



**KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH**

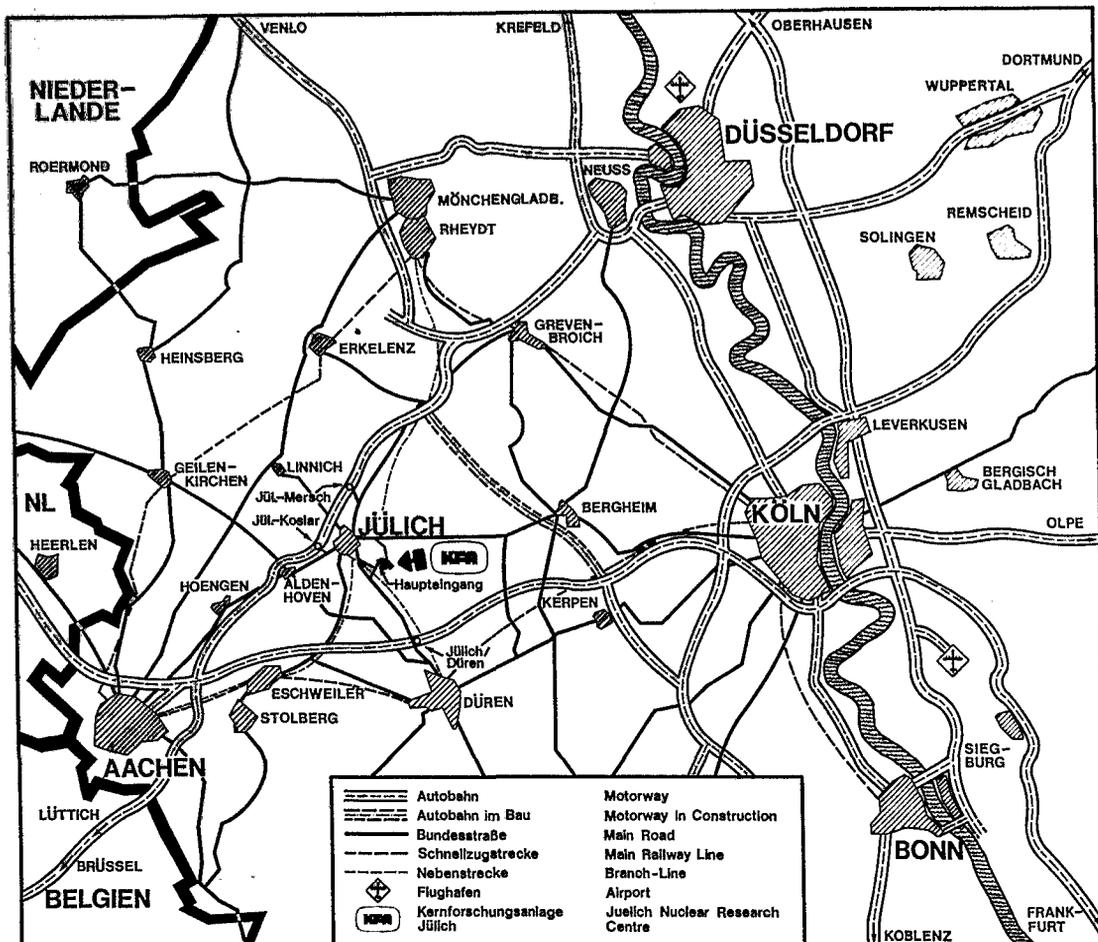
Institut für Festkörperforschung

**Untersuchung von Frenkeldefekten in  
tieftemperaturbestrahlten hcp Kristallen  
mit Hilfe der diffusen Röntgenstreuung**

von

B. Schönfeld

**Jül - 1650**  
**März 1980**  
ISSN 0366-0885



Als Manuskript gedruckt

**Berichte der Kernforschungsanlage Jülich - Nr. 1650**  
**Institut für Festkörperforschung Jül - 1650**

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH  
 Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)  
 Telefon: 0 24 61/6 11 · Telex: 833 556 kfa d

# **Untersuchung von Frenkeldefekten in tieftemperaturbestrahlten hcp Kristallen mit Hilfe der diffusen Röntgenstreuung**

von

B. Schönfeld

D 82 (Diss. T.H. Aachen)

## Abstract

Single crystals of 3 hexagonal metals (Zn, Cd, Mg) were irradiated at 4.5K with 3MeV electrons up to doses of  $\sim 10^{19}$  e<sup>-</sup>/cm<sup>2</sup>. The irradiation induced defects were investigated by measurements of the Huang diffuse scattering of X-rays, the lattice parameter change and the electrical resistivity change. Only for Zn a random distribution of single interstitial atoms (S.I.A.) and vacancies was found. The S.I.A. was characterized by a large relaxation volume of  $(3.6 \pm 0.7)$  atomic volumes and a strong anisotropy of the defect displacement field. Consistent with a dumbbell configuration of the S.I.A. the large displacement was along the c-axis. The contribution of a Frenkel defect to the electrical resistivity change was  $\rho_F = (15.3 \pm 5.7)$   $\mu\Omega\text{cm/at}\%$ . For Cd interstitial agglomerates of  $< 10$  interstitials were found. Their size increased with the irradiation dose. This indicated interstitial mobility at the irradiation temperature. For Mg interstitial agglomerates of 2-3 interstitials were observed. It was shown, that these agglomerates were formed by interstitial migration during irradiation, similar to Cd. In contrast to Cd, no dose dependence of their size was found. This unique behaviour was tentatively explained by the existence of a nucleation barrier. During thermal annealing in stage II small interstitial agglomerates of  $\sim 10$  interstitials were found for all 3 metals. In the case of Zn and Cd (c/a  $\approx 1.85$ ) they seem to nucleate and grow on the basal plane, in the case of Mg (c/a  $\approx 1.6$ ) however, on prismatic planes.

## Zusammenfassung

Einkristalle von 3 hexagonalen Metallen (Zn, Cd, Mg) wurden bei 4.5K mit 3 MeV Elektronen bis zu Dosen von  $\sim 10^{19}$  e<sup>-</sup>/cm<sup>2</sup> bestrahlt. Die strahlungsinduzierten Defekte wurden durch Messungen der diffusen Röntgenstreuung nahe an Braggreflexen (Huangstreuung), der Gitterparameteränderung und der elektrischen Widerstandsänderung untersucht. Nur bei Zn fanden wir eine statistische Verteilung von Einzel Zwischengitteratomen (ZGA) und Leerstellen. Das Einzel ZGA war durch ein großes Relaxationsvolumen von  $(3.6 \pm 0.7)$  Atomvolumen und eine starke Anisotropie seines langreichweitigen Verschiebungsfeldes charakterisiert. In Übereinstimmung mit einer Hantelkonfiguration des Einzel ZGA erhielten wir starke Verzerrungen entlang der c Achse. Der Beitrag eines Frenkeldefektes zur elektrischen Widerstandsänderung betrug  $\rho_F = (15.3 \pm 5.7)$   $\mu\Omega\text{cm/at}\%$ . Bei Cd wurden ZGA Agglomerate von  $< 10$  ZGA gefunden. Ihre Größe nahm mit der Bestrahlungsdosis zu. Dies deutete auf die Beweglichkeit der ZGA während der Bestrahlungstemperatur hin. Bei Mg wurden ZGA Agglomerate von 2-3 ZGA beobachtet. Es wurde gezeigt, daß diese Agglomerate durch die Beweglichkeit der ZGA bei der Bestrahlung gebildet werden, ähnlich wie bei Cd. Im Gegensatz zu Cd wurde aber keine Dosisabhängigkeit ihrer Agglomeratgröße gefunden. Dieses einzigartige Verhalten wurde versuchsweise mit dem Auftreten einer Nukleationsbarriere erklärt. Im Verlauf der thermischen Erholung fanden wir in Stufe II bei allen 3 Metallen kleine ZGA Agglomerate von  $\sim 10$  ZGA. Bei Zn und Cd ( $c/a \approx 1.85$ ) scheinen sich diese auf der Basisebene auszubilden und zu wachsen, bei Mg ( $c/a \approx 1.6$ ) jedoch auf prismatischen Ebenen.

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
I. Einleitung	1
II. Röntgenstreuung an Defekten in hcp Kristallen	3
A. Röntgenstreuung an Einzeldefekten	3
B. Röntgenstreuung an Defektagglomeraten	12
III. Experimentelles	17
A. Proben und Bestrahlung	17
B. Messung der diffusen Streuintensität	23
C. Diskussion von Meßfehlern	25
IV. Untersuchungen an Zink	28
A. Einzeldefekte nach Bestrahlung	28
1. Ergebnisse der Gitterparameteränderung und der diffusen Streuung	28
2. Diskussion der Ergebnisse bei 6K	39
B. Defektagglomerate nach thermischer Er- holung	41
1. Erholungsverhalten der Gitterparameter- änderung und der diffusen Streuung	41
2. Bestimmung von Größe und Symmetrie der ZGA Agglomerate	47
3. Allgemeine Diskussion des Erholungsver- haltens	50
V. Untersuchungen an Cadmium	54
A. Ergebnisse der diffusen Streuung	54
B. Diskussion der Ergebnisse bei 6K und nach thermischer Erholung	62

VI.	Untersuchungen an Magnesium	66
	A. Defektstruktur nach Bestrahlung	66
	1. Ergebnisse der diffusen Streuung und der Gitterparameteränderung	66
	2. Diskussion der Defektstruktur nach Bestrahlung	70
	B. Thermische Erholung	73
	1. Ergebnisse der diffusen Streuung	73
	2. Diskussion des Erholungsverhaltens	78
VII.	Zusammenfassung der Ergebnisse für Zink, Cadmium und Magnesium	81
	Literaturverzeichnis	85

## I. Einleitung

Durch  $e^-$  Bestrahlung von Metallen werden Frenkeldefekte - Paare von Zwischengitteratomen und Leerstellen - erzeugt. Die Struktur der Zwischengitteratome, die für ein Verständnis ihres Wanderungsverhaltens von fundamentaler Bedeutung ist, wurde bisher nur an kubischen Kristallen untersucht. Dabei wurde für das Eigenzwischengitteratom immer eine Hantelkonfiguration gefunden; d.h. das ZGA bildete mit einem 2. Atom ein Molekül, dessen Schwerpunkt auf einem Gitterplatz lag. Im Unterschied dazu nehmen leichte interstitielle Verunreinigungen wie H, C, O in einem Metallgitter Oktaeder- und Tetraederplätze ein. Für die Art der Hantellage scheint die Geometrie des Kristalls bestimmend zu sein: bei den fcc Metallen liegt das Einzelzwischengitteratom (Einzel ZGA) in der  $\langle 100 \rangle$  Hantellage, bei den bcc Metallen in der  $\langle 110 \rangle$  Hantellage vor. Dies ergaben Messungen der diffusen Streuung - bei Al und Cu (fcc), Mo (bcc) - und der mechanischen und magnetischen Relaxation - bei Al und Ni (fcc), Mo und Fe (bcc) /1,2/.

In dieser Arbeit sollten die Untersuchungen auf Eigendefekte in Kristallen des hcp Systems ausgedehnt werden. Hierbei tritt die Frage auf, ob die Korrelation der Defektkonfiguration mit der Kristallgeometrie zu einer Abhängigkeit vom Gitterparameterverhältnis  $c/a$  führt, das - verglichen mit kubischen Kristallen - einen weiteren Freiheitsgrad darstellt. Tab. 1 zeigt einige hcp Kristalle mit ihrem Achsenverhältnis  $c/a$  bei RT /3/.

Um diese Frage zu beantworten, wählten wir Zn und Mg zur Untersuchung aus, da sie sich deutlich in ihrem Achsenverhältnis unterscheiden. Auch gibt es für beide Elemente Anzeichen für eine Erholungsstufe I (einen Überblick über Untersuchungen an hcp Kristallen bis 1969 gibt Ref. /4/). Damit erwarten wir nach einer  $e^-$  Bestrahlung unterhalb dieser Stufe und einer niedrigen Defektkonzentration (bis zu einigen 100 ppm) Einzeldefekte in diesen Metallen.

Tab. 1

hcp Kristall	c/a (RT)
Cd	1.886
Zn	1.856
ideales hcp	1.633
Mg	1.624
Co	1.623
Zr	1.593
Be	1.568

Außer Zn und Mg wurde auch Cd zur Untersuchung ausgewählt. Cd hat ein Achsenverhältnis, das sehr ähnlich zu dem von Zn ist, unterscheidet sich aber von Zn im Erholungsverhalten durch das Fehlen einer ausgeprägten Stufe I. Ähnlich ungewöhnliche Elemente gibt es auch bei kubischen Kristallen, wie Nb (bcc) und Au (fcc). Hierbei wurden beim ausführlich untersuchten Au bei 6K keine Einzel ZGA, sondern eine Verteilung von getrappten Einzel ZGA und ZGA Agglomeraten gefunden /5/. Damit interessierte bei Cd vor allem, ob - wie bei Au - ein bereits unterhalb 6K wanderndes Zwischengitteratom vorliegt.

Als Untersuchungsmethode verwendeten wir die diffuse Röntgenstreuung nahe am Braggreflex (Huangstreuung). Um außer der Defektkonfiguration auch charakteristische Defektgrößen - wie den Beitrag eines Defektes zur elektrischen Restwiderstandsänderung und zur Volumenaufweitung des Kristalls - bestimmen zu können, wurden zusätzlich die elektrische Restwiderstandsänderung und die Gitterparameteränderung gemessen.

Im folgenden Kapitel wird ein Überblick über die Röntgenstreuung an hcp Kristallen gegeben. Es folgt im Kap. III eine Darstellung von experimentellen Details wie Proben, Bestrahlung, Durchführung der Messung. Ergebnisse, Auswertung und Diskussion werden für Zn im Kap. IV, für Cd im Kap. V und für Mg im Kap. VI gegeben. Zusammenfassung und Vergleich der Ergebnisse von Zn, Cd, Mg schließen sich im Kap. VII an.

## II. Röntgenstreuung an Defekten in hcp Kristallen

Werden durch  $e^-$  Bestrahlung Frenkeldefekte im Kristall erzeugt, so sind im Folgenden 2 Effekte bei der Röntgenstreuung wichtig.

(a) Durch den Beitrag aller Defekte entsteht eine Aufweitung des Kristallgitters zu einem neuen, mittleren Gitter. Dies läßt sich mittels der Gitterparameteränderung der a und c Achse messen, die von der elastischen Anisotropie des Kristalls und der Ausrichtung der Defekte bestimmt wird.

(b) In der Nähe der einzelnen Defekte liegen Abweichungen von dem neuen, mittleren Gitter vor. Dies führt zu einer Erhöhung der diffusen Streuintensität, da die destruktive Interferenz wegen dieser Abweichungen reduziert ist.

Die detailliertere Information über die Symmetrie der Defektkonfiguration liefert die diffuse Streuintensität, die deswegen ausführlicher behandelt wird. Zunächst werden wir die Röntgenstreuung an Einzeldefekten, anschließend an Defektagglomeraten diskutieren.

### A. Röntgenstreuung an Einzeldefekten

Für niedrige Defektkonzentrationen und eine statistische Verteilung der Defekte ergibt sich für den Wirkungsquerschnitt S der diffusen Streuintensität nahe am Braggreflex /6/

$$S = C |F_{\underline{K}}|^2 \left| \left( \frac{F_{\underline{K}}^D}{F_{\underline{K}}} \right) - \left( \frac{L_{\underline{K}}}{C} \right) + i \underline{K} \cdot \underline{\hat{t}}(\underline{q}) \right|^2 \quad (1)$$

Wie wir sehen überlagern sich in Gl. (1) die Streuintensitäten der einzelnen Defekte additiv und S ist damit zur Defektkonzentration C direkt proportional (Einzeldefektnäherung). Die gesamte Streuamplitude setzt sich aus 3 Anteilen zusammen: aus der Streuamplitude  $(F_{\underline{K}}^D)$  des Defektes, den man sich als jeweils im Nullpunkt des  $\underline{K}$  Koordinatensystems befindlich vorstellen kann, der Streuamplitude  $F_{\underline{K}}$   $[i \underline{K} \cdot \underline{\hat{t}}(\underline{q})]$  des langreich-

weitigen Verschiebungsfeldes des Defektes und einem Term  $F_{\underline{K}} (-L_{\underline{K}}/C)$ , der zur korrekten Beschreibung der stark verschobenen Atome um den Defekt nötig ist. Dabei bezeichnet  $L_{\underline{K}}$  den statischen Debye-Waller Faktor (DWF) und  $\underline{\tilde{t}}(\underline{q})$  die Fouriertransformierte des langreichweitigen Verschiebungsfeldes  $\underline{t}$  eines Einzeldefektes, wobei  $\underline{q}$  die Differenz des Streuvektors  $\underline{K}$  zu dem in der Nähe gelegenen reziproken Gittervektor  $\underline{h}$  angibt.  $F_{\underline{K}}$  ist der Strukturfaktor der Einheitszelle. Im Gegensatz zur monoatomaren Einheitszelle des kubischen Kristallsystems liegen im hcp Kristall 2 Atome pro Einheitszelle vor. Damit muß die mit dem Streuvektor  $\underline{K}$  variierende Interferenz der Streuwellen von den beiden Atomen der Einheitszelle im Strukturfaktor  $F_{\underline{K}}$  berücksichtigt werden.

Das langreichweitige Verschiebungsfeld eines Defektes fällt mit  $r^{-2}$  ab, seine Fouriertransformierte  $\underline{\tilde{t}}(\underline{q})$  deshalb mit  $q^{-1}$ . Dies führt in S zu einem mit  $q^{-2}$  variierenden Term, der Huangstreuung  $S_H$ ;  $S_H$  ist damit das führende Glied von S nahe am Braggreflex ( $q \ll h, h \approx K$ ).

$$S_H = C |F_{\underline{K}}|^2 |\underline{h} \cdot \underline{\tilde{t}}(\underline{q})|^2 \quad (2)$$

Für das langreichweitige Verschiebungsfeld kann das Gitter als ein elastisches Kontinuum betrachtet werden. Das langreichweitige Verschiebungsfeld läßt sich durch den Dipolkrafttensor  $P_{ij}$  charakterisieren, der in Kontinuumsnäherung das erste Moment von effektiven Kraftdichten, im atomistischen Bild das erste Moment von Kanzakikräften an den Nachbaratomen darstellt. Speziell für das hcp Kristallsystem gilt dann nach Trinkaus /7/

$$S_H = C |F_{\underline{K}}|^2 \left(\frac{h}{q}\right)^2 \frac{1}{V_c} \sum_{i=1}^4 \gamma^{(i)} \Pi_h^{(i)}, \quad (3)$$

wobei  $V_c$  das Volumen der Einheitszelle angibt.

Die  $\gamma^{(i)}$  werden von den elastischen Konstanten und den Richtungen von  $\underline{q}$  und  $\underline{h}$  bestimmt. Sie sind in Tab. 2 für hochsymmetrische Richtungen und Reflexe zusammengefaßt, wobei wir ein rechtwink-

liges Koordinatensystem mit der [00.1] Richtung als Achse 3 und den hochsymmetrischen <11.0> und <1 $\bar{1}$ .0> Richtungen in der Basisebene als den Achsen 1 und 2 zugrundelegen. In Tab. 3 sind die verwendeten elastischen Konstanten aufgeführt /8-11/.

Tab. 2

Reflex	Richtung von $\underline{g}$	$\gamma^{(1)}$	$\gamma^{(2)}$	$\gamma^{(3)}$	$\gamma^{(4)}$
(00.h)	[00.1]	$c_{33}^{-2}$	0	0	0
	[10.0]	0	$\frac{1}{2}c_{44}^{-2}$	0	0
(h0.0)	[10.0]	0	0	$\frac{1}{8}c_{11}^{-2}$	0
	[00.1]	0	$\frac{1}{2}c_{44}^{-2}$	0	0
(hh.0)	[11.0]	0	0	$\frac{1}{8}c_{11}^{-2}$	0
	[00.1]	0	$\frac{1}{2}c_{44}^{-2}$	0	0
	[1 $\bar{1}$ .0]	0	0	0	$\frac{1}{2}(c_{11}-c_{12})^{-2}$

Tab. 3 Tieftemperaturdaten der elastischen Konstanten in  $10^{11}$  dyn cm<sup>-2</sup>

	$c_{11}$	$c_{33}$	$c_{44}$	$c_{12}$	$c_{13}$
Zn	17.803	6.864	4.592	3.62	5.41
Cd	13.08	5.737	2.449	4.048	4.145
Mg	6.348	6.645	1.842	2.594	2.170

Die  $\Pi_h^{(i)}$  in Gl. (3) sind quadratische Ausdrücke des Dipolkrafttensors. Nach Mittelung des Wirkungsquerschnitts über

alle äquivalenten Orientierungen des Defekts im Kristall erhalten wir

$$\begin{aligned}
 \Pi_h^{(1)} &= P_{33}^2 \\
 \Pi_h^{(2)} &= P_{23}^2 + P_{13}^2 \\
 \Pi_h^{(3)} &= 2(P_{11}^2 + P_{22}^2 + 2P_{12}^2) + (P_{11} + P_{22})^2 \\
 \Pi_h^{(4)} &= 2(P_{11}^2 + P_{22}^2 + 2P_{12}^2) - (P_{11} + P_{22})^2 .
 \end{aligned}
 \tag{4}$$

Experimentell sind die  $\Pi_h^{(i)}$  durch Messungen in spezielle Richtungen (vgl. Tab. 2) separat bestimmbar. Wie wir sehen, ist in Gl. (4)  $\Pi_h^{(1)}$  allein durch  $P_{33}$  bestimmt, was von der Auszeichnung einer Achse, der c Achse, herrührt. Die anderen 5 Komponenten des Dipolkrafttensors sind durch die 3 restlichen Gleichungen nicht eindeutig bestimmt. Falls der Dipolkrafttensor dagegen Diagonalform hat (verschwindende Nichtdiagonalelemente), ist er durch Messungen von  $\Pi_h^{(1)}$ ,  $\Pi_h^{(3)}$ ,  $\Pi_h^{(4)}$  eindeutig bestimmbar.

Um aus den experimentellen  $\Pi_h^{(i)}$  Aussagen über die Konfiguration eines Einzel ZGA machen zu können, werden diese Werte mit einfachen Modellrechnungen für verschiedene ZGA Konfigurationen verglichen. ZGA Konfigurationen, die man auf Grund von Symmetriebetrachtungen /1,7,12/ erhält, sind in Abb. 1 dargestellt. Sie können in 2 Klassen eingeteilt werden: in rein symmetriebedingte Gleichgewichtslagen, bei denen der Schnittpunkt von Symmetrieebenen und -achsen für die ZGA Lage einen Punkt im Kristall festlegt, und in nicht rein symmetriebedingte Gleichgewichtslagen, bei denen das ZGA sich noch entlang einer Geraden im Gitter bewegen kann, ohne ein Symmetrieargument zu verletzen. Zu der ersten Klasse gehören die Hantellage  $H_c$ , in der das ZGA mit einem weiteren Gitteratom eine entlang der c Achse ausgerichtete Hantel bildet, die Oktaederlage  $O$  und die beiden Basisebenenlagen  $B_O$  und  $B_T$ . Bei der  $B_O$  und  $B_T$  Lage hat das ZGA als nächste Nachbarn jeweils 3 Atome der Basisebene, die übernächsten Nachbarn hingegen sind verschieden. Sie bilden zusammen mit den 3 nächsten Nachbarn entweder 2 Oktaeder ( $B_O$  Lage) oder 2 Tetraeder ( $B_T$  Lage).

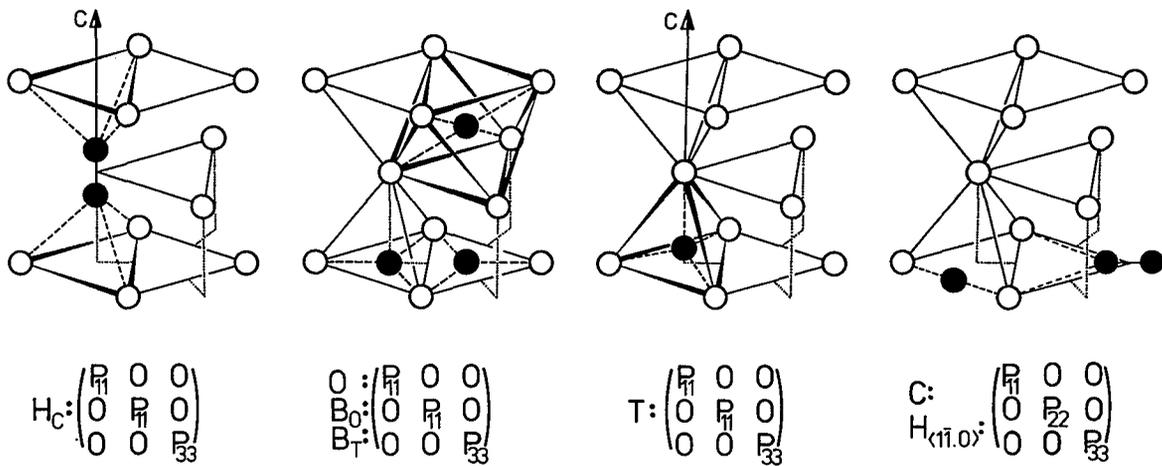


Abb. 1 Einzel ZGA-Konfiguration und charakteristische Form des Dipolkrafttensors für Hantellage ( $H_C$ ), Oktaederlage (O), Basisebenenlagen ( $B_O$ ,  $B_T$ ), Tetraederlage (T), Crowdionlage (C) und Hantellage ( $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$ ).

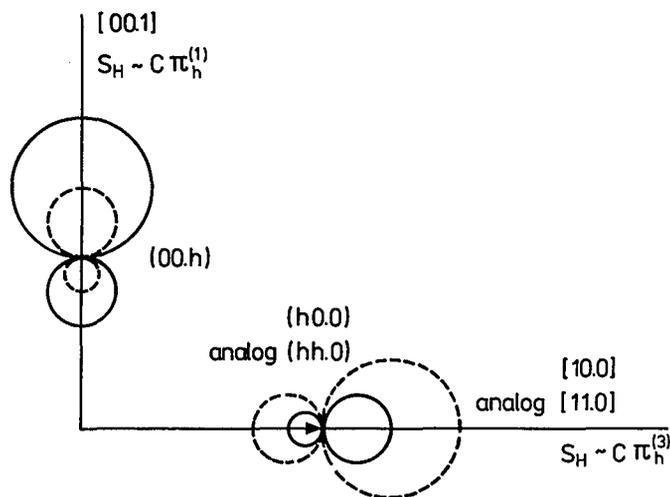


Abb. 2 Schematische Darstellung von Isointensitätslinien um einen (00.h) und (h0.0) bzw. (hh.0) Reflex im hcp Kristall  
 (a) ZGA in der  $H_C$  Konfiguration (—);  
 (b) ZGA in der  $B_T$  Konfiguration (-----).

