachtete Quergleitverhalten der Schraubenversetzungen nicht bestätigt. Stufen- und Schraubenversetzungen müßten durch das Peierlspotential in ähnlichem Maße behindert sein [37].  $\tau_o^{\{100\}}$  ist auch deutlich größer als die von Strunk [38] aus TEM-Aufnahmen (Transmissions-Elektronenmikroskopie) abgeschätzten mikroskopischen Fließspannungen quergeglittener Schraubenversetzungen. Außerdem hätte man vom Peierlspotential her nicht eine so starke Konzentrationsabhängigkeit von  $\tau_o^{\{100\}}$  erwartet [39].

- e) Gilman erklärt bei reinen Alkalihalogeniden die kritische Schubspannung auf  $\langle 110 \rangle \{100\}$  Gleitsystemen dadurch, daß Stufenversetzungen nach einem halben Gleitschritt gegenüber der Gleichgewichtslage eine zusätzliche Energie besitzen. Diese hauptsächlich elektrostatische Energie muß durch die Schubspannung aufgebracht werden :

$$\tau_o \approx \frac{1}{\epsilon} 0,068 \frac{e^2}{b^4}$$



Nimmt man  $\epsilon \approx \epsilon_{\text{stat}} = 4,78$  als obere Grenze an, so erhält man als minimale kritische Schubspannung  $\tau_0 = 70 \text{ Nmm}^{-2}$ . Dieser Wert ist um zwei Zehnerpotenzen größer als die niedrigste gemessene kritische Schubspannung von Argon-behandelten Kristallen.

- f) Oberhalb von  $\approx 250\text{K}$  hängt die kritische Schubspannung für  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitung nur noch schwach von der Temperatur ab (wie der Schubmodul). Die Konzentrationsabhängigkeit der Plateauwerte zeigt einen linearen Verlauf (Fig. 4):

$$\tau_0 = \tau_0^* + r c_{\text{Sr}^{++}}$$

Dieses Verhalten läßt sich mit Hilfe des induzierten Snoek-effektes deuten [ 40, 21, 41 ] . Danach nehmen die Dipole im Spannungsfeld der Versetzung bevorzugt diejenigen Orientierungen ein, die zu einer Senkung der Verzerrungsenthalpie führen. Diesem Ordnungsbestreben wirkt jedoch die Temperaturbewegung entgegen, so daß sich in einem gewissen Abstand von der Versetzung, wo die WW - Energie  $< kT$  ist, wieder eine statistische Orientierungsverteilung einstellt. Ist die Temperatur so hoch, daß die Dipole sich während der Bewegung der Versetzung durch Diffusionssprünge umorientieren können, so erfährt diese eine geschwindigkeitsabhängige retardierende Kraft. Die Maximalspannung läßt sich interpretieren als diejenige Spannung, die erforderlich ist, um eine Versetzung aus einer eingefrorenen "Snoekmulde" herauszubewegen, wobei Tiefe und Breite der Mulde in erster Näherung umgekehrt proportional zur Temperatur sind, so daß der maßgebliche Anstieg der Flanken von der Temperatur unabhängig ist.

Nach Frank [ 41 ] ist der Beitrag der Verunreinigungsdipole zur Plateauspannung gegeben durch

$$\tau = \hat{\alpha} \mu \Delta\lambda^* c_D$$

wobei  $\hat{\alpha}_s = 1,48$  ,  $\hat{\alpha}_e = 6,91$  , (s: Schraube, e: Stufe).  
 Unter der Annahme, daß die schwerer bewegliche Komponente  
 in der Hauptsache die Fließspannung bestimmt, erhält man  
 mit  $\mu_e = c_{11} + c_{12} \left( \frac{c_{44} (c_{11} - c_{12})}{c_{11}(c_{11} + c_{12} + 2c_{44})} \right)^{1/2} =$   
 $= 1,18 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$  ( $\mu_e$  [45]) aus der experimentell  
 ermittelten Steigung von  $2,3 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$  :

$$\Delta \lambda^* = 0,26$$

Dieser Wert stimmt mit den in a) und b) ermittelten bis  
 auf einen Faktor 1,7 überein. Die Abweichung ist in Anbe-  
 tracht der unterschiedlichen, voneinander unabhängigen  
 Modellvorstellungen zu vertreten.

Der induzierte Snoekeffekt beruht auf rein elastischer WW.  
 Die Tatsache, daß  $\tau_o^{\{100\}}$  bei RT die von dem elektrosta-  
 tischen Modell Haasens geforderte  $\sqrt{c}$  - Abhängigkeit zeigt,  
 bedeutet offenbar, daß derjenige Mechanismus die kritische  
 Schubspannung bestimmt, der die größere WW Fremdatom-Ver-  
 setzung ergibt.

Das von Franzbecker für NaCl (2-3 ppm) oberhalb 266K ge-  
 fundene hohe  $\tau_o^{\{100\}}$  - Plateau paßt in die angestellten  
 Überlegungen nicht hinein. Aus folgenden Gründen bestehen  
 Zweifel an diesem experimentellen Befund :

- 1) Weder KCl (p.a.) [ 2 ] noch KBr (p.a.) zeigten ein ähn-  
 liches Verhalten
- 2) Das Auftreten von  $\langle 110 \rangle$  - "pencil glide" (Gleitung auf  
 Ebenen mit gemeinsamer  $\langle 110 \rangle$  - Zonenachse) über  $300^\circ\text{C}$   
 erfordert eine Annäherung von  $\tau_o^{\{100\}}$  an  $\tau_o^{\{110\}}$  [44] .

Aus der Temperaturabhängigkeit von  $\tau_o^{\{110\}}$  des p.a. Mate-  
 rials (Fig. 22, Kurve a) ergibt sich nach Gleichung (3) für  
 die unbekannt Verunreinigungen ein mittleres  $\Delta \lambda^* \approx 0,8$   
 und eine Konzentration  $c_u \approx 2 \cdot 10^{-6}$  . Mit diesen Werten

läßt sich aber nur etwa 20% der Plateauspannung erklären. Die Hinzunahme eines athermischen Versetzungsbeitrages  $\tau_d = \beta \mu b \sqrt{N}$  ( $\beta_s = \frac{1}{2\pi}$ ,  $\beta_e = 1/2\pi(1-\nu)$ ,  $\nu \approx 0,15$  Poissonsche Zahl) im Sinne Seegers [42] ändert daran auch nicht viel. Mit der Ausgangsversetzungsdichte  $N_0 \approx 2 \cdot 10^5 / \text{cm}^2$  erhält man  $\tau_d \approx 0,05 \text{ N mm}^{-2}$ , also nur weitere 10%. Nach Hesse [43] könnten thermisch gebildete Sprünge zu  $\tau_0$  beitragen. Diese Annahme ist jedoch nicht verträglich mit dem experimentellen Befund, daß die kritische Schubspannung des Schutzgas behandelten suprapur Materials noch tiefer liegt ( $\tau_0^{\{110\}}$  (suprapur, HBr - Behandlung)  $\approx 0,5 \tau_0^{\{110\}*}$ ,  $\tau_0^{\{100\}}$  (suprapur, Argon-Behandlung)  $\approx 0,6 \tau_0^{\{100\}*}$ ) und daß  $\tau_0^{\{100\}} \approx 2 \tau_0^{\{110\}}$ .

Dies ist offenbar ein reiner Verunreinigungseffekt. Da aber keine genauen Angaben über die unbekanntenen Verunreinigungen existieren, bleiben alle Überlegungen, die erwähnte Diskrepanz zu beseitigen, reine Spekulation. Es ist deshalb dringend erforderlich, die Untersuchungen an noch reineren Materialien fortzusetzen (Zonenreinigung, falls der Verteilungskoeffizient  $\neq 1$ ).

#### 4.2 Qualitative Deutung des Verfestigungsverhaltens im Druck- und Schubversuch

In Alkalihalogeniden sind im  $\langle 100 \rangle$  - Druckversuch zu Beginn der Verformung vier  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  - Gleitsysteme gleichberechtigt. Trotzdem findet man experimentell, daß sich bereits nach geringer Verformung ein orthogonales Paar durchsetzt, wobei jedoch innerhalb einzelner Bereiche die Verformung nur von einem einzigen Gleitsystem getragen wird ("Blockgleitung" [18]). Mit steigendem Volumenanteil der Grenzen zwischen den Bereichen wird ein erhöhter Verfestigungsanstieg in Bereich I beobachtet [49]. Es wird angenommen, daß der Anstieg von  $\mathcal{S}_I$  mit wachsender Konzentration

die gleiche Ursache hat, da bei dotierten Kristallen spannungsoptisch die Tendenz zu verstärkter Doppelgleitung festgestellt wurde. Diese Annahme wird durch die Ergebnisse der Schubverformung bestätigt. Aufgrund der geänderten Spannungsverteilung wird im Schubversuch ein Gleitsystem begünstigt, was zu Einfachgleitung führt (Fig. 14).  $\mathcal{V}_I$  wird, wie erwartet, Konzentrationsunabhängig und stellt eine untere Grenze für die Druckverfestigung dar (Fig. 11). Einige schubverformte Kristalle, bei denen mit Hilfe der Replicamethode starke Gleitung auf dem orthogonalen System nachgewiesen wurde, lagen mit  $\mathcal{V}_I$  deutlich über den Werten, die in Einfachgleitung gemessen wurden.

Bereich II  $\langle 100 \rangle$  - druckverformter Kristalle ist durch ausgiebige Multiplikation sekundärer Versetzungen (vorwiegend auf schrägen  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitsystemen) bei makroskopischer Einfachgleitung gekennzeichnet [ 18, 17 ]. Diese Versetzungen können mit primären Gleitversetzungen entlang der Schnittlinie beider Gleitebenen unbewegliche Rekombinationsstücke bilden, die erst bei einer erhöhten angelegten Spannung wieder rückgängig gemacht werden [ 51 ]. Aus diesem Prozeß resultiert ein athermischer Beitrag zur Fließspannung. Wie die Messungen an KBr zeigen, ist  $\mathcal{V}_{II}$  zudem noch Konzentrationsunabhängig. Aus der Verschiebung von  $\mathcal{V}_{II}$  zu höheren Abgleitungen hin, kann geschlossen werden, daß schräge Systeme mit höherer Konzentration stärker unterdrückt werden.

Aufgrund der Spannungsverteilung ist im Schubversuch ab  $a_{II}$  auch Gleitung auf den beiden schrägen Systemen möglich, wie mikroskopisch beobachtet wurde. Sie kann jedoch nur dann erfolgen, wenn das Spiel der Apparatur dies zuläßt. Die Kompatibilität der Fassungsbeugung mit der Gleitung auf den schrägen Systemen bestimmt die Steigung von Bereich II.  $\mathcal{V}_{II}$  liegt nur etwa 50% über  $\mathcal{V}_I$ , im Gegensatz

zu  $\nu_{II}$  (Druck), das 300% höher liegt. Der im Vergleich zum Druckversuch verlängerte Bereich I ist darauf zurückzuführen, daß mit zunehmender Abgleitung der Schmidfaktor für Gleitung auf schrägen Systemen ungünstiger wird. Das Auftreten eines Bereichs II im  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Schubversuch wurde auch von Franzbecker an NaCl und von Steinbrech an KCl beobachtet. Bei exakterer Führung der Fassungen sollte kein solcher Anstieg mehr erfolgen.

Das gleiche Verfestigungsverhalten druckverformter Proben beobachtete Hesse [ 16 ] an dotiertem NaCl (vgl. Fig. 8 mit Fig. 2 in [ 16 ] ). Erwähnenswert ist die in [ 16 ] zu erkennende Analogie zwischen Temperatur- und Konzentrations- einfluß auf die Verfestigungskurve (fallende Temperatur - steigende Konzentration).

Für das stark konzentrationsabhängige Verfestigungsverhalten von KBr im  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Schubversuch wird folgende Ursache angenommen :

Ätzgrübchenuntersuchungen - wegen der mikroskopischen Auflösung auf den Beginn der Verformung beschränkt - haben gezeigt, daß bei reinen Kristallen in starkem Maße auch die schrägen  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Gleitsysteme betätigt werden. Falls dies auch für höhere Abgleitungen angenommen werden darf, so führt dieser Effekt zu einer erhöhten Verfestigung. Außerdem stellt bei starker Betätigung von Nebengleitebenen die Umrechnung der Spannungs-Dehnungskurven auf Schubspannungs-Abgleichungskurven mit den Beziehungen für reine Einfachgleitung nur eine grobe Näherung dar.

Für das Auftreten eines Bereichs II im  $\{100\}$  - Schubversuch kann wegen fehlender experimenteller Anhaltspunkte noch keine Erklärung gegeben werden. Hier könnten elektronenmikroskopische Durchstrahlungsexperimente weiterhelfen.

Der mit der Sr - Konzentration zunehmende Streckgrenzen-  
effekt im Schubversuch läßt sich als ein Losreißen der  
Versetzungen von den Fremdatomen deuten. Während des Ab-  
kühlvorgangs der Kristalle kommt es zu einer Erhöhung  
der Verunreinigungs-dichte in der Nähe eingewachsener  
Versetzungen. Aufgrund der höheren Assoziationsenergie  
zwischen mehrwertigen Verunreinigungen und  $\langle 110 \rangle$   
 $\{100\}$  - Stufenversetzungen gegenüber  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Stufen-  
versetzungen, findet eine stärkere Ansammlung im Kern des  
erstgenannten Versetzungstyps statt. Dies wurde von Vla-  
sák u.a. [35] (dort weitere Literaturzitate) an Barium  
dotiertem NaCl beobachtet. Nimmt man an, daß dies auch  
für Verunreinigungs-Leerstellen-Dipole zutrifft, so läßt  
sich der ausgeprägte Streckgrenzeneffekt im  $\langle 110 \rangle \{100\}$  -  
Schubversuch verstehen.

Beim Druckversuch wird der Losreißeffekt von folgenden  
Erscheinungen überdeckt :

- 1) Bei unebenen (gerundeten) Druckflächen der Proben setzt  
die Gleitung zunächst in den Kopfstücken ein und geht  
erst nach Verfestigung dieser Bereiche bei erhöhter  
Last auf das übrige Probengebiet über. Dadurch ergibt  
sich ein runder Übergangsbereich.
- 2) Mehrfachgleitung zu Beginn der Verformung führt zu einem  
Bereich II ähnlichen Verfestigungsanstieg bis sich ein  
Gleitsystem durchgesetzt hat.

## 5. Zusammenfassung von Teil A

Die plastische Gleitanisotropie wurde an KBr mittels Druck- und Schubverformung untersucht. Aus einem Vergleich der Temperatur-, Konzentrations- und Polarisierbarkeitsabhängigkeit von  $\tau_o^{\{110\}}$  und  $\tau_o^{\{100\}}$  mit Theorien zur kritischen Schubspannung ergab sich folgendes Resultat :

Die experimentellen Ergebnisse für  $\tau_o^{\{100\}}$  stützen qualitativ die Idee von Haasen, die erhöhte Schubspannung auf  $\{100\}$  durch elektrostatische WW der Stufenversetzungen mit Dipolen aus mehrwertigen Fremdionen und Leerstellen zu deuten. Im Widerspruch dazu stehen allerdings die atomistischen Rechnungen von Potstada für NaCl, die aufgrund der Vorstellung von Verunreinigungs-Leerstellen-Dipolen durchgeführt wurden.

Die erhaltenen Werte für den Verzerrungsparameter  $\Delta \lambda^*$  zeigen, daß für  $\tau_o^{\{110\}}$  offenbar die elastische WW von Schraubenversetzungen mit dem tetragonalen Verzerrungsfeld der Dipole verantwortlich ist. Oberhalb 250K führt bei  $\langle 110 \rangle$   $\{110\}$  - Gleitung der induzierte Snoekeffekt zu einem temperaturunabhängigen Plateau und zu einer linearen Abhängigkeit von der Dipolkonzentration.

Der Nachweis der betätigten Gleitsysteme im Schubversuch erfolgte mit Hilfe geeigneter Ätzmittel und durch Oberflächenabdrücke. Im Falle der  $\{100\}$  - Gleitung konnten mit der Replicamethode keine individuellen Gleitlinien auf der  $\{112\}$  US der  $\langle 111 \rangle$  - orientierten Probe aufgelöst, was auf Quergleitung der Schraubenkomponenten der  $\langle 110 \rangle$   $\{100\}$  - Gleitversetzungen zurückgeführt wurde.

Das Verfestigungsverhalten der Kristalle im Druck- und Schubversuch konnte qualitativ durch das Maß an Einfachgleitung gedeutet werden. Die Zunahme von Störgleitung führt zu erhöhter Verfestigung. Besonders stark machte sich dieser Effekt im  $\{100\}$  - Schubversuch bemerkbar. Erst mit wachsender Verunreinigungs-konzentration zeigte sich eine Annäherung an den Zustand reiner Einfachgleitung.

B. Latente Verfestigung in Strontium dotierten

Kaliumbromid - Einkristallen

6. Einleitung

Gleitung auf primären Systemen erhöht die Fließspannung kristallographisch äquivalenter, bei der Primärverformung makroskopisch inaktiver Gleitsysteme. Dieser als latente Verfestigung bezeichnete Effekt hängt von der Vorverformung ab. Bei Ionenkristallen ist eine Abnahme der latenten Verfestigung mit wachsender Polarisierbarkeit zu verzeichnen [11, 52, 2 ].