Zur 2. Klasse von ZGA Lagen gehören die Tetraederlage T, die Hantellage  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  und die Crowdionlage C (bzw. die entsprechende  $H_{\langle 11.0 \rangle}$  Hantellage). Bei der Tetraederlage liegen mögliche ZGA Lagen entlang einer Geraden in  $[00.1]$  Richtung, bei der  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  Hantellage auf einer Geraden in  $\langle 11.0 \rangle$  Richtung (d.h. senkrecht zur Hantelachse) und bei der Crowdionlage auf einer Geraden in  $\langle 1\bar{1}.0 \rangle$  Richtung (d.h. senkrecht zur dichtest gepackten  $\langle 11.0 \rangle$  Richtung). Im Gegensatz zu kubischen Kristallen ist das Crowdion in hexagonalen Kristallen nicht durch die Kristallsymmetrie auf die dichtest gepackte Gerade stabilisiert, wodurch diese Lage weniger stabil erscheint.

Obwohl im hexagonalen Kristall viele verschiedene ZGA Konfigurationen möglich sind, hat der zugehörige Dipolkrafttensor immer Diagonalform. Zusätzlich gilt noch, außer bei der C und  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  Konfiguration,  $P_{11} = P_{22}$ , da das ZGA die 3-zählige Achse des Kristalls in c Richtung besitzt. Somit erlauben Untersuchungen von Nulllinien bzw. Nullebenen in der Intensitätsverteilung der Huangstreuung nur, die C bzw.  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  Lage von den anderen Lagen zu unterscheiden: bei beiden Lagen beobachten wir senkrecht zum (hh.0) Reflex wegen  $\Pi_h^{(4)} \neq 0$  nur eine Nulllinie statt einer Nullebene wie bei den übrigen Lagen (vgl. Tab. 2, Abb. 2).

Trotz großer Ähnlichkeit der Huangstreuung hinsichtlich Nullintensität, erwarten wir für die verschiedenen ZGA Lagen deutliche, quantitative Unterschiede in der Streuintensität: bei einer  $H_c$  Lage z.B. sollten große Verschiebungen der Nachbaratome in c Richtung vorliegen (großes  $P_{33}$ ), bei den Basisebenenlagen hingegen in der Basisebene (großes  $P_{11} + P_{22}$ ). Da bei hexagonalen Kristallen diese Unterschiede auch bei Mittelung über äquivalente ZGA Lagen nicht verlorengehen, können sie direkt gemessen werden - z.B. durch folgende 2 Messungen: an einem (00.h) Reflex in  $[00.1]$  Richtung - dies ergibt C  $\Pi_h^{(1)}$  - und an einem (h0.0) bzw. (hh.0) Reflex in  $[10.0]$  bzw.  $[11.0]$  Richtung - dies ergibt C  $\Pi_h^{(3)}$ . Dies ist in Abb. 2 für eine durch die  $[00.1]$  und  $[10.0]$  bzw.  $[11.0]$  Gittervektoren aufgespannte Ebene im  $\underline{K}$ -Raum zusammen mit Isointensitätslinien, wie wir sie für verschiedene ZGA Kon-

figurationen erwarten (vgl. auch anschließende Diskussion), schematisch dargestellt. Als Symmetrieparameter führen wir schließlich  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  ein, das nach Gl. (4) für die  $H_c$ , O,  $B_O$ , T und  $B_T$  Lagen ( $P_{11} = P_{22}$ ) gerade das Verhältnis  $P_{33}/P_{11}$  ergibt.

Der experimentell bestimmte Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  kann mit Rechnungen aus einem einfachen Kanzakikräftemodell verglichen werden, bei dem die Wechselwirkung des ZGA nur mit nächsten Nachbarn durch Zentralkräfte gleicher Stärke beschrieben wird. Dieses Modell ergibt für die  $H_c$  Konfiguration

$$\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 1.5 (c/a)^2 (1 - 2d/c), \quad (5a)$$

wobei der Abstand  $2d$  der beiden Hantelatome als freier Parameter auftritt, und für die Oktaederlage

$$\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = \frac{3}{8} (c/a)^2. \quad (5b)$$

Tab. 4 faßt die berechneten Symmetrieparameter für die 3 verwendeten Elemente und einen idealen hcp Kristall zusammen.

Tab. 4  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  im Zentralkräftemodell

	$H_c$	O	T	$B_O, B_T, C, H_{<1\bar{1}.0>}$
Cd	$2.4^a$	1.3	( $\approx 1$ )	(< 1)
Zn	$2.3^a$	1.3	( $\approx 1$ )	(< 1)
idealer hcp Kristall	$1.6^a$	1	1	(< 1)
Mg	$1.5^a$	0.99	( $\approx 1$ )	(< 1)

<sup>a</sup> Hantelabstand  $2d = a$  angenommen.

Für die T Konfiguration verschwinden im Zentralkräftemodell und Nächster-Nachbarn Wechselwirkung nur bei einem idealen hcp Kristall Gesamtkraft und Gesamtdrehmoment. Dies ist bei Mg annähernd erfüllt, bei Cd und Zn aber nicht mehr: das ZGA wird entlang der c Achse eine andere Lage einnehmen. Dennoch erwarten wir  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} \approx 1$ , da im Gleichgewicht die Abstände zu den

nächsten Nachbarn vergleichbar sein sollten. Für die  $B_T, B_O, C$  und  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  Konfiguration ergibt sich  $P_{33} = 0$ , da die nächsten Nachbarn nur Atome in der Basisebene sind. Auch unter Berücksichtigung weiterer Nachbarn erwarten wir wegen starker Verzerrungen der Atome in der Basisebene  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} < 1$ .

Außer den bisher diskutierten ZGA Konfigurationen werden in Ref. /12/ weitere, weniger symmetrische Hantellagen vorgeschlagen. Diese Hantellagen liegen alle in der  $\{1\bar{1}.0\}$  Ebene, wobei der Winkel ihrer Achse gegenüber der  $c$  Richtung bestimmte Werte hat. Diese Lagen lassen sich nicht leicht innerhalb unseres einfachen Kräfte Modells beschreiben. Ihr Symmetrieparameter wird aber zwischen dem der  $H_c$  und  $H_{\langle 1\bar{1}.0 \rangle}$  Lage erwartet. Im Gegensatz zu den in Abb. 1 gezeigten Lagen treten wegen der niedrigeren Symmetrie ihrer Lage auch Nichtdiagonalelemente auf ( $\Pi_h^{(2)} \neq 0$ ). Fehlende Rechnungen erlauben es aber nicht, ZGA Lagen bei sehr kleinem  $\Pi_h^{(2)}$  zu unterscheiden. Obwohl einige ZGA Lagen (einschließlich der in Abb. 1 gezeigten) wenig stabil erscheinen, können wir aus energetischen Gründen die Zahl der ZGA Lagen nicht einschränken: im Gegensatz zu kubischen Kristallen /13/ wurden bei hexagonalen keine Modellrechnungen für verschiedene ZGA Lagen durchgeführt.

Bis jetzt haben wir nur die Erhöhung der diffusen Streuintensität nahe am Braggreflex diskutiert, die durch Defekte im Kristall hervorgerufen wurde. Weitere Informationen über die Defekte liefert eine Messung der relativen Gitterparameteränderungen /7/.

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{c}{\Omega} \frac{c_{33} \frac{1}{2} (P_{11} + P_{22}) - c_{12} P_{33}}{c_{33} (c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2} \quad (6)$$

$$\frac{\Delta c}{c} = \frac{c}{\Omega} \frac{(c_{11} + c_{12}) P_{33} - c_{13} (P_{11} + P_{22})}{c_{33} (c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2}$$

Hierbei gibt  $\Omega$  das Atomvolumen an. Die durch die Defekte hervor-

gerufene Volumenaufweitung des Kristalls erhalten wir aus

$$\frac{\Delta V}{V} = 2 \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta c}{c} \quad (7)$$

und durch Normierung auf die Defektkonzentration  $C$  das Relaxationsvolumen  $(\Delta V/\Omega)$  eines Defektes.

Während im kubischen Kristallsystem die relative Gitterparameteränderung proportional zu  $Sp \underline{P}$  war, ist sie im hcp Kristallsystem zu einer Linearkombination aus  $P_{11} + P_{22}$  (Werte in Basisebene) und dem ausgezeichneten  $P_{33}$  proportional. Für die hochsymmetrischen  $H_c$ ,  $O$ ,  $B_O$ ,  $T$  und  $B_T$  Konfigurationen wäre somit durch Messung beider Gitterparameteränderungen  $P_{33}$  und  $P_{11} = P_{22}$  separat bestimmbar.

Im Unterschied zur Intensität der Huangstreuung ( $S_H \sim CP_{ij}^2$ ) ist die relative Gitterparameteränderung proportional zu  $CP_{ij}$ . Eine Kombination beider Messungen erlaubt uns, die Defektkonzentration  $C$  und die absoluten Werte von  $P_{33}$  und gewisser Kombinationen der anderen Komponenten des Doppelkrafttensors zu bestimmen.

Abschließend soll auch noch der Term mit der nächst höheren Ordnung in  $q$  bei diffuser Röntgenstreuung nahe am Braggreflex diskutiert werden. Dieser Term rührt von der Interferenz der Huangstreuamplitude mit den (in guter Näherung von  $q$  unabhängigen) beiden ersten Termen von Gl. (1) her und variiert deshalb mit  $q^{-1}$ . Er ist antisymmetrisch in  $q$  und wird mit  $S_{as}$  bezeichnet. Damit läßt er sich aus  $S$  leicht von der in  $q$  symmetrischen Huangstreuung  $S_H$  abtrennen (durch Messung entlang des reziproken Gittervektors auf beiden Seiten des Braggreflexes).

$$\begin{aligned} S &= S_s + S_{as} \\ S_s &= S_H + C |F_{\underline{K}}|^2 \left| \left( \frac{F_{\underline{K}}^D}{F_{\underline{K}}} \right) - \left( \frac{L_{\underline{K}}}{C} \right) \right|^2 \\ S_{as} &= -2C |F_{\underline{K}}|^2 [\underline{h} \cdot \text{Im} \underline{t}(\underline{q})] \left[ \text{Re} \left( \frac{F_{\underline{K}}^D}{F_{\underline{K}}} \right) - \left( \frac{L_{\underline{K}}}{C} \right) \right] \end{aligned} \quad (8)$$

Gl. (8) zeigt, daß im symmetrischen Anteil  $S_s$  außer der Huangstreuung ein weiterer, konstanter Term auftritt. Nach einer Be-

stimmung der Huangstreuung läßt sich aus  $S_{as}$  unter Verwendung eines Modells der Defektkonfiguration - dies liefert  $F_{\underline{K}}^D$  - der statische DWF bestimmen.

### B. Röntgenstreuung an Defekttagglomeraten

In Kap. II. A hatten wir als Defekt ein Einzel ZGA angenommen. Die obigen Gleichungen behalten aber auch ihre Gültigkeit für Agglomerate bei, sofern wir den Zuwachs der Defektstärke und die Abnahme der Defektkonzentration berücksichtigen. Falls  $N$  Einzel ZGA ein Agglomerat bilden, muß die Konzentration  $C$  der Einzeldefekte durch die Konzentration  $C_{cl}$  der Agglomerate ersetzt werden ( $C_{cl} = C/N$ ). Nehmen wir weiterhin an, daß die Verschiebungsfelder der einzelnen ZGA in einem Agglomerat sich linear überlagern ( $P_{ij}^{cl} = N P_{ij}$ ), so nimmt die Huangstreuung pro ZGA insgesamt um einen Faktor  $N$  zu.

$$S_H^{cl} = N S_H^{ZGA} \quad (9)$$

Damit ist die Huangstreuung sehr empfindlich für Agglomeratbildung oder Änderung der Agglomeratgröße.

ZGA Agglomerate werden gebildet, falls Einzel ZGA beweglich werden (z.B. durch thermische Erholung bei einer Anlaßtemperatur  $T$ ). Da parallel zur Agglomeratbildung Rekombination von ZGA mit LS auftreten wird, müssen wir  $S_H$  auf die elektrische Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$  normieren, um weiterhin den Beitrag pro ZGA zur Huangstreuung zu erfassen.  $\Delta\rho$  ist im Allgemeinen ein gutes Maß für die gesamte Defektkonzentration.

2 Punkte müssen berücksichtigt werden, falls wir die Agglomeratgröße aus der Huangstreuung bestimmen wollen.

(a) Die ZGA Agglomerate werden immer eine Größenverteilung besitzen, so daß wir eine effektive Agglomeratgröße bestimmen werden. In dieser sind die größeren Agglomerate gemäß Gl. (9) stärker gewichtet.

(b) Die Annahme der linearen Überlagerung der einzelnen Verschiebungsfelder in einem Agglomerat braucht nicht gültig zu sein. Dann ist die effektive Agglomeratgröße  $\langle N \rangle$  durch

$$\langle N \rangle = \frac{S_H^{cl}}{S_H^{ZGA}} \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_T} \frac{[P_{ij}]^2}{[P_{ij}^{cl}/\langle N \rangle]^2} \quad (10a)$$

gegeben. Hierbei sind  $S_H^{ZGA}$ ,  $\Delta\rho$  und  $P_{ij}$  die Werte des Einzel ZGA,  $S_H^{cl}$ ,  $\Delta\rho_T$  und  $P_{ij}^{cl}$  die entsprechenden Werte nach Agglomeratbildung. Der geänderte Dipolkrafttensor eines ZGA in einem Agglomerat kann durch die Änderung der zwei oben eingeführten, anschaulichen Größen, dem Relaxationsvolumen und dem Symmetrieparameter, ausgedrückt werden [vgl. Gl. (6), (7)]. Bei Messungen am (00.h) Reflex typ in [00.1] Richtung erhalten wir dann

$$\langle N \rangle = \frac{S_H^{cl}}{S_H^{ZGA}} \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_T} \left| \frac{\Delta V^{ZGA}}{\Delta V_{cl}^{ZGA}} \right|^2 \left| \frac{A + [(P_{11} + P_{22})/P_{33}]}{A + [(P_{11}^{cl} + P_{22}^{cl})/P_{33}^{cl}]} \right|^2. \quad (10b)$$

Für Messungen am (h0.0) bzw. (hh.0) Reflex typ in Richtung des reziproken Gittervektors ergibt sich (hierbei wird ein Dipolkrafttensor in Diagonalform mit  $P_{11} = P_{22}$  angenommen)

$$\langle N \rangle = \frac{S_H^{cl}}{S_H^{ZGA}} \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_T} \left| \frac{\Delta V^{ZGA}}{\Delta V_{cl}^{ZGA}} \right|^2 \left| \frac{1 + A [P_{33}/2P_{11}]}{1 + A [P_{33}^{cl}/2P_{11}^{cl}]} \right|^2, \quad (10c)$$

wobei  $A = (c_{11} + c_{12} - c_{13})/(c_{33} - c_{13})$  gilt. Der von  $P_{33}/(P_{11} + P_{22})$  abhängige Faktor läßt sich aus der Messung des Symmetrieparameters  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  abschätzen. Das Relaxationsvolumen bleibt hingegen als freier, experimentell nicht bestimmbarer Parameter übrig. Die quadratische Abhängigkeit vom Relaxationsvolumen läßt sich zu einer nur linearen reduzieren, falls wir analog zu den kubischen Metallen /14/  $\Delta a/a$  und  $\Delta c/c$  als Funktion von  $\Delta\rho$  messen können.

Genauso wie bei Einzel ZGA kann man auch bei ZGA Agglomeraten durch Vergleich des experimentellen Symmetrieparameters mit Modellen Aussagen über ihre Konfiguration treffen. Man erwartet, daß sich ZGA Agglomerate zu Versetzungsringen auf dichtest gepackten Ebenen kondensieren. Für  $c/a > \sqrt{3}$  ist das die Basisebene, für  $c/a < \sqrt{3}$  die prismatische Ebene /15/. Die Berechnungen wurden wiederum in elastischer Kontinuumstheorie durchgeführt. Nach Trinkaus /7/ ergibt sich für rein prismatische Versetzungsringe auf der Basisebene

$$\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = c_{33}/c_{13} \quad (11a)$$

und auf den prismatischen Ebenen

$$\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 2c_{13}/(c_{11}+c_{12}). \quad (11b)$$

Die Ergebnisse für die 3 verwendeten Elemente faßt Tab. 5 zusammen.

Tab. 5 Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$

	prismatische Versetzungsringe auf Basisebene	prismatischen Ebenen
Zn	1.27	0.51
Cd	1.38	0.48
Mg	3.06	0.49

Mit zunehmender Agglomeratgröße wird die Bedingung  $q \cdot t \ll 1$ , die in Gl. (2) vorausgesetzt wurde, nur in immer größeren Abständen vom Agglomerat erfüllt sein; damit wird die Huangstreuung auf ein Gebiet kleinerer  $q$ -Werte um den Braggreflex beschränkt werden. Für größere  $q$ -Werte wird die diffuse Streuintensität die stark verzerrte Umgebung des Agglomerates abbilden, was durch den Wirkungsquerschnitt  $S_{sw}$  der asymptotischen oder Stokes-Wilson Streuung beschrieben wird /6/.

$$S_{sw} = 147 C_{cl} |F_K|^2 \left| \frac{\Delta V^{cl}}{4 \pi \gamma} \right| \frac{h}{q^4 V_c} \quad (12)$$

Hierbei ist  $\Delta V^{cl}$  das Relaxationsvolumen eines Agglomerates und  $\gamma$  die Eshelby Konstante. Gl. (12) gilt für isotrope Defekte in einer isotropen Matrix und der numerische Wert 147 für  $q$  parallel  $h$ . Im Gegensatz zum  $q^{-2}$  Verhalten von  $S_H$  zeigt  $S_{sw}$  ein  $q^{-4}$  Gesetz. Auch hängt  $S_{sw}$  nur linear vom Relaxationsvolumen ab und ist deshalb unabhängig von der Agglomeratgröße unter obigen Annahmen ( $C_{cl} = C/N$  und  $\Delta V^{cl} = N \Delta V^{ZGA}$ ).

Die asymptotische Streuung ermöglicht uns, bei bekannter Defektkonzentration das Relaxationsvolumen  $\Delta V_{cl}^{ZGA}$  eines ZGA in einem Agglomerat abzuschätzen; dazu müssen wir die Anisotropie des Kristallgitters und die der Agglomerate berücksichtigen. Bei der elastischen Anisotropie des Kristallgitters geschieht dies durch Bestimmung der Eshelby Konstanten  $\gamma = 3(1-\nu)/(1+\nu)$  unter Verwendung eines 'isotrop gemittelten' Poisson Verhältnisses /7/  $\nu = (2c_{xxyy} - c_{xyxy}) / (3c_{xxyy} + c_{xyxy})$  [mit Summationskonvention]. Für einen hcp Kristall ergibt sich

$$\nu = \frac{c_{11} + c_{33} - 4c_{44} + 5c_{12} + 8c_{13}}{9c_{11} + 4c_{33} + 4c_{44} + 5c_{12} + 12c_{13}} \quad (13)$$

und damit für die Eshelby Konstante bei Tieftemperatur  $\gamma = 1.86$  für Zn, 1.68 für Cd und 1.70 für Mg.

Die Anisotropie der Agglomerate berücksichtigen wir durch Mittelung der auf dichtest gepackten Ebenen (Basisebene oder prismatische Ebene) orientierten Versetzungsringe. Damit ist bei Versetzungsringen in der Basisebene die bevorzugte Streuintensität am (00.h) Reflextyp in [00.1] Richtung mit 1/3 zu wichten, bei Versetzungsringen in den prismatischen Ebenen die bevorzugte Streuintensität am (h0.0) Reflex in [10.0] Richtung dagegen mit 2/3.

Durch Gleichsetzen dieser Abschätzung für  $S_{sw}$  mit  $S_H$  - dies ist äquivalent mit einer graphischen Extrapolation des  $q^{-2}$  und  $q^{-4}$  Verhaltens - läßt sich ein kritischer q-Wert  $q_{cr}$  bestimmen,

der den Übergang zwischen Huangstreuung und asymptotischer Streuung beschreibt. Für Versetzungsringe in der Basisebene und einer Messung am (00.h) Reflextyp in [00.1] Richtung erhalten wir

$$q_{cr} = \left( 3 \frac{\Delta V^{cl}}{4 \pi \gamma} \frac{147}{h} \right)^{1/2} \frac{c_{33}}{P_{33}^{cl}} . \quad (14)$$

Innerhalb des linearen Superpositionsmodells gilt somit  $q_{cr} \sim \langle N \rangle^{-1/2}$ . Umgekehrt ergibt sich daraus eine Möglichkeit, aus einem experimentell bestimmten  $q_{cr}$  die effektive Agglomeratgröße  $\langle N \rangle$  zu bestimmen. Vergleichen wir diese Bestimmung von  $\langle N \rangle$  mit der nach Gl. (10b), so fallen 2 Vorteile auf: das Relaxationsvolumen tritt in Gl. (14) nur linear auf und sollte deshalb eine weniger schwerwiegende Fehlerquelle sein; die totale Defektkonzentration ist in Gl. (14) eliminiert, und somit brauchen wir keine Annahme über  $\rho_F$  zu machen, wenn die ZGA in Agglomeraten vorliegen. Der Hauptfehler von Gl. (14) liegt in der Unsicherheit beim Bestimmen von  $q_{cr}$  und im möglichen systematischen Fehler von Gl. (12) [vgl. Ref. /16/].

### III. Experimentelles

#### A. Proben und Bestrahlung

Als Proben wurden käufliche Einkristalle (von Materials Research Corp.) verwendet. Ihre nominelle Reinheit betrug bei Zn und Cd 5N, bei Mg 4N+. Aus ihnen wurden für jedes Element 2 Scheibchen ( $\sim 25 \times 8 \times 0.6 \text{ mm}^3$ ) funkenerosiv geschnitten und planiert; ihre Orientierung und ihr Restwiderstandsverhältnis  $RRR = \rho_{RT} / \rho_{4.5K}$  sind in Tab. 6 aufgeführt. Anschließend wurden die Scheibchen elektrolytisch abgedünnt: bei Zn in einer Lösung aus 50 g  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 100 g NaCl und 1 l  $\text{H}_2\text{O}$ ; bei Cd in einer Lösung aus 200 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 200 ml Glycerin und 100 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ; bei Mg in 1:10 verdünnter Salpetersäure. Hierbei wurde versucht, die Proben etwa auf ihre optimale Dicke  $d_{\text{opt}} = \mu_{\text{abs}}^{-1}$  abzdünnen (vgl. Tab. 6). Dies war bei Zn mit  $d_{\text{opt}} = 24 \text{ }\mu\text{m}$  und bei Mg mit  $d_{\text{opt}} = 141 \text{ }\mu\text{m}$  (für  $\text{Cu K}_{\alpha 1}$  Strahlung) möglich, jedoch nicht bei Cd mit  $d_{\text{opt}} = 5 \text{ }\mu\text{m}$ . Damit war es nur bei Zn und Mg möglich, (00.h) und (h0.0) bzw. (hh.0) Reflexe in symmetrischer Bragg - oder Laue Geometrie an einer Probe zu bestimmen, während diese Reflexe bei Cd in symmetrischer Bragg Geometrie an 2 Proben bestimmt werden mußten.

Die Proben wurden auf dem Probenhalter nur an einem Ende befestigt, so daß sie sich frei ausdehnen konnten. Nach der Montage hatten alle Proben eine Mosaikbreite von  $\sim 0.3^\circ - 0.6^\circ$  FWHM.

Parallel zur diffusen Streuintensität wurde mit der 4-Punkte Methode die elektrische Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$  bestimmt. Die Messungen erfolgten bei den Bestrahlungen Zn 3, 4 und Cd 1, 2, 3 direkt an der Röntgenprobe. Dies war bei Cd wichtig, da zur Bestimmung des Symmetrieparameters 2 Proben miteinander verglichen werden mußten. In allen anderen Fällen wurde eine getrennte, 1-2 mm breite Widerstandsprobe derselben Dicke und Orientierung zugleich mit der Röntgenprobe bestrahlt. Somit

Tab. 6 Proben und Bestrahlung

Probennummer	Probe					e <sup>-</sup> Bestrahlung		
	Drehachse	Oberflächen- normale	Dicke	[ $\mu\text{m}$ ]	RRR	Mosaik- breite	Energie [MeV]	Stromdichte [ $\frac{\mu\text{A}}{\text{cm}^2}$ ]
Zn 1	[01.0]	[00.1]	$\sim 120$		1000-1100	$\sim 0.3^\circ$	3	5-9
Zn 2, 3 <sup>a</sup> , 4 <sup>a</sup>	[01.0]	[00.1]	$\sim 25$					
Zn 5, 6	[ $\bar{1}$ 1.0]	[00.1]	$\sim 45$		900			
Cd 1 <sup>a</sup> , 2 <sup>a</sup>	[01.0]	[00.1]	$\sim 75$		> 3000	$\sim 0.4^\circ$	3	5.5-7
Cd 3 <sup>a</sup>	[0 $\bar{1}$ .0]	[21.0]	$\sim 70$					
Mg 1	[01.0]	[00.1]	142		500 - 800	$\sim 0.4-0.6^\circ$	3	4-8
Mg 2	[01.0]	[00.1]	178					
Mg 3	[01.0]	[00.1]	178				1.1	15
Mg 4	[21.0]	[0 $\bar{1}$ .0]	283				3	6

<sup>a</sup>  $\Delta\rho$  wurde direkt an der Röntgenprobe gemessen.

<sup>b</sup> Beim Zonensymbol [uv.w] bedeutet im Unterschied zum Flächensymbol (hk.l) der Punkt nur, daß ein hexagonales Achsenkreuz vorliegt [siehe W.Kleber, Einführung in die Kristallographie, VEB Verlag Technik Berlin (1970)].

konnte bei den vorliegenden Probenorientierungen  $\Delta\rho$ , das in hcp Kristallen richtungsabhängig ist, einheitlich immer in der Basisebene gemessen werden (eine Richtungsabhängigkeit auch von  $\rho_F$  wird in Ref. /17/ diskutiert).

Die Bestrahlung erfolgte an der Tieftemperatur Bestrahlungsanlage in Jülich mit 3 MeV Elektronen /18/. Nur im Falle von Mg 3 wurde zum Vergleich auch eine Bestrahlung mit 1.1 MeV Elektronen durchgeführt. Die Stromhomogenität über die bestrahlte Fläche war durchweg besser als 5%. Die Proben wurden direkt im flüssigen Helium gekühlt.