Zur Erklärung dieses experimentellen Befundes wurden verschiedene Modellvorstellungen entwickelt. Der Zusammenhang mit Teil A ist durch eine Theorie von Haasen [ 53 ] gegeben. Er vermutet, daß die Gleitversetzungen des latenten Systems mit Primärversetzungen reagieren und "quasiseßhafte"  $\langle 110 \rangle \{ 112 \}$  - Stufenversetzungen bilden. Dadurch wird ein Aufstau von nachfolgenden Versetzungen erzeugt, die eine Kraft auf diese Hindernisse ausüben und damit zu einem nichtverschwindenden Schmidfaktor führen. Erst wenn die  $\langle 110 \rangle \{ 112 \}$  - Versetzungen in der Lage sind zu gleiten, kann makroskopische Gleitung auf dem latenten System einsetzen. Ausschlaggebend dafür soll die gegenüber  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  - Stufenversetzungen erhöhte elektrostatische WW mit mehrwertigen Verunreinigungen (bzw. Verunreinigungs-Leerstellen-Paaren) sein. Rein Madelung'sche Rechnungen bekräftigen diese Annahme [ 53,2 ]. Analog zur  $\{ 100 \}$  - Gleitung (Teil A) läßt sich der Gang mit der Polarisierbarkeit verstehen.

Frank [ 50] schätzt dagegen ab, daß die Reaktionswahrscheinlichkeit schräger  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  - Versetzungen zu gering ist, und daß deshalb Rekombinationen für die latente Verfestigung keine Rolle spielen. Die von ihm vorgeschlagene Waldversetzungstheorie setzt sowohl primär als auch sekundär Doppelgleitung auf orthogonalen Gleitsystemen voraus. Die Gleitung



auf dem latentem System wird dann bestimmt durch WW orthogonaler Schraubenversetzungen untereinander und mit nicht-dispergierten Stufenversetzungsdipolen der primären Gleitsysteme. Mit zunehmender Polarisierbarkeit soll die Produktion von Fehlstellen beim Durchschneiden der Dipole erleichtert werden, was eine Abnahme der latenten Verfestigung bedeutet.

Zur Überprüfung dieser Modellvorstellungen, insbesondere der von Haasen, wurde die latente Verfestigung in KBr als Funktion der Dotierung gemessen. Die Untersuchungen stellen eine Erweiterung der von Steinbrech [ 2 ] unter gleichen Bedingungen an NaCl und KCl durchgeführten Experimente dar.

## 7. Experimentelle Methoden

Im folgenden wird nur auf Änderungen gegenüber A2 eingegangen, insbesondere die Verformungsmethode. Sie läßt sich am besten mit Hilfe von Fig. 23 beschreiben.

$\langle 100 \rangle$  orientierte quaderförmige Proben mit  $\{100\}$  Begrenzungsflächen (Probendimension :  $\approx 16.5 \times 12 \times 3,5 \text{ mm}^3$ ) wurden in Richtung 1 bis zur Abgleitung  $a$  ( $a_{\text{max}} \approx 3\%$ ) druckverformt. Nach Halbierung senkrecht zur Richtung 1 mit einer Fadensäge und anschließendem Polieren auf die Abmessungen von ungefähr  $7 \times 5 \times 3 \text{ mm}^3$  erfolgte eine Drehung um  $90^\circ$  und eine weitere Verformung in Richtung 2. Die charakteristischen Meßgrößen sind die Fließspannungen  $\sigma_0, \sigma_p, \sigma_l$ , sowie die Dehnung  $\epsilon$ . Da die Dehnungen hinreichend klein waren ( $\epsilon_{\text{max}} \approx 1,5\%$ ), wurde die Umrechnung auf die Gleitsystem-abhängigen Größen  $\tau_0, \tau_p, \tau_l$  und  $a$  nur durch Multiplikation mit 0,5 bzw. 2 vorgenommen. Oft verwendet werden auch die abgeleiteten Größen  $\Delta\tau_0^p = \tau_p - \tau_0$ ,  $\Delta\tau_0^l = \tau_l - \tau_0$  und  $\Delta\tau_p^l = \tau_l - \tau_p$ . (p : primär, l : latent)

Alle Proben wurden während Primär- und Sekundärverformung spannungsoptisch beobachtet, um Aufschluß über die betätigten Gleitsysteme zu erhalten [ 54 ] (Fig. 23).

## 8. Experimentelle Ergebnisse

### 8.1 Probengeometrie

Voraussetzung für die Messung der latenten Verfestigung ist, daß das primär betätigte Gleitsystem sekundär spannungsfrei ist und umgekehrt. Dies läßt sich bei Ionenkristallen mit NaCl-Struktur im  $\langle 100 \rangle$  - orientierten Druckversuch nicht so leicht realisieren, da vier  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitsysteme spannungsmäßig gleichberechtigt sind. (Fig. 23; Richtung 1: A,B,C,D; 2:C,D,E,F) Im allgemeinen beobachtet man allerdings sog. "Blockgleitung" [18]. Zur Erfüllung der angeführten Voraussetzung muß man also dafür sorgen, daß das orthogonale Gleitebenenpaar CD nicht betätigt wird. Dies läßt sich hinreichend gut durch geeignete Wahl der Probengeometrie realisieren. So tritt bei plattenförmigen Proben bevorzugt Gleitung auf denjenigen Systemen auf, welche die kürzere Ausdehnung in Richtung des Burgersvektors haben [44,55,56,2]. Eigene Versuche an KBr haben jedoch gezeigt, daß zusätzlich die Proben in Richtung der Druckachse länger sein müssen als senkrecht dazu. So trat bei quadratischen Platten nur bei etwa 30% der Proben Gleitung allein auf den Systemen A und B auf. Zur Messung der latenten Verfestigung wurden deshalb Proben mit einem Verhältnis der Kantenlängen a:b:c von ungefähr 5:3:1 verwendet. Dieses Verhältnis wurde auch durch die Halbierung kaum verändert.

Die Betätigung der Systeme C und D wurde spannungsoptisch auf der großen Seitenfläche (a x c) untersucht. Nur solche Proben wurden zur Auswertung herangezogen, bei denen der Anteil der schrägen Systeme an der Gesamtabgleitung  $\leq 5\%$  war. Insbesondere dotierte Proben neigten schon während der Vorverformung zu Gleitung auf C und D. Dies führte wegen der Instabilität der Versetzungen gegen Spannungsumkehr meistens zu einer Entfestigung im 2. Versuch (Bauschinger Effekt).

Durch Halbierung der Proben wurde die Abgleitungsgeschwindigkeit  $\dot{a}$  ( $\dot{a}_p \approx 9,8 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ ,  $\dot{a}_1 \approx 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ , bezogen auf die Ausgangslänge) als auch das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen vergrößert. Ein Einfluß auf  $\tau_0$  konnte innerhalb der Streuung jedoch nicht bemerkt werden. Die Übereinstimmung der  $\tau_1$  - Werte der beiden Kristallhälften ( $< 10\%$ ) zeigte, daß die Platten ziemlich homogen vorverformt wurden. Der Einfluß der Kopfstücke auf das latente Verfestigungsverhalten wurde von Steinbrech an NaCl untersucht. Er konnte zeigen, daß die Abweichung von  $\tau_1$  für Mitten- und Randstücke maximal 10% beträgt.

### 8.2 Ätzgrübchenuntersuchung

Durch Anätzen der Breitseite ( $a \times c'$ ) wurde die Anordnung der Gleitversetzungen (Schraubenversetzungen der primären Systeme A und B und der sekundären Systeme E und F sichtbar (Fig. 24). Die Bildfolge a-d zeigt den typischen Gang mit der Konzentration. Während bei reinen Kristallen die Verteilung der Versetzungen der primären Systeme homogen ist, findet die Gleitung in Kristallen höheren Verunreinigungsgehaltes in Bändern statt, deren Ätzgrübchendichte ansteigt, während die Breite abnimmt. Im Gegensatz zum primären System treten die Gleitversetzungen der latenten Systeme verstärkt in Bändern auf, was sich besonders deutlich bei reinen Kristallen abzeichnet. Das gleiche Verhalten wurde von Steinbrech an NaCl und KCl beobachtet.

### 8.3 Abhängigkeit der latenten Verfestigung von der Vorverformung

Die Abgleitung gibt nur in Verbindung mit  $\tau_0$  und  $\nu$  Auskunft über die Versetzungsdichte der Probe. Ätzgrübchenzählungen an  $\langle 100 \rangle$ -orientierten LiF-[57], NaCl-[58] und KCl - Druckproben [59] ergaben für  $\tau > \tau_0$  übereinstimmend  $\tau \sim \sqrt{\rho_s}$  ( $\rho_s$ : Schraubenversetzungsdichte, Proportionalitätsfaktor

unabhängig von der Konzentration). Diese Beziehung wird für KBr ohne experimentellen Nachweis vorausgesetzt. Eine Auftragung  $\tau_1$  gegen  $\tau_p$  stellt somit bis auf einen konstanten Faktor auch gleichzeitig eine Auftragung gegen  $\sqrt{\rho_{ps}}$  dar.

Neben den Meßwerten von KBr (Fig. 25) sind auch Steinbrechs Originalmeßwerte von dotiertem NaCl und KCl in dieser Form aufgetragen (Fig. 26 und 27).  $\tau_1$  wurde durch Mittelung der Meßwerte beider halbiertes Proben gewonnen. Wegen relativ starker Streuung der Meßpunkte läßt sich nicht eindeutig festlegen, welchen Verlauf  $\tau_1$  für  $a < 0,5\%$  zeigen würde. (vgl.  $\Delta \tau_0^1(a)$  - Auftragungen in [ 2 ] und [ 11 ] . Da hier die Streuung von  $\tau_0$  nicht ersichtlich ist, wird ein glatter Verlauf für  $\tau_1(a)$  vorgetäuscht).

Sowohl die von Steinbrech gewählte Anpassung  $\tau_1 = \tau_0 + Aa^n$  als auch die hier benutzte  $\tau_1 = B \tau_p = B \tau_0 + B \mathcal{J}_I a$  ( $A, n, B, \mathcal{J}_I$  Konstanten, abhängig von der Verunreinigungskonzentration, d.h. von  $\tau_0$ ) sind in der Lage, den Verlauf von  $\tau_1$  in dem gemessenen Bereich  $0,5\% < a < 3\%$  zu beschreiben. Für die Annahme, daß die letztgenannte Funktion  $\tau_1$  für  $a < 0,5\%$  besser angibt, spricht die experimentelle Erfahrung, daß die Kristalle schon bei  $\tau_0$  genau den der Gleichung  $\tau \sim \sqrt{\rho_{ps}}$  entsprechenden Versetzungsgehalt aufweisen. Wenn sich die im Mikrodehnungsbereich zusätzlich zu  $N_0$  geschaffene Versetzungsdichte nicht von der im Makrodehnungsbereich erzeugten unterscheidet, erwartet man einen Einfluß auf  $\tau_1$  bei  $\tau_p = \tau_0$ .

Für das latente Verfestigungsverhältnis  $LHR = \frac{\tau_1}{\tau_p}$  (latent hardening ratio) bedeutet  $\tau_1 \sim \tau_p (\tau_p \geq \tau_0)^{1/p}$  Unabhängigkeit von  $\tau_p$  bzw. von der Abgleitung. Der in der Literatur zu findende Verlauf von LHR als Funktion der Abgleitung - Steilanstieg, Maximum bei  $a \approx 1\%$ , allmählicher Abfall [52, 2] - kann folgendermaßen erklärt werden :

Der Steilanstieg (von LHR = 1) kommt dadurch zustande, daß die Autoren ohne experimentellen Nachweis von  $\tau_1(a=0) = \tau_0$  ausgehen. Der starke Abfall von LHR für  $a > 1\%$  bei Nakadah und Keh [52] ist wohl auf deren Probengeometrie zurückzuführen, die ein früheres Einsetzen der schrägen  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitsysteme begünstigt. Nach 8.1 kann dies zu einer Erniedrigung der Fließspannung führen. Bei Steinbrech ergibt sich ein schwacher Abfall durch Benutzung der angepaßten Größen  $\tau_1 = \tau_0 + Aa^n$  und  $\tau_p = \tau_0 + \sqrt[3]{I}a$  zur Berechnung von LHR.

#### 8.4 Abhängigkeit des latenten Verfestigungsverhältnisses von der Verunreinigungskonzentration

Die Steigungen der Ursprungsgeraden in Fig. 25,26,27 geben LHR an. Sie sind in Fig. 28 als Funktion von  $\tau_0$  dargestellt.  $\tau_0$  ist ein Maß für die effektive Verunreinigungskonzentration. Der Gehalt der Zulegierung zu p.a. Ausgangsmaterial läßt sich mit Tabelle 1 (Teil A) berechnen.

Es lassen sich zwei wesentliche Ergebnisse erkennen :

1. LHR fällt monoton mit wachsendem  $\tau_0$  und nähert sich dem Wert 1 für hohes  $\tau_0$ .
2. LHR fällt in der Reihenfolge : NaCl, KCl, KBr. Den Maximalwert, der sich durch Extrapolation auf  $\tau_0 = 0$  ergibt, kann man als matrix-spezifisch ansehen. Da Kear u.a. [44] auf die Abhängigkeit des LHR von der Probengeometrie hingewiesen haben, gelten diese Werte nur in Verbindung mit der benutzten Probengeometrie. In Tab. 3 sind die Maximalwerte, die Polarisierbarkeit  $\Sigma \alpha$  und die Stapelfehlerenergien  $\gamma (1\bar{1}0)$  der Substanzen zusammengestellt.

### 8.5 Verfestigungsanstieg bei der Primär- und Sekundär- verformung

Fig. 29 zeigt, daß  $\mathcal{V}_I$  sowohl bei primärer als auch sekundärer Verformung mit der Verunreinigungskonzentration ansteigt. Innerhalb der Streuung von  $\mathcal{V}_I$  läßt sich kein eindeutiger Unterschied von Primär- und Sekundärverformung erkennen.

## 9. Diskussion der Ergebnisse

Zunächst soll überprüft werden, ob die in 6 skizzierten Modellvorstellungen die experimentellen Befunde richtig beschreiben.

Haasen [53] geht davon aus, daß die elektrostatische WW von  $\langle 110 \rangle \{112\}$ -Stufenversetzungen mit mehrwertigen Fremdionen  $\tau_{\perp}$  bestimmt. Danach hätte man erwartet, daß  $\tau_{\perp}$  nur schwach von der Vorverformung abhängt, was aber nicht der Fall ist. Außerdem sollte analog zur  $\{100\}$ -Gleitung eine  $\sqrt{c}$ -Abhängigkeit von  $\tau_{\perp}$  auftreten. Eine Auftragung von  $\tau_{\perp}$  bei  $a = 1\%$  Vorverformung gegen  $\tau_0$  zeigt jedoch für die  $\text{Me}^{++}$ -dotierten Kristalle einen linearen Anstieg. (Auf diese Auftragung wurde verzichtet, da sie bereits bei Steinbrech zu finden ist; Fig. 8 in [2]). Die Abweichungen der Kristalle unbekanntem Verunreinigungsgehaltes sind darauf zurückzuführen, daß  $\tau_0$  nicht pauschal proportional zum Gesamtverunreinigungsgehalt ist.

Aus der in der Literatur zu findenden Temperaturabhängigkeit ergibt sich wegen der unterschiedlichen Meßergebnisse keine einheitliche Information. Während bei Nakada und Keh [52]  $\tau_p^1$  ( $a = 1\%$ ) von LiF über einen großen Temperaturbereich nahezu konstant bleibt, steigt bei Davidge [60]  $\Delta \tau_p^1$  ( $\tau_p = 0,75 \text{ N mm}^{-2}$ , Bereich I) von NaCl mit abnehmender Temperatur an.

Franks Waldversetzungstheorie [50] führt für LHR zu folgender Gleichung :

$$\text{LHR} = \sqrt{(\bar{\alpha} + C) - (\bar{\alpha} + C - 1) \frac{e_{sA}(e)}{e_{sA}}}$$

wobei

$$C = \frac{\sqrt{2}}{2} \kappa \lambda (I)$$

mit:



- $\bar{\alpha}$  : Kopplungsparameter zwischen Schraubenversetzungs-  
dichte in sekundärem (E) und primärem (A) System
- $\rho_{SA}(e)$  : eingewachsene Schraubenversetzungsdichte in A
- $\rho_{SA}$  : Schraubenversetzungsdichte in A
- $\lambda(I)$  : Laufwegparameter
- $\kappa$  : Bruchteil nichtdispergierter Stufenversetzungs-  
dipole

Mit zunehmender Abgleitung soll LHR von seinem Anfangs-  
wert 1 auf den Wert  $\sqrt{\bar{\alpha} + C}$  ansteigen. Diese Aussage ist  
jedoch nur dann richtig, wenn  $\tau_0$  durch  $\rho_{SA}(e)$  bestimmt wird.  
Sind aber Verunreinigungen für  $\tau_0$  verantwortlich, so liegt  
bei  $\tau_p = \tau_0$  eine Versetzungsdichte  $\rho_{SA}(\tau_0) > \rho_{SA}(e)$   
vor. Diese zusätzlichen Versetzungen entstehen nach Frank  
im Mikrodehnungsbereich. In einem solchen Fall ist  
 $LHR(\tau_0) > 1$ . Betrachtet man z.B. einen KCl - Kristall mit  
 $\tau_0 \approx 0,6 \text{ N mm}^{-2}$ , so erhält man nach [ 59 ]  $\rho_{SA} \approx 6 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2} =$   
 $= 2,2 \rho_0$ , mit  $\rho_0 = \sqrt{2 N_0} \approx 2,8 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ . Wenn man  
berücksichtigt, daß nur ein Bruchteil von  $N_0$  der Schrau-  
benversetzungsdichte  $\rho_{SA}(e)$  entspricht, so liegt LHR  
bei  $\tau_0 = 0,6 \text{ N mm}^{-2}$  schon deutlich über 1. Dies würde  
dem erwarteten Verlauf bei kleinen Abgleitungen entsprechen.  
Der für höhere Verformungsgrade ( $a > 1\%$ ) geforderte Ab-  
fall von LHR aufgrund einer Abnahme von  $\kappa$  wurde jedoch  
bis  $a = 3\%$  nicht beobachtet.

Gegen Frank's Theorie sprechen hauptsächlich neuere elek-  
tronenmikroskopische Durchstrahlungsexperimente von Strunk  
[ 18, 62 ] . Danach ist die Grundvoraussetzung des Modells,  
nämlich Doppelgleitung, nicht in dem erforderlichen Maße  
erfüllt. Strunk [ 62 ] fand, daß in druckverformtem NaCl  
(0,1 ..... 1 at% NaBr) in Bereich I die Versetzungsanord-  
nung nahezu ausschließlich ( $> 95\%$ ) von Versetzungen eines  
Gleitsystems gebildet werden, wovon etwa  $2/3$  Stufendipole  
sind (sog. "debris"). Die Bildung solcher Dipole muß jedoch

nach einem anderen Mechanismus ablaufen als dem von Frank angenommenen. In Frage kommt Doppelquergleitung von Schraubenversetzungen, wobei die entstehenden schwerbeweglichen Stufenjogs zur Abschnürung von Stufenversetzungsdipolen führen.

Der Einfluß der Dipole auf LHR in NaCl geht aus Arbeiten von Kear u.a. [ 44 ] und Davidge [ 60 ] hervor. Ein Vergleich beider Untersuchungen zeigt, daß mit dem Ausheilvorgang der "debris" bei Glühtemperaturen zwischen 250 und 450°C eine Abnahme von LHR verbunden ist. Die Reduktion der Schraubenversetzungsdichte, erst ab 450°C, senkt LHR weiter ab.

Aufgrund dieser experimentellen Beobachtungen wird angenommen, daß sekundäre Versetzungen einen Wald aus primären Schrauben- und Stufenversetzungen, letztere vorwiegend in der Form von Dipolen vorliegend, zu überwinden haben. Da Stufen-Ätzgrübchen hauptsächlich Stufenversetzungsdipole repräsentieren, ist es erlaubt,  $e_D = e_e$  zu nehmen [ 63 ] (D: Dipol). Unter der Annahme vergleichbarer Hindernisstärke von Schraubenversetzungen und Stufenversetzungsdipolen, wird für  $\tau_1$  folgender Ansatz gemacht :

$$\tau_1 = g \mu b \sqrt{e_s + e_D}$$

Da zwischen  $e_e$  und  $e_s$  in Bereich I ein konstantes Verhältnis  $m$  besteht [ 64 ], erhält man :

$$\tau_1 = g \mu b \sqrt{1 + m} \sqrt{e_s}$$

Wegen  $\tau_p = f \mu b \sqrt{e_s}$  [ 57, 58, 59 ] ist

$$(**) \quad \text{LHR} = \frac{g}{f} \sqrt{1 + m} \quad (g, f: \text{WW - Konstanten})$$

Dieser Ausdruck für LHR kann nur dann als gute Näherung angesehen werden, wenn  $\rho_s \gg \rho_0 = \sqrt{\frac{g}{2}} N_0$ . In [ 57,58,59 ] geht die gesamte Ausgangsversetzungsdichte in  $\rho_s$  ein. Da der Einfluß der Ausgangsversetzungsdichte auf  $\tau_1$  dergleiche ist wie auf  $\tau_p$ , muß bei  $\rho_s \approx \rho_0$  zwischen  $\rho_0$  und  $\rho_s - \rho_0$  unterschieden werden. Für den Fall, daß die Kristalle so rein sind, daß  $N_0$  die kritische Schubspannung bestimmt, muß LHR ( $\tau_0$ ) = 1 sein und mit zunehmender Abgleitung sich dem Wert  $\frac{g}{F} \sqrt{1+m}$  annähern. Mit wachsender Konzentration erfolgt die Annäherung von einem Wert LHR ( $\tau_0$ )  $\neq 1$ . Die Abweichungen einiger Meßwerte  $\tau_1$  niedrigdotierter Kristalle bei kleinem  $\tau_p$  (d.h. kleinen Abgleitungen) von den Ursprungsgeraden (Fig. 25,26,27) sind in diesem Sinne zu verstehen.

Dieses Modell ist in der Lage, die experimentellen Ergebnisse qualitativ zu beschreiben :

1. LHR ist annähernd unabhängig von der Abgleitung, da  $m$  unabhängig von  $a$  ist.
2. LHR fällt mit wachsender Verunreinigungskonzentration, weil Quergleitung erschwert wird. Dies führt zu einer Abnahme von  $m$ , experimentell beobachtet an LiF [ 57,61 ] .
3. LHR fällt mit abnehmender Stapelfehlerenergie, da Quergleitung durch eine größere Versetzungsaufspaltung behindert wird.  $m_{\text{NaCl}} \approx 2,7$  ( $\tau_0 \approx 0,5 \text{ N mm}^{-2}$ ) [ 64 ] ist kleiner als  $m_{\text{LiF}} \approx 7$  ( $\tau_0 \approx 2,5 \text{ N mm}^{-2}$ ) [ 57,61 ] (Stapelfehlerenergien nach Haasen [ 47 ] :  
LiF : 330, NaCl : 195 erg/cm<sup>2</sup>)
4. Die Abnahme von LHR in der in 3. angegebenen Reihenfolge wird durch die zunehmende Polarisierbarkeit unterstützt, da nach Frank die Produktion von Fehlstellen beim Durchschneiden der Stufenversetzungsdipole durch Versetzungen des latenten Systems erleichtert wird. Dieser Effekt wird in g sichtbar:

Mit  $m_{\text{NaCl}} \approx 2,7$  ( $\tau_0 \approx 0,5 \text{ N mm}^{-2}$ ), sowie  $f = 0,99$  ([ 64],  $f$  berechnet mit  $\mu = (c_{44} (c_{11} - c_{12}) / 2)^{1/2} = 1,51 \cdot 10^4 \text{ Nmm}^{-2}$  und  $b = 3,98 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$ ) erhält man aus  $\text{LHR} (\tau_0 = 0,49 \text{ Nmm}^{-2}) = 1,9$  nach (\*\* )  $g = 0,98$  und mit  $m_{\text{LiF}} \approx 7$  ( $\tau_0 \approx 2 \text{ N mm}^{-2}$ ) sowie  $f = 0,9$  ([ 57],  $f$  berechnet mit  $\mu = 4,6 \cdot 10^4 \text{ N mm}^{-2}$  und  $b = 2,85 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$ ) aus  $\text{LHR}_{\text{max}} (\tau_0 \approx 2,5 \text{ N mm}^{-2}) = 3,85$  [ 52];  $g = 1,23$ .

Der Vergleich von  $g_{\text{NaCl}}$  mit  $g_{\text{LiF}}$  ist deshalb zu vertreten, weil die in [ 52 ] angegebenen  $\text{LHR}_{\text{max}}$  - Werte mit den LHR- Werten der reinsten Substanzen (Fig. 28) recht gut übereinstimmen. Theoretisch berechnete WW - Konstanten liegen zwischen  $g_{\text{th}} \approx 0,83$  [ 26,65] und  $g_{\text{th}} \approx 1,1$  [ 66]. Wegen fehlender Parameter  $m$  und  $f$  ist eine Berechnung von  $g$  für KBr und KCl nicht möglich.

Steinbrech beschreibt die gleichen Ergebnisse mit einem Ansatz  $\Delta \tau_0^1 \sim \sqrt{\rho_{\text{wald}}}$ , wobei  $\rho_{\text{wald}} = \rho_p - \rho(\tau_0)$ . Es ist jedoch physikalisch nicht einzusehen, weshalb die im Mikrodehnungsbereich geschaffene Versetzungsdichte keinen Einfluß auf  $\tau_1$  haben soll. Eine Berechtigung für diesen Ansatz sah er darin, daß sich  $\Delta \tau_0^1$  recht gut durch eine Beziehung  $\Delta \tau_0^1 = A a^n$  beschreiben ließ und eine Ätzgrübchenuntersuchung von Zimkin u.a. [ 67]  $\Delta \tau_0^1 (\text{LiF}) \sim \sqrt{\rho_{\text{wald}}}$  ergeben hatte.

Hierzu läßt sich folgendes bemerken :

Aus einer  $\Delta \tau_0^1$  (a)-bzw.  $\tau_1$  (a)- Auftragung läßt sich nicht eindeutig erkennen, daß für  $\tau_p = \tau_0$  auch  $\Delta \tau_0^1 = 0$  sein muß (vgl. 8.3).

Bei Zimkin u.a. [ 67] ist  $\rho_{\text{wald}}$  nicht, wie Steinbrech angenommen hatte,  $\rho_p - \rho(\tau_0)$ , sondern die Gesamtversetzungsdichte  $\rho_p$ . Dies geht aus neueren Untersuchungen von Zimkin u.a. [ 68] an dotiertem LiF hervor. Hierin wird der Ansatz  $\tau_1^2 - \tau_0^2 = \tau_{\text{wald}}^2 \sim \rho_p$  mit einer konzentrationsunabhängigen WW - Konstanten benutzt. Die eigenen Meßergebnisse konnten diese Überlagerung von Verunreinigungs- und Versetzungs-WW allerdings nicht bestätigen. Wegen abweichender Ergebnisse bezüglich der Abhängigkeit  $\tau(\rho)$ , die von Smirnov und Mitarbeitern in den letzten Jahren veröffentlicht wurden, wird diese Diskrepanz nicht näher erörtert.

10. Zusammenfassung von Teil B

Aufgrund einer geeigneten Probendimensionierung, die Gleitung auf schrägen Systemen während der Vorverformung verhindert, war es möglich, das latente Verfestigungsverhalten von KBr in Abhängigkeit von der Vorverformung und dem Verunreinigungsgehalt ( $\text{Sr}^{++}$ ) zu messen. Eine Auftragung von  $\tau_{\perp}$  gegen  $\tau_p$  ergab, daß LHR der verwendeten Kristalle im betrachteten Abgleichungsbereich als nahezu konstant angenommen werden kann und mit wachsendem Verunreinigungsgehalt fällt. Steinbrechs Meßwerte an  $\text{NaCl} + \text{Ca}^{++}$  und  $\text{KCl} + \text{Sr}^{++}$  bekräftigten dies. Ein Vergleich der drei Substanzen zeigte den systematischen Gang von LHR mit der Polarisierbarkeit und der Stapelfehlerenergie.

Die Ergebnisse können mit einer Theorie von Haasen nicht erklärt werden. Für die von Frank entwickelte Waldversetzungstheorie scheint die Voraussetzung der Doppelgleitung nicht im erforderlichen Umfang erfüllt zu sein.

Es wurde eine Waldversetzungstheorie entwickelt, die als wesentliche Hindernisse der latenten Versetzungsbewegung die in der Hauptsache durch Doppelquergleitung von Schraubenversetzungen entstandene Stufenversetzungsdipoldichte beinhaltet. Diese Theorie ist in der Lage, das beobachtete latente Verfestigungsverhalten qualitativ zu beschreiben. Für LiF und NaCl berechnete WW - Parameter stimmen mit theoretisch für Waldschneidprozesse geforderten recht gut überein.

Solange der experimentelle Nachweis für den Verlauf von  $\tau_{\perp}$  bei Abgleitungen  $a \leq 0,5\%$  fehlt bzw. die Meßergebnisse für höhere Verformungsgrade keine eindeutige Extrapolation auf  $a=0$  vorschreiben, muß obige Modellvorstellung als Alternative zu der von Steinbrech entwickelten angesehen werden.

Literaturverzeichnis

- [1] Franzbecker, W., phys. stat. sol. (b) 57, 545 (1973)
- [2] Steinbrech, R., Dissertation, Göttingen 1976
- [3] Gilman, J.J., J. appl. phys. 44, 982 (1973)
- [4] Haasen, P., in: Dislocations et Processes de Transport  
J. d. Physique, C 9 - 205 (1973)
- [5] Haasen, P., Franzbecker, W., Nachr. Göttg. Akad. Wiss. (1973)
- [6] Pfann, W.G., Zone Melting  
New York, John Wiley & Sons Inc. (1958)
- [7] Gründig, H., Z. Phys. 158, 577 (1960)
- [8] Gründig, H., Wassermann, E., Z. Phys. 176, 293 (1963)
- [9] Lébl, M., Trnka, J., Z. Phys. 186, 128 (1965)
- [10] Gründig, H., Z. Phys. 176, 451 (1963)
- [11] Alden, T.H., Trans. AIME, 230, 649 (1964)
- [12] Shaskol'skaya, M.P., Tsinzerling, L.G., Kulabukahova, R.I.,  
Sov. Phys.-Cryst. 10, 98 (1965)
- [13] Gutmanas, É.Yu., Nadgornyi, É.M., Sov. Phys.-Cryst.  
13, 85 (1968)
- [14] Gilman, J.J., Johnston, W.G., Sears, G.W.,  
J. Appl. Phys. 29, 747 (1958)
- [15] In der Schmitzen, W., Trans AIME 221, 409 (1961)
- [16] Hesse, J., phys. stat. sol., 21, 495 (1967)
- [17] Matucha, K.-H., phys. stat. sol. 9, 209 (1965)
- [18] Strunk, H., Dissertation, Stuttgart (1973)
- [19] Bowen, D.K., Christian, J.W., Phil. Mag. 12, 369 (1965)
- [20] Scholl, H., Zeitschrift Metallkunde 44, 528 (1953)
- [21] Pratt, P.L., Chang, R., Newey, C.W.A., Applied Physics  
Letters, 3, 83 (1963)

- [22] Gilman, J.J., Acta Met. 7, 608 (1959)
- [23] Foxall, R.A., Duesbury, M.S., Hirsch, P.B.,  
Can. J. Phys. 45, 607 (1967)
- [24] Klyavin, O.V., Simashko, S.G., Stepanov, A.V.,  
Sov. Phys. - Sol. State 15, 274 (1973)
- [25] Friedrichs, J., Haasen, P., Phil. Mag. 31, 863 (1975)
- [26] Foreman, A.J.E., Makin, M.J., Phil. Mag. 14, 911 (1966)
- [27] Foreman, A. J. E., Makin, M.J., Canad. J. Phys. 45, 511 (1967)
- [28] Frank, W., phys. stat. sol., 29, 391 (1968)
- [29] Frank, W., Z. Naturforschg. 22a, 365 (1966)
- [30] Mitchell, T.E., Heuer, A.H., Veröffentlichung demnächst
- [31] Barnett, D.M., Nix, W.D., Acta Met 21, 1157 (1973)
- [32] Gilman, J.J., J. Appl. Phys. 45, 508 (1974)
- [33] Granzer, F., Wagner, G., Eisenblätter, J., phys. stat. sol.  
30, 587 (1968)
- [34] Potstada, H.H., Diplomarbeit, Frankfurt (1975)
- [35] Vlasák, M., Hartmanová, M., Mrafko, P., Czech. J. Phys.  
B 26, 164 (1976)
- [36] Brantley, W.A., Bauer, Ch. L., phys. stat. sol. 18, 465 (1966)
- [37] Haasen, P., Scripta Met. 9, 367 (1975)
- [38] Strunk, H., phys. stat. sol. (a) 28, 119 (1975)
- [39] Gutmanas, E.Yu, Nadgornyi, E.M., phys. stat. sol.  
38, 777 (1970)
- [40] Schoeck, G., Seeger, A., Acta Met. 7, 469 (1959)
- [41] Frank, W., Z. Naturforschg. 22a, 377 (1967)
- [42] Seeger, A., Hdb. Phys. Bd. 7/2, Hrsg. S. Flügge, Springer-  
Verlag, Berlin (1958)
- [43] Hesse, J. Habilitationsschrift, Frankfurt 1971

- [44] Kear, B.H., Silverstone, C.E., Pratt, P.L.,  
Proc. Brit. Ceram. Soc. 6, 269 (1966)
- [45] Foreman, A.J.E., Acta Met. 3, 322 (1955)
- [46] Fontaine, G., Haasen, P., phys. stat. sol. 31, K 67 (1969)
- [47] Haasen, P., J.d. Physique C 7 - 167 (1974)
- [48] Haasen, P., Davis, L.A., Aladag, E., Gordon, R.B.,  
Scripta Met. 4, 55 (1970)
- [49] Argon, A.S., Nigam, A.K., Padawer, G.E., Phil. Mag.  
25 no. 5, 1095 (1972)
- [50] Frank, W., Mater. Sci. Eng., 6, 121 (1970); 6, 132 (1970)
- [51] Saada, G., Acta Met. 8, 841 (1960)
- [52] Nakada, Y., Keh, A.S., phys. stat. sol. 32, 715 (1969)
- [53] Haasen, P., Scripta Met. 9, 367 (1975)
- [54] Mendelson, S., J. Appl. Phys. 32 no. 10 (1961)
- [55] Fotedar, H.L., Srinivasan, M., Wilson, D.A., Stoebe, T.G.,  
Mater. Sci. Eng. 7, 272 (1970)
- [56] Hikata, A., Chick, B.B., Elbaum, C., Truell R.,  
Appl. Phys. Letters 2, 5 (1963)
- [57] Reppich, B., phys. stat. sol. 35, 339 (1969)
- [58] Hesse, J., Hobbs, L.W., phys. stat. sol. (a) 14, 599 (1972)
- [59] Suszyńska, M., Kristall u. Technik 9, 1199 (1974)
- [60] Davidge, R.W., Proc. Brit. Ceram. Soc. 6, 295 (1966)
- [61] Smirnow, B.I., Samoilova, T.V., Blekher, E.V.,  
Sov. Phys. - Sol. State 13, 2769 (1972)
- [62] Strunk, H., Quatrième Congrès Int., Microscopie électro-  
nique à haute tension, Toulouse 229 (1975)
- [63] Gilman, J.J., Johnston, W.G., Sol. State Phys. 13, 147 (1962)
- [64] Hesse, J., phys. stat. sol. 9, 209 (1965)



- [65] Kocks, U.F., Phil. Mag. 13 , 541 (1966)
- [66] Predvoditelev, A.A., Nichugovskii, G.I.,  
Sov. Phys.-Crystallography 17, 132 (1973)
- [67] Zimkin, I.N., Samoilova, T.V. Smirnov, B.I.,  
Sov. Phys.- Sol. State 12, 1380 (1970)
- [68] Zimkin, I.N, Samoilova, T.V., Smirnov, B.I.  
Sov. Phys.-Sol.State17, 1208 (1975)
- [69] Galt, J.K., Phys. Rev. 73, 1460 (1948)
- [70] Hoagland, R.G., Hirth, J.P., Gehlen P.C.  
Phil. Mag. 34, 413 (1976)