Wegen niedriger Erholungsstufen bei Zn, Cd und Mg wirkten sich Instabilitäten des Beschleunigers, die zu einer kurzzeitigen Temperaturerhöhung führten, in einer deutlichen Erholung der Probe aus. Eine Erholung war bereits aus der Änderung der Schädigungsrate erkennbar, und wir konnten somit zur Feststellung einer möglichen Probenerholung auf eine genaue Bestimmung des Absolutwertes der Schädigungsrate (mit Berücksichtigung von Sekundärelektronen des Elektronenflusses) verzichten. Nach einer solchen teilweisen Erholung wurde die Probe völlig ausgeheilt und wieder neu bestrahlt. Die Dosiskurven der für die Auswertung verwendeten Bestrahlungen sind in Abb. 3-5 dargestellt. Bei Zn (Abb. 3) sind 4 Dosiskurven wiedergegeben, die beiden anderen verhalten sich analog. Innerhalb des Meßfehlers der Schädigungsrate zeigt sich keine zwischenzeitliche Erholung. Bei Mg (Abb. 4) finden wir bei 3 MeV Elektronen eine mit Zn vergleichbare Schädigungsrate. Im Vergleich dazu zeigt Mg 3 wegen der niedrigeren Elektronenenergie eine geringere Schädigungsrate. Cd (Abb. 5) hat im Vergleich zu Zn und Mg eine geringere Schädigungsrate. Die größere Streuung der Meßdaten von Cd rührt von der geringeren Meßgenauigkeit für  $\Delta\rho$  her, das direkt an der Röntgenprobe bestimmt wurde. Dennoch ist deutlich zu erkennen, daß Cd 3 gegen Ende der Bestrahlung erholte; aus dem Erholungsverhalten von Cd 3, das eine vergleichbare Bestrahlungsdosis wie Cd 2 erhielt, läßt sich für Cd 3 eine Anlaßtemperatur von 50-70 K abschätzen.

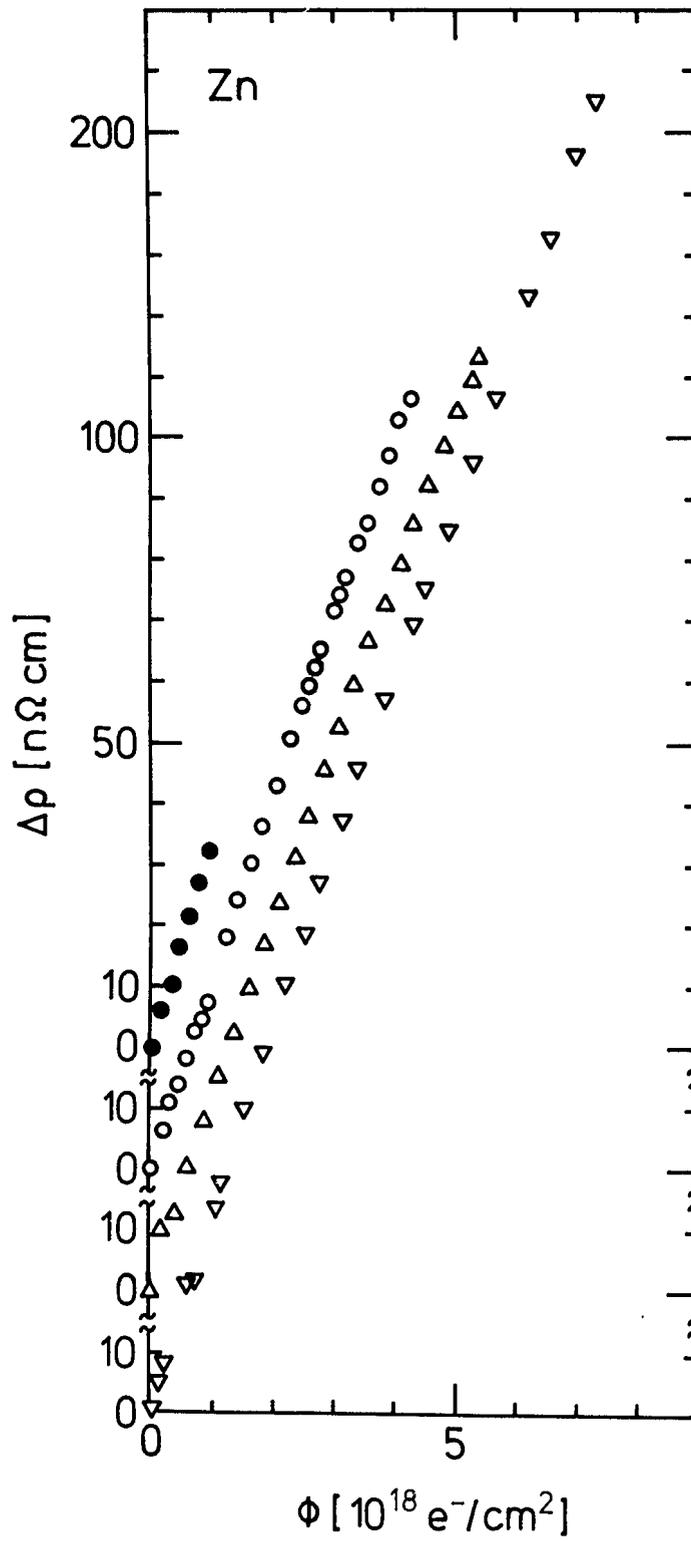


Abb. 3 Dosiskurve bei Bestrahlung von Zn 2 (o), Zn 3 (●), Zn 4 (∇) und Zn 6 (Δ)

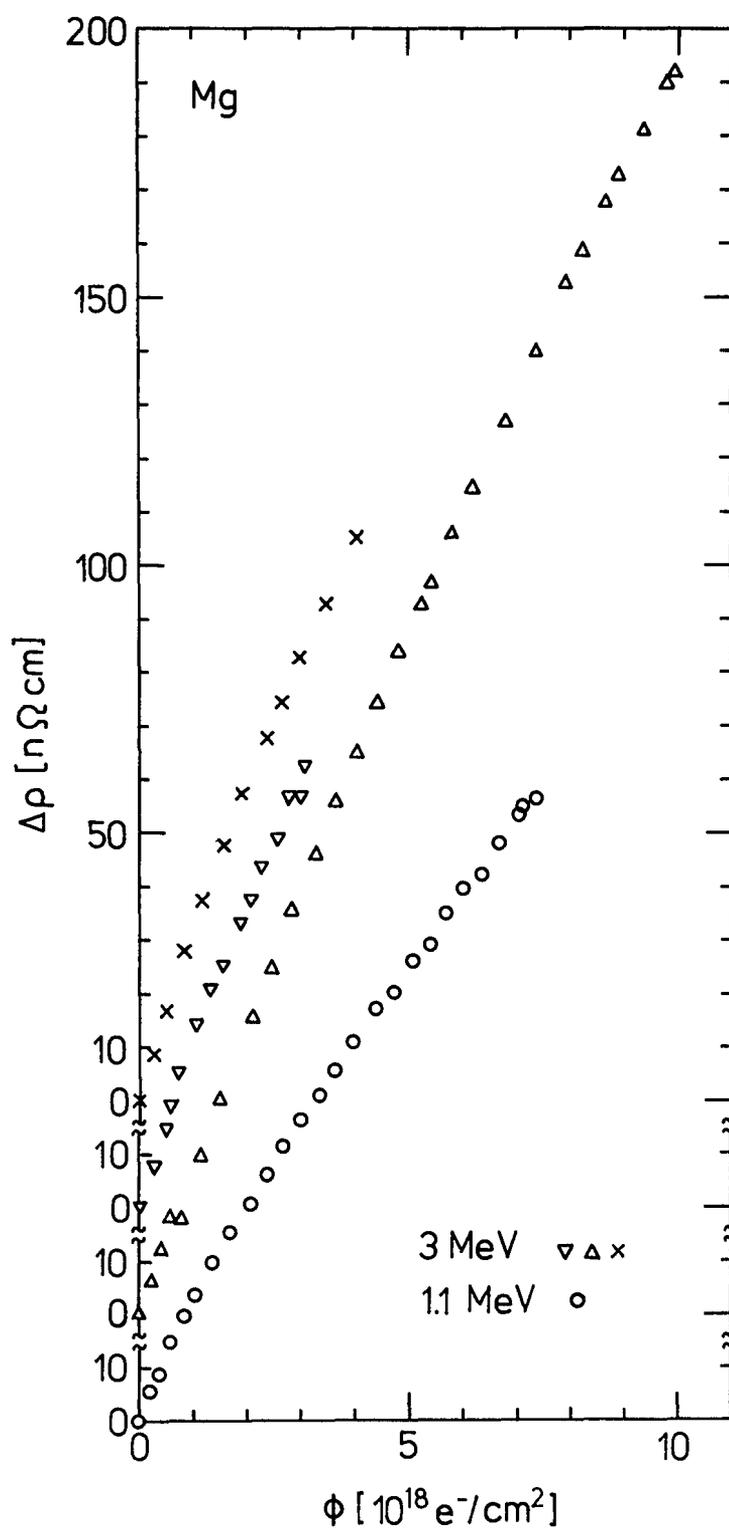


Abb. 4 Dosiskurve bei Bestrahlung von Mg 1 ( $\nabla$ ), Mg 2 ( $\Delta$ ), Mg 3 (o) und Mg 4 (x)

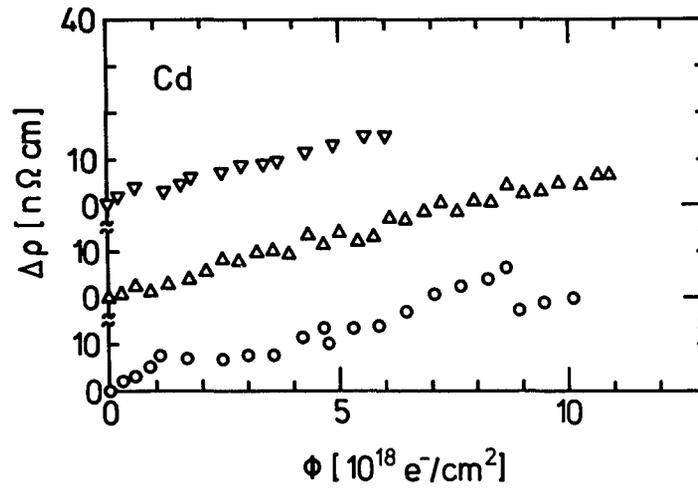


Abb. 5 Dosiskurve bei Bestrahlung von Cd 1 ( $\nabla$ ), Cd 2 ( $\Delta$ ) und Cd 3 (o)

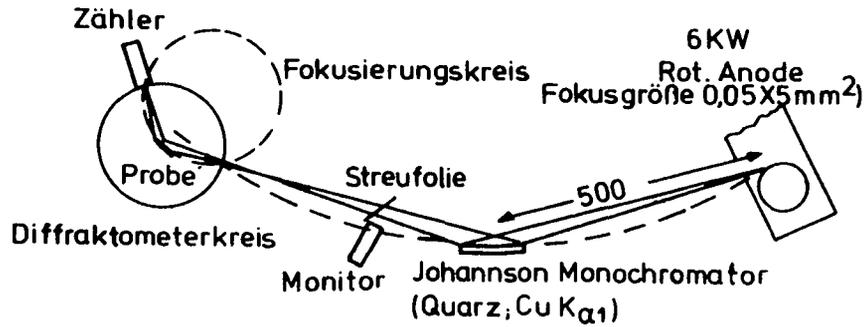


Abb. 6 Schematische Darstellung der Röntgenmessung in semifokussierender Meßanordnung

## B. Messung der diffusen Streuintensität

Nach der Bestrahlung wurden die Proben in einem Umsetzkryostaten zum Meßkryostaten transportiert, wobei die Probe kontinuierlich im flüssigen Helium blieb. Die elektrische Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$  wurde im flüssigen Helium und die diffuse Streuintensität im Heliumgas bei 6 K gemessen.

Die Röntgenmessungen wurden mit einer Apparatur durchgeführt, die im Detail schon anderswo beschrieben wurde /19/. Die Meßanordnung ist in Abb. 6 schematisch dargestellt. Eine 6 KW Drehanodenröhre mit einem Cu-Target wurde zusammen mit einem Quarzmonochromator vom Johannsontyp verwendet, um Cu  $K_{\alpha 1}$  Strahlung auszusondern. Bei Zn und Cd verwendeten wir eine semifokussierende Meßanordnung mit einer Strahldivergenz von  $1.1^\circ$  in der Streuebene und  $1.4^\circ$  in der vertikalen Ebene (durch einen Sollerspalt bestimmt). Um die Auflösungskorrekturen [z.B. Faktor 1.9 bei  $2(\delta - \delta_B) = 1^\circ$  und 1.1 bei  $5^\circ$  am (00.4) Reflex von Zn] zu überprüfen, wurden zum Vergleich auch Messungen mit einer feineren Strahldivergenz von  $0.25^\circ$  in der Streuebene verwendet. Bei Mg befand sich die Probe im Fokus des Röntgenstrahls, wodurch ein kleinerer Probenort - verglichen mit der semifokussierenden Anordnung - ausgeleuchtet wurde; die Strahldivergenzen in der Streuebene waren  $20'$  bzw.  $14'$ .

Zur Konversion der diffusen Streuintensität in absolute Einheiten wurde eine Eichmessung an Polystyrol ( $C_8H_8$ ) durchgeführt /20/. Die zur Auswertung weiterhin benötigten Daten sind in Tab. 7 zusammengefaßt. Die Absorptionskorrekturen  $K_{abs}$  wurden direkt durch Absorptionsmessungen erhalten und berücksichtigten die Schwächung des Röntgenstrahls auf seinem Weg durch die Probe. Der Polarisationsfaktor  $p$  wurde für Mosaikkristalle berechnet. Der Strukturfaktor  $F_h$  wurde Ref. /21/ entnommen. Infolge von Interferenzen in der Einheitszelle variiert  $F_{h+q}$  mit zunehmendem  $q$ ; für größere  $q$ -Werte können die Korrekturen größer als 10% sein. Zur Berechnung des thermischen DWF /22/ wurde eine Debye Temperatur  $\theta_D = 327$  K bei

Tab. 7 Daten der verwendeten Reflexe

Probe	Reflex	Geometrie	$\vartheta_B$	$ F_h ^2$ [e.u.]	DWF	p	$K_{abs}$
Zn	(00.2)	Bragg	18.5°	2020	0.989	0.840	1
	(00.4)	Bragg	39.3°	958	0.956	0.573	1.01-1.04 <sup>a</sup>
	(00.6)	Bragg	71.9°	426	0.903	0.845	1.07
	(10.0)	Laue	19.5°	487	0.987	0.824	1.41-1.66 <sup>b</sup>
	(11.0)	Laue	35.4°	1100	0.963	0.604	1.49-1.75 <sup>b</sup>
Cd	(00.4)	Bragg	33.9°	3711	0.969	0.620	1
	(00.6)	Bragg	56.7°	2289	0.931	0.626	1
	(30.0)	Bragg	64.0°	2094	0.920	0.724	1
Mg	(00.4)	Bragg/Laue	36.5°	171.4	0.916	0.594	1.01/2.43
	(00.6)	Bragg	63.1°	78.3	0.821	0.710	1.06-1.12 <sup>a</sup>
	(30.0)	Laue	56.7°	90.9	0.841	0.626	1.71-2.17 <sup>a</sup>
	(11.0)	Bragg	28.8°	221.9	0.944	0.683	1
	(22.0)	Bragg	74.7°	64,5	0.793	0.587	1

<sup>a</sup> Wert ist von Probe abhängig.

<sup>b</sup> Wert ist vom Probenort abhängig.

Zn, 209 K bei Cd und 400 K bei Mg verwendet. Zur Bestimmung des Atomvolumens bei 6 K wurde der Tieftemperaturwert der beiden Gitterparameter  $a$  und  $c$  unter Zugrundelegung ihrer RT Werte /3/ und der thermischen Ausdehnungskoeffizienten /23-26/ berechnet. Damit erhalten wir für das Atomvolumen  $\Omega = 14.9 \text{ \AA}^3$  bei Zn,  $21.1 \text{ \AA}^3$  bei Cd und  $22.9 \text{ \AA}^3$  bei Mg.

### C. Diskussion von Meßfehlern

Durch Bestrahlung erzeugte Frenkeldefekte bewirken eine Erhöhung der diffusen Streuintensität; den Defektbeitrag an der Gesamtintensität erhält man nach Abzug des Untergrundes. Für die so erhaltene Defektstreuung erwarten wir auf Grund des statistischen Fehlers 3-4% Schwankungen der diffusen Streuintensität im größeren Abstand vom Braggreflex und wegen höherer Zählrate 1-2% nahe am Braggreflex. Als die für die Auswertung entscheidendere Fehlerquelle erwies sich aber das Verbiegen der Probe während des Experimentes. Dieses Verbiegen wird unter den gegebenen experimentellen Bedingungen wahrscheinlich dadurch verursacht, daß durch Volumenaufweitung des bestrahlten Teils der Probe Spannungen gegenüber ihrem unbestrahlten Teil auftreten. Dieser Effekt wird bei einer Befestigung von Drähten direkt an der Röntgenprobe (zur Bestimmung von  $\Delta\rho$ ) bei der Weichheit der verwendeten Metalle verstärkt. Die Probenverbiegung kann an Hand eines Vergleichs des Untergrundes vor Bestrahlung und nach völliger Erholung abgeschätzt werden.

Bei Zn gab es eine Übereinstimmung von 5% für den symmetrischen Teil des Untergrundes vor Bestrahlung und nach Erholung bei RT. Nur am (00.2) Reflex (Zn 1, 2) beobachteten wir eine stärkere Änderung des Untergrundes auf der Kleinwinkelseite des Braggreflexes. Es gibt Anzeichen, daß dies während der Bestrahlung durch die leichte Spaltbarkeit der (00.h) Ebenen verursacht wurde. Indem wir nur den Untergrund nach völliger Erholung zur Auswertung verwendeten, erhielten wir gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen an anderen (00.h) Reflexen. Dennoch wurde wegen

der Nichtreproduzierbarkeit des Untergrundes der (00.2) Reflex bei den folgenden Bestrahlungen nicht mehr gemessen.

Bei Zn 4, der Probe mit der höchsten Bestrahlungsdosis (vgl. Tab. 8), war - verglichen mit den anderen Zn Bestrahlungen - die Streuintensität am Braggreflex zu niedrig. Wir führten dies auf ein stärkeres Verbiegen dieser Probe zurück; dieses kann als eine Vergrößerung des Auflösungsvolumens betrachtet werden und wurde durch größere Auflösungskorrekturen berücksichtigt. Der (10.0) Reflex von Zn 4 (Laue Geometrie) wird nicht so stark vom Verbiegen der Probe beeinflusst, die in Richtung der Oberflächennormale (vgl. Tab. 6) erwartet wird. Der Hauptfehler am (10.0) und (11.0) Reflex (Zn 5, 6) rührte von der Variation der Probendicke her. Deshalb wurden die Messungen an 3 verschiedenen Probenorten durchgeführt, wodurch der Fehler in der Absorptionskorrektur auf 6% verringert wurde.

Bei Cd variierte der Untergrund vor der Bestrahlung und nach Erholung bei RT um 5-10% (bei Cd 2, 3) und bis zu 15% (bei Cd 1). Wie bei Zn könnte der Grund dafür im Verbiegen der Probe infolge der Weichheit des Metalls und dem Befestigen von Drähten an der Röntgenprobe liegen; dieser Effekt wurde wie bei Zn in der Auflösungskorrektur berücksichtigt.

Bei Mg stimmte der Untergrund vor Bestrahlung und nach völliger Erholung (Mg 1 bei 400 K; Mg 2-4 bei 520 K und  $\sim 10^{-6}$ - $10^{-7}$  Torr Vakuum für 1 h) innerhalb von 5% für alle Proben und  $q/h > 1.2 \cdot 10^{-2}$  überein. Nahe am Braggreflex machte sich die geringe Mosaikgüte stärker als bei Zn und Cd (semifokussierende Meßanordnung) bemerkbar, da bei Mg (Probe im Fokus) über einen kleineren Probenort gemittelt wurde.

Die geringe Kristallgüte bestimmte hauptsächlich den Meßfehler bei der Messung des Gitterparameters, die mit der Bond Methode /27-29/ bei Zn, Cd und Mg durchgeführt wurde. Deshalb wurden Messungen an verschiedenen Probenorten durchgeführt, wodurch für den

Mittelwert der relativen Gitterparameteränderung eine Meßgenauigkeit von  $2 \cdot 10^{-5}$  erreicht wurde. Der Gitterparameter konnte deshalb nur bei Proben mit hoher Defektkonzentration mit einer ausreichenden Meßgenauigkeit bestimmt werden.

#### IV. Untersuchungen an Zn

##### A. Einzeldefekte bei 6K

##### 1. Ergebnisse der Gitterparameteränderung und der diffusen Streuung

Der Gitterparameter  $c$  wurde mit der Bond Methode am (00.6) Reflex gemessen. Zur Bestimmung des Gitterparameters  $a$  konnte kein geeigneter Reflex mit einem großen Braggwinkel untersucht werden, da wegen der (00.h) Spaltebenen von Zn keine Probe mit (h0.0) oder (hh.0) Oberfläche geschnitten werden konnte.

Nach Bestrahlung wurde bei 6K die Gitterparameteränderung bei Zn 2, 4, 6 bestimmt (Tab. 8, Spalte 3). Innerhalb des Meßfehlers (5-15%) finden wir ein konstantes Verhältnis  $\eta = (\Delta c/c)/\Delta\rho$ . Die Ergebnisse von Zn 2, 6 stimmen gut mit Zn 4 überein, wo  $\Delta\rho$  direkt an der Röntgenprobe gemessen wurde. Es ergibt sich ein Mittelwert  $\eta = 3.05 \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  mit  $\sim 10\%$  Fehler.

Typische Ergebnisse der Messungen der diffusen Streuintensität bei 6K zeigt Abb. 7. Am (00.4) Reflex in [00.1] Richtung (Abb. 7a) finden wir nach Bestrahlung einen starken Anstieg der diffusen Streuintensität und eine starke Asymmetrie der Defektstreuung um den Braggreflex; dagegen ist die Intensitätszunahme am (11.0) Reflex in [11.0] Richtung viel kleiner und es ist fast keine Asymmetrie zu sehen (Abb. 7b).

Zu einem genauen Vergleich mit der Theorie wurde in Abb. 8 die nach Abzug des Untergrundes erhaltene Defektstreuung in die bez.  $\underline{q}$  symmetrische Huangstreuung ( $S_H$ ) und in die bez.  $\underline{q}$  antisymmetrische Streuintensität  $S_{as}$  zerlegt [vgl. Gl. (8)] und doppellogarithmisch dargestellt. Wir sehen, daß am (00.4) Reflex das  $q^{-2}$  Gesetz der Huangstreuung erfüllt ist und  $S_{as}$  die erwartete  $q^{-1}$  Abhängigkeit zeigt. Auch am (11.0) und (10.0) Reflex gilt  $S_H \sim q^{-2}$ ; die Asymmetrie konnte hierbei wegen ihres kleinen Wertes und eines großen statistischen Fehlers nur ab-

Tab. 8 Gitterparameteränderung und Huangstreuung nach Bestrahlung

Probe	$\Delta\rho$ [n $\Omega$ cm] <sup>b</sup>		$\eta$ [10 <sup>3</sup> ( $\Omega$ cm) <sup>-1</sup> ]	$C\Pi_h^{(1)} / (\Delta c/c)$ [10 <sup>-22</sup> erg <sup>2</sup> ]			$\frac{1}{8}C\Pi_h^{(3)} / (\Delta c/c)$ [10 <sup>-22</sup> erg <sup>2</sup> ]		$\sqrt{8\Pi_h^{(1)} / \Pi_h^{(3)}}$
	4.5K	6K		(00.2)	(00.4)	(00.6)	(10.0)	(11.0)	
Zn 1 <sup>a</sup>	120.8	110.4		3.61	3.76		(<0.93)		(>2)
Zn 2	126.7	103.6	2.60 $\pm$ 0.39	3.60	3.79	3.55	0.75		2.21
Zn 3 <sup>a</sup>	31.7	27.2 <sup>c</sup>			3.14	3.21			
Zn 4	214.8	183.7 <sup>c</sup>	3.15 $\pm$ 0.27		3.33	3.46	0.66		2.27
Zn 5 <sup>a</sup>	211.0	127.0			(7.90)			(1.34)	(2.43)
Zn 6	153.3	134.0	3.66 $\pm$ 0.22		4.27			0.61	2.65
Mittelwert			3.05 $\pm$ 0.3		3.55 $\pm$ 0.4		0.67 $\pm$ 0.6		2.4 $\pm$ 0.3

<sup>a</sup> Gitterparameteränderung wurde mit  $\eta = (3.05\pm 0.3) \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  berechnet.

<sup>b</sup> Erster Wert von  $\Delta\rho$  wurde im Bestrahlungskryostaten, der zweite vor dem ersten Erholungsschritt gemessen.

<sup>c</sup>  $\Delta\rho$  wurde direkt an der Röntgenprobe gemessen.