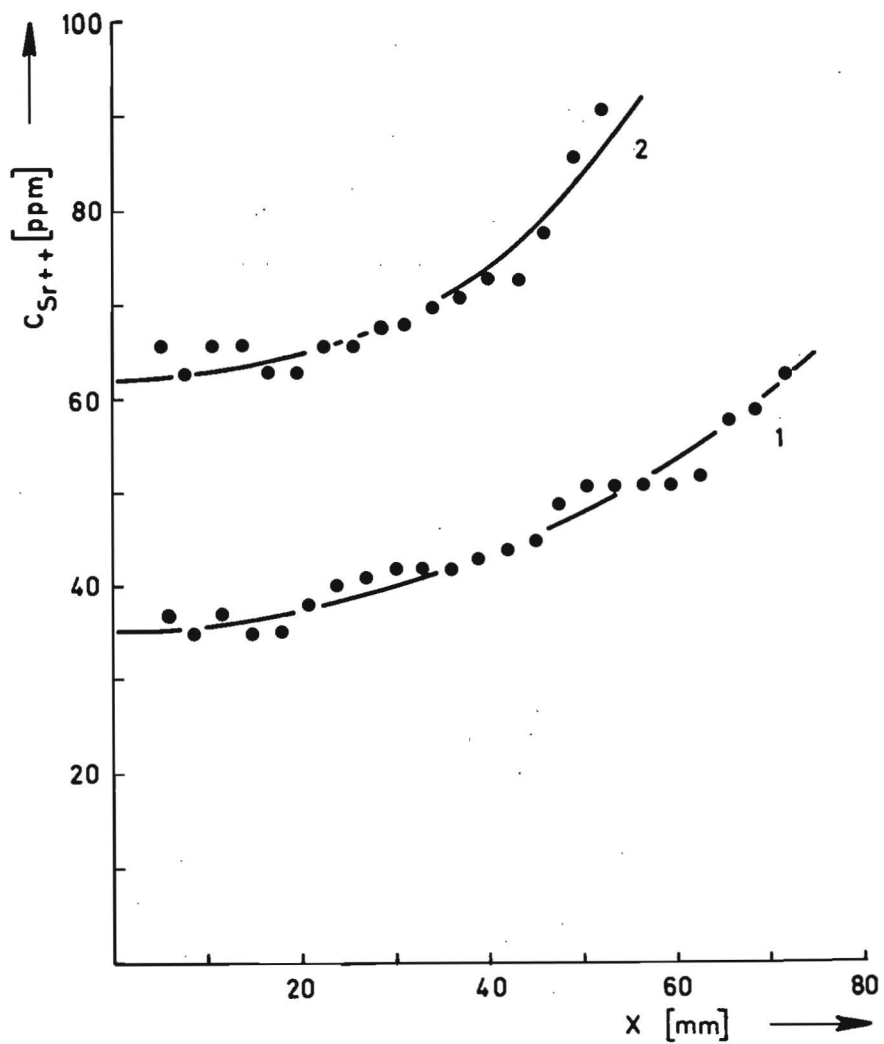


Fig. 1: Konzentrationsverteilung in Sr dotierten KBr Zuchtkristallen  
 (x : Abstand vom Keim, parallel zur Wachstumsrichtung)

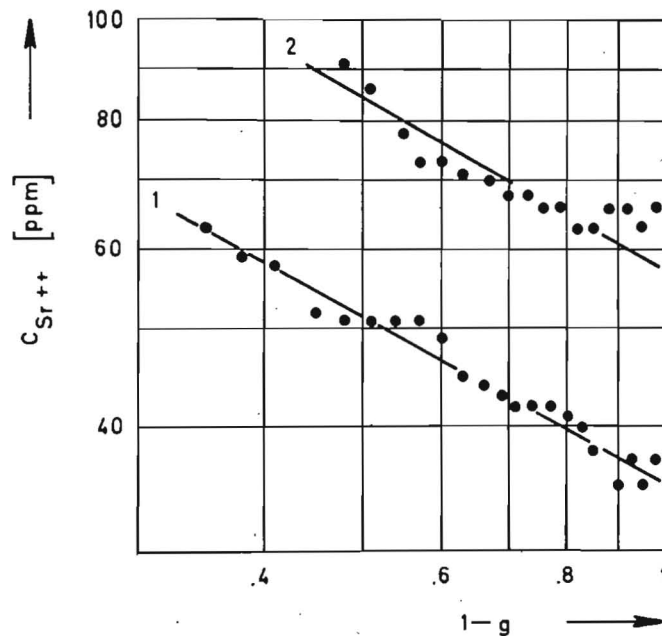


Fig. 2: wie in Fig. 1  
 (g : Bruchteil des erstarrten Materials)

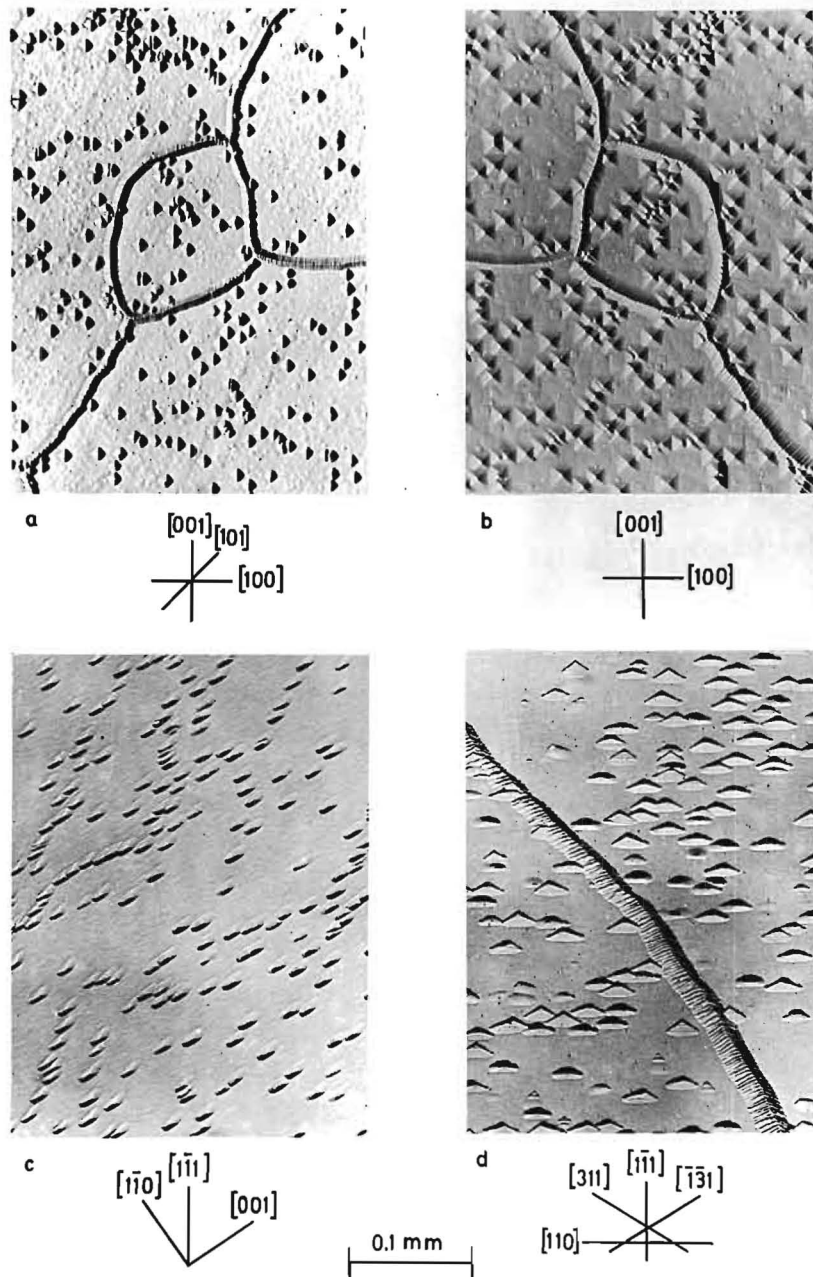


Fig. 3: Ätzgrübchen in verschiedenen Ebenen

- a)  $\cdot\{100\}$  (Ätzmittel A)
- b)  $\{100\}$  (Ätzmittel B)
- c)  $\{110\}$  (Ätzmittel B)
- d)  $\cdot\{112\}$  (Ätzmittel A)

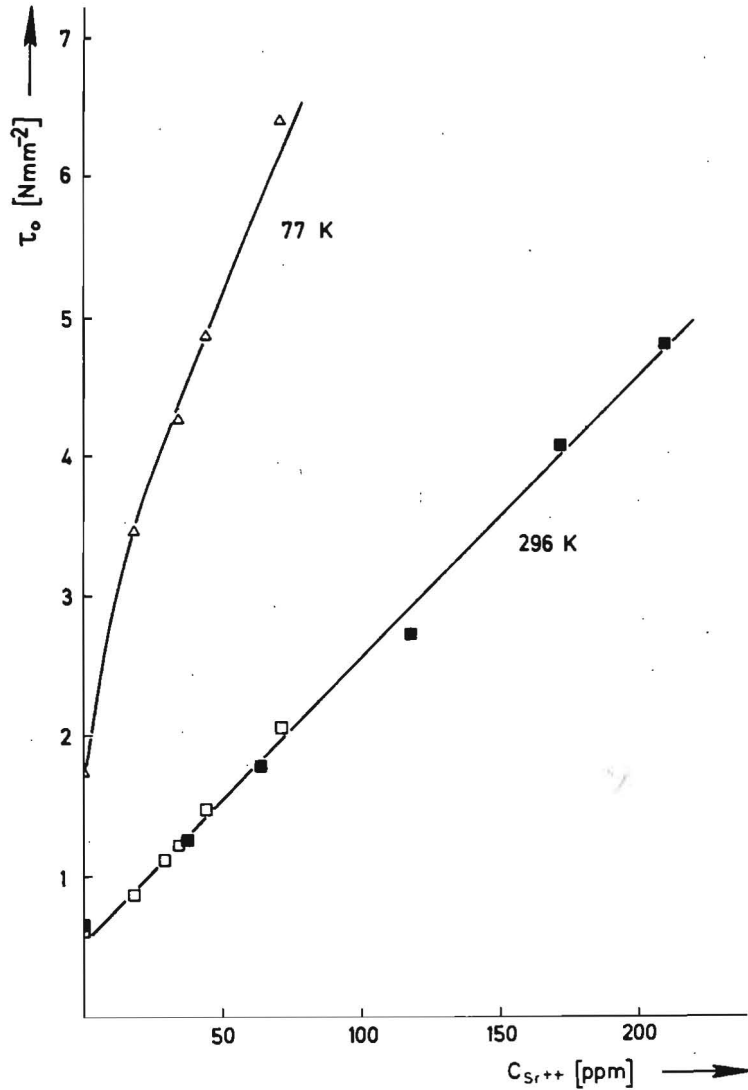


Fig.4: Konzentrationsabhängigkeit der kritischen Schubspannung für  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  - Gleitung (Druckverformung) bei 77K und 296 K; volle Symbole von Messungen der latenten Verfestigung

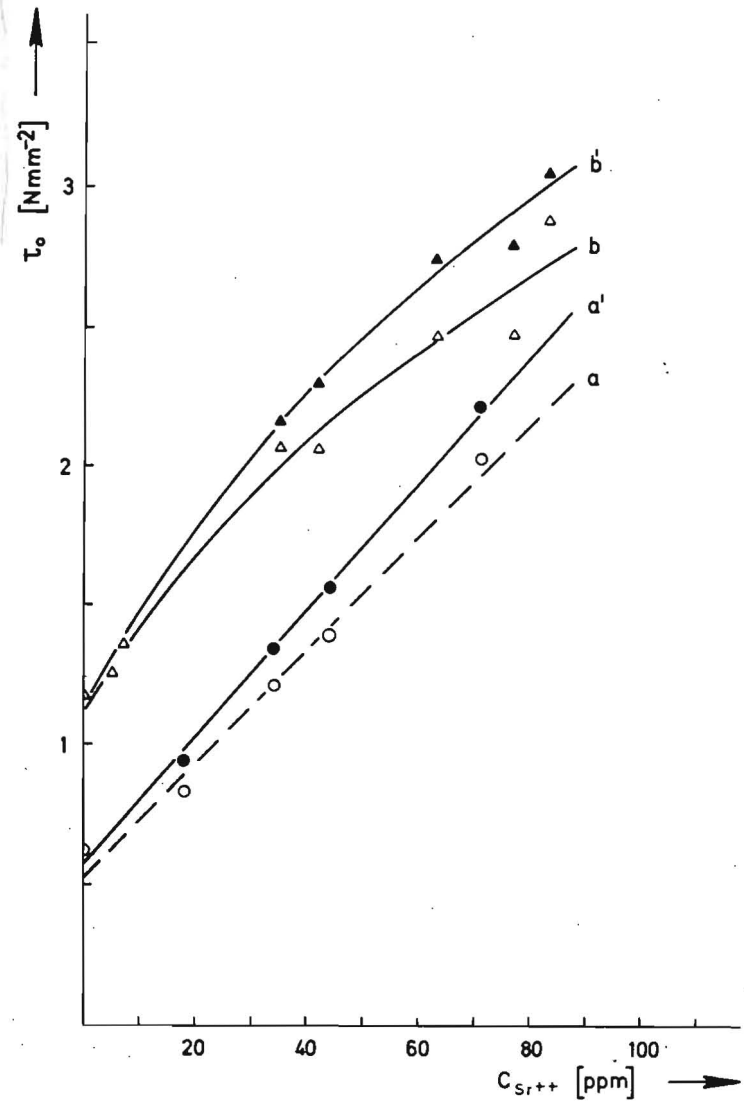


Fig.5: Konzentrationsabhängigkeit der kritischen Schubspannung bei RT für a)  $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$  -, b)  $\langle 110 \rangle \{ 100 \}$  Gleitung (Schubverformung); a') Plateau-, b') obere Streckgrenzenwerte (gestrichelt: Verlauf von  $\tau_o \{ 110 \}$  im Druck)

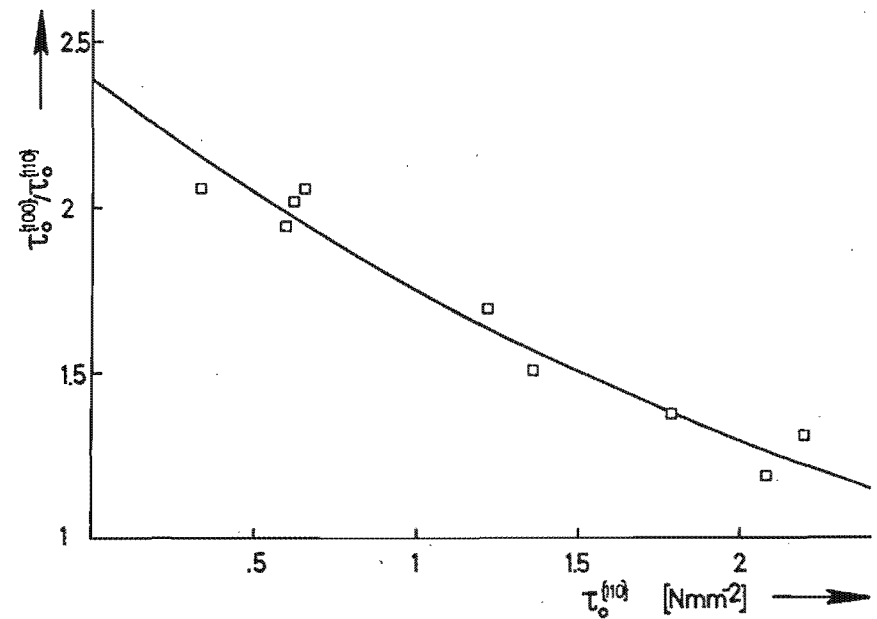
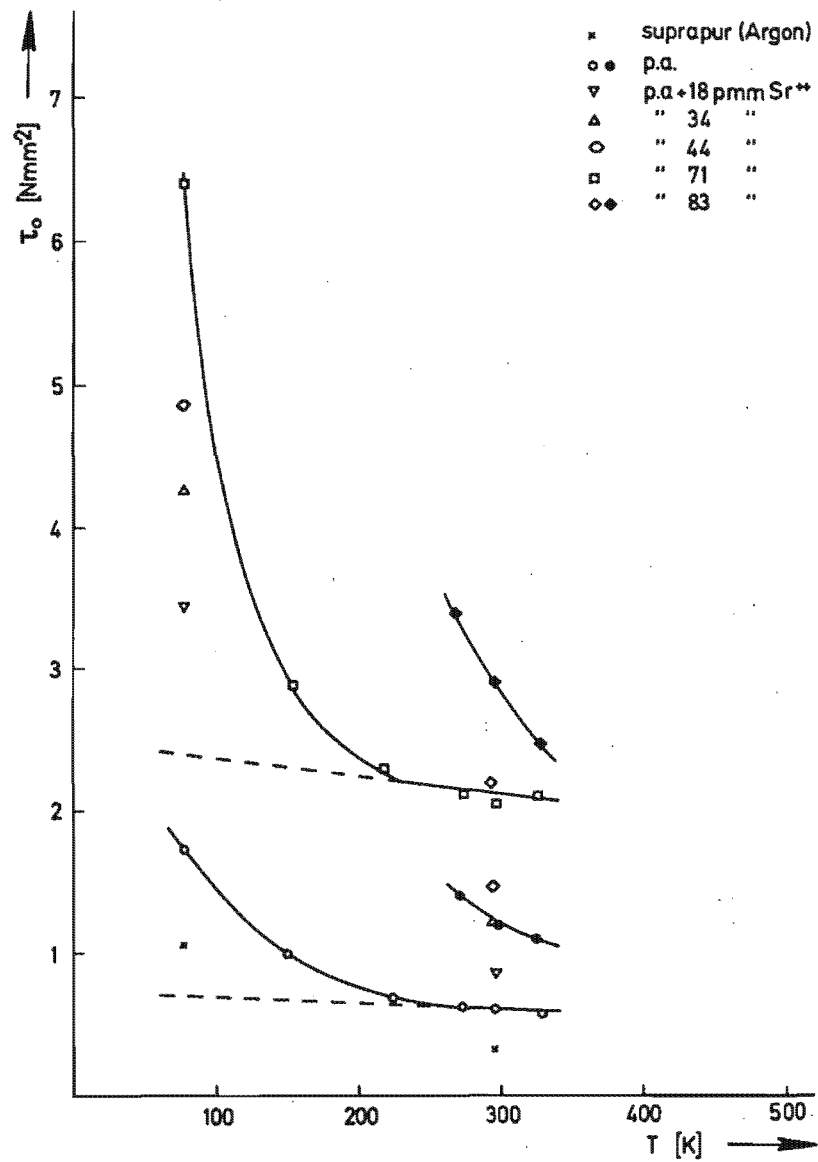


Fig.6:  $\tau_0^{\{100\}} / \tau_0^{\{110\}}$  in Abhängigkeit von der kritischen Schubspannung auf  $\{110\}$  bei RT

Fig.7: Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung für  $\langle 110 \rangle \{110\}$  - Gleitung (Druckversuch) und  $\langle 110 \rangle \{100\}$  - Gleitung (Schubversuch, volle Symbole)

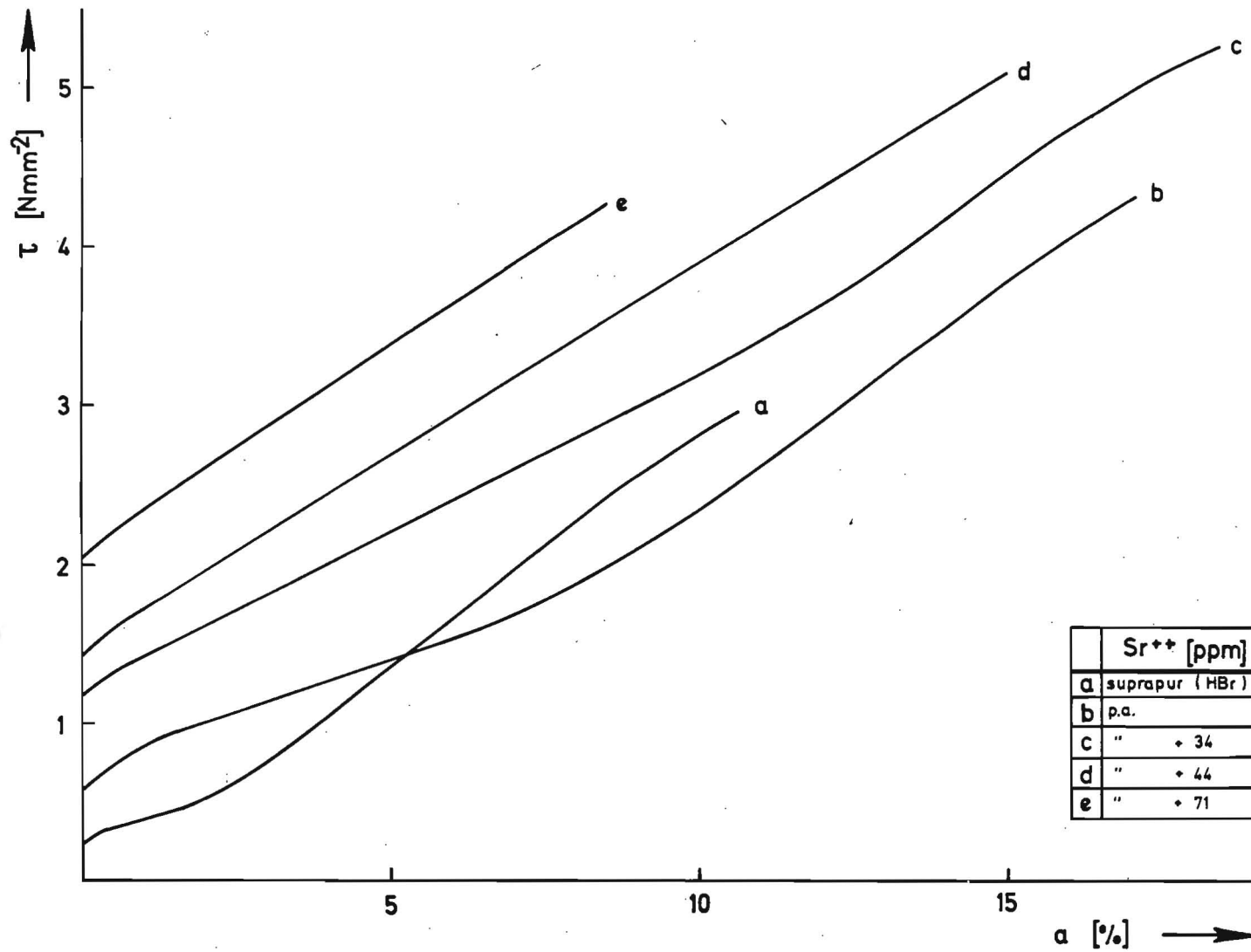


Fig.8: { 110 } - Druck : RT - Verfestigungskurven in Abhängigkeit von der Verunreinigungskonzentration

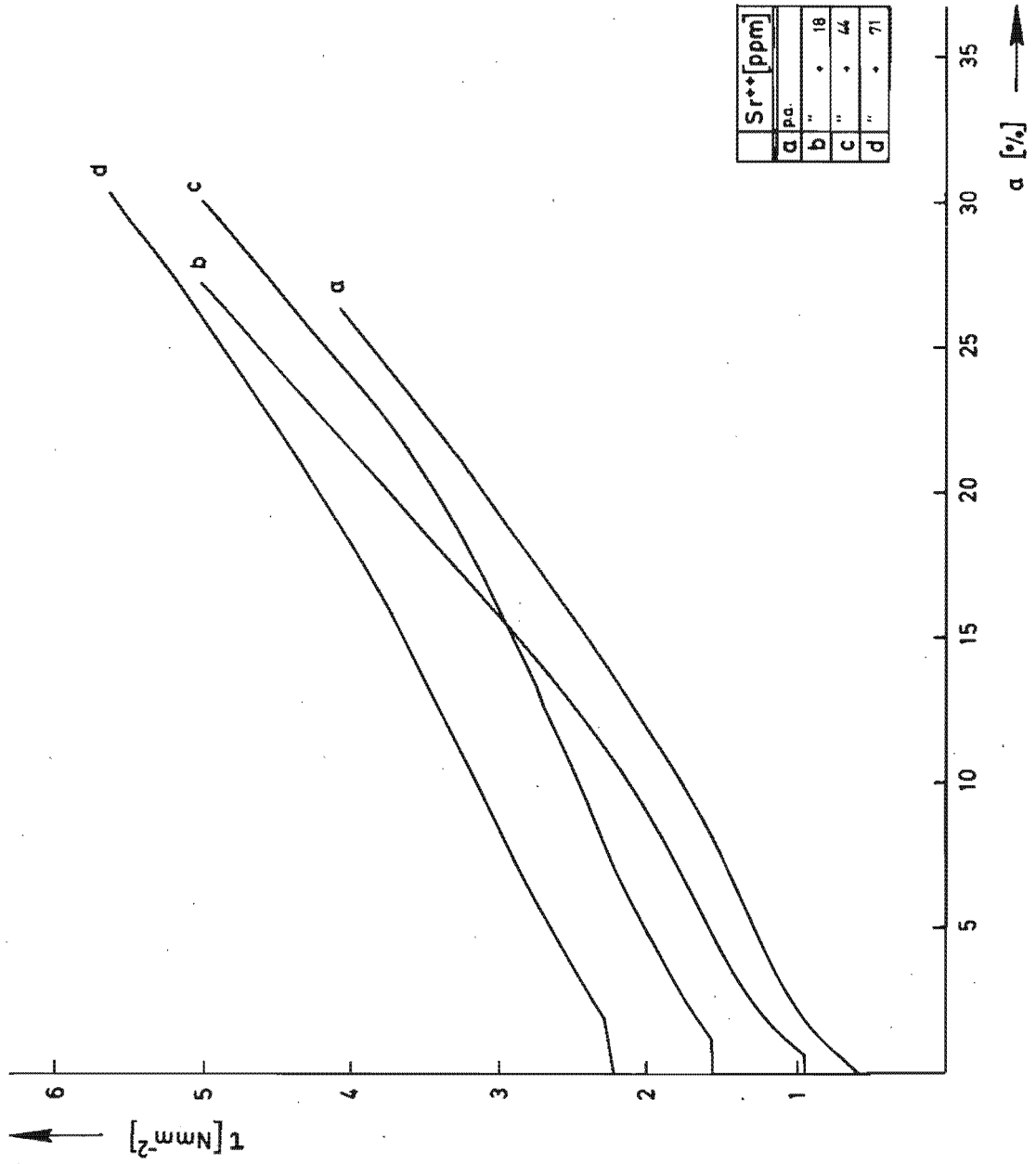


Fig.9: {110} - Schub : wie Fig. 8

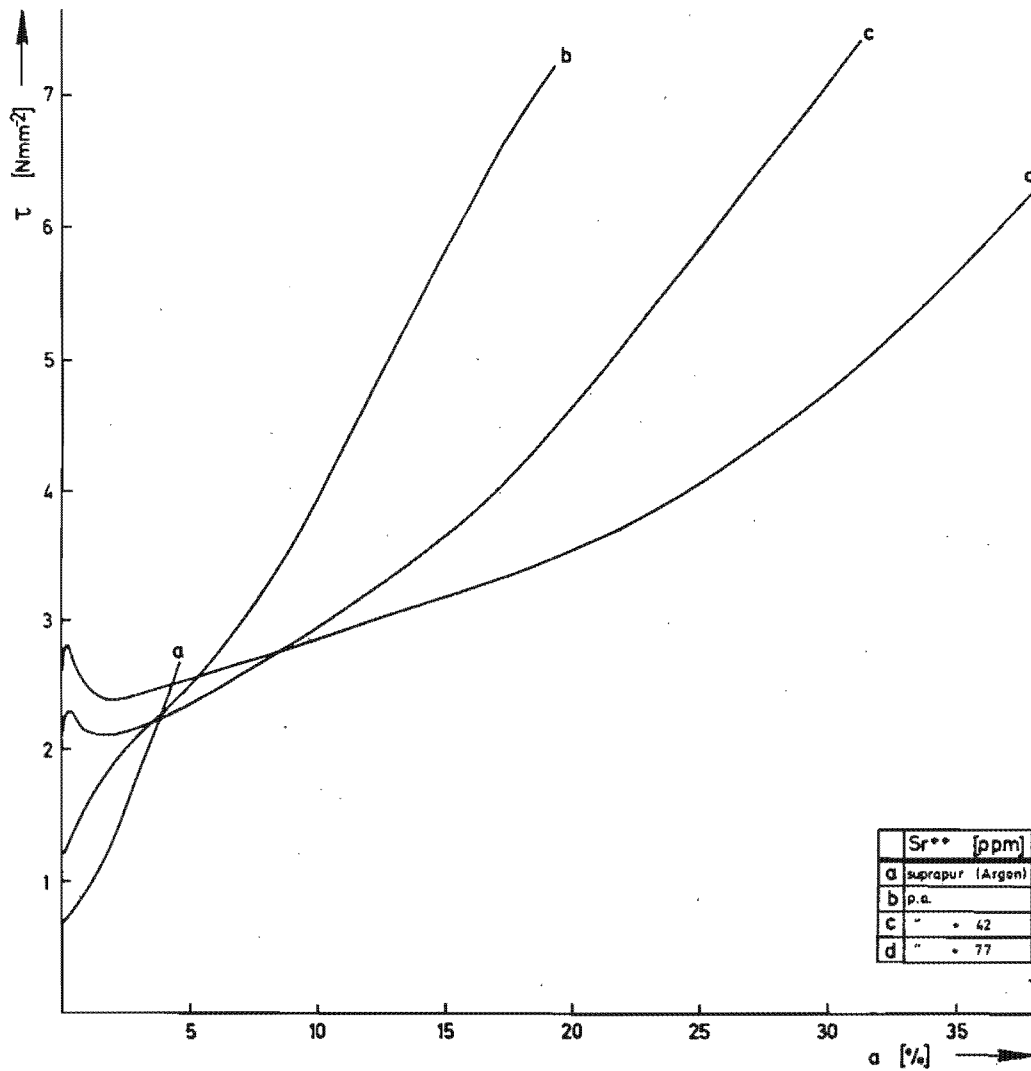


Fig. 10: {100} - Schub : wie in Fig. 8

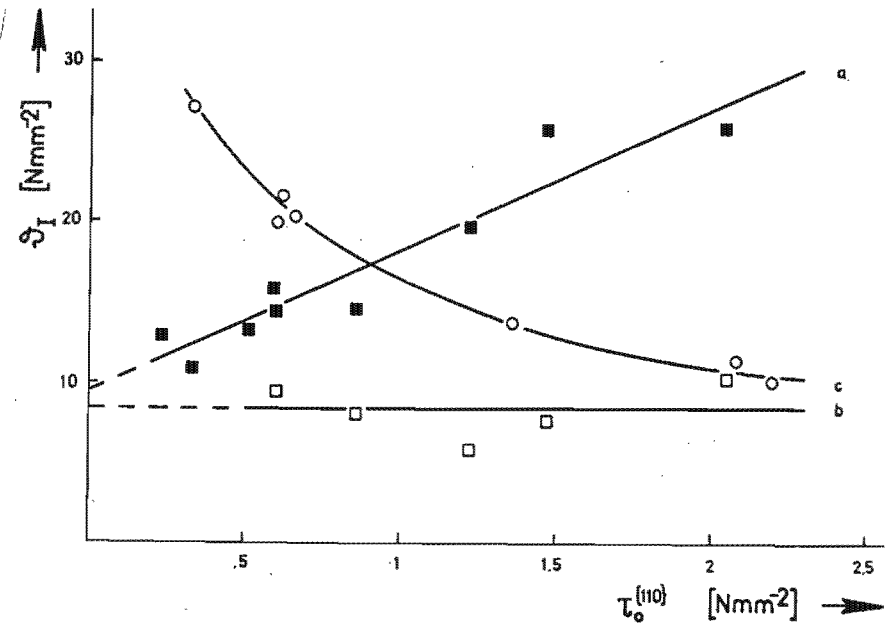


Fig. 11: Abhängigkeit des Verfestigungsparameters  $G_I$  von der kritischen Schubspannung  $\tau_0^{\{110\}}$  bei RT

- a) {110} - Druck
- b) {110} - Schub
- c) {100} - Schub



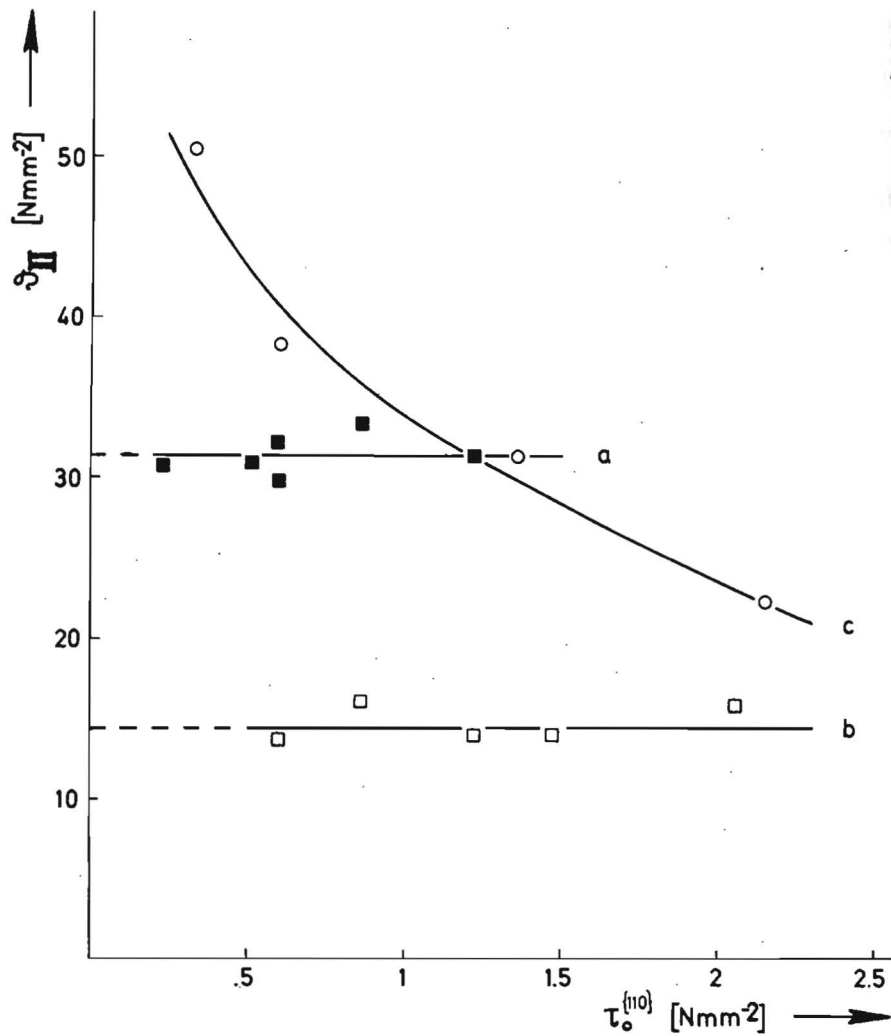


Fig.12: Abhängigkeit des Verfestigungsparameters  $\sigma_{II}$  von der kritischen Schubspannung  $\tau_o^{\{110\}}$  bei RT  
a), b), c) wie Fig. 11