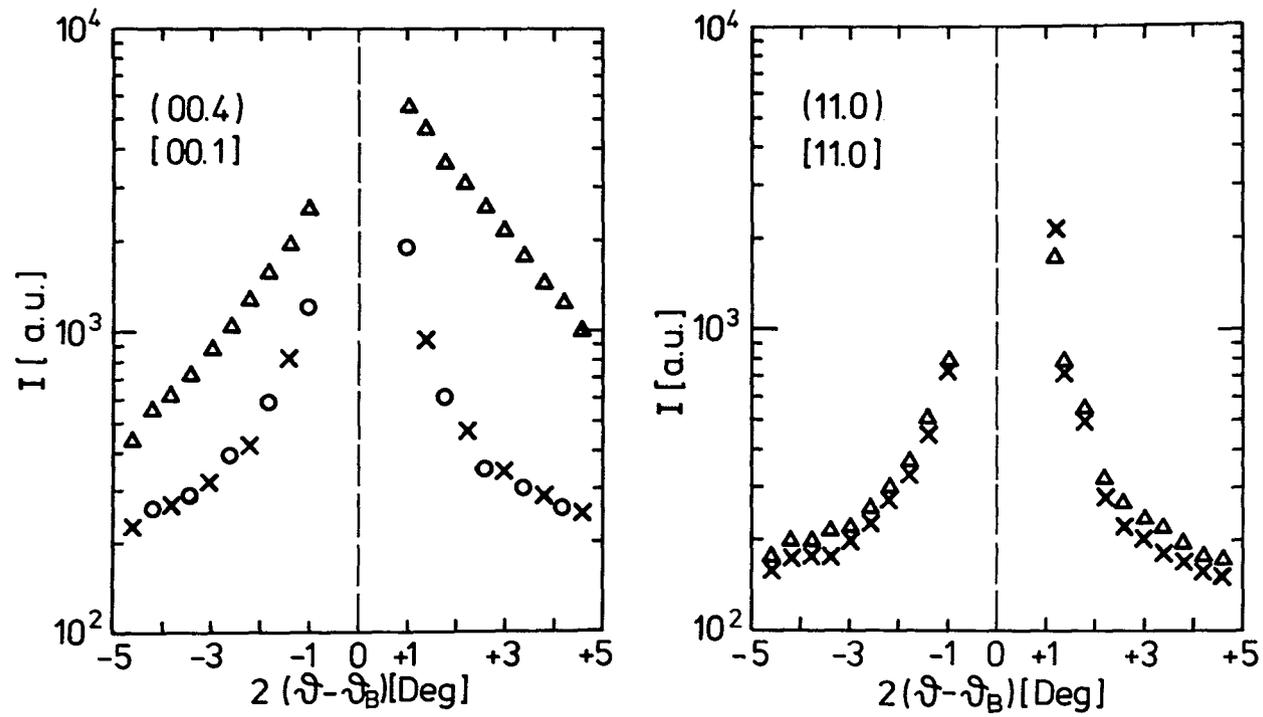


Abb. 7 Diffuse Streuintensität  $I$  vor Bestrahlung (o), nach Bestrahlung bei 6K ( $\Delta$ ) und nach völliger Erholung (x)  
 (a) am (00.4) Reflex,  $q: [00.1]$  bei Zn 4;  
 (b) am (11.0) Reflex,  $q: [11.0]$  bei Zn 6.

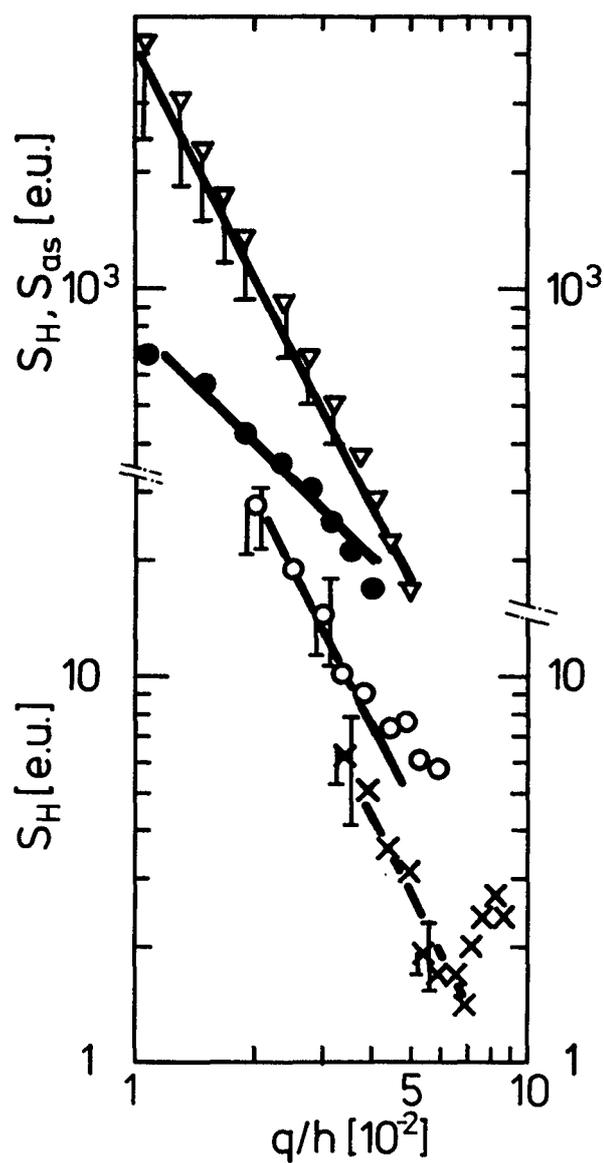


Abb. 8 Streuquerschnitt  $S_H$  der Huangstreuung bei 6K  
am (00.4) Reflex,  $q: [00.1]$  bei Zn 4 ( $\nabla$ );  
am (10.0) Reflex,  $q: [10.0]$  bei Zn 4 ( $\times$ );  
am (11.0) Reflex,  $q: [11.0]$  bei Zn 6 ( $\circ$ );  
antisymmetrischer Teil  $S_{as}$  der diffusen Streu-  
intensität bei 6K am (00.4) Reflex,  $q: [00.1]$  bei  
Zn 4 ( $\bullet$ ).

geschätzt und nicht für eine Bestätigung des  $q^{-1}$  Verhaltens verwendet werden.

Die hohe Asymmetrie der Defektstreuung am (00.4) Reflex, die einem großen statischen DWF entspricht, deutet an, daß auch im symmetrischen Anteil der diffusen Streuintensität der konstante Term  $(F_K^D/F_K - L_K/C)$  nicht mehr vernachlässigbar ist. Um  $(F_K^D/F_K - L_K/C)$  zu bestimmen, wurde ein iteratives Verfahren gewählt und in erster Näherung dieser konstante Term im symmetrischen Anteil  $S_s$  vernachlässigt. Ähnlich wie weiter unten ausgeführt, ergab sich dann  $\sqrt{\Pi_h^{(3)}/8} = 11.8$  eV und  $\sqrt{\Pi_h^{(1)}} = 29.4$  eV. Mit diesem Ergebnis konnten wir dann  $(F_K^D/F_K - L_K/C)$  aus  $S_{as}$  bestimmen. Tab. 9 faßt das Ergebnis für den statischen DWF nahe am Braggreflex zusammen.

Tab. 9 Statischer DWF  $L_h/C$  und  $\text{Re}(F_h^D/F_h)$

Reflex	$L_h/C$	$\text{Re}(F_h^D/F_h)$
(00.2)	21.9±10.2	~ -1.5
(00.4)	43.0±15.6	~ +0.5
(00.6)	51.7±22.1	~ -1.5
(11.0)	3.9± 2.2	0.5

Um  $L_h/C$  separat aus  $S_{as}$  zu erhalten, wurde hierbei der Strukturfaktor  $F_K^D = f_K [2\cos(\underline{K}\cdot\underline{d}) - 1]$  einer  $H_c$  Konfiguration mit Hantelabstand  $0.92a$  verwendet (vgl. Tab. 10); innerhalb des Meßfehlers von  $L_h/C$  ist dieser Beitrag vernachlässigbar. Wir finden einen großen und anisotropen statischen DWF, der anzeigt, daß die Verschiebungen in der  $c$  Richtung viel größer sind als in der Basisebene. Der Anstieg des statischen DWF mit der Reflexordnung bei den (00.h) Reflexen scheint vernünftig, obwohl die erwartete  $h^{3/2}$  Abhängigkeit /6/ wegen großer Fehler (die verschiedenen Reflexordnungen wurden nicht an einer Probe gemessen) nicht eindeutig nachgewiesen werden konnte. Für größere Abstände vom Braggreflex wird der statische DWF kleiner (Abb. 8). Dennoch ist

sein Beitrag zum symmetrischen Anteil  $S_s$  nur für größere  $q$ -Werte wichtig: z.B. beträgt er bei  $2|\delta - \delta_B| = 5^\circ$  am (00.4) Reflex 10% und nur 2% am (00.6) Reflex. Sein Beitrag wurde in den folgenden Daten berücksichtigt. Die iterative Prozedur wurde nach dem ersten Iterationsschritt abgebrochen, da sich das für den statischen DWF wichtige Produkt  $CP_{ij}$  nur noch um 2% änderte.

Messungen am (00.h) Reflextyp in [00.1] Richtung wurden bei 3 Reflexordnungen durchgeführt: am (00.2), (00.4) und (00.6) Reflex; die Ergebnisse für die Huangstreuung zeigt Abb. 9. Bei den Meßpunkten wurden neben der Auflösungskorrektur, die aus der Divergenz des Röntgenstrahls bestimmt wurde, auch die Mosaikbreite und die Verbiegung der Probe (vgl. Kap. III.C) berücksichtigt. Vernachlässigen wir Mosaikbreite und Probenverbiegung in der Auflösungskorrektur, so ergibt sich das untere Ende der eingezeichneten Balken. Eine  $q^{-2}$  Abhängigkeit wurde am (00.4) Reflex für  $q/h \leq 3 \cdot 10^{-2}$  und am (00.6) Reflex bis zum größten gemessenen Wert  $q/h = 1.4 \cdot 10^{-2}$  beobachtet. In Tab. 8 (Spalte 4) sind die Meßergebnisse an den (00.h) Reflexen zusammengefaßt. Die Messungen von Zn 5 wurden nicht für eine quantitative Auswertung verwendet, da die Probe beim Umsetzen auf  $\sim 12K$  erwärmte. Der  $\sim 10\%$  Fehler des Mittelwertes  $C\Pi_h^{(1)}/(\Delta c/c)$  wird hauptsächlich durch die Gitterparametermessung bestimmt. Die gute Übereinstimmung (innerhalb 4%) für  $C\Pi_h^{(1)}$  bei den 3 Reflexordnungen zeigt, daß neben der  $q^{-2}$  Abhängigkeit von  $S_H$  auch das  $h^2$  Gesetz [Gl. (3)] am (00.h) Reflextyp erfüllt ist.

Bei einigen Proben wurde die Gitterparameteränderung zur einheitlichen Darstellung in Tab. 8 aus  $\Delta\rho$  und dem Mittelwert von  $\eta$  bestimmt. Falls  $\Delta\rho$  an einer gesonderten Probe gemessen wird, kann ein zusätzlicher Fehler aus einer in beiden Proben unterschiedlichen Defektkonzentration entstehen. Diese wird weniger durch Inhomogenität der Bestrahlung ( $<5\%$ ) als wegen der niedrigen Erholungsstufen hervorgerufen, wobei eine kurze Strominstabilität bei der Bestrahlung zu einem unterschiedlichen Aufheizen der Proben führen kann. Eine solche Inkonsistenz wurde

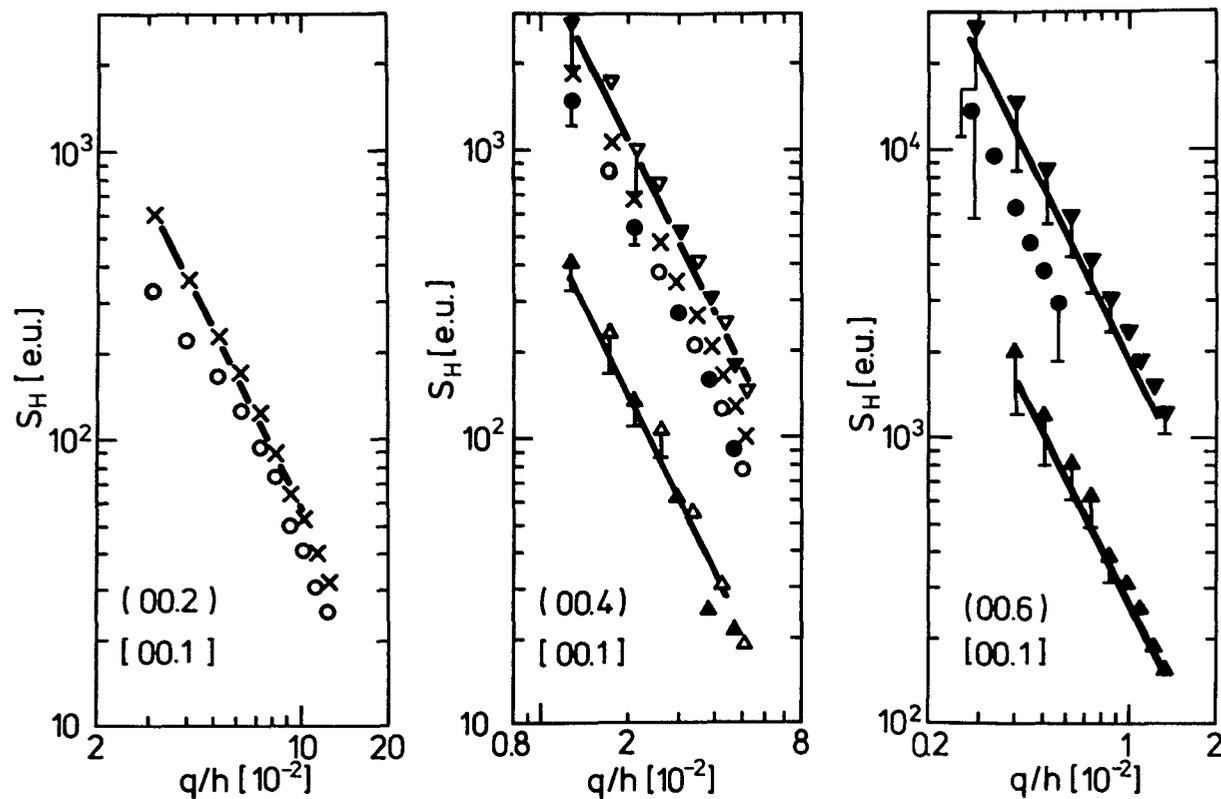


Abb. 9 Streuquerschnitt  $S_H$  der Huangstreuung bei 6K [offene Symbole und (x): große einfallende Strahldivergenz, geschlossene Symbole: kleine einfallende Strahldivergenz]  
 (a) am (00.2) Reflex,  $q: [00.1]$  bei Zn 1 (x), Zn 2 (o);  
 (b) am (00.4) Reflex,  $q: [00.1]$  bei Zn 1 (x), Zn 2 (o, ●), Zn 3 ( $\Delta, \blacktriangle$ ), Zn 4 ( $\nabla, \blacktriangledown$ );  
 (c) am (00.6) Reflex,  $q: [00.1]$  bei Zn 2 (●), Zn 3 ( $\blacktriangle$ ), Zn 4 ( $\blacktriangledown$ ).

jedoch bei den für die Auswertung verwendeten Bestrahlungen nicht beobachtet.

Wie Abb. 8 zeigt, ist die Huangstreuung am (10.0) Reflex in Richtung des reziproken Gittervektors beträchtlich kleiner als für (00.h) Reflexe; deshalb ist der Fehler in der diffusen Streuintensität größer. Die Fehlerbalken rechts von den Meßpunkten resultieren von 3 Messungen an verschiedenen Probenorten, die linken Balken von den Unsicherheiten in der Auflösungskorrektur. Der Meßeffect konnte bei der zweiten Probe (Zn 5, 6) wegen des höheren Strukturformfaktors des (11.0) Reflexes (vgl. Tab. 7) vergrößert werden. Das  $q^{-2}$  Gesetz der Huangstreuung ist am (10.0) und (11.0) Reflex nur nahe am Braggreflex für  $q/h \leq 7 \cdot 10^{-2}$  bzw.  $q/h \leq 3.7 \cdot 10^{-2}$  erfüllt; für größere  $q$ -Werte fällt die Intensität langsamer mit  $q$  ab. Diese Abweichung vom  $q^{-2}$  Gesetz setzt etwa beim selben  $q$ -Wert wie das steilere Abfallen am (00.4) Reflex ein. Im Ortsraum entspricht diesem  $q$ -Wert ein Radius von  $\sim 5.5-6.5 \text{ \AA}$ . Dies scheint vernünftig, denn es zeigt an, daß bei den nächsten Nachbarn des Defekts die Annahmen der Huangstreuung nicht mehr gültig sind.

Tab. 8 (Spalte 5) faßt die Ergebnisse der Huangstreuung am (10.0) und (11.0) Reflex zusammen. Der Fehler des Mittelwertes  $\frac{1}{8} \Pi_h^{(3)} / (\Delta c/c)$  beträgt etwa 20%. In Spalte 6 ist zusätzlich der Symmetrieparameter  $\sqrt{8 \Pi_h^{(1)} / \Pi_h^{(3)}}$  aufgeführt, welcher unabhängig von der Defektkonzentration ist; das Ergebnis von Zn 1 wurde wegen des größeren Fehlers nicht beim Mittelwert berücksichtigt.

Durch Vergleich der Huangstreuung [Gl. (3)] und der Gitterparameteränderung [Gl. (6)] kann die Defektstärke und die Defektkonzentration bestimmt werden. Hierbei muß berücksichtigt werden, daß außer den ZGA auch die LS zur Huangstreuung und Gitterparameteränderung beitragen.

$$\begin{aligned}
 CP_{ij}^2 &= (CP_{ij}^2)^{LS} + (CP_{ij}^2)^{ZGA} \\
 \Delta c/c &= (\Delta c/c)^{LS} + (\Delta c/c)^{ZGA}
 \end{aligned}
 \tag{15}$$

Aus Messungen der Selbstdiffusion als Funktion des Druckes zwischen 300 und 400°C wurde auf ein Relaxationsvolumen der LS von  $(\Delta V/\Omega)^{LS} = -0.6$  geschlossen /30/. Dies ergibt für den Dipolkrafttensor  $P_{ij}^{LS} = -3.7 \text{ eV } (\delta_{ij})$ . Obgleich der systematische Fehler (Unsicherheit im Wanderungsvolumen, Extrapolation zu tiefen Temperaturen) dieses Wertes nicht abgeschätzt werden kann, sollte er doch eine obere Grenze des LS Beitrages darstellen.

Mit Gl. (6), (7) erhalten wir  $(\Delta c/c)^{LS} = -0.47 \text{ C}$  und  $(\Delta a/a)^{LS} = -0.06 \text{ C}$ . Damit beträgt der LS Beitrag zum gemessenen  $\Delta c/c$  etwa 8%. An den (00.h) Reflexen ist der Beitrag der LS zur Huangstreuung vernachlässigbar ( $\sim 2\%$ ), am (10.0) und (11.0) Reflex beträgt er jedoch  $\sim 14\%$ . Dies rührt vom isotropen  $P_{ij}^{LS}$  und dem niedrigen Wert von  $\sqrt{\Pi_h^{(3)}/8}$  des ZGA her. Die Ergebnisse mit und ohne Berücksichtigung des LS Beitrages sind in Tab. 10 zusammengefaßt. Mit dieser Korrektur ändert sich der Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  von 2.4 zu 2.5.

Um zusätzlich zu  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  Information über die Symmetrie des Defektes zu erhalten, wurde am (00.4) und (10.0) bzw. (11.0) Reflex das mögliche Vorhandensein einer Nulllinie untersucht (vgl. Kap. II.A). Messungen am (00.4) Reflex in [10.0] Richtung wurden bei Zn 1 durchgeführt und bei Zn 2 reproduziert; innerhalb des Meßbereichs [ $q/h = (3.5-7) \cdot 10^2$ ] konnte eine Nulllinie ausgeschlossen werden. Zu einer detaillierteren Untersuchung der Streuintensität um den (00.4) Reflex wurden deshalb bei Zn 2 mehrere radiale Scans durchgeführt. Die schematische Darstellung dieser Scans im  $\underline{K}$ -Raum zeigt Abb. 10a, die Meßergebnisse zeigt Abb. 10b: bei den  $\omega \pm 1.5^\circ = \delta$  Scans deutet sich Nullintensität bei  $2(\delta - \delta_B) \approx -0.5^\circ$ , beim  $\omega + 3^\circ = \delta$  Scan bei  $\sim -2^\circ$  an. Diese Ergebnisse legen die Existenz einer durchgebogenen Nulllinie nahe, wie sie bei größeren  $q$ -Werten für einen stark verzerrenden Defekt erwartet wird /31/. Nahe am Braggreflex würde man Nullintensität in einer [10.0] Richtung erwarten, was aber wegen der großen Mosaikbreite des Kristalls außerhalb des Meßbereichs fällt.

Tab. 10 Ergebnisse nach Bestrahlung für Zn

$(\Delta V/\Omega)^{LS}$	$\sqrt{\Pi_h^{(3)}/8}$ [eV]	$\sqrt{\Pi_h^{(1)}}$ [eV]	$2d$ [a]	$(\Delta V/\Omega)^{ZGA}$	$\rho_F$ [ $\mu\Omega\text{cm/at}\%$ ]
0	11.6 $\pm$ 2.2	27.9 $\pm$ 5.1	0.95 $\pm$ 0.06	4.0 $\pm$ 0.7	18.2 $\pm$ 5.7
-0.6	10.0	25.3	0.92	3.6	15.3

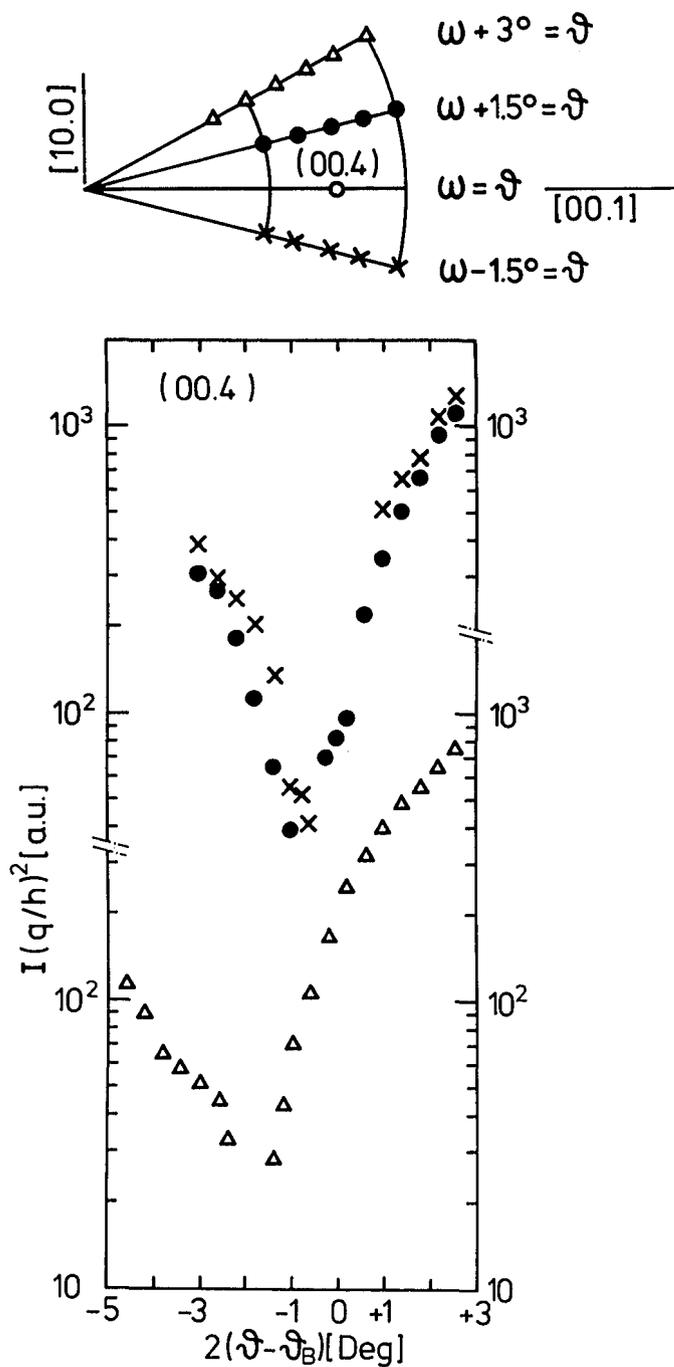


Abb. 10 Verteilung der diffusen Streuintensität  $I$  bei 6K am (00.4) Reflex von Zn 2  
 (a) schematische Darstellung der Scans im  $\underline{K}$ -Raum;  
 (b) diffuse Streuintensität  $I$  bei  $\omega - 1.5^\circ = \vartheta(x)$ ,  $\omega + 1.5^\circ = \vartheta(\bullet)$  und  $\omega + 3^\circ = \vartheta(\Delta)$ .

Senkrecht zum reziproken Gittervektor des (10.0) Reflexes von Zn 4 und des (11.0) Reflexes von Zn 6 (in [00.1] Richtung) wurde keine diffuse Streuintensität beobachtet. Alle diese Ergebnisse deuten auf  $\Pi_h^{(2)} = 0$  hin.

## 2. Diskussion der Ergebnisse bei 6K

Die Ergebnisse für die Defekte in Zn, die wir ohne Präzisierung der Defektart (Einzeldefekte oder Agglomerate) erhalten hatten, wurden in Tab. 10 stillschweigend Einzeldefekten zugeordnet. Aus der Tabelle ersehen wir, daß die Einzel ZGA im Vergleich zu denen in fcc Metallen ein großes Relaxationsvolumen haben [ $(\Delta V/\Omega)^{ZGA} = 3.6$  bei Zn, aber 1.45 bei Cu und 1.9 bei Al /1/]. Man könnte deshalb argumentieren, daß bei 6K bereits ZGA Agglomerate mit  $\sim 2-3$  ZGA vorliegen. 3 Punkte lassen sich aber dagegen anführen.

(a) Falls sich bei der Bestrahlung Agglomerate gebildet hätten, würde man - wie bei Au /5/, Cd (vgl. Kap. V.B) und mit hoher Dosis bestrahltem Cu /32/ gefunden - erwarten, daß sie mit der Dosis wachsen. Damit sollte  $S_H$  nichtlinear mit der Dosis zunehmen, was aber nach Tab. 8 bei Zn ausgeschlossen werden kann. Auch die Annahme, daß bei allen Bestrahlungsdosen Agglomerate gleicher Größe vorliegen, scheint im Zusammenhang mit den beiden folgenden Punkten unwahrscheinlich.

(b)  $\rho_F$  kann auch aus Messungen der Schädigungsrate bestimmt werden: einen Überblick gibt Ref. /33/. Messungen an Zn Einkristallen /34/ ergaben dabei  $\rho_F = (15 \pm 5) \mu\Omega\text{cm/at}\%$ . Dieser Wert stimmt mit dem aus Tab. 10 überein. Die Werte wären aber nicht mehr konsistent, falls ZGA Agglomerate mit 2-3 ZGA bei 6K vorlägen. Dann würde sich bei uns  $\rho_F$  zu 5-7.5  $\mu\Omega\text{cm/at}\%$  ändern.

(c) Im Erholungsverhalten der Huangstreuung am (00.h) Reflex-typ zwischen 6 und 10K zeigt sich zunächst eine Abnahme ähnlich zu  $\Delta\rho$  bei unverändertem Symmetrieparameter (vgl. Abb. 12a, 13).

Dies bedeutet, daß in diesem Temperaturbereich überwiegend eng benachbarte Frenkelpaare rekombinieren. Der anschließende, ausgeprägte Anstieg der Huangstreuung pro ZGA und die Änderung der Streukurvenform (Ausbildung eines  $q^{-4}$  Bereiches) deuten auf Agglomeratbildung zwischen 10 und 20K hin. Das Erholungsverhalten ist nur dann verständlich, falls bei 6K im wesentlichen Einzel ZGA vorliegen.