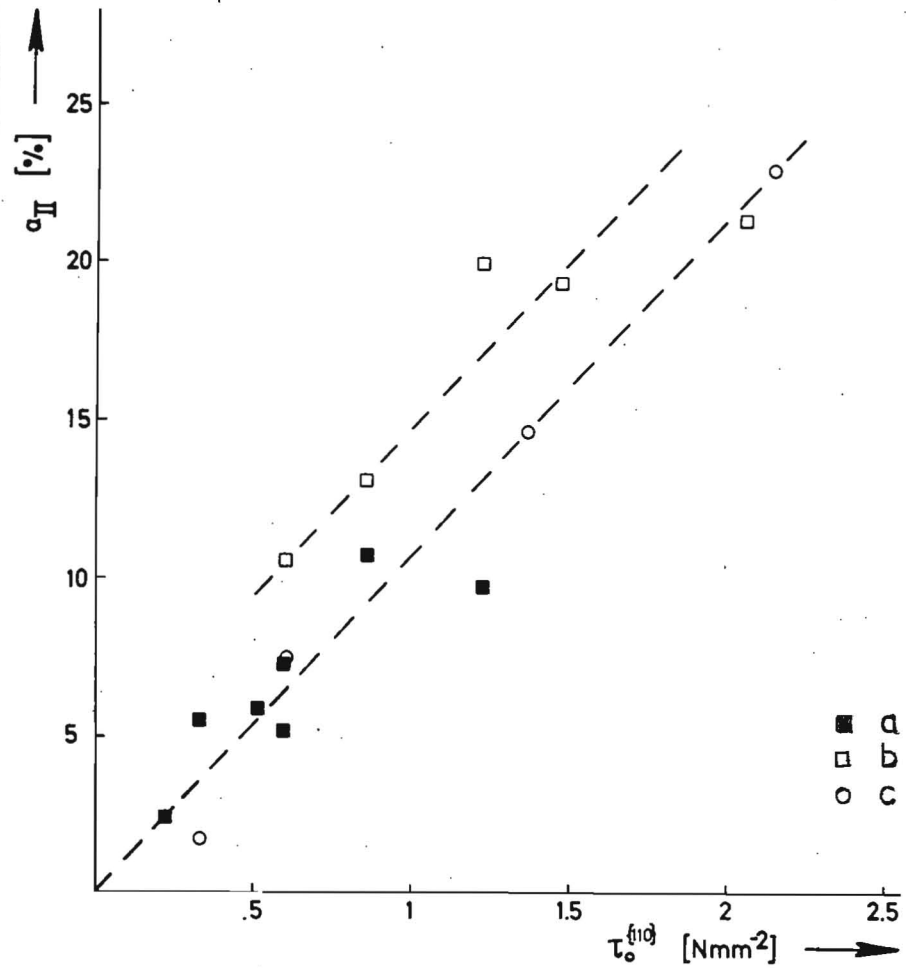


Fig.13: Abhängigkeit des Verfestigungsparameters  $\alpha_{II}$  von der kritischen Schubspannung  $\tau_o^{\{110\}}$  bei RT  
a), b), c) wie Fig. 11

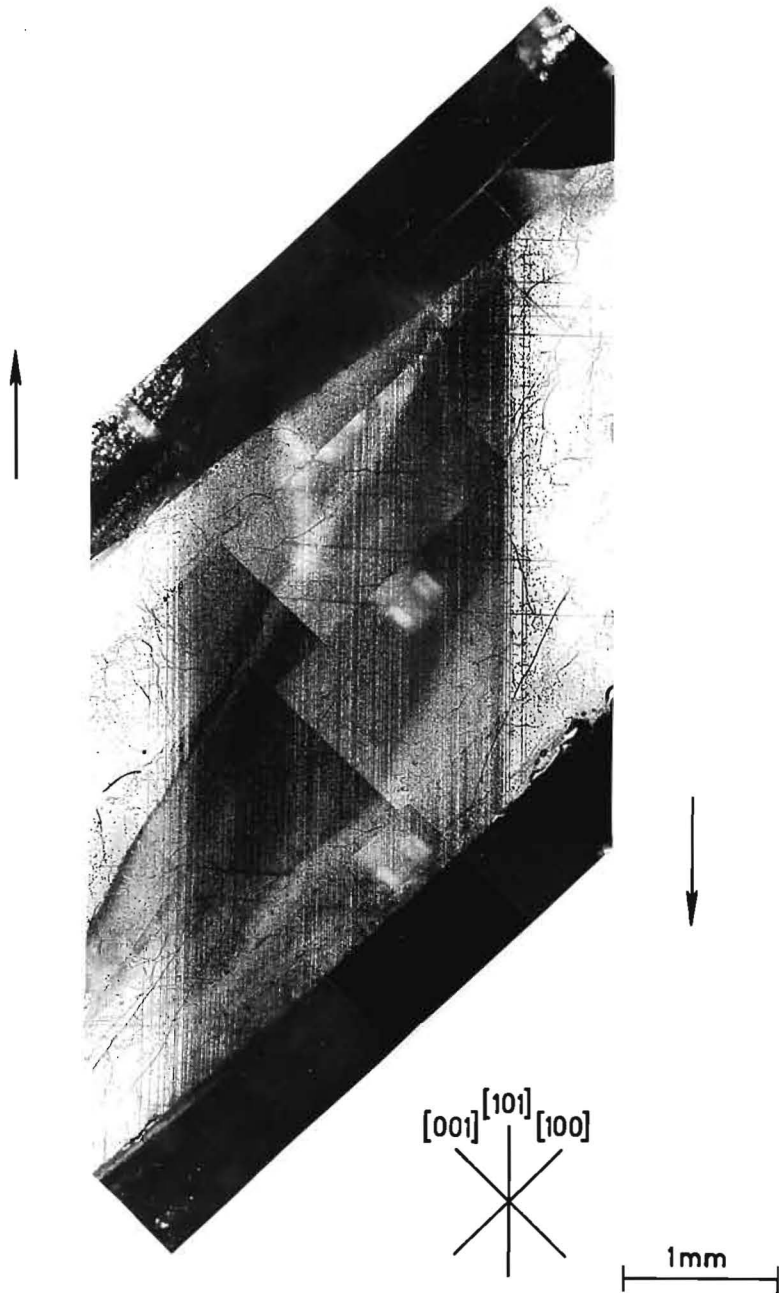
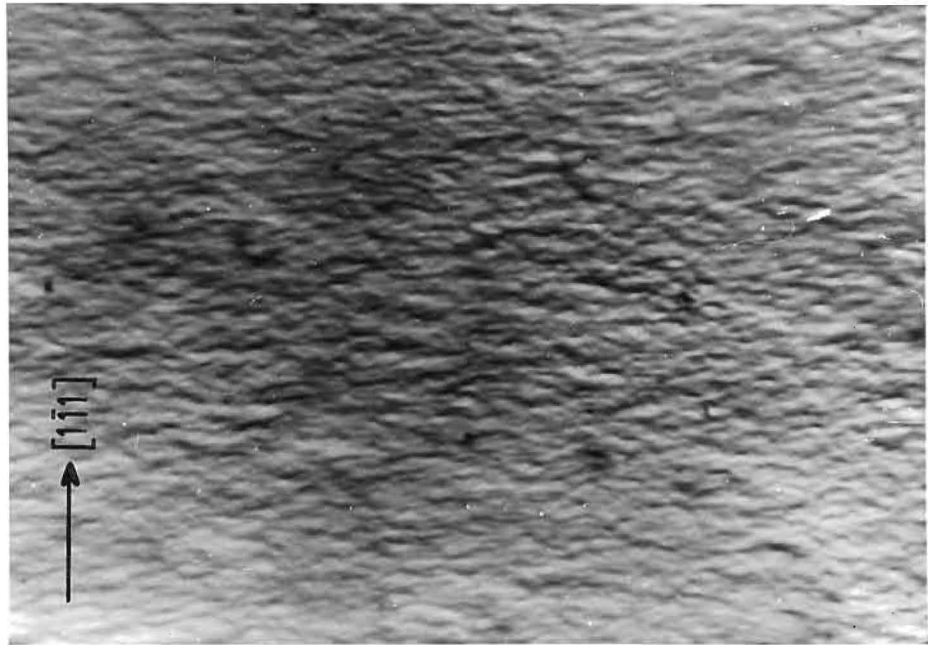
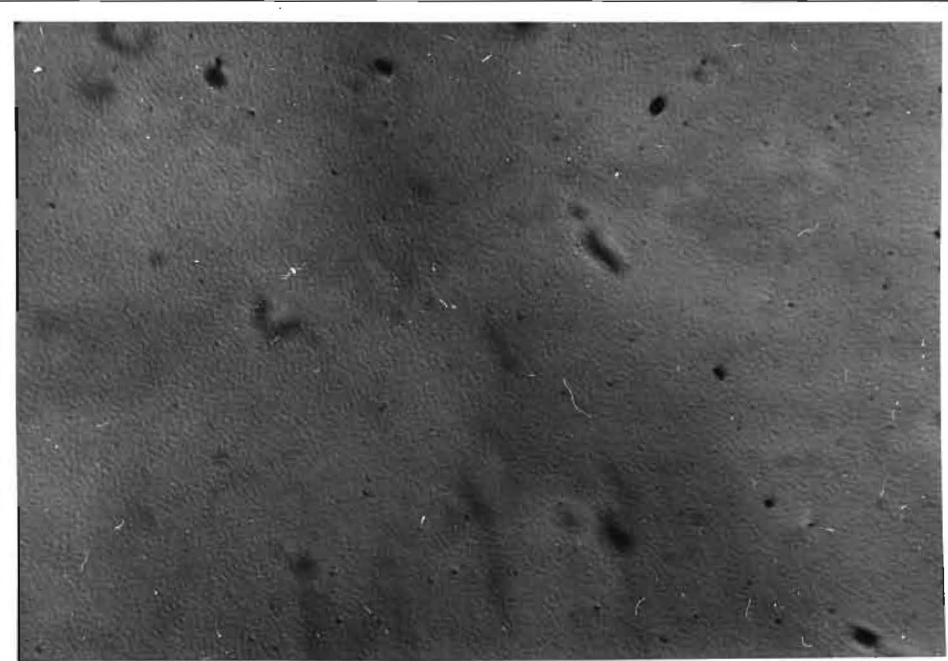


Fig. 14:  $(10\bar{1})$  - Schub; Angeätzte Seitenfläche : Gleitung findet zwischen den Fassungen statt, wenig Störgleitung auf  $(101)$   
(KBr p.a. + 71 ppm  $\text{Sr}^{++}$ ,  $a = 5\%$ )





a



b

Fig.16 : a) (001) - Schub: Lichtmikroskopische Aufnahme der ( $\bar{1}12$ ) Unterseite (KBr p.a. + 77 ppm  $\text{Sr}^{++}$ ,  $a= 20\%$ )  
b) Polierte unverformte ( $\bar{1}12$ ) Unterseite  
300 x

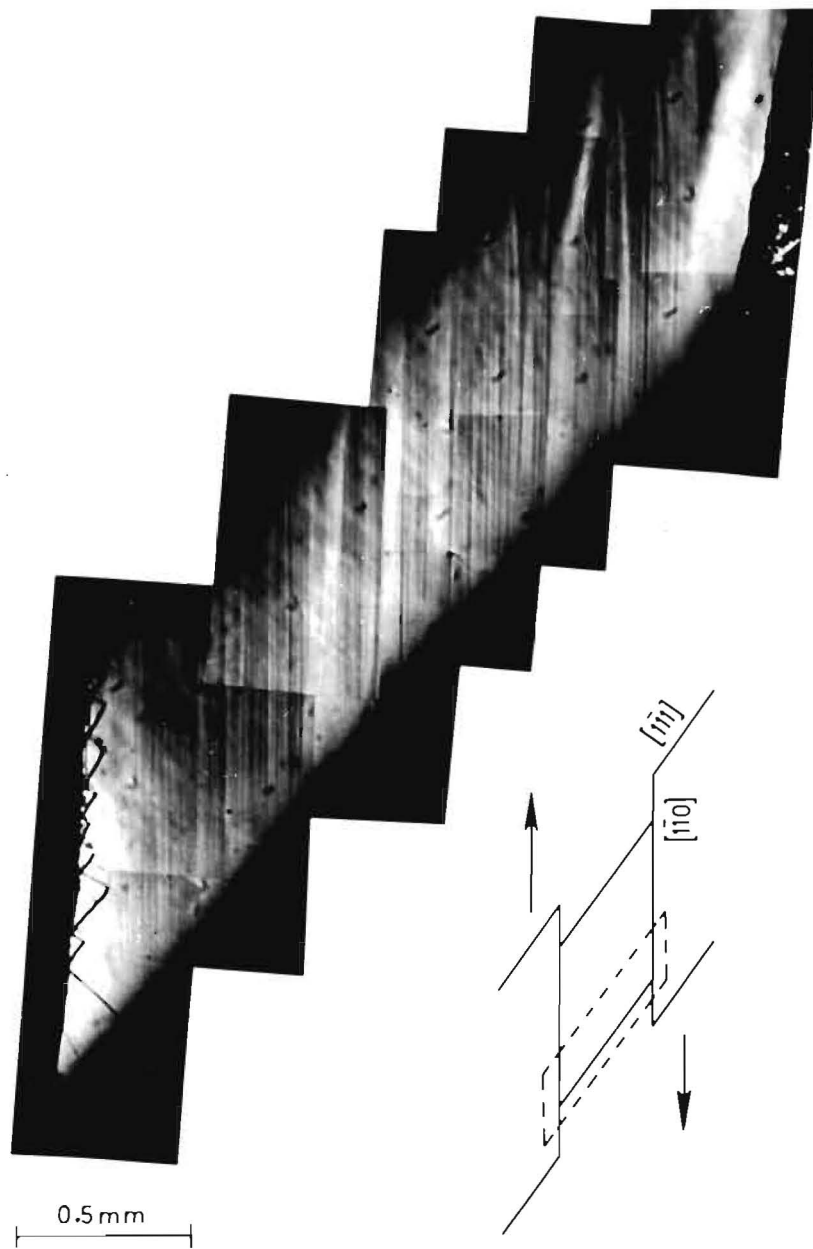


Fig.17 : (001) - Schub : Lichtmikroskopische Aufnahme der (110) Seitenfläche; Gleitstufen von (001) Gleitung in der Nähe der Kante zur ( $\bar{1}12$ ) Unterseite

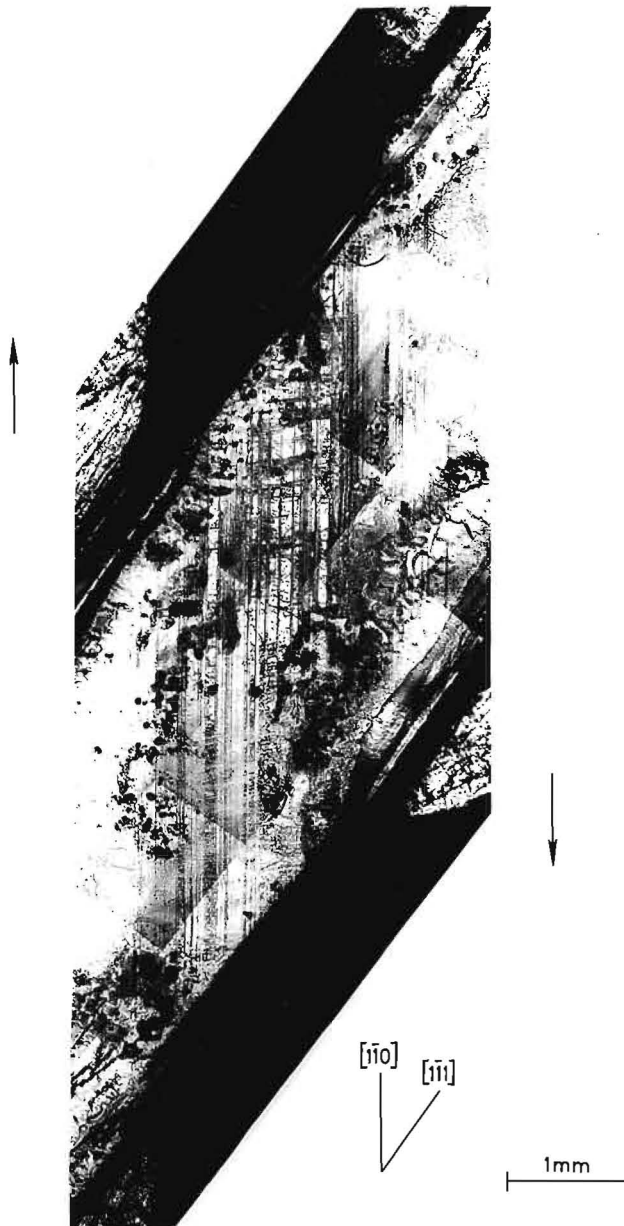
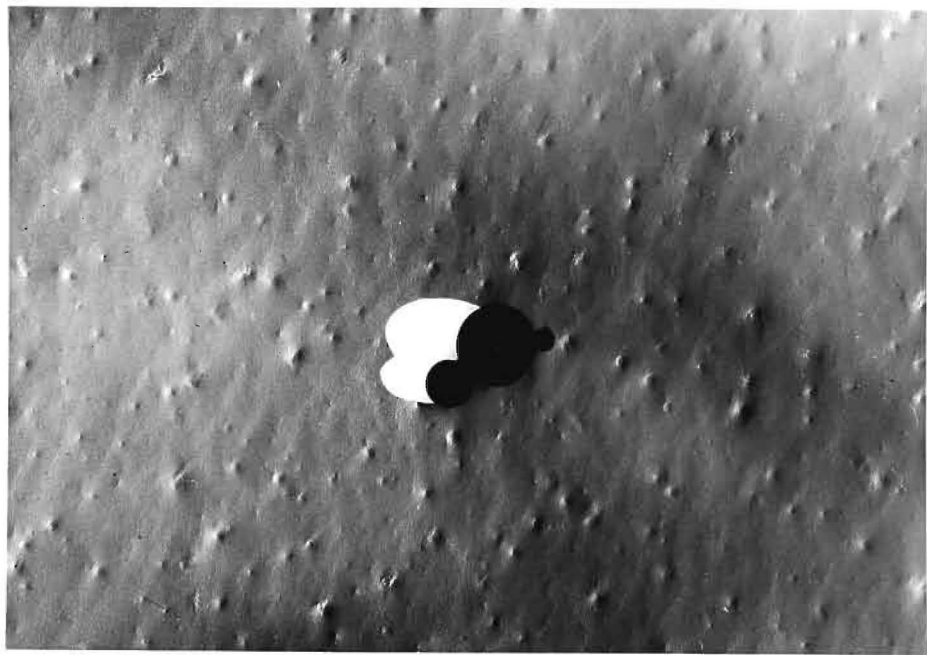


Fig.18: (001) Schub; Angeätzte (110) - Seitenfläche : Gleitung findet zwischen den Fassungen statt, Störgleitung auf schrägen  $\{100\}$  - Ebenen.  
(KBr p.a. + 77 ppm  $\text{Sr}^{++}$ ,  $a \approx 1\%$ )

a



b

Fig.19: a) (001) Schub : Replica-Aufnahme der  $(\bar{1}12)$  Unterseite. Es werden keine individuellen Gleitlinien aufgelöst (KBr supra-pur,  $a = 9\%$ )  
b) Polierte unverformte  $(\bar{1}12)$  Unterseite  
10000 x

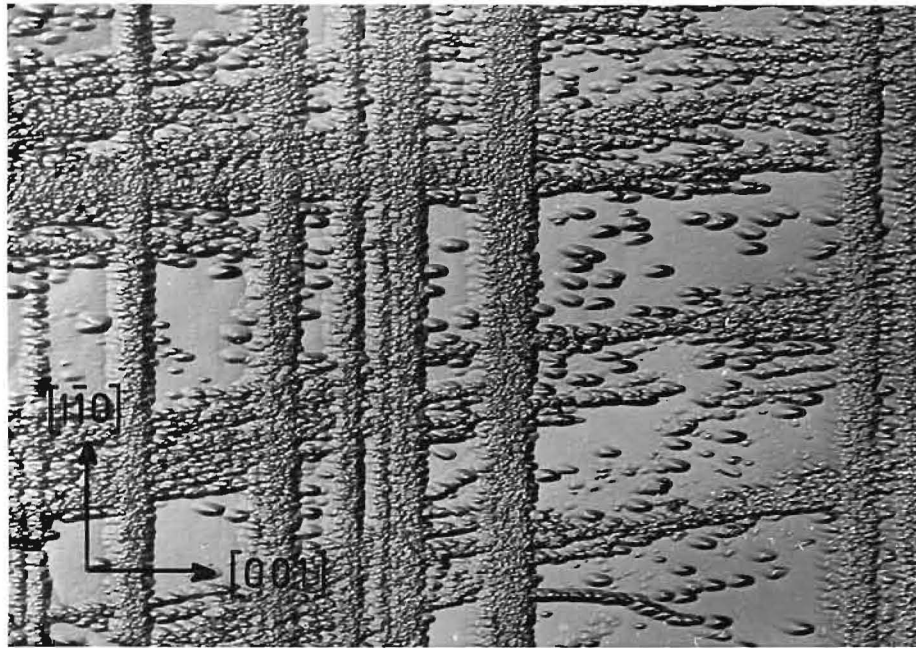


Fig.20 : (001) Schub; (110) Seitenfläche:  
Aufgelockerte Gleitbänder von Versetzungen  
schräger  $\{100\}$  - Ebenen (gemischter Typ);  
teilweise  $10^\circ$  Abweichung von  $[001]$  , im Gegen-  
satz zu Stufenversetzungsbändern des Haupt-  
gleitsystems  $[1\bar{1}0](001)$ .  
140 x



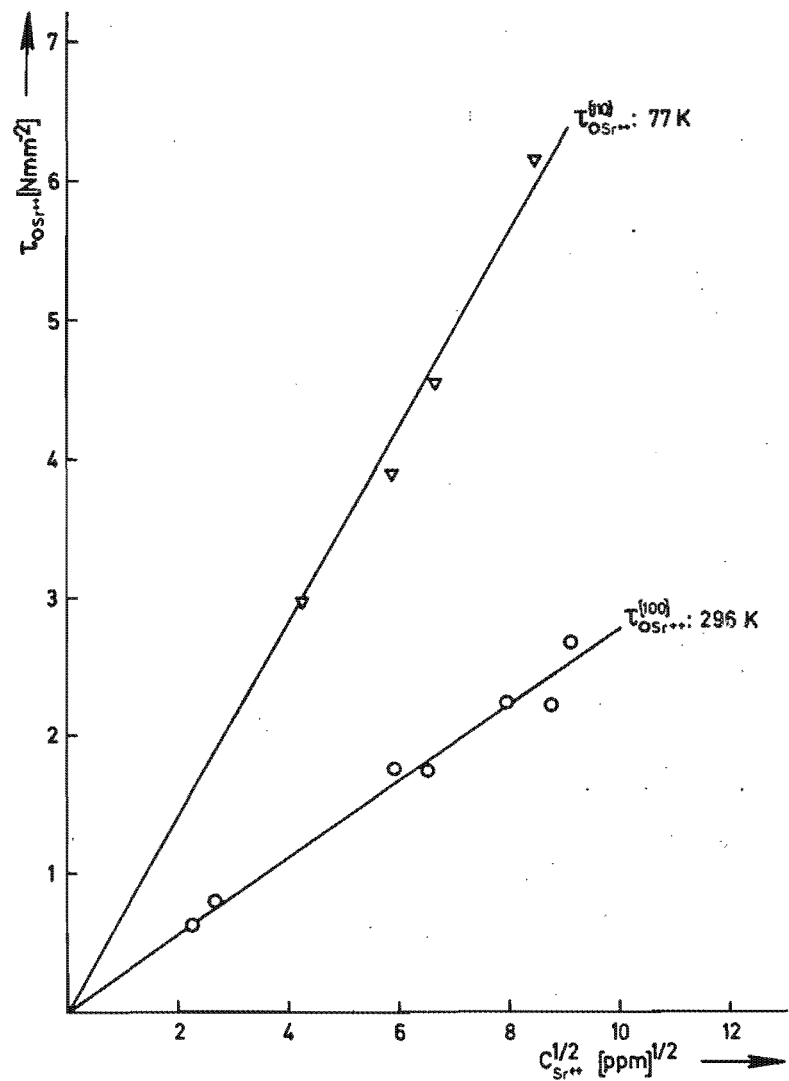


Fig. 21: Beitrag der  $\text{Sr}^{++}$ - Ionen zur kritischen Schubspannung der Systeme  $\langle 110 \rangle \{110\}$  bei 77 K und  $\langle 110 \rangle \{100\}$  bei 296 K in Abhängigkeit von der  $\text{Sr}^{++}$  - Konzentration

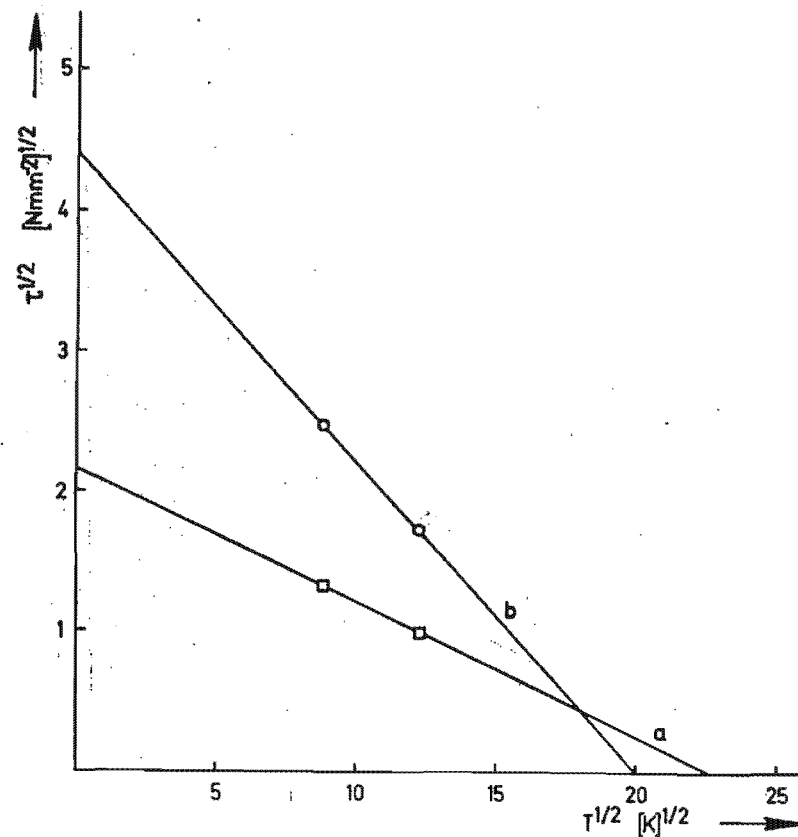


Fig. 22: Auftragung von  $\tau_{\circ}^{\{110\}}$  ( $T < 250 \text{ K}$ ) nach Frank (Gleichung 3)  
 a)  $\tau_{\circ}^{\{110\}}$  : KBr p.a.  
 b)  $\tau_{\circ}^{\{110\}}$  : KBr p.a. + 71 ppm  $\text{Sr}^{++}$

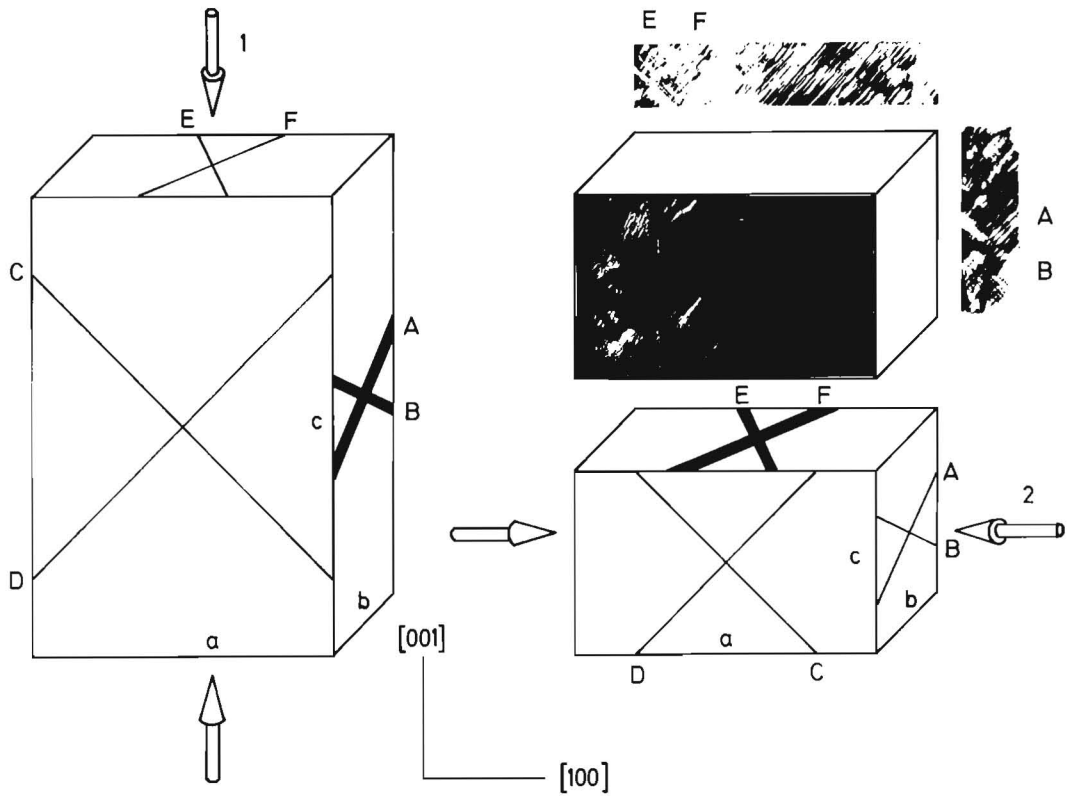
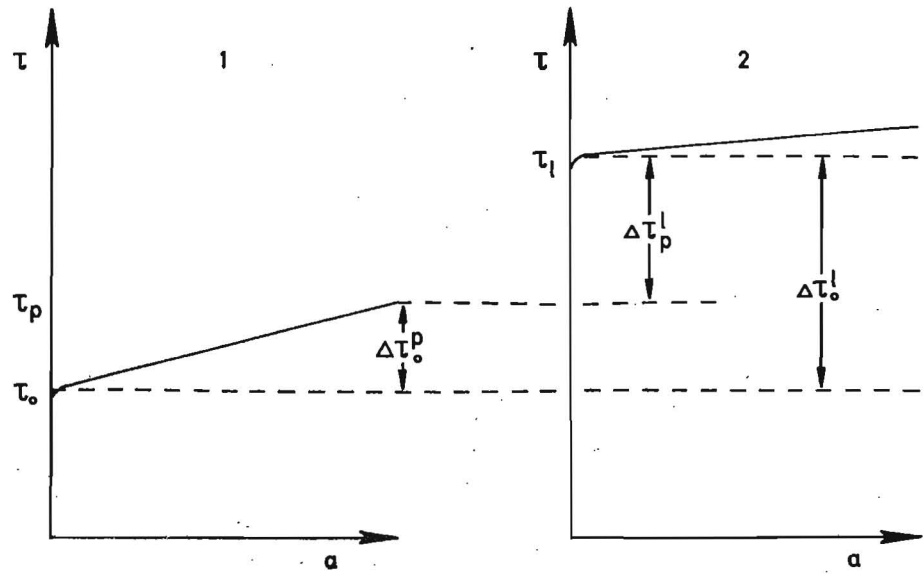


Fig. 23 : Verformungsmethode und benutzte Probengeometrie

| A, B

E, F



a

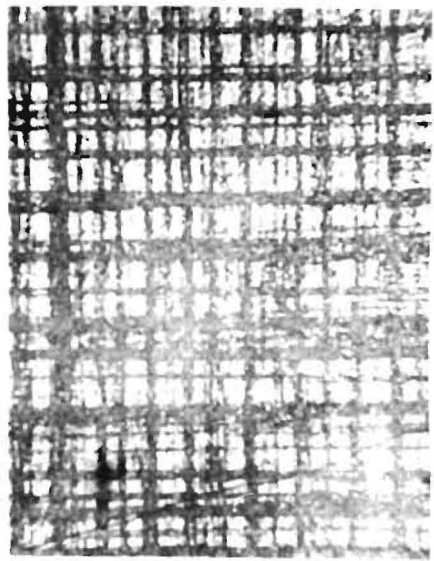


b

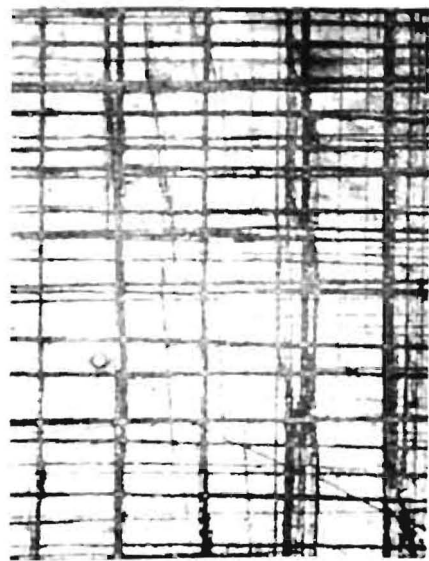
[100]

[001]

E, F



c



d

| A, B

0.2mm

Fig.24: Ätzgrübchenaufnahme nach der zweiten Verformung mit Druckachse parallel zu [ 100 ]

- a) KBr suprapur (Argon)
- b) KBr p.a.
- c) KBr p.a. + 64 ppm Sr<sup>++</sup>
- d) KBr p.a. + 172 ppm Sr<sup>++</sup>