Die Konfiguration des Einzel ZGA läßt sich auf Grund der Symmetrie seines langreichweitigen Verschiebungsfeldes bestimmen.  $\sqrt{8\pi_h(1)/\pi_h(3)} = 2.5$  erlaubt uns, die Crowdion Konfiguration (von Ref. /35/ diskutiert) und die  $H_{\langle 1\bar{1},0 \rangle}$ ,  $T$ ,  $B_T$ ,  $O$  und  $B_O$  Lage auszuschließen, wo wir  $\sqrt{8\pi_h(1)/\pi_h(3)} \leq 1$  (Tab. 4) erwarten. Obwohl der Symmetrieparameter für die gegenüber der  $c$  Achse geneigten Hantellagen in Tab. 4 nicht berechnet werden konnte, erscheinen sie unwahrscheinlich, da sie zu einer stärkeren Verzerrung der Atome in der Basisebene und damit zu einem kleineren  $\sqrt{8\pi_h(1)/\pi_h(3)}$  verglichen mit der  $H_c$  Konfiguration führen würden. Damit ist nur die  $H_c$  Konfiguration mit dem Experiment vereinbar. Aus  $\sqrt{8\pi_h(1)/\pi_h(3)} = 2.5$  ergibt sich in unserem Nächste-Nachbarn Modell [vgl. Gl. (5a)] mit  $2d = 0.92a$  ein vernünftiger Hantelabstand, der etwas geringer als der Nächste-Nachbar Abstand  $a$  ist. Die starke Anisotropie des Verschiebungsfeldes und auch das große Relaxationsvolumen des Einzel ZGA sind mit dem großen und anisotropen statischen DWF konsistent.

Die Ergebnisse für Zn unterscheiden sich somit sehr von Al /19/, und Cu /36/, wo die  $\langle 100 \rangle$  Hantelkonfiguration ein nahezu isotropes, langreichweitiges Verschiebungsfeld und ein kleineres Relaxationsvolumen besitzt. Die große Anisotropie kann man auf Grund des ungewöhnlichen elastischen Verhaltens von Zn verstehen. Selbst ein isotroper Defekt wie eine LS (mit gleichen Kräften auf die umgebenden Nachbaratome) verursacht Gitterparameteränderungen, die in der  $c$  Achse 7 Mal so groß sind wie in der  $a$  Achse. Mit einem anisotropen Defekt wie die  $H_c$  Konfiguration berechnen wir sogar ein Schrumpfen in der Basisebene

bei einer Ausdehnung in der  $c$  Achse. Nach Gl. (6) tritt dies ein, wenn  $2P_{33}/(P_{11}+P_{22}) > c_{33}/c_{13}$  ( $=1.3$  für Zn) ist. Eine ähnliche Abnahme in der  $a$  Achse und Zunahme in der  $c$  Achse tritt auf Grund der thermischen Ausdehnung auch bei Zn Einkristallen zwischen 4 und 70K auf /24,26/.

## B. Defektagglomerate nach thermischer Erholung

### 1. Erholungsverhalten der Gitterparameteränderung und der diffusen Streuung

Im Verlauf eines isochronen Erholungsprogramms (mit Haltezeiten von 20 Minuten) wurde die elektrische Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$ , der mittlere Gitterparameter  $c$  und die diffuse Streuintensität wiederholt gemessen. Die Fehler im Absolutwert der Erholungstemperaturen betrugen  $\pm 1$ K bis  $\sim 50$ K und  $\pm 3$ K für höhere Temperaturen.

Bis zu 20K erholte ein großer Teil der Defekte, so daß bei höheren Erholungstemperaturen  $\Delta c/c$  wegen zu kleiner Defektkonzentration nicht mehr mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden konnte. Einige Messungen bei 12K und 20K wurden bei den Proben mit den höchsten  $\Delta\rho$  durchgeführt. Bei  $\sim 12$ K erhielten wir  $\eta = (\Delta c/c)/\Delta\rho = 2.85 \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  für Zn 5, bei 20K  $\eta = 2.55 \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  für Zn 4 und  $\eta = 2.09 \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  für Zn 6. Verglichen mit  $\eta = 3.05 \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$  bei 6K beobachten wir nach Erholung bis 20K somit eine Abnahme um  $\sim 20\%$ .

Die Erholung der diffusen Streuintensität wurde am (00.4), (00.6) und (11.0) Reflex gemessen. Als ein Beispiel des Erholungsverhaltens an einem (00.h) Reflex in [00.1] Richtung ist der symmetrische Anteil der diffusen Streuintensität am (00.4) Reflex von Zn 4 gezeigt (Abb. 11a). Für den (00.6) Reflex erhielten wir ähnliche Ergebnisse. Wir beobachten mit zunehmender Erholungstemperatur (bis 105K) eine nur geringe Änderung der Streuintensität nahe am Braggreflex, aber das Gebiet der Huangstreuung (charakterisiert durch  $q < q_{cr}$ ) wird

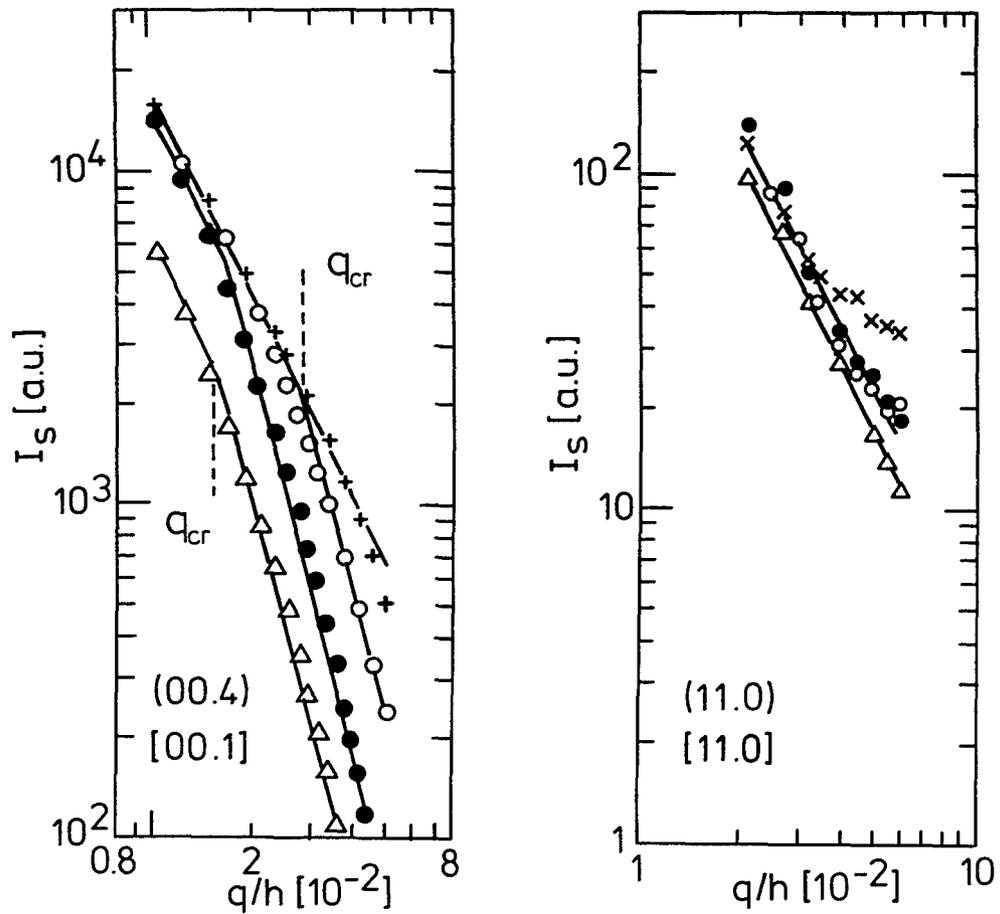


Abb. 11 Symmetrischer Anteil  $I_S$  der diffusen Streuintensität

- (a) am (00.4) Reflex,  $\underline{q}: [00.1]$  von Zn 4 bei 6K (+), nach Erholung bei 60K (o), 105K (●) und 130K (Δ);
- (b) am (11.0) Reflex,  $\underline{q}: [11.0]$  von Zn 6 nach Erholung bei 10K (x), 20K (o), 105K (●) und 130K (Δ).

auf kleinere  $q$ -Werte beschränkt. Bei größeren  $q$ -Werten ( $q > q_{cr}$ ) finden wir einen steileren Abfall der Streuintensität mit einem  $q^{-4}$  Verhalten, wie es für die Streuung an Agglomeraten erwartet wird. Das ausführliche Erholungsprogramm von Zn 4 ist in Abb. 12a dargestellt. Die Huangstreuung und  $\Delta\rho$  sind auf ihre Werte bei 6K normiert; für die Huangstreuung wurde dabei  $S_H q^2$  verwendet, das nach Gl. (3) eine Konstante ist. Da  $S_H$  mit zunehmender Temperatur auf einen kleineren  $q$ -Bereich beschränkt ist, werden die Fehler größer. Die Fehlerbalken wurden aus den Schwankungen der Ergebnisse am (00.4) und (00.6) Reflex abgeschätzt.

Ein ähnliches Erholungsverhalten wurde bei Zn 1, 2 und 6 festgestellt (Abb. 12b); zur übersichtlicheren Darstellung wurden hierbei nur die Meßpunkte von Zn 6 miteinander verbunden. Bei Zn 3, der Probe mit der kleinsten Bestrahlungsdosis, erholen jedoch  $\Delta\rho$  und die Huangstreuung nahezu parallel: die Bildung von Agglomeraten ist stark unterdrückt (Abb. 12c).

Während die diffuse Streuintensität am (00.h) Reflex typ die Verschiebungen in der  $c$  Richtung ( $S_H \sim C \Pi_h^{(1)}$ ) beschreibt, werden die Verschiebungen in der Basisebene ( $S_H \sim C \Pi_h^{(3)}$ ) durch Messungen am (hh.0) Reflex typ wiedergegeben. Das Erholungsverhalten des symmetrischen Anteils der diffusen Streuintensität am (11.0) Reflex von Zn 6 zeigt Abb. 11b. Wie bei der Messung nach Bestrahlung ist die Intensität hier viel niedriger als an den (00.h) Reflexen. Nach Erholung bei 10K ändert sich die Streuintensität kaum; d.h. bei größeren  $q$ -Werten fällt sie langsamer als mit  $q^{-2}$  ab. Dieser langsamere Abfall verschwindet jedoch bei 20K und zeigt damit eine Änderung in der Defektstruktur an. Bei höheren Erholungstemperaturen wird durchweg ein  $q^{-2}$  Verhalten gefunden, für einen Meßbereich, wo sich am (00.4) Reflex eine  $q^{-4}$  Abhängigkeit zeigt. Das Vorliegen der Huangstreuung am (11.0) Reflex auch für größere  $q$ -Werte kann man auf Grund von Gl. (14) verstehen, wenn man  $P_{33}$  mit  $\sqrt{\Pi_h^{(3)}/8}$  und  $c_{33}$  mit  $c_{11}$  vertauscht. Damit drückt dieses unterschiedliche Verhalten am (11.0) Reflex aus, daß die durch den Defekt verursachten Verschiebungen in der Basisebene (be-

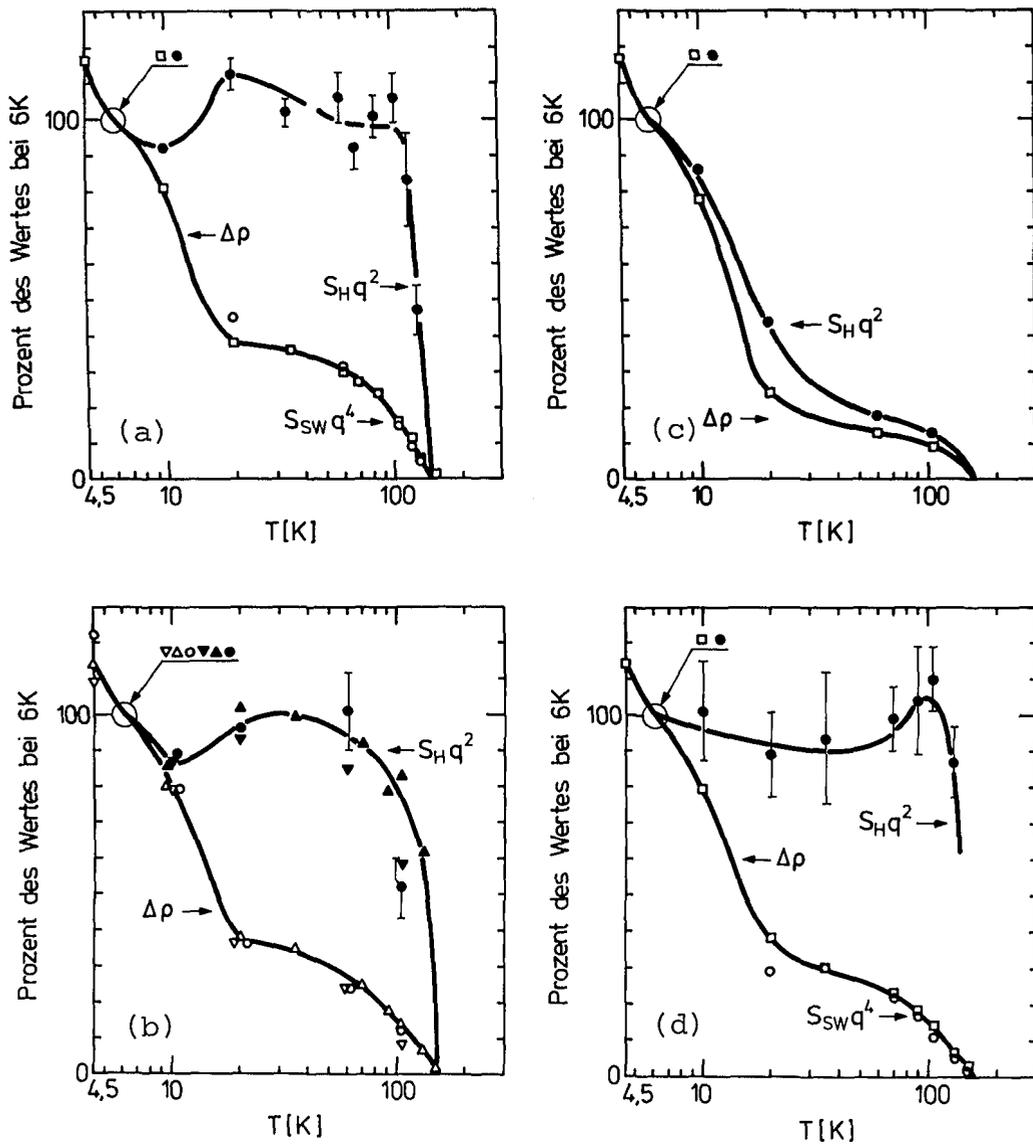


Abb. 12 Erholungsverhalten der Huangstreuung, der elektrischen Restwiderstandsänderung und der asymptotischen Streuung

(a)  $\Delta\rho$  ( $\square$ ),  $S_H q^2$  ( $\bullet$ ) und  $S_{sw} q^4$  ( $\circ$ ) am (00.h) Reflex typ bei Zn 4;

(b)  $\Delta\rho$  (offene Symbole) und  $S_H q^2$  (geschlossene Symbole) am (00.h) Reflex typ bei Zn 1 ( $\nabla, \blacktriangledown$ ), Zn 2 ( $\circ, \bullet$ ) und Zn 6 ( $\Delta, \blacktriangle$ );

(c)  $\Delta\rho$  ( $\square$ ) und  $S_H q^2$  ( $\bullet$ ) am (00.h) Reflex typ bei Zn 3;

(d)  $\Delta\rho$  ( $\square$ ),  $S_H q^2$  ( $\bullet$ ) am (11.0) Reflex und  $S_{sw} q^4$  ( $\circ$ ) am (00.4) Reflex bei Zn 6.

stimmt durch  $P_{ij}$  und  $c_{ij}$ ) auch bei höheren Erholungstemperaturen und größerer Defektstärke kleiner als in der  $c$  Richtung sind. In Abb. 12d ist das ausführliche Erholungsprogramm von  $S_H q^2$  am (11.0) Reflex von Zn 6 dargestellt. Der Fehler wurde aus den Messungen an 2 verschiedenen Probenorten abgeschätzt. Insgesamt finden wir im Vergleich mit der Erholung am (00.h) Reflex typ ein recht ähnliches Erholungsverhalten; Unterschiede würden eine Änderung der Defektsymmetrie bedeuten.

Abb. 13 zeigt das genaue Erholungsverhalten des Symmetrieparameters  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$ . Sowohl bei Zn 6 als auch für  $T \geq 12K$  bei Zn 5 finden wir zunächst innerhalb des Meßfehlers, der hauptsächlich von den Messungen am (11.0) Reflex herrührt, einen unveränderten Symmetrieparameter. Ab  $\sim 70K$  tendiert er zu niedrigeren Werten und hat bei 105K für beide Proben um  $\sim 20\%$  abgenommen.

Bis jetzt haben wir nur die Ergebnisse aus der Huangstreuung betrachtet. Das Erholungsverhalten der asymptotischen Streuung, die an (00.h) Reflexen gefunden wurde, ist in Abb. 12a, d für Zn 4, 6 dargestellt. Der Maßstab für  $S_{sw} q^4$  [ $S_{sw} q^4$  ist nach Gl. (12) eine Konstante] wurde dabei so gewählt, daß die normierten Werte von  $S_{sw} q^4$  mit den normierten Werten von  $\Delta\rho$  bei 35K übereinstimmen. Zwischen beiden Größen finden wir im Temperaturbereich 35- $\sim 85K$  ein ähnliches Erholungsverhalten, bei höheren Temperaturen zeigt die asymptotische Streuung eine etwas schnellere Erholung ( $\sim 15\%$  bei 105K). Dieses Verhalten fanden wir auch bei Zn 1, 2.

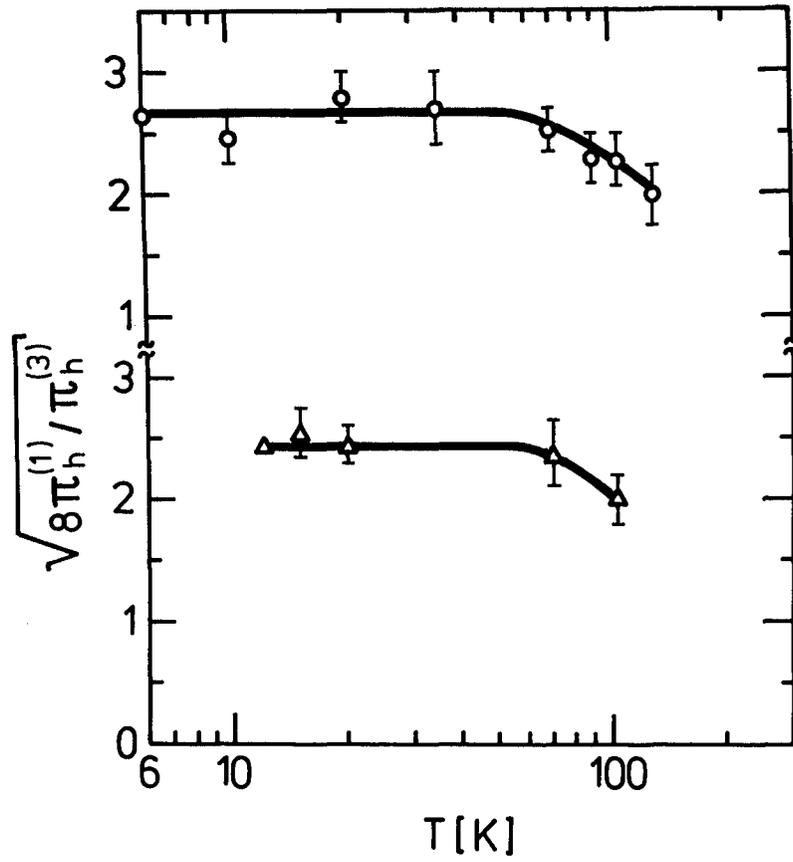


Abb. 13 Erholungsverhalten des Symmetrieparameters  $\sqrt{8\pi_h^{(1)}/\pi_h^{(3)}}$  bei Zn 5 ( $\Delta$ ) und Zn 6 (o)

## 2. Bestimmung von Größe und Symmetrie der ZGA Agglomerate

Die effektive Agglomeratgröße  $\langle N \rangle$  wurde aus den Messungen am (00.h) Reflex typ bestimmt [Gl. (10b)], wobei zunächst die Gültigkeit des linearen Superpositionsmodells  $[\Delta V^{ZGA} = \Delta V_{cl}^{ZGA}$  und  $P_{33}^{cl} / (P_{11}^{cl} + P_{22}^{cl}) = P_{33} / (P_{11} + P_{22})]$  angenommen wurde. Tab. 11 faßt die Ergebnisse für  $\langle N \rangle$  zusammen. Wir sehen, daß  $\langle N \rangle$  mit zunehmender Anfangsdefektkonzentration  $C(6K)$  wächst. Bei Zn 3 ist die Agglomeratbildung unterdrückt und Zweieragglomerate und vielleicht getrappte Einzel ZGA beherrschen die Größenverteilung auch bei höheren Temperaturen.

Falls das lineare Superpositionsmodell nicht gültig ist, kann sich sowohl der Symmetrieparameter als auch das Relaxationsvolumen bei der Agglomeratbildung ändern. Die Änderung des Symmetrieparameters konnte gemessen werden; seine 20% Abnahme bei 105K bedeutet für die Bestimmung von  $\langle N \rangle$  eine Zunahme um  $\sim 2\%$ . Hingegen kann ein geändertes Relaxationsvolumen nicht direkt gemessen werden. Dies ist kritisch, da wegen  $(\Delta V/\Omega)^{ZGA} = 3.6$  eine große Relaxation bis zum Grenzwert  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 1$  eines Defektes in einem unendlich großen Versetzungsring eintreten kann. Deshalb wurde eine Änderung des Relaxationsvolumens pro ZGA bei der Agglomeratbildung mit 2 unabhängigen Methoden (relative Gitterparameteränderung und asymptotische Streuung) untersucht, und auch die effektive Agglomeratgröße  $\langle N \rangle$  aus dem  $q_{cr}$  Wert des  $q^{-2}$ - $q^{-4}$  Übergangs bestimmt.

Bis 20K kann durch Vergleich von  $\Delta\rho$  mit der Gitterparameteränderung das Relaxationsvolumen abgeschätzt werden. Wir fanden eine Abnahme von  $\eta$  um  $\sim 20\%$ . Unter der Annahme des gleichen Wertes von  $\rho_F$  auch im Falle kleiner Agglomerate deutet sich damit eine Änderung des Relaxationsvolumens an. Innerhalb des Meßfehlers stellt jedoch das lineare Superpositionsmodell bis 20K eine vernünftige Näherung dar.

Bei höheren Temperaturen, wo keine ausreichend genaue Gitterparameteränderung mehr bestimmt werden konnte, liefert die asymptotische Streuung Information über das Relaxationsvolumen.

Tab. 11 Bestimmung der effektiven Agglomeratgröße <N> am (00.h) Reflextyp

Probe C (6K) [ppm]	Zn 3	Zn 2	Zn 1	Zn 6	Zn 4
	18	68	72	88	120
<N> (20K), Ende von Stufe I	1-2	2-3	2-3	2-3	3 3 <sup>a</sup>
<N> (105K), Ende von Stufe II	1-2	4-6 5-8 <sup>a</sup>	5-8 7-10 <sup>a</sup>	5-8 7-10 <sup>a</sup>	5-8 7-10 <sup>a</sup>
<N> (130K), Stufe III				6-9	6-9

<sup>a</sup> Bestimmt nach Gl. (16)

Mit  $\rho_F$  von Einzeldefekten erhalten wir gemäß Gl. (12) als Mittelwert aller Proben (außer Zn 3)  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 4.9 \pm 1.9$  bei 35K. Die Messungen bei 35K wurden deshalb gewählt, da es bei 20K noch kein gutes  $q^{-4}$  Gesetz gab (vgl. Abb. 12a, d). Dies zeigt an, daß bei 20K noch nicht alle ZGA in Agglomeraten vorliegen und diese Agglomerate noch nicht groß genug sind, um den vollen Beitrag zur asymptotischen Streuung zu liefern. Der hohe erhaltene Wert für das Relaxationsvolumen ist in Übereinstimmung mit dem aus der Huangstreuung bestimmten Wert (vgl. Tab. 10) und legt nahe, daß bis 35K keine große Änderung des Relaxationsvolumens pro ZGA stattfand.

Obgleich der nach Gl. (12) bestimmte Absolutwert des Relaxationsvolumens einen großen systematischen Fehler enthalten mag, kann über seine Änderung im Verlauf der isochronen Erholung eine verlässlichere Aussage gewonnen werden. Mit der Annahme, daß bei 35K alle ZGA in Agglomeraten vorliegen und  $\rho_F$  sich nicht ändert, bedeutet die schnellere Erholung der asymptotischen Streuung oberhalb  $\sim 85K$ , daß am Ende von Stufe II das Relaxationsvolumen pro ZGA im Agglomerat abnimmt. Berücksichtigen wir diese Änderung, so nimmt  $\langle N \rangle$  von Zn 4 z.B. um 30% bei 105K zu; diese Änderung ist von der Größenordnung des Meßfehlers von  $\langle N \rangle$ .

Das an den (00.h) Reflexen bestimmte  $q_{cr}$  (vgl. Abb. 11a) liefert schließlich auch direkt Aussagen über die effektive Agglomeratgröße. Unter der Annahme des linearen Superpositionsmodells ( $\Delta V_{cl} = N \cdot \Delta V^{ZGA}$ ) gilt für Versetzungsringe in der Basisebene [vgl. Gl. (14)]

$$\langle N \rangle = 0.0566 \text{ \AA}^{-2} / q_{cr}^2. \quad (16)$$

Das so bestimmte  $\langle N \rangle$  stimmt mit jener aus der Huangstreuung berechneten Größe bei 20 - 35K überein; bei 105K jedoch ist es - wie Tab. 11 zeigt - um 20-30% höher. Dies ist konsistent mit der 15% Änderung des Relaxationsvolumens, die wir bei der asymptotischen Streuung fanden.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß sich mit den verwendeten, unterschiedlichen Näherungen für die Agglomeratgröße ein konsistentes Bild ergibt.

Über die Form der Agglomerate lassen sich durch Vergleich des experimentellen Wertes von  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  mit den theoretischen Werten für prismatische Versetzungsringe (Tab. 5) Aussagen treffen.  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)} = 2.1 \pm 0.6$  (Abb. 13) am Ende von Stufe II bei 105K stimmt mit dem theoretischen Wert für Versetzungsringe auf der Basisebene besser als mit dem für Versetzungsringe auf prismatischen Ebenen überein.