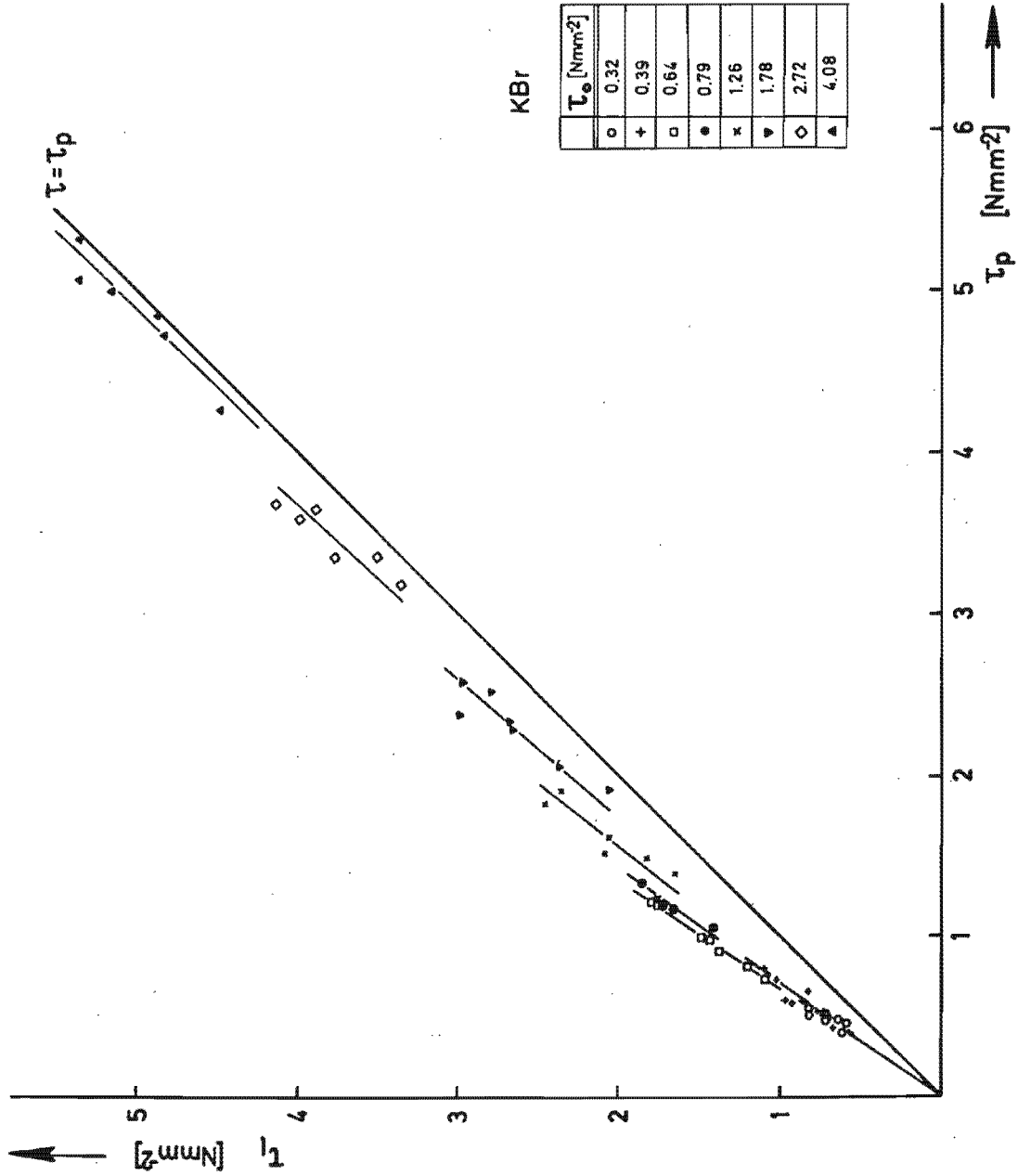


Fig 25 : KBr + Sr<sup>++</sup> : Fließspannung des latenten Systems  $\tau_1$  als Funktion der Primärspannung  $\tau_p$  nach Ableitungen  $0,5\% < a < 3\%$

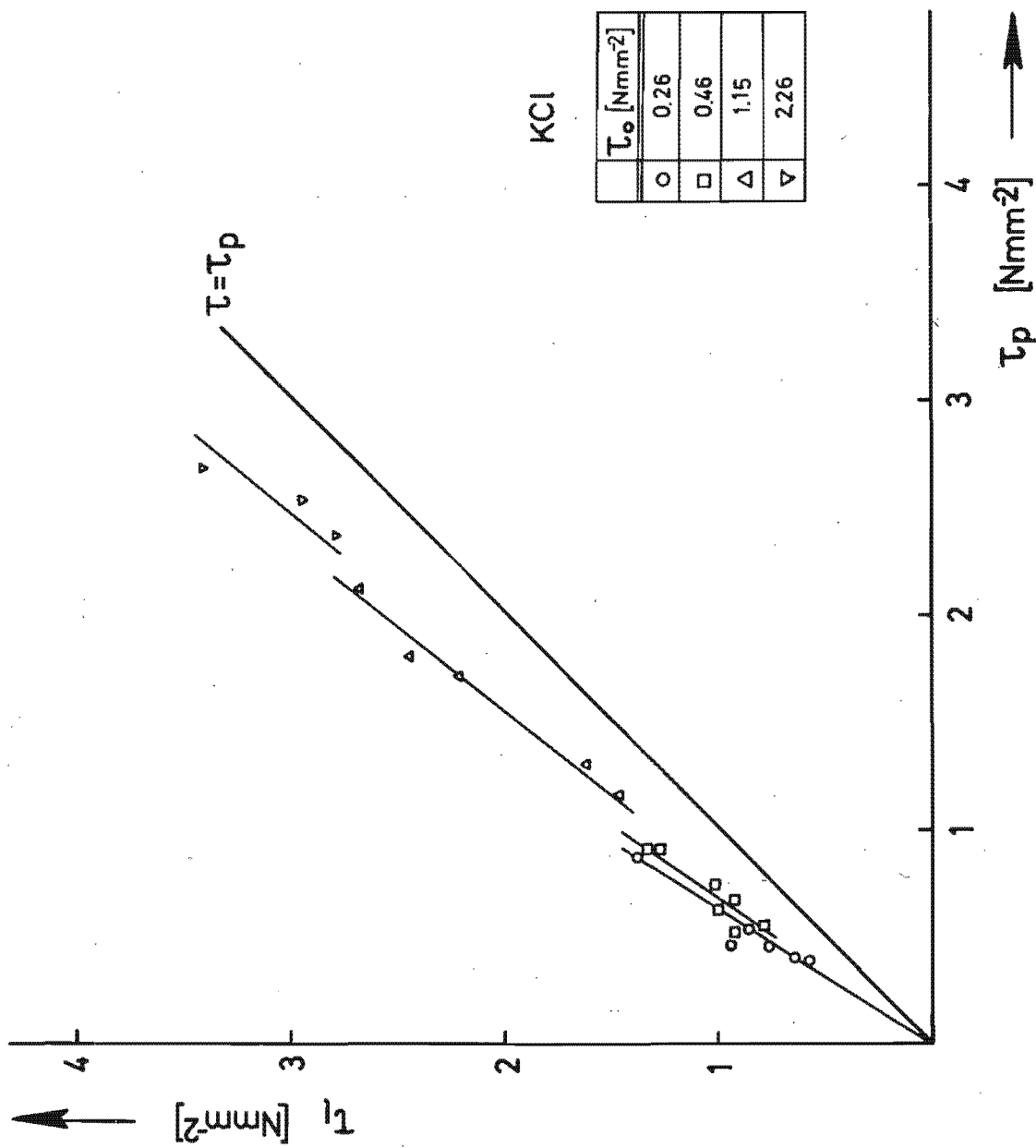


Fig. 26 : KCl + Sr<sup>++</sup> : wie Fig. 25

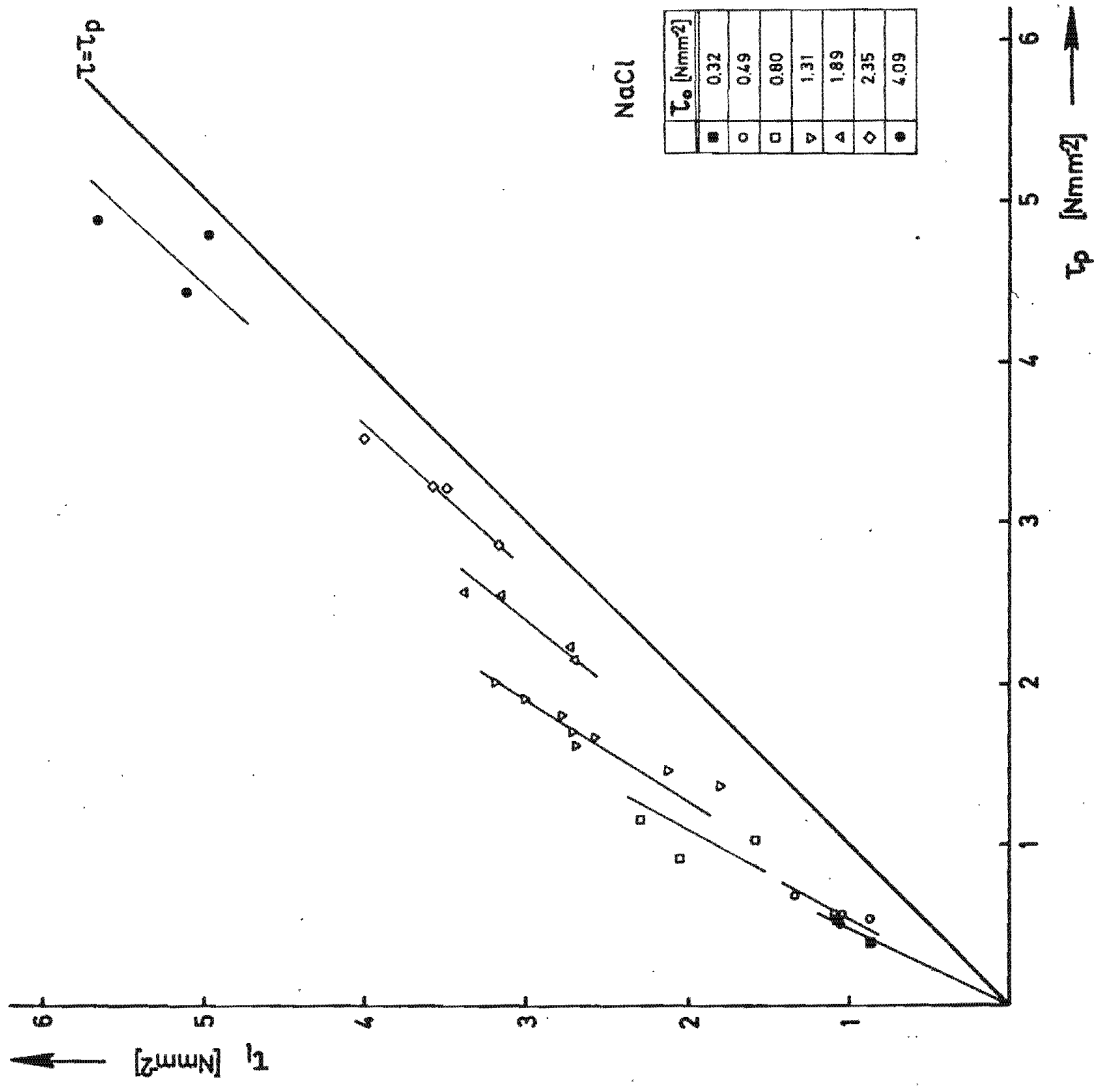


Fig. 27 : NaCl + Ca<sup>++</sup> : wie Fig. 25

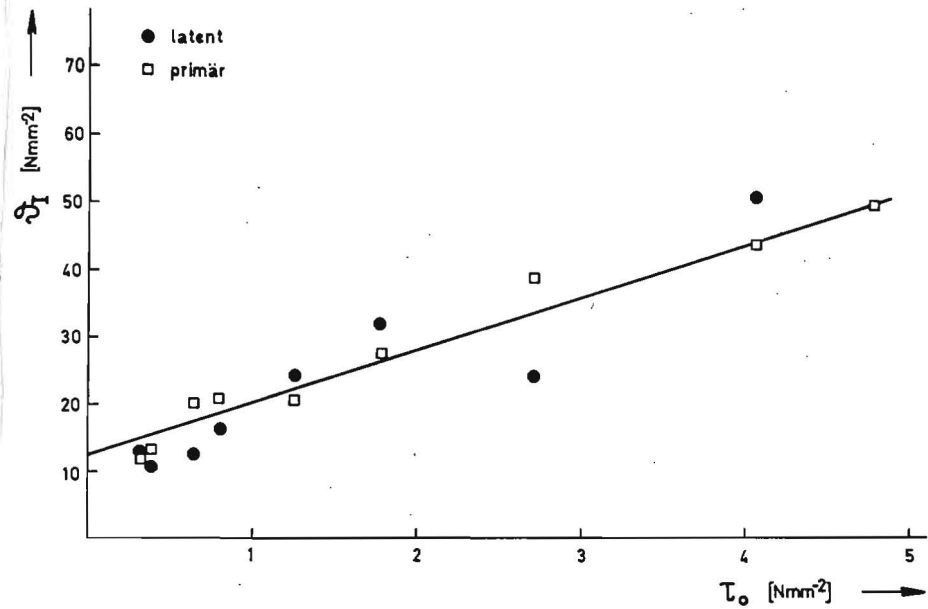
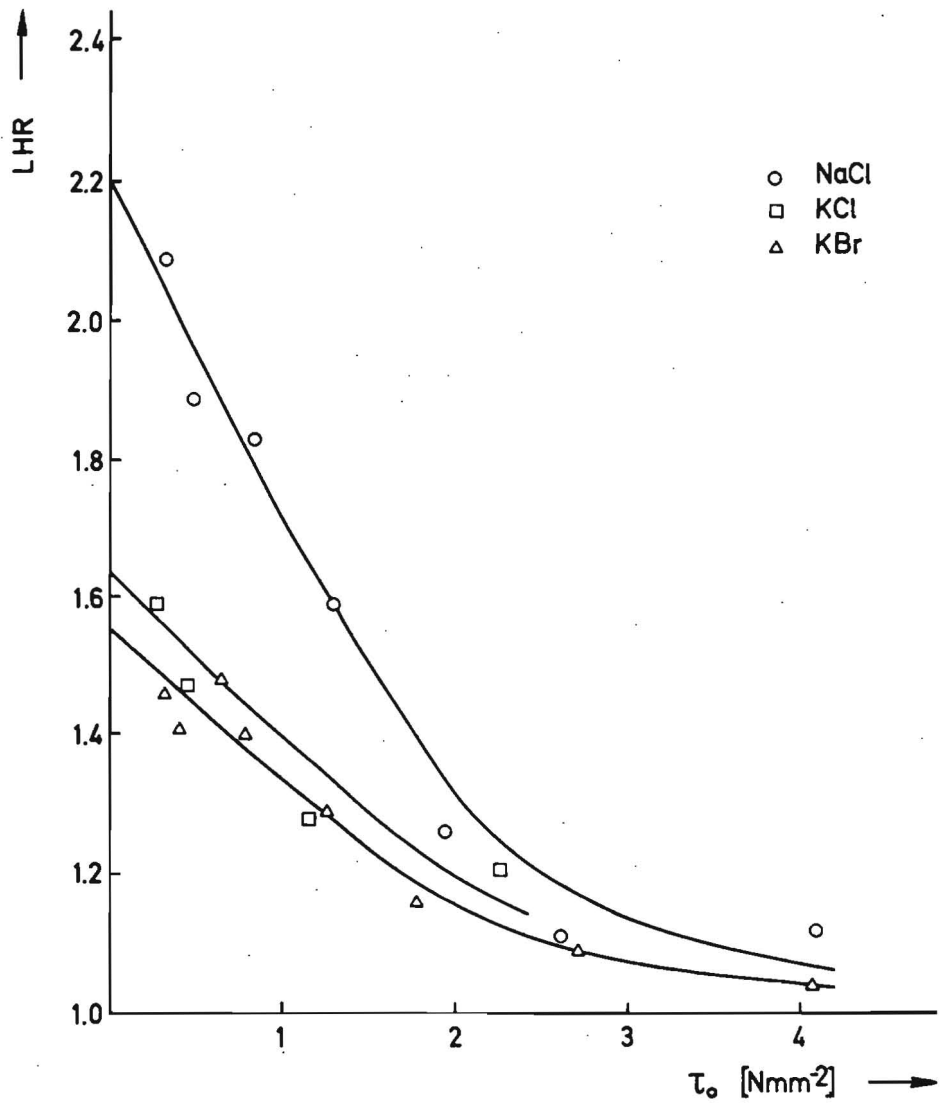


Fig. 29: Verfestigungskoeffizient  $\sigma_I$  bei Primär- und Sekundärverformung als Funktion der kritischen Schubspannung

Fig. 28: Latentes Verfestigungsverhältnis LHR als Funktion der kritischen Schubspannung für NaCl + Ca<sup>++</sup>, KCl + Sr<sup>++</sup> und KBr + Sr<sup>++</sup>

Tab. 1 :

Experimentell ermittelte Koeffizienten  $\tau_o^{\{110\}*}$  und  $r$  unterschiedlich dotierter Alkalihalogenide  
 (RT :  $\tau_o^{\{110\}} = \tau_o^{\{110\}*} + r c_{Me^{++}}$ )

	Me <sup>++</sup>	r [10 <sup>4</sup> N/mm <sup>2</sup> ]	$\tau_o^{\{110\}*}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	Ref.
KBr	Sr <sup>++</sup>	2,08	0,52	
KCl	Sr <sup>++</sup>	2,02	0,74	[ 2 ]
NaCl	Ca <sup>++</sup>	1,84	0,30	[ 2 ]
	Ca <sup>++</sup>	2,23	0,36	[16 ]
	Ca <sup>++</sup>	2,30	2,30	[21 ]

Tab. 2 :

Gang der kritischen Schubspannung für  $\langle 110 \rangle$  {100}-  
 Gleitung mit der Polarisierbarkeit

	$\tau_o^{\{110\}}$	$\tau_o^{\{100\}}$	$\tau_o^{\{100\}} / \tau_o^{\{100\}}$	Polarisierbarkeit [22]	Ref.
	[ Nmm <sup>-2</sup> ]			[ 10 <sup>-24</sup> cm <sup>3</sup> ]	
KBr	0,33	0,7	2,1	5,6	
KCl	0,60	2,0	3,3	4,5	[ 2 ]
NaCl	0,39	7,9	20	3,9	[ 1 ]



Tab. 3:

Gang des latenten Verfestigungsverhältnisses LHR  
mit der Polarisierbarkeit und der Stapelfehler-  
energie

	LHR <sub>(rein)</sub>	Polarisierbarkeit [10 <sup>-24</sup> cm <sup>3</sup> ]	Stapelfehlerenergie [erg/ cm <sup>2</sup> ] [47]
NaCl	2,20	3,9	195
KCl	1,64	4,5	161
KBr	1,55	5,6	

Herrn Prof. Dr. P. Haasen danke ich für die  
Anleitung zu dieser Arbeit und für wertvolle  
Diskussionen.

Außerdem danke ich Herrn Dr. R. Steinbrech  
für die praktische Einweisung und für stete  
Diskussionsbereitschaft.

Mein Dank gilt ferner den Herren Dr. N. Rücker  
und D. Plischke für die sorgfältige Herstellung  
der Kristalle und für die Anleitung zu eigenen  
Kristallzuchtexperimenten.