$\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  bleibt jedoch zwischen dem eines Einzel ZGA und eines Versetzungsringes, was anzeigt, daß diese kleinen Agglomerate noch nicht durch völlig relaxierte, große Versetzungsringe beschreibbar sind.

### 3. Allgemeine Diskussion des Erholungsverhaltens

Das Erholungsverhalten von  $e^-$  bestrahltem Zn läßt sich etwa in 4 Gebiete einteilen (vgl. Abb. 12a).

(a) Zwischen 6-10K hat Zn bereits mehrere Erholungsstufen: Stufe  $I_A$  bei 5K,  $I_B$  bei 7K,  $I_C$  bei 9K (vgl. Ref. /37/\*). So heilten auch zwischen der Bestrahlung bei 4.5K und der Messung der diffusen Streuintensität bei 6K etwa 13% der elektrischen Widerstandsänderung aus. Zusätzlich erholte

---

\*Gegenwärtig gibt es kein wohlfundiertes Bild des Erholungsspektrums von Zn. Da die Bestrahlungsbedingungen von Vandendorre et al. unseren am ähnlichsten sind, verwendeten wir ihre Nomenklatur, obwohl es Belege gibt /38,39/, daß nach  $e^-$  Bestrahlung mehr Unterstufen als in Ref. /37/ angeführt, vorhanden sind (die verschiedenen Enge-Paar Konfigurationen entsprechen).

etwa 2% bis zum ersten Erholungsschritt. In dem Erholungsmodell, das die Stufen  $I_A$  und  $I_B$  der Rekombination eng benachbarter Frenkelpaare zuordnet, erwarten wir keine Änderung in der ZGA Konfiguration zwischen Bestrahlung und Messung.

Zwischen 6-10K nehmen beide,  $\Delta\rho$  und Huangstreuung, ab, wobei sich der Symmetrieparameter innerhalb des Meßfehlers nicht ändert (Abb. 13). Dies bedeutet, daß hauptsächlich eng benachbarte Frenkelpaare rekombinieren. Die - verglichen mit  $\Delta\rho$  - etwas niedrigere Erholungsrate der Huangstreuung zeigt an, daß zwar die meisten restlichen Defekte unverändert blieben, sich aber auch erste kleine Agglomerate bilden.

(b) Von 10K bis zum Ende der Stufe I bei 20K nimmt  $\Delta\rho$  stark ab, während die Huangstreuung ansteigt: die Einzel ZGA bilden Agglomerate. Unabhängig von der Frage, ob es eine dosisabhängige Erholungsstufe  $I_E$  in Zn gibt (i.e. freie Wanderung) /37-40/, belegt unsere Beobachtung direkt die langreichweitige Wanderung der ZGA in Stufe I.

(c) In Stufe II (Unterstufe II A bei 20-60K und II B bei 60-105K) wachsen die Agglomerate langsam bis zu  $\langle N \rangle \approx 10$  ZGA pro Agglomerat an. Die starke Unterdrückung von ZGA Agglomeraten bei der niedrigsten Bestrahlungsdosis (Abb. 12c) scheint vernünftig: zunächst wird bei niedriger Bestrahlungsdosis ein höherer Prozentsatz von Frenkelpaaren korreliert erholen, da wegen der größeren ZGA Abstände auch weniger ZGA Wechselwirkung vorliegt. Dies ist in Übereinstimmung mit der stärkeren Erholung von 76% bei Zn3 verglichen mit 62% bei Zn4 zwischen 6 und 20K (Stufe I). Weiterhin ist bei Zn3 die Defektkonzentration nach Stufe I (2-4 ppm) vergleichbar mit der Konzentration von Verunreinigungen, die als Haftstellen dienen können und damit die Agglomeratbildung unterdrücken.

Das unterschiedliche Erholungsverhalten der Proben mit niedriger ( $\Delta\rho = 32 \text{ n}\Omega\text{cm}$ ) und hoher ( $\Delta\rho = 215 \text{ n}\Omega\text{cm}$ ) Defektkonzentration kann mit den Erholungsdaten des elektrischen Restwiderstandes von Vandenborre et al. verglichen werden. Für denselben Konzentrationsbereich beobachteten sie einen Erholungsspeak in

Stufe II bei 85K, der mit der Ausgangsdefektkonzentration wächst. Deshalb ordnen wir versuchsweise diese Unterstufe der Wanderung von kleinen Agglomeraten zu, die sich bei niedriger Bestrahlungsdosis nicht bildeten.

(d) In Stufe III (105-160K) nehmen  $\Delta\rho$  und Huangstreuung ab. Innerhalb der Meßgenauigkeit erhalten wir bei 160K völlige Erholung. Damit ergibt sich für Stufe III ein ähnliches Ergebnis wie bei Vandenborre et al. /37/ unter vergleichbaren Versuchsbedingungen: sie beobachteten nach einer dosisabhängigen Stufe III bei 160K völlige Erholung.

Messungen der Reaktionskinetik in Stufe III von Nihoul /41/ nach Bestrahlung mit schnellen Neutronen und Roggen et al. /42/ nach 6.1 MeV  $\alpha$  Bestrahlung wurden von Roggen et al. mit dem Beweglichwerden von Einzel ZGA interpretiert. Dabei wurde die Gösele-Seeger Theorie /43/ zugrundegelegt, die für stark anisotrope hcp Metalle entwickelt worden war, und auf eine bevorzugte 1 dimensionale Bewegung (entlang der c Achse) eines Einzel ZGA zu Beginn von Stufe III geschlossen (Stufe I müßte in dieser Theorie allein von der Rekombination eng benachbarter Frenkelpaare herrühren).

Diese Interpretation von Stufe III steht im Gegensatz zu unseren Messungen. Falls nämlich innerhalb von Stufe II eine größere Zahl von Einzel ZGA durch die in der Huangstreuung stärker gewichteten Agglomerate verdeckt worden wäre, würden wir bei ihrem Beweglichwerden in Stufe III ein ähnliches Ansteigen der Huangstreuung wie in Stufe II erwarten. Stattdessen beobachteten wir eine starke Abnahme von Huangstreuung und asymptotischer Streuung. Da Abschreckexperimente /44/ auf ein Beweglichwerden der LS zwischen 140 und 190K hindeuten, erscheint es sinnvoll, dieses Beweglichwerden der LS mit der großen Erholungsstufe III zu verbinden und nicht mit einer bei höheren Erholungstemperaturen ( $T > 160\text{K}$ ) gelegenen Stufe IV, die nicht bei allen Bestrahlungen (z.B. Ref. /37/) gefunden wurde (das Auftreten von Erholungsstufen oberhalb Stufe II wird ausführlich in Ref. /38/ diskutiert).

Das Erholungsverhalten von Zn erscheint sehr ähnlich zu dem des fcc Metalls Al. Messungen der diffusen Streuintensität /19/ und der mechanischen Relaxation /45/ bei Al ergaben zusammen mit Modellrechnungen /46/, daß die kleinen ZGA Agglomerate durch eine niedrige Bewegungsenergie und durch eine hohe Bindungsenergie charakterisiert sind. Das Agglomeratwachsen in Stufe II tritt damit durch ein thermisch aktiviertes Gleiten der ZGA Agglomerate als Ganzes im gegenseitigen Spannungsfeld auf; durch Rekombination der in Stufe III beweglichen LS an ZGA Agglomeraten werden diese wieder aufgelöst. Wegen des ähnlichen Erholungsverhaltens von Zn und Al erwarten wir, daß das für Al entwickelte Konzept des Agglomeratwachsens und -auflösens auch für Zn gültig ist.

## V. Untersuchungen an Cadmium

### A. Ergebnisse der diffusen Streuung

Analog zu Zn wurde auch bei Cd die diffuse Streuintensität an (00.h) und (h0.0) Reflexen gemessen. Im Gegensatz zu Zn wurden diese Messungen an 2 getrennten Proben durchgeführt.

Die diffuse Streuintensität am (00.h) Reflextyp in [00.1] Richtung wurde bei 2 Ordnungen gemessen: am (00.4) und (00.6) Reflex. Den symmetrischen Anteil der diffusen Streuintensität von Cd 1 und Cd 2 - ihre  $\Delta\rho$  unterscheiden sich um einen Faktor 1.8 - bei 6K zeigt Abb. 14a, b. Gemeinsam ist allen Messungen ein  $q^{-2}$  Verhalten der diffusen Streuintensität nahe am Braggreflex und ein  $q^{-4}$  Gesetz für größere q-Werte. Bei Cd 2 ist aber die Huangstreuung auf q-Werte näher am Braggreflex beschränkt. Der Übergang zwischen beiden Gebieten wurde mit  $q_{cr}$  [vgl. Gl. (14)] charakterisiert. Bei beiden Reflexordnungen beträgt das Verhältnis der Streuintensität zwischen Cd 2 und Cd 1 im Huangbereich 2.9 und ist damit deutlich größer als das ihrer  $\Delta\rho$ ; im asymptotischen Bereich ist das Verhältnis der Streuintensitäten 2.0 und mit dem ihrer  $\Delta\rho$  vergleichbar.

Zur Symmetriebestimmung wurde die diffuse Streuintensität bei Cd 3 am (30.0) Reflex in [10.0] Richtung gemessen (Abb. 14c). Diese Probe erholte bei der Bestrahlung zwischenzeitlich, so daß bei 6K sicher eine andere Defektverteilung vorlag. Aus diesem Grund ist ein quantitativer Vergleich mit den (00.h) Reflexen von Cd 2 (vergleichbare Bestrahlungsdosis) erst bei  $\sim 50-70K$  möglich. Falls aber wie am (00.h) Reflex typ keine starke Änderung der Streuintensität zwischen 6-70K auftritt, dann liegt bei 6K am (30.0) Reflex eine geringere Streuintensität als an den (00.h) Reflexen vor. Innerhalb des Meßfehlers und eines mit den (00.h) Reflexen vergleichbaren Meßbereichs finden wir am (30.0) Reflex ein  $q^{-2}$  und kein  $q^{-4}$  Verhalten. Damit sieht die Streuintensität ähnlich wie bei Zn nach Erholungsstufe I (Abb. 11a, b) aus, wo kleine ZGA Agglomerate vorlagen. Das unterschiedliche Streuverhalten am (00.h) und (h0.0) Reflex

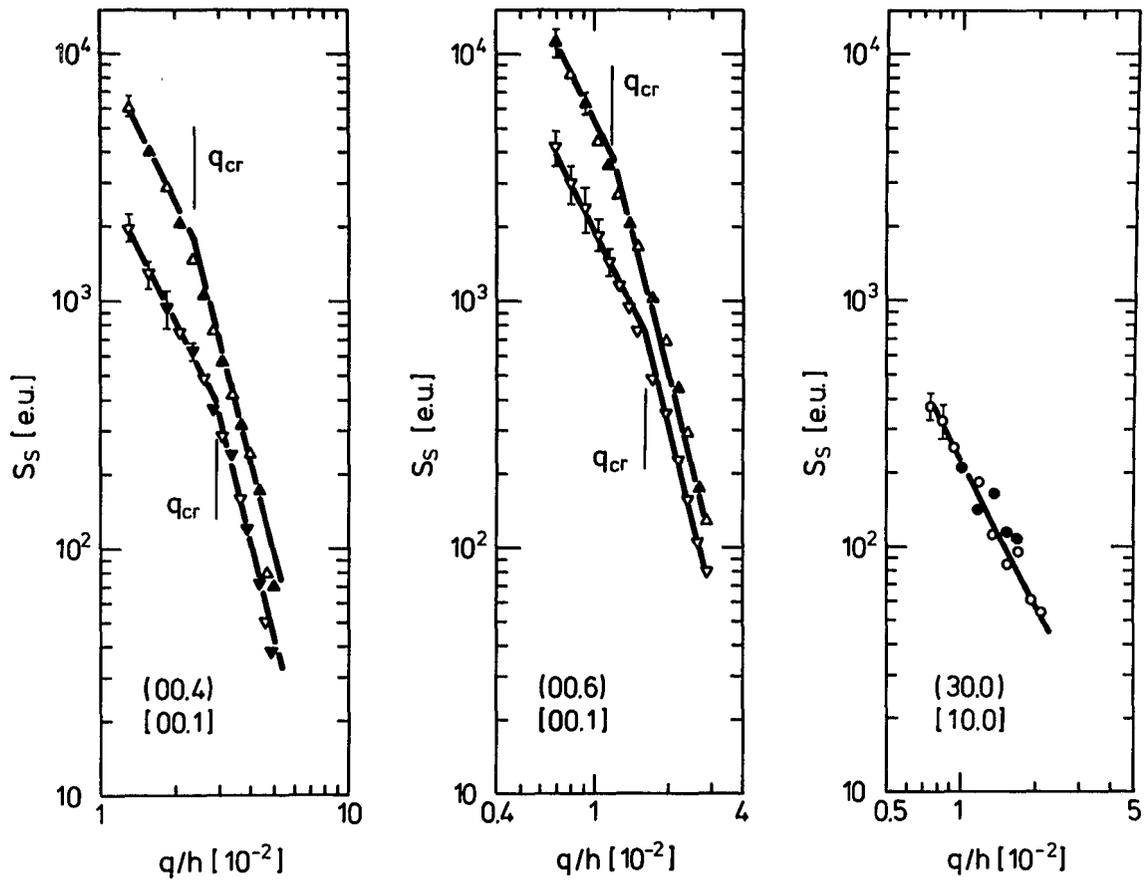


Abb. 14 Streuquerschnitt  $S_s$  der diffusen Streuintensität bei 6K von Cd 1 ( $\nabla, \blacktriangledown$ ), Cd 2 ( $\Delta, \blacktriangle$ ) und Cd 3 ( $\circ, \bullet$ ) [offene Symbole: große einfallende Strahldivergenz, geschlossene Symbole: kleine einfallende Strahldivergenz]

(a) am (00.4) Reflex,  $\underline{q}: [00.1]$ ;  
 (b) am (00.6) Reflex,  $\underline{q}: [00.1]$ ;  
 (c) am (30.0) Reflex,  $\underline{q}: [10.0]$ .

deuten wir analog zu Zn damit, daß das Gitter um den Defekt stärker in der c Richtung als in der Basisebene verzerrt ist.

Die Daten nach Bestrahlung sind in Tab. 12 zusammengefaßt. Wir sehen, daß die auf  $\Delta\rho$  normierten Werte der Huangstreuung mit wachsender Bestrahlungsdosis am (00.h) Reflex typ steigen. Dieser Effekt liegt deutlich außerhalb des Meßfehlers von  $\sim 10\%$ . Bei einem Vergleich der Ergebnisse am (00.4) und (00.6) Reflex finden wir das  $h^2$  Gesetz der Huangstreuung bestätigt, auch skaliert bei beiden Bestrahlungsdosen  $q_{cr}$  mit  $h^{-1/2}$  [ vgl. Gl. (14) ].

Messungen der Gitterparameteränderung wurden mit der Bond Methode am (20.5) Reflex bei Cd 2 durchgeführt. Wegen der niedrigen Defektkonzentration und dem unterschiedlichen Vorzeichen der relativen Gitterparameteränderungen der a und c Achse ähnlich wie bei Zn - die a Achse schrumpft nach Bestrahlung, da  $2P_{33}/(P_{11}+P_{22}) > 1.4$  gilt - wurde mit  $\Delta\theta = -(0.01^\circ \pm 0.01^\circ)$  keine Änderung des Braggwinkels außerhalb des Meßfehlers gemessen. Damit war es nicht möglich, analog zu Zn Defektkonzentration und Defektstärke aus Gitterparameteränderung und Huangstreuung einzeln zu bestimmen. Im weiteren wurde deshalb so vorgegangen, daß ein plausibler Literaturwert von  $\rho_F$  übernommen wurde; damit konnte aus  $\Delta\rho$  die gesamte Konzentration an ZGA festgelegt werden. Wir verwendeten  $\rho_F = 10 \mu\Omega\text{cm/at}\%$ , das aus Messungen der Schädigungsrate an Cd Einkristallen bei 4.2 K /17/ von verschiedenen Autoren /34,47/ abgeschätzt worden war (diese Methode ist bei Cd problematisch, da bereits bei tiefen Temperaturen thermische Erholung auftrat). Für den Symmetrieparameter bei 6K nahmen wir  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 1.6$ , den Wert nach Erholung bei 70K, an.

Mit diesen Annahmen bez.  $\rho_F$  und  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  werden in Tab. 13 die Meßergebnisse bei 6K für mögliche Defektverteilungen diskutiert. Nimmt man einerseits an, daß bei 6K Einzel ZGA vorliegen, so ergibt sich ein dosisabhängiges Relaxationsvolumen von  $(\Delta V/\Omega)^{ZGA} = 4.8$  bzw. 6.1 (Modell 1). Nimmt man

Tab. 12 Meßergebnisse bei 6K

Probe	$\Delta\rho$ [n $\Omega$ cm] <sup>b</sup>		$C\Pi_h^{(1)}/\Delta\rho$ [10 <sup>-26</sup> erg <sup>2</sup> /n $\Omega$ cm]		$\frac{1}{8}C\Pi_h^{(3)}/\Delta\rho$ [10 <sup>-26</sup> erg <sup>2</sup> /n $\Omega$ cm]	$q_{cr}$ [Å <sup>-1</sup> ]	
	4.5K	6K	(00.4)	(00.6)		(00.4)	(00.6)
Cd 1	14.6	13.9	0.371±0.04	0.351±0.04		0.11	0.088
Cd 2	26.5	25.1	0.625±0.06	0.554±0.06		0.135	0.11
Cd 3 <sup>a</sup>	19.9	18.9			(0.175±0.02)		

<sup>a</sup>Probe erwärmt bei Bestrahlung zwischenzeitlich bis ~50-70K.

<sup>b</sup>Der 1. Wert von  $\Delta\rho$  wurde im Bestrahlungskryostaten, der 2. vor dem ersten Erholungsschritt gemessen.

Tab. 13 Diskussion der Meßergebnisse bei 6K mit  $\rho_F = 10 \mu\Omega$ cm/at%

Probe	C(6K) [ppm]	Modell 1: Einzel ZGA		Modell 2: ZGA Agglomerate mit $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 1$		wahrscheinliche Werte unter Ver- wendung von $S_{as}$	
		$(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA}$	N	$(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA}$	<N>	$(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA}$	<N>
Cd 1	14	4.8	1	1	23	2.0	6
Cd 2	25	6.1	1	1	37	2.0	9

andererseits an, daß bei 6K bereits ZGA Agglomerate vorliegen und gibt man ein minimales Relaxationsvolumen pro ZGA von  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 1$  vor, so ergeben sich ZGA Agglomerate mit  $23 = 4.8^2$  bzw.  $37 = 6.1^2$  ZGA für die jeweiligen Bestrahlungsdosen (Modell 2). Die tatsächliche Defektanordnung muß zwischen beiden Grenzfällen liegen. Zur weiteren Einschränkung der Defektanordnung wurde mit Gl. (12) das Relaxationsvolumen aus der asymptotischen Streuung am (00.h) Reflextyp zu  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 2.0 \pm 0.2$  bei Cd 1 und  $2.2 \pm 0.2$  bei Cd 2 abgeschätzt, wobei wir eine Orientierung der Agglomerate in der Basisebene (vgl. Kap. II.B) verwendeten. Der Fehler wurde aus den Werten am (00.4) und (00.6) Reflex bestimmt. Da bei 6K nicht alle ZGA in Agglomeraten vorliegen werden, stellt dieser Wert eher ein minimales Relaxationsvolumen dar. Mit  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA} = 2$  ähnlich dem aus der asymptotischen Streuung bestimmten Relaxationsvolumen und  $\rho_F = 10 \mu\Omega\text{cm/at}\%$  erhalten wir ZGA Agglomerate mit  $\sim 6$  ZGA bei Cd 1 und  $\sim 9$  ZGA bei Cd 2. Dieses Ergebnis ist mit den Messungen der Gitterparameteränderung - die Daten würden  $\Delta d = -0.004^\circ$  entsprechen - konsistent.

Für die Daten von Tab. 13 stellt der Wert von  $\rho_F$  die wesentlichste Annahme dar. Die Werte bei geändertem  $\rho_F$  lassen sich aber leicht aus Tab. 13 gewinnen: falls  $\rho_F$  z.B. um Faktor 2 abnimmt, nimmt C um Faktor 2 zu,  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA}$  im Modell 1 um Faktor  $\sqrt{2}$  ab und  $\langle N \rangle$  im Modell 2 um Faktor 2 ab. Hingegen ist die Annahme bez.  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  weniger entscheidend: falls z.B.  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  bei 6K um 20% höher ist als am Ende von Stufe II (ähnlich wie bei Zn), nimmt  $(\Delta V/\Omega)_{cl}^{ZGA}$  im Modell 1 um 3% ab und  $\langle N \rangle$  im Modell 2 um 6% ab.

Im Anschluß an die 6K Messungen wurde ein isochrones Erholungsprogramm mit Wartezeiten von 20 Minuten durchgeführt und zusammen mit der elektrischen Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$  die diffuse Streuintensität am (00.4), (00.6) und (30.0) Reflex in Richtung des reziproken Gittervektors gemessen.

Abb. 15a zeigt den symmetrischen Anteil der diffusen Streuintensität am (00.4) Reflex von Cd 2; am (00.6) Reflex erhielten wir ähnliche Ergebnisse. Bei 70K finden wir nur eine geringe Änderung in der Huangstreuung und einen geringen Abfall in der asymptotischen Streuung; bei 110K beginnt die Streuintensität in beiden Gebieten stärker abzufallen. In Abb. 15b ist die diffuse Streuintensität am (30.0) Reflex im Verlauf des isochronen Erholungsprogramms dargestellt. Bei 70K liegt - wie erwartet - eine ähnliche Streuintensität wie bei 6K vor; bei 110K fällt die Streuintensität deutlich ab und zeigt innerhalb des Meßfehlers weiterhin nur ein  $q^{-2}$  Gesetz.

Die Ergebnisse des ausführlichen Erholungsprogramms sind in Abb. 16 zusammengestellt. Bei  $\Delta\rho$  (Abb. 16a) finden wir eine stetige Erholung mit Erholungsstufen bei 4.5-6K, 15-25K, 50-70K und um 130K. Bei 165K ist die elektrische Restwiderstandsänderung innerhalb des Meßfehlers [ $\sim 2\%$  von  $\Delta\rho$  (6K)] völlig erholt. Dabei ist bei Cd 1 die 15-25K Erholungsstufe stärker ausgeprägt als bei Cd 2 und wie erwartet bei Cd 3 stark unterdrückt. Bei der 130K Stufe erholt Cd 1 am langsamsten.

In der Huangstreuung am (00.h) Reflex (Abb. 16a) - die Fehlerbalken wurden aus den Daten am (00.4) und (00.6) Reflex abgeschätzt - finden wir einen Anstieg der Streuintensität pro ZGA gleich ab 6K. Dieser Effekt ist bei Cd 1 größer als bei Cd 2. Bei  $\sim 45K$  ist das Maximum der normierten Huangstreuung erreicht. Bei höheren Erholungstemperaturen fällt  $S_H q^2$  dann wie  $\Delta\rho$  ab. Doch während  $\Delta\rho$  innerhalb des Meßfehlers bei 165K völlig erholt, liegt völlige Erholung von  $S_H q^2$  bei dieser Erholungstemperatur noch nicht vor.

Bei Cd 3 (Abb. 16c) deutet sich am (30.0) Reflex zunächst eine Abnahme und ein anschließendes Ansteigen der normierten Huangstreuung an; ab 70K zeigt  $S_H q^2$  dann einen steilen Abfall, ähnlich wie  $\Delta\rho$ . Diese Probe erholte bei Bestrahlung zwischenzeitlich, so daß die Daten bis  $\sim 50-70K$  nicht mit Cd 1, 2 ver-

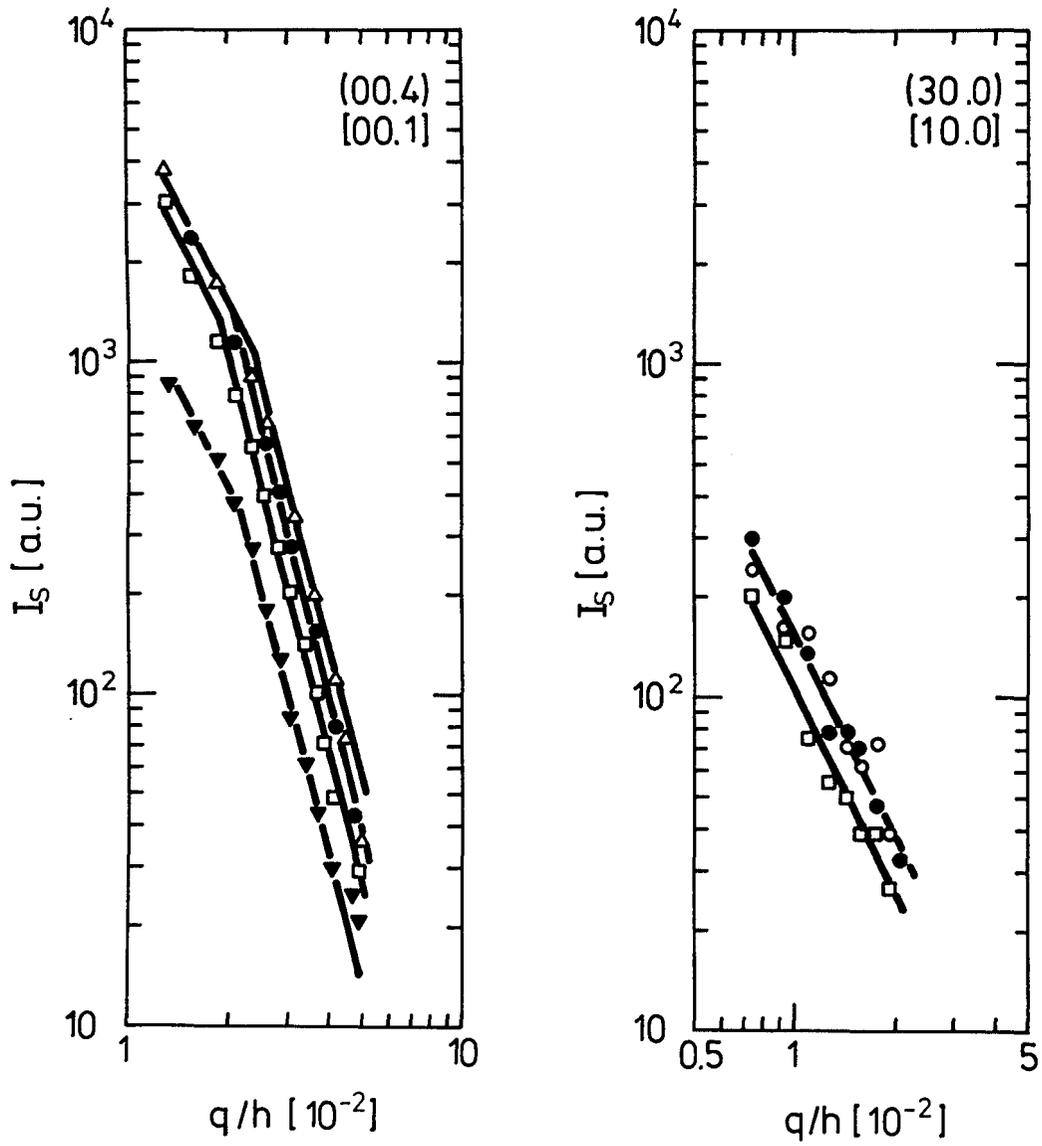


Abb. 15 Symmetrischer Anteil  $I_s$  der diffusen Streuintensität bei 6K (o, $\Delta$ ), nach Erholung bei 70K ( $\bullet$ ), 110K ( $\square$ ) und 165K ( $\blacktriangledown$ )  
(a) am (00.4) Reflex,  $q:[00.1]$  bei Cd 2;  
(b) am (30.0) Reflex,  $q:[10.0]$  bei Cd 3.

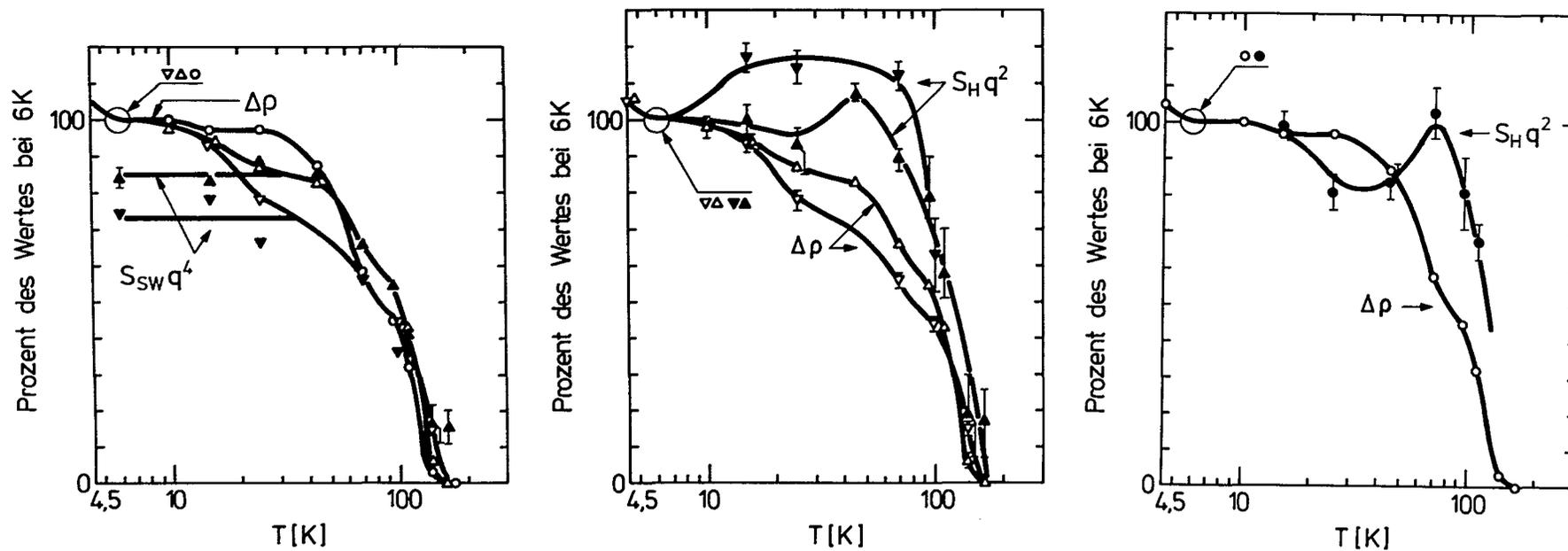


Abb. 16 Erholungsverhalten der Huangstreuung, der elektrischen Restwiderstandsänderung und der asymptotischen Streuung  
 (a)  $\Delta\rho$  bei Cd 1 ( $\nabla$ ), Cd 2 ( $\Delta$ ), Cd 3 (o) und  $S_{sw}q^4$  am (00.h) Reflex typ bei Cd 1 ( $\nabla$ ), Cd 2 ( $\Delta$ );  
 (b)  $\Delta\rho$  bei Cd 1 ( $\nabla$ ), Cd 2 ( $\Delta$ ) und  $S_Hq^2$  am (00.h) Reflex typ bei Cd 1 ( $\nabla$ ), Cd 2 ( $\Delta$ );  
 (c)  $\Delta\rho$  bei Cd 3 (o) und  $S_Hq^2$  am (30.0) Reflex bei Cd 3 ( $\bullet$ ).

glichen werden können.

Der Symmetrieparameter wurde aus den Daten von Cd 2 und Cd 3 bestimmt, die eine ähnliche Bestrahlungsdosis erhielten.

Mit  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  = 1.61 bei 70K, 1.64 bei 95K und 1.46 bei 110K deutet sich eine schwache Abnahme des Symmetrieparameters bei der Erholung an, die von der Größenordnung des Meßfehlers ist.  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  zeigt - ähnlich wie bei Zn - eine ausgeprägte Anisotropie im langreichweitigen Verschiebungsfeld des Defektes an.

Bis jetzt haben wir das Erholungsverhalten der Huangstreuung ausgewertet; zusätzliche Information über das Relaxationsvolumen pro ZGA liefert uns die asymptotische Streuung an den (00.h) Reflexen (Abb. 16a). Für einen Vergleich mit  $\Delta\rho$  wurde  $S_{sw}q^4$  so normiert, daß es mit dem normierten Wert von  $\Delta\rho$  bei 70K übereinstimmt. Wir sehen, daß zwischen 6 und  $\sim 30$ K  $S_{sw}q^4$  unter dem entsprechenden Wert von  $\Delta\rho$  liegt. Für höhere Temperaturen verhalten sich  $S_{sw}q^4$  und  $\Delta\rho$  zunächst sehr ähnlich; bei 140K und 165K liegt die normierte asymptotische Streuung dann außerhalb des Meßfehlers über dem Wert von  $\Delta\rho$ .

#### B. Diskussion der Ergebnisse bei 6K und nach thermischer Erholung

Verglichen mit Zn fallen bei Cd einige charakteristische Unterschiede auf: Cd hat eine deutlich niedrigere Schädigungsrate (vgl. Abb. 3,5), was auch schon bei niedrigeren  $e^-$  Bestrahlungsenergien beobachtet wurde /35/; die Defektstreuung bei 6K ähnelt der von Zn nach Erholungsstufe I (vgl. Abb. 11, 15); die elektrische Restwiderstandsänderung von Cd zeigt keine deutliche Erholungsstufe I für  $T > 4.5$ K (vgl. Abb. 12, 16). Diese Unterschiede werden verständlich, wenn wir bei der Bestrahlungstemperatur bewegliche ZGA annehmen. Eine detaillierte Untersuchung der diffusen Streuintensität soll diese Annahme von ZGA Agglomeraten nach Bestrahlung erhärten.

(a) Obwohl  $\Delta\rho$  zwischen Cd 1 und Cd 2 nur um einen Faktor 1.8 variierte, änderte sich die Huangstreuung pro ZGA bei 6K deutlich um 60% (vgl. Tab. 12). Nehmen wir frei bewegliche ZGA bei 4.5K an, so werden (ähnlich zu Stufe II - Bestrahlungen bei anderen Metallen) in einem recht reinen Material wie dem verwendeten Cd bereits in einem frühen Stadium der Bestrahlung Verunreinigungen mit eingefangenen ZGA besetzt sein, so daß getrappte ZGA Nukleationszentren für weitere Strahlungsdefekte darstellen: mit wachsender Bestrahlungsdosis wird die Agglomeratgröße deutlich zunehmen. Dies wird sogleich in der Huangstreuung sichtbar, da hierzu die Agglomerate gewichtet nach ihrer Größe beitragen [vgl. Gl. (9)]. In Übereinstimmung mit diesem Bild steht die beobachtete Konzentration von Agglomeraten, die mit  $C/\langle N \rangle \approx 2-3$  ppm (vgl. Tab. 13) von der Größenordnung der Verunreinigungen ist.

(b) Die Gültigkeit des Huangbereichs bei 6K, charakterisiert durch  $q < q_{cr}$  (Tab. 12), verschob sich zwischen Cd 1 und Cd 2. Dies ist verständlich, falls in Cd 2 größere ZGA Agglomerate als in Cd 1 vorliegen, die eine größere Defektstärke besitzen. Gemäß  $\langle N \rangle \sim q_{cr}^{-2}$  [vgl. Gl. (14)] läßt sich aus  $q_{cr}$  die Zunahme von  $\langle N \rangle$  abschätzen; wir erhalten bei Cd 2 um 50% größere Agglomerate, in guter Übereinstimmung mit den Daten aus der Huangstreuung (Zunahme um  $\sim 60\%$ ).

Aus all dem schließen wir, daß in Cd bei 6K ZGA Agglomerate vorliegen, was bei dieser Temperatur bewegliche ZGA voraussetzt. Konsistent dazu fanden wir im Erholungsverhalten am (00.h) Reflex typ gleich ab 6-15K einen stetigen, langsamen Anstieg der Huangstreuung pro ZGA, wie es bei überwiegendem Wachsen bereits gebildeter Agglomerate erwartet wird. Das Auftreten bei 6K beweglicher ZGA Atome steht im Gegensatz zu Ref. /43,48/, die auf Grund der Erholungskinetik auf ein erst in Stufe III (100-145K) bewegliches Einzel ZGA schließen. Wegen der niedrigen Defektkonzentration [ $C(6K) = 14-25$  ppm] dürfte wie bei Au /5/ bestrahlungsinduzierte Agglomeratbildung auszuschließen sein, die bei höherer Defektkonzentration er-

wartet und beobachtet wurde (bei Cu /32/ ab C(6K)  $\approx$  600 ppm).

Anschließend soll das Erholungsverhalten von Cd diskutiert werden, das vereinfacht in 3 Gebiete gegliedert werden kann.

(a) Zwischen 6 und  $\sim$ 45K beobachten wir eine Abnahme von  $\Delta\rho$ , die bei niedriger Bestrahlungsdosis geringer ist: es rekombinieren getrappte Einzel ZGA und bereits vorhandene, kleine ZGA Agglomerate. Gleichzeitig bilden sich auch größere Agglomerate, denn die Huangstreuung pro ZGA steigt an. Hierbei nimmt die Zahl der ZGA in größeren, zur asymptotischen Streuung beitragenden Agglomerate nur wenig zu, wie der annähernd konstante Werte von  $S_{sw}q^4$  zeigt (vgl. Abb. 16a). Dies ist verständlich, wenn sich bereits zur asymptotischen Streuung beitragende ZGA Agglomerate zusammenlagern.

Unsere Ergebnisse für tiefe Temperaturen lassen sich am besten mit denen von Coltman et al. /49/ vergleichen. Coltman et al. beobachteten nach Bestrahlung mit thermischen Neutronen bei 3.6K mehrere Erholungsstufen bei tiefen Temperaturen (5.2K, 11K, 17K), deren Größe unterhalb 30K mit wachsender Bestrahlungsdosis abnahm. Für  $T < 26K$  schlossen sie auf eine langreichweitige Bewegung eines Defektes. Mit diesen Ergebnissen sind unsere Messungen (Auftreten von Agglomeraten bei 6K und Erholungsstufen zwischen 4.5-6K, 15-25K) konsistent.

(b) Im anschließenden Temperaturgebiet (45-100K) wachsen die ZGA Agglomerate langsam weiter. Ausgehend von  $\sim$ 9 ZGA pro Agglomerat für Cd 2 liegen dann bei 70-100K etwa 12 ZGA pro Agglomerat vor. Der Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)} = 1.6 \pm 0.3$  dieser Agglomerate stimmt innerhalb des Meßfehlers mit den Berechnungen für prismatische Versetzungsringe auf der Basisebene (vgl. Tab. 5) überein, die für Cd ( $c/a > \sqrt{3}$ ) wie bei Zn die dichtest gepackte Ebene ist. Die - verglichen mit Zn - bessere Übereinstimmung in  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  zwischen Theorie und Experiment deutet an, daß sich in Cd etwas größere Agglomerate gebildet haben. Außer dem Agglomeratwachsen beobachten wir auch Rekombination, denn  $\Delta\rho$  nimmt bis zum Ende von Erholungsstufe II bei  $\sim$ 100K deutlich ab. Hierbei nimmt die asymptotische Streuintensität

nahezu parallel zur Defektkonzentration ab und zeigt damit an, daß ZGA aus Agglomeraten mit LS rekombinieren.

(c) In Übereinstimmung mit früheren Untersuchungen von Simon et al. /50/ (3 MeV  $e^-$  Bestrahlung bei 20K), Coltman et al. /49/ und Roggen et al. /48/ (6.1 MeV  $\alpha$  Bestrahlung bei 4.2K) deutet sich auch bei uns zwischen Cd1 und Cd2 eine dosisabhängige Stufe III (100-145K) an. Ihre Erholungskinetik wurde von Seeger et al. /43/ und später von Roggen /39/ als eine bevorzugte 1 dimensionale Diffusion eines Einzel ZGA zu Beginn von Stufe III interpretiert. Diese Aussage steht im Gegensatz zu unseren Messungen, wo schon bei 6K ZGA Agglomerate gefunden wurden. Auch gilt das bei Zn entwickelte Argument, daß ein Beweglichwerden von Einzel ZGA ein Wachsen der ZGA Agglomerate und nicht das deutlich erkennbare Auflösen großer ZGA Agglomerate in Stufe III erklären kann. Abschreckexperimente /51/, die eine große Erholungsstufe zwischen 130 und 180K ergaben, und Messungen der gestörten  $\gamma\gamma$  Winkelkorrelationen an 10 MeV p bestrahltem und abgeschrecktem Cd /52/ bestätigen beide, daß ein LS ähnlicher Defekt in Stufe III beweglich ist.

Verglichen mit  $\Delta\rho$  erholt  $S_{sw}q^4$  bei 140K und 165K (vgl. Abb. 16a) langsamer. Dies kann mit dem Auftreten neuer, zur asymptotischen Streuung beitragender LS Agglomerate erklärt werden, die ein völliges Erholen der Probe nach Stufe III verhindern. Die deutlich langsamere Erholung von  $S_{sw}q^4$  deutet an, daß der elektrische Widerstand pro Frenkeldefekt in Stufe III abnimmt.

## VI. Untersuchungen an Magnesium

### A. Defektstruktur nach Bestrahlung

#### 1. Ergebnisse der diffusen Streuung und der Gitterparameter- änderung

Für die Untersuchungen an Mg verwendeten wir zwei verschieden orientierte Proben (Tab. 6). Die diffuse Streuintensität wurde wie bei Zn und Cd an (00,h) und (h0.0) Reflexen, bzw. an (00.h) und (hh.0) Reflexen gemessen. Damit konnte der Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$  an beiden Probentypen bestimmt werden. Dieser allgemeine Symmetrieparameter entspricht im Falle hochsymmetrischer Defekte direkt dem Verhältnis  $P_{33}/P_{11}$  der Komponenten des Dipolkrafttensors. Wegen des kleinen Meßeffectes konnte die Gitterparameteränderung nur bei Reflexen mit großen  $2\vartheta_B$ -Werten gemessen werden (in Bragg Geometrie). Probentyp 1 (Mg 1-3) erlaubte damit am (00.6) Reflex die Bestimmung von  $\Delta c/c$ , Probentyp 2 (Mg 4) die Bestimmung von  $\Delta a/a$  am (22.0) Reflex.

Bei Mg 1-3 wurde die diffuse Streuintensität in Richtung des jeweiligen reziproken Gittervektors am (00.4), (00.6) und (30.0) Reflex, bei Mg 4 am (00.4) und (11.0) Reflex untersucht. Den symmetrischen Anteil dieser diffusen Streuintensität bei 6 K zeigt Abb. 17. Wir erkennen deutlich, daß die Streuintensität am (30.0) Reflex höher ist als am (00.6) Reflex, bzw. am (11.0) Reflex höher als am (00.4) Reflex [Reflexe mit ähnlichen  $2\vartheta_B$ -Werten können direkt verglichen werden]. Diese Intensitätsverhältnisse zeigen sofort, daß die Defekte bei Mg ein starkes langreichweitiges Verschiebungsfeld in der Basisebene besitzen; die Verschiebungen in Richtung der c Achse sind wesentlich schwächer. Entsprechend dieser Vorzugsebene der Verschiebungen erhalten wir für den Symmetrieparameter  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 0.31 \pm 0.02$  (Tab. 14). Im Gegensatz zu Zn und Cd ist dieser Wert deutlich kleiner als 1.

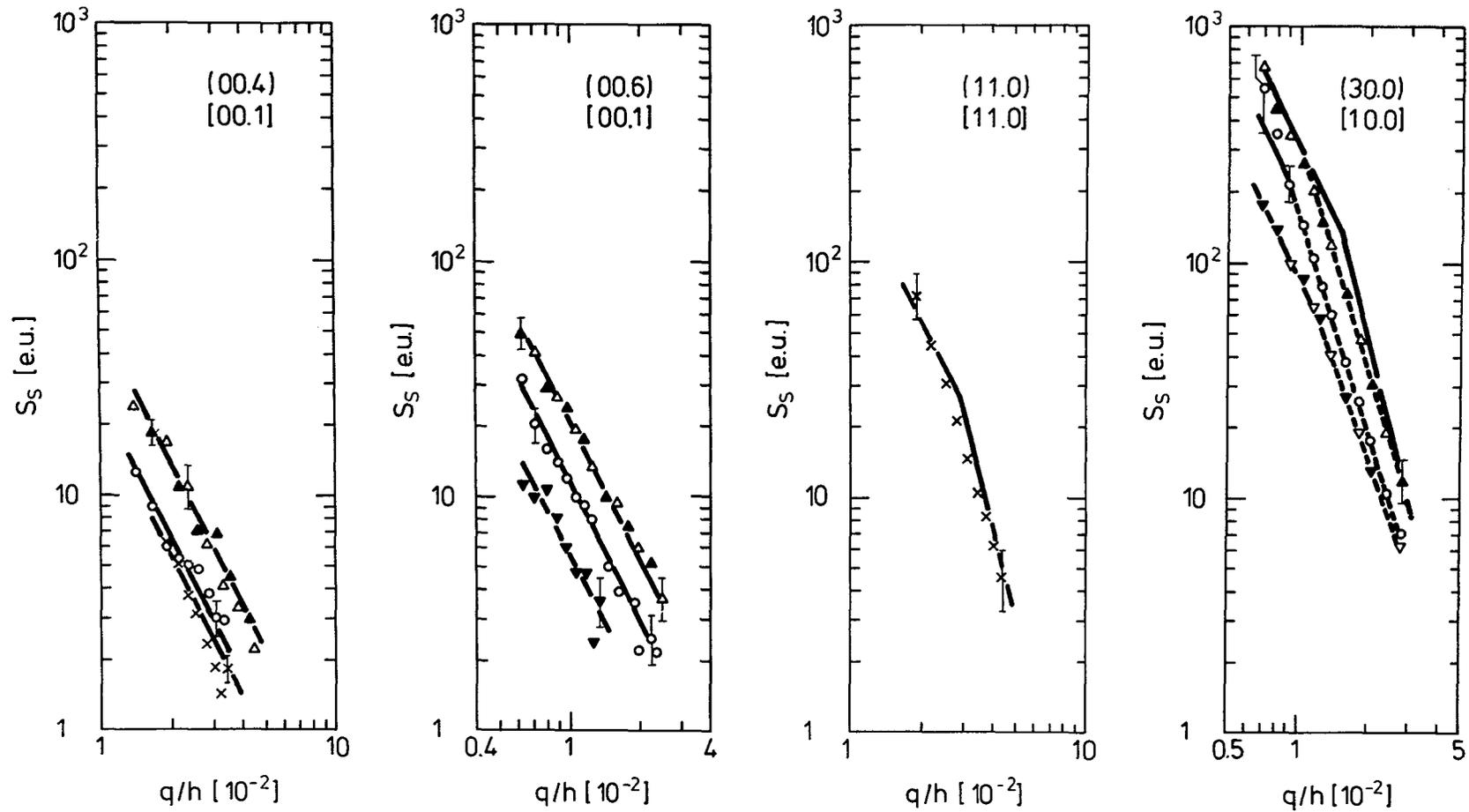


Abb. 17: Streuquerschnitt  $S_s$  der diffusen Streuintensität bei 6 K von Mg 1 ( $\nabla, \blacktriangledown$ ), Mg 2 ( $\Delta, \blacktriangle$ ), Mg 3 (o) und Mg 4 (x) [offene Symbole und (x): große einfallende Strahldivergenz, geschlossene Symbole: kleine einfallende Strahldivergenz]  
 (a) am (00.4) Reflex,  $\underline{q}$ : [00.1]; (b) am (00.6) Reflex,  $\underline{q}$ : [00.1];  
 (c) am (11.0) Reflex,  $\underline{q}$ : [11.0]; (d) am (30.0) Reflex,  $\underline{q}$ : [10.0].

An den (00.h) Reflexen finden wir innerhalb des Meßfehlers, der aus den Untergrunddaten vor Bestrahlung und nach völliger Erholung abgeschätzt wurde, ausschließlich ein  $q^{-2}$  Verhalten der Streuintensität. Am (30.0) und (11.0) Reflex deutet sich für alle Proben zu kleineren  $q$ -Werten hin ein  $q^{-2}$  Gesetz an. Bei größeren  $q$ -Werten fällt die Streuintensität stärker mit  $q$  ab. Für diese  $q$ -Werte lassen sich die Streuintensitäten noch nicht gut durch ein reines  $q^{-4}$  Gesetz beschreiben (die gepunkteten Geraden sind nur als Verbindungslinien zu verstehen und entsprechen keinem  $q^{-2}$  oder  $q^{-4}$  Verhalten). Die größeren Fehler nahe am Braggreflex - besonders bei Mg 3 - rühren von der geringen Mosaikgüte (vgl. Kap. III.C) her. Damit beobachten wir wie bei Cd und Zn, daß die Messungen der diffusen Streuung, die die schwächer verzerrte Kristallrichtung um den Defekt abbilden, ein  $q^{-2}$  Verhalten zeigen, während für die stärker verzerrte Kristallrichtung zusätzlich noch ein mit  $q$  stärker abfallender Bereich auftritt.

Die auf die elektrische Restwiderstandsänderung normierten Werte der Huangstreuung sind in Tab. 14 dargestellt. Innerhalb des Meßfehlers finden wir keine systematische Änderung dieser normierten Streuintensität von Mg 1-4. Der Meßfehler beträgt am (30.0) Reflex 10-20%. Trotz eines größeren  $q^{-2}$  Bereichs hat auch die Huangstreuung am (00.h) Reflex typ diesen Fehler, da hier die Streuintensität geringer ist. Um ein Ausheilen der Defekte vor und während der Messung auszuschließen (vgl. Kap. VI.A.2), wurde ein Teil der Messungen im flüssigen Helium durchgeführt. Wegen des dadurch bedingten, wesentlich höheren Untergrundes ergeben sich höhere Fehler [30% am (11.0) Reflex und 20% am (00.4) Reflex]. Die Konsistenz der am (00.4) und (00.6) Reflex erhaltenen Ergebnisse (Tab. 14) zeigt, daß das  $h^2$  Verhalten der Huangstreuung erfüllt ist.

Die Messung der Änderung des Gitterparameters  $a$  wurde bei Mg 4 am (22.0) Reflex durchgeführt. Wir erhielten bei 6 K  $\eta = (\Delta a/a)/\Delta\rho = (1.26 \pm 0.20) \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$ . Eine Abschätzung der Änderung des Gitterparameters  $c$  ergibt selbst bei der höchsten Defektkonzentration  $\Delta c/c \approx 2.5 \cdot 10^{-5}$ , was in der Größenordnung des Meßfehlers liegt.

Tab. 14: Meßergebnisse bei 4.5 K und 6 K

Probe	$\Delta\rho$ [nΩcm] <sup>c</sup>		$C\Pi_h^{(1)}/\Delta\rho$ [ $10^{-27}$ erg <sup>2</sup> /nΩcm]		$\frac{1}{8}C\Pi_h^{(3)}/\Delta\rho$ [ $10^{-27}$ erg <sup>2</sup> /nΩcm]		$\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}}$
	4.5 K	6 K	(00.4)	(00.6)	(30.0)	(11.0)	
Mg 1 <sup>a</sup>	83.4	65.4		0.099±0.02	1.20±0.15		0.29
Mg 2 <sup>a</sup>	232.2	207.8	0.140±0.03	0.120±0.015	1.35±0.15		0.31
Mg 3 <sup>a</sup>	116.7	96.7	0.148±0.03	0.141±0.015	1.73±0.35		0.29
Mg 4 <sup>a</sup>	105.2	90.9	0.145±0.03			1.16±0.35	0.35
Mittelwert <sup>a</sup>			0.132±0.01		1.36±0.2		
Mg 4 <sup>b</sup>			0.219±0.03			1.04±0.35	0.46

<sup>a</sup> Meßergebnisse bei 6 K

<sup>b</sup> Meßergebnisse bei 4.5 K

<sup>c</sup> Der 1. Wert von  $\Delta\rho$  wurde im Bestrahlungskryostaten, der 2. vor dem ersten Erholungsschritt gemessen.

Durch Kombination von Gitterparameteränderung und diffuser Streuung lassen sich gemäß Gl. (3) und (6) charakteristische Defektgrößen bestimmen. Mit den Daten aus Tab. 14 erhalten wir für den spezifischen Widerstand des Defektes  $\rho_D = (22.5 \pm 7.9) \mu\Omega\text{cm/at\%}$  und für das Relaxationsvolumen pro Defekt  $(\Delta V/\Omega)^D = 5.0 \pm 1.3$ .

## 2. Diskussion der Defektstruktur nach Bestrahlung

Die Ergebnisse  $(\Delta V/\Omega)^D = 5.0$ ,  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 0.31$  und  $\rho_D = 22.5 \mu\Omega\text{cm/at\%}$  wurden ohne einschränkende Annahme über die Defektstruktur erhalten. Sie beschreiben einen Mittelwert über alle vorliegenden Defektkonfigurationen. Ähnlich wie bei Zn ist es nicht direkt evident, ob diese Daten das Einzel ZGA oder kleine ZGA Agglomerate beschreiben. Die folgende Diskussion soll zeigen, welche der beiden Annahmen zu einer konsistenten Interpretation aller experimentellen Daten führt.

Das Relaxationsvolumen des Defekts ist mit  $5.0 \Omega$  viel größer als das eines Einzel ZGA in kubischen Kristallen wie Al und Cu, und auch deutlich größer als das bereits sehr große Relaxationsvolumen eines Einzel ZGA in Zn ( $3.6 \Omega$ ). Dies werten wir als starken Hinweis, daß bei 6 K ZGA Agglomerate vorliegen. Nehmen wir ein plausibles Relaxationsvolumen eines Einzel ZGA von  $\sim 2 \Omega$  an, so lägen bei Mg Agglomerate aus 2-3 ZGA bei 6 K vor. Gleichzeitig würde sich auch  $\rho_F \sim (22.5 \mu\Omega\text{cm/at\%})/2.5 = 9 \mu\Omega\text{cm/at\%}$  ergeben.

Mit  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)}/\Pi_h^{(3)}} = 0.31$  ist der Symmetrieparameter sowohl mit der Annahme eines Einzel ZGA als auch mit der von ZGA Agglomeraten verträglich. Im Falle von Einzel ZGA entspricht dies einem in der Basisebene stark verzerrenden ZGA - wie dem Crowdion. Im Falle von ZGA Agglomeraten deutet dieser Wert auf Agglomerate in prismatischen Ebenen, die bei Mg im Gegensatz zu Zn und Cd die dichtest gepackten Ebenen sind. Der Unterschied zu dem theoretischen Wert für große, relaxierte

Versetzungsringe (Tab. 5) kann man auf die sehr kleine Agglomeratgröße zurückführen.

Der spezifische Widerstand pro Defekt  $\rho_D = 22.5 \mu\Omega\text{cm/at}\%$  kann mit dem Ergebnis von Messungen der Schädigungsrate verglichen werden, die bei 4.2 K an  $e^-$  bestrahlten Mg Polykristallen durchgeführt wurden; sie ergaben  $\rho_F = 4.5 \mu\Omega\text{cm/at}\%$  /53/. Gemäß  $\langle N \rangle = \rho_D / \rho_F$  würden wir eine Agglomeratgröße von 5 ZGA erhalten. Da dieser Wert von  $\rho_F$  aus Polykristallmessungen gewonnen wurde, liefert er nur einen unteren Grenzwert /54/. Diese Wertung von  $\rho_F$  wird auch durch eine Faustregel /55/ für  $\rho_F$  gestützt. Diese besagt, daß  $\rho_F$  mit  $\rho(T_m)$  [ $\rho$  am Schmelzpunkt] korreliert ist und bei weichen Metallen  $\rho_F / \rho(T_m)$  zunimmt. Damit erwarten wir  $\rho_F(\text{Mg}) \sim \rho_F(\text{Zn}) \sim 15 \mu\Omega\text{cm/at}\%$ . Dies unterstützt die aus dem Relaxationsvolumen abgeschätzte Agglomeratgröße von 2-3 ZGA.

Nimmt man entsprechend dieser Beobachtung von kleinen Agglomeraten an, daß die ZGA während der Bestrahlung wandern, so erwartet man analog zu Cd (Tab. 13) ein Wachsen der Agglomerate mit der Bestrahlungsdosis. Obwohl die Bestrahlungsdosis um einen Faktor 3 variiert wurde (Tab. 14), konnte aber innerhalb des Meßfehlers keine Dosisabhängigkeit der Defektstärke festgestellt werden. Eine Unabhängigkeit der Agglomeratgröße von der Bestrahlungsdosis ist verständlich, wenn bei der Bestrahlung immer die gleichen, unbeweglichen Defekte erzeugt werden, wie es generell bei der Erzeugung von Einzel ZGA beobachtet wird (vgl. Zn). Im Falle von 3 MeV  $e^-$  Bestrahlung von Mg ist die mittlere übertragene Energie so hoch, daß ein großer Prozentsatz der ZGA durch Mehrfachverlagerung erzeugt wird. Um zu testen, ob dieser Prozeß für die beobachtete Agglomeratgröße verantwortlich sein könnte, wurde die Bestrahlungsenergie bei Mg 3 auf 1.1 MeV erniedrigt. Wie Tab. 14 zeigt, ergibt sich keine relevante Änderung der Agglomeratgröße, so daß diese Annahme ausgeschlossen werden kann.

Eine weitere Möglichkeit für die fehlende Dosisabhängigkeit von  $\langle N \rangle$  wäre, daß bei der Bestrahlung (4.5 K) unbewegliche Einzel ZGA erzeugt würden, die dann bereits bis 6 K Agglomerate bildeten. In Übereinstimmung mit dem Auftreten einer Erholungsstufe in  $\Delta\rho$  müßte die Wanderung von Einzel ZGA zwischen 4.5 - 6 K erfolgen. Am Ende von dieser Erholungsstufe I bei 6 K lägen dann - ähnlich wie in Al und Zn - erste kleine Agglomerate mit 2-3 ZGA pro Agglomerat vor, deren Größe nicht stark von der Bestrahlungsdosis abhängt (vgl. Tab. 11). Die Agglomeratbildung müßte sich in einem drastischen Ansteigen der Huangstreuung [Faktor 2-3 nach Gl. (9)] zwischen 4.5 - 6 K äußern. Trotz eines erhöhten Streuuntergrundes bei Messungen im flüssigen Helium müßte dieser Effekt deutlich erkennbar sein. Für Mg 4 erhielten wir bei 4.5 K  $\eta = (1.02 \pm 0.10) \cdot 10^3 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ , einen, verglichen mit der 6 K Messung, etwas niedrigeren Wert. In der diffusen Streuung fanden wir keine Änderung der Streukurvenform am (00.4) und (11.0) Reflex zwischen 4.5 - 6 K. Auch die Absolutwerte von  $\rho_D = 29.2 \mu\Omega \text{ cm/at}\%$  und  $(\Delta V/\Omega)^D = 5.5$  bei 4.5 K stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den Ergebnissen bei 6 K überein (vgl. Tab. 14). Daraus schließen wir, daß bereits bei 4.5 K ZGA Agglomerate vorliegen müssen und obiges Modell ausgeschlossen werden kann.

Obwohl nach der Diskussion dieser defektspezifischen Größen eindeutig kleine ZGA Agglomerate vorliegen, ist die fehlende Dosisabhängigkeit der Agglomeratgröße unverstanden. Durch zusätzliche Messungen (Variation der  $e^-$  Bestrahlungsenergie und der Meßtemperatur) wurde gezeigt, daß diese Agglomerate - analog zu einer Stufe II Bestrahlung - durch Wanderung der ZGA während der Bestrahlung gebildet werden. Eine Möglichkeit, dieses besondere Verhalten von Mg zu erklären, wäre eine Nukleationsbarriere bei der beobachteten effektiven Agglomeratgröße von 2-3 ZGA. Dies bedeutet, daß das nächste ankommende ZGA nur schwach gebunden ist, bzw. der Einfangsradius der Agglomerate drastisch absinkt. Wir erwarten, daß die Barriere unter günstigen Bedingungen (z.B. abhängig von der Art des Verunreinigungsatoms, das den Nukleationskeim bildet) überwunden wird und zur Aus-

bildung größerer ZGA Agglomerate führt. Damit erhalten wir eine Größenverteilung von Defekten, die vom getrappten Einzel ZGA - dies schließt auch enge Paare ein -, über die dominierende Agglomeratgröße von 2-3 ZGA, bis zu wenigen großen Agglomeraten reicht. Die Annahme dieser Größenverteilung wird auch gestützt durch eine Analyse der Streukurvenform, die bis zu den kleinsten  $q$ -Werten kein reines  $q^{-2}$  Verhalten zeigt. Obwohl dieses Modell alle experimentellen Details erklären kann, ist eine solche Nukleationsbarriere bisher nicht beobachtet worden. Modellrechnungen /56/ für ZGA Agglomerate, die allerdings nur für fcc Metalle durchgeführt wurden, zeigen zwar kleine Schwankungen in der Bindungsenergie. Diese reichen jedoch nicht aus, um den beobachteten Effekt zu erklären. Eine konsistente Erklärung des Erholungsverhaltens, das im folgenden Kapitel diskutiert wird, ist dagegen auch nur unter der Annahme von ZGA Agglomeraten bei 6 K möglich.

## B. Thermische Erholung

### 1. Ergebnisse der diffusen Streuung

Nach den Messungen bei 6 K wurden im Verlauf eines isochronen Erholungsprogramms mit Haltezeiten von 20 Minuten  $\Delta\rho$  und die diffuse Streuintensität am (00.4), (00.6) und (30.0) Reflex von Mg 1-3 in Richtung des reziproken Gittervektors gemessen. Den symmetrischen Anteil der diffusen Streuintensität von Mg 2 zeigt Abb. 18. Am (00.6) Reflex (Abb. 18a) wird das  $q^{-2}$  Gesetz der Huangstreuung mit wachsender Erholungstemperatur allmählich auf kleinere  $q$ -Werte beschränkt. Dabei bleibt bis 130 K die Streuintensität nahe am Braggreflex fast unverändert, für größere  $q$ -Werte fällt sie stärker als mit  $q^{-2}$  ab. Bei 200 K und 300 K nimmt die Streuintensität auch im Huangbereich ab.

Am (30.0) Reflex (Abb. 18b) steigt - verglichen mit der Streukurve bei 6 K - die Streuintensität bei kleinen  $q$ -Werten an, wobei bei höheren Erholungstemperaturen  $S_H q^2$  nur durch Extrapolation abgeschätzt werden kann. Für größere  $q$ -Werte hat sich

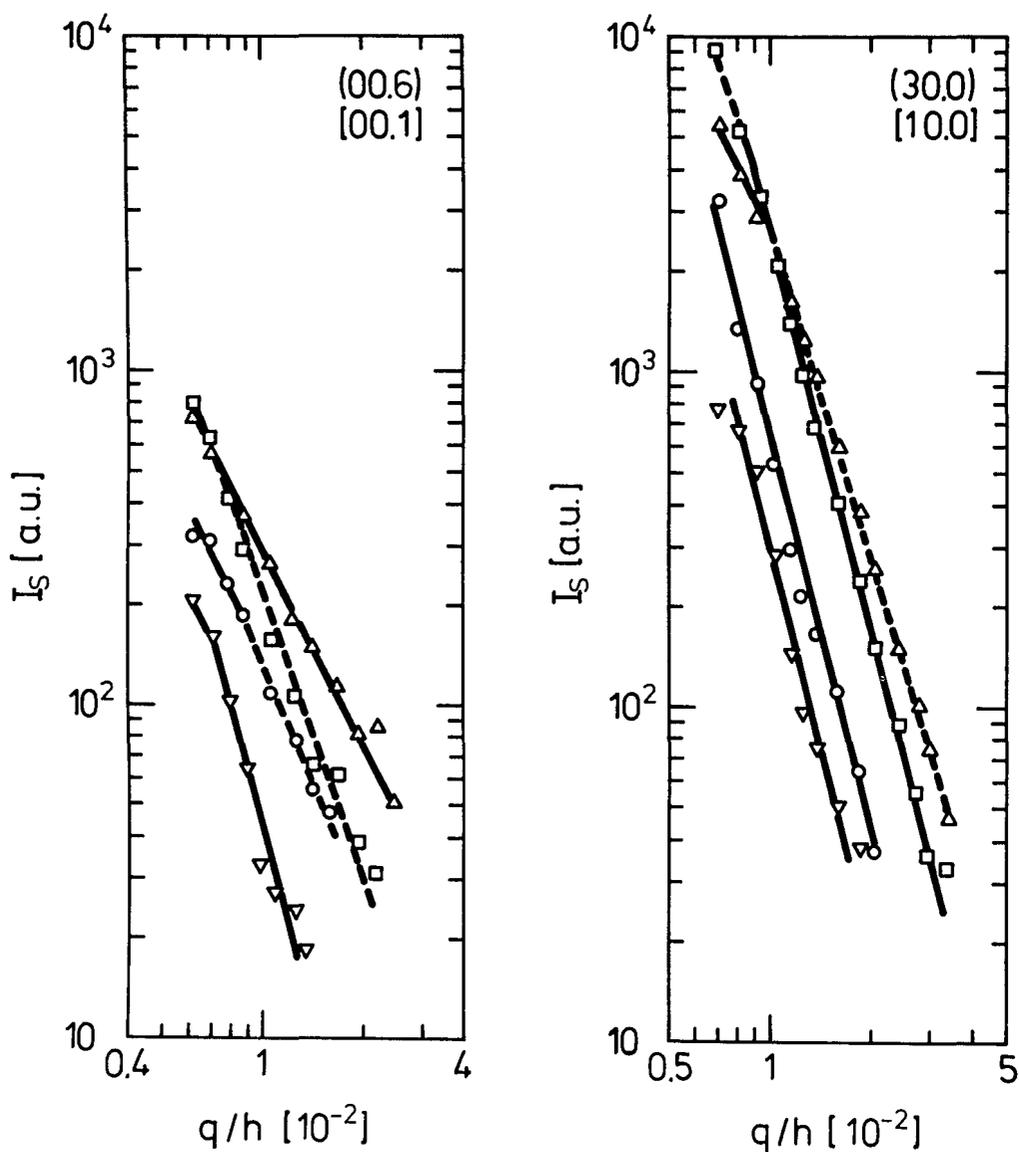


Abb. 18 Symmetrischer Anteil  $I_s$  der diffusen Streuintensität von Mg 2 bei 6K ( $\Delta$ ), nach Erholung bei 130K ( $\square$ ), 200K (o) und 300K ( $\nabla$ )  
(a) am (00.6) Reflex,  $q: [00.1]$ ;  
(b) am (30.0) Reflex,  $q: [10.0]$ .

ab  $\sim 15$  K ein  $q^{-4}$  Bereich gebildet. Bei 200 K und 300 K fällt die Intensität wie schon beim (00.6) Reflex für alle  $q$ -Werte ab und zeigt ein ausgeprägtes  $q^{-4}$  Verhalten.

Das ausführliche Erholungsprogramm aller 3 Proben ist in Abb. 19 dargestellt. In  $\Delta\rho$  (Abb. 19a) sieht man bis 90 K eine stetige Erholung mit Erholungsstufen bei 4.5 - 6 K, 10 - 15 K und 40 - 60 K; es schließt sich eine größere Erholungsstufe bei  $\sim 130$  K an. Zwischen 340 und 520 K wird der Ausgangswert erreicht. Für alle 3 Proben liegt innerhalb des Meßfehlers ein gleiches Erholungsverhalten von  $\Delta\rho$  vor. Die größten Unterschiede treten bei 4.5 - 6 K auf, was durch die mangelnde Temperaturkonstanz bei der Bestrahlung bedingt ist (vgl. Abb. 4).

In der Huangstreuung am (30.0) Reflex (Abb. 19a) finden wir ab 6 K einen ständigen Anstieg der Streuintensität pro ZGA bis etwa 90 K. Erst in der anschließenden großen Erholungsstufe um 130 K fällt  $S_H q^2$  wie  $\Delta\rho$  ab. Bei 400 K bzw. 520 K liegt der Ausgangswert der diffusen Streuintensität wieder vor. Innerhalb des Meßfehlers zeigen alle 3 Proben das gleiche Erholungsverhalten.

Die Huangstreuung am (00.6) Reflex von Mg 2 (Abb. 19b) erholt ab 6 K zunächst nur wenig langsamer als  $\Delta\rho$ . Dies steht im Gegensatz zu dem sofortigen Ansteigen von  $S_H q^2$  am (30.0) Reflex. Ab 40 K steigt die Huangstreuung auch am (00.6) Reflex bis  $\sim 130$  K an und fällt anschließend wie am (30.0) Reflex stark ab. Die eingezeichneten Fehlerbalken wurden aus den Daten am (00.4) und (00.6) Reflex abgeschätzt.

Aus dem Erholungsverhalten am (h0.0) und (00.h) Reflextyp wurde das des Symmetrieparameters bestimmt (Abb. 20). Übereinstimmend deutet sich bei Mg 1-3 bis  $\sim 60$  K ein Absinken von  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$  um 20% und zwischen 90 K und 130 K ein Ansteigen an. Bei Mg 4 wurde der Symmetrieparameter nur bei 4.5 K, 6 K und 10 K aus dem Erholungsverhalten am (hh.0) und (00.h) Reflextyp bestimmt. Wir beobachten zwischen 4.5 - 6 K eine 30% Abnahme in  $\sqrt{8\Pi_h(1)/\Pi_h(3)}$ .

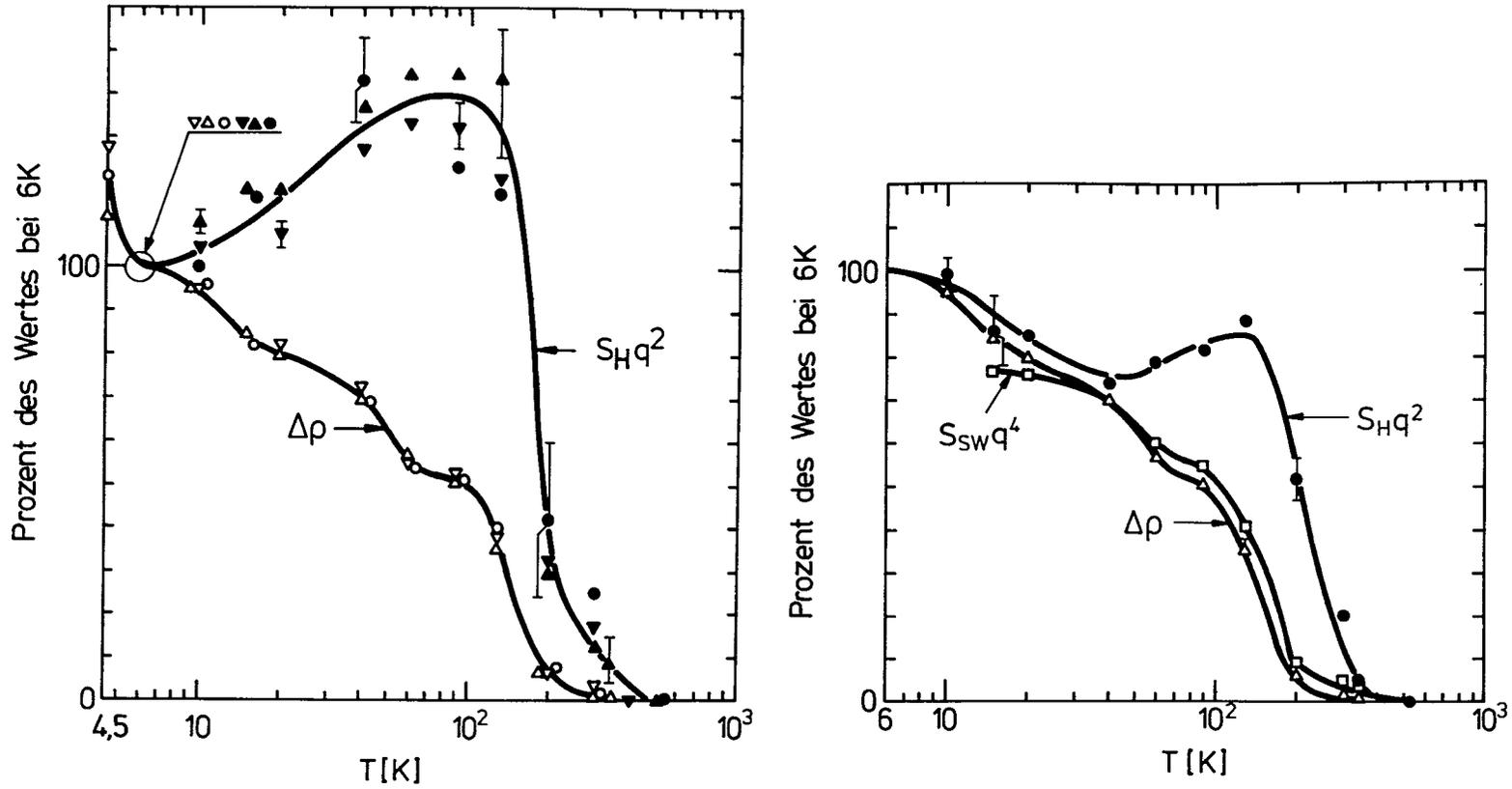


Abb. 19 Erholungsverhalten der Huangstreuung, der elektrischen Restwiderstandsänderung und der asymptotischen Streuung

(a)  $\Delta\rho$  bei Mg 1 ( $\nabla$ ), Mg 2 ( $\Delta$ ), Mg 3 (o) und  $S_Hq^2$  am (30.0) Reflex bei Mg 1 ( $\blacktriangledown$ ), Mg 2 ( $\blacktriangle$ ), Mg 3 ( $\bullet$ );

(b)  $\Delta\rho$  ( $\Delta$ ),  $S_Hq^2$  ( $\bullet$ ) am (00.h) Reflextyp und  $S_{SW}q^4$  ( $\square$ ) am (30.0) Reflex bei Mg 2.

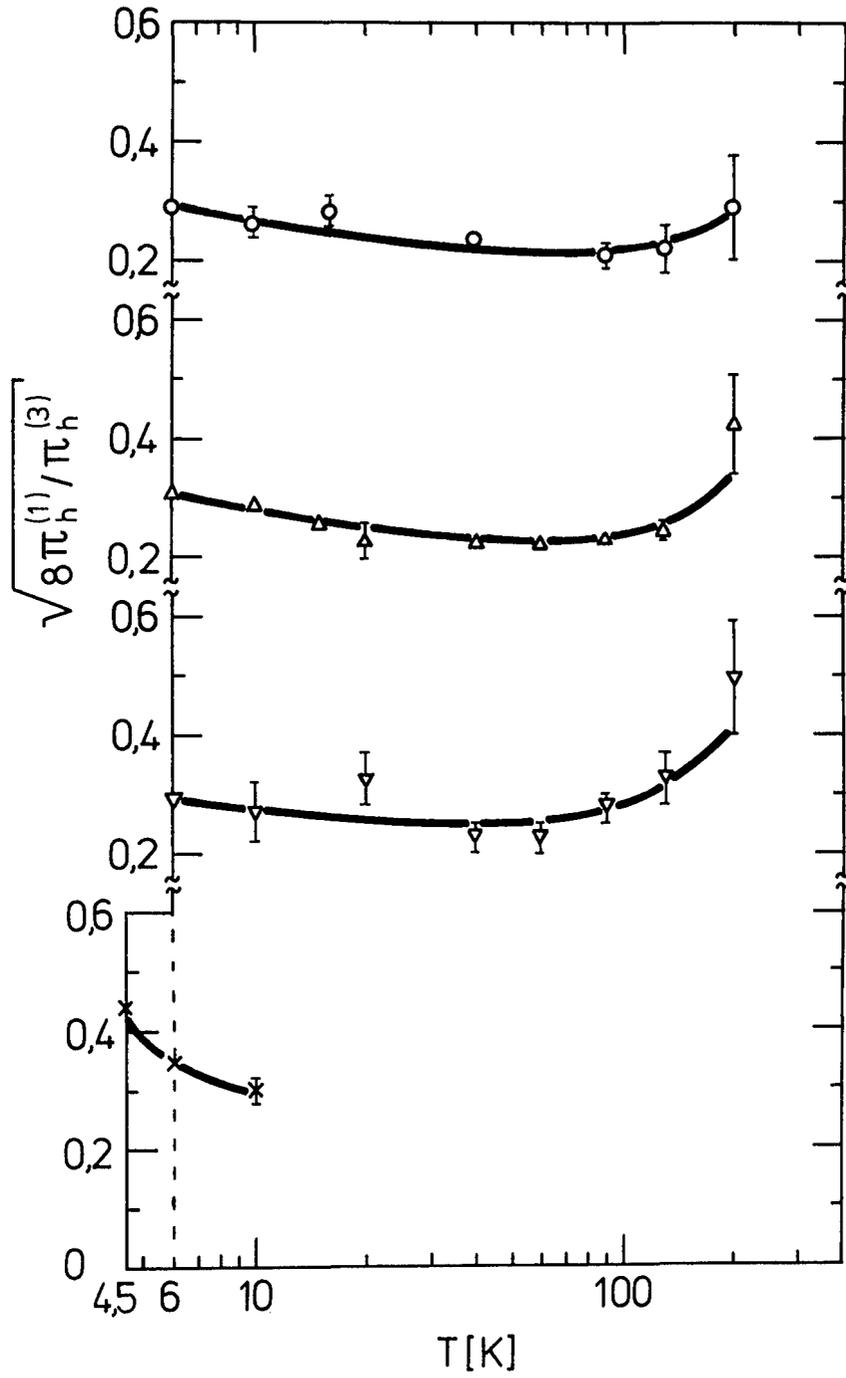


Abb. 20 Erholungsverhalten des Symmetrieparameters  $\sqrt{8\pi_h^{(1)}/\pi_h^{(3)}}$  bei Mg 1 ( $\nabla$ ), Mg 2 ( $\Delta$ ), Mg 3 (o) und Mg 4 (x)

Neben der Erholung der Huangstreuung wurde auch die der asymptotischen Streuung am (30.0) Reflex untersucht. Aus der asymptotischen Streuung bei 15 K wurde ein Relaxationsvolumen pro Defekt von  $\sim 3.9 \Omega$  abgeschätzt, wobei ein Kondensieren der Agglomerate auf prismatischen Ebenen (vgl. Kap. II.B.) verwendet wurde. Das anschließende Erholungsverhalten von  $S_{sw} q^4$  zeigt Abb. 19b am Beispiel von Mg 2. Hierbei wurde  $S_{sw} q^4$  so normiert, daß es mit dem normierten Wert von  $\Delta\rho$  bei 40 K übereinstimmt. Wir sehen, daß sein Wert für  $T < 40$  K unter den von  $\Delta\rho$  bleibt und für  $T > 40$  K innerhalb des Meßfehlers parallel mit  $\Delta\rho$  erholt. Dies zeigt, daß ab 40 K die ZGA in Form von ZGA Agglomeraten vorliegen, die groß genug sind, um zur  $q^{-4}$  Streuung beizutragen.

## 2. Diskussion des Erholungsverhaltens

Im ganzen Tieftemperaturbereich (bis 90K) sehen wir eine stetige Abnahme von  $\Delta\rho$  (mit Unterstufen bei  $\sim 5K, 12K, 50K$ ) und ein stetiges Ansteigen der Streuintensität am (30.0) Reflex - ein Verhalten, das typisch für Stufe II-Verhalten in anderen Metallen ist. In der folgenden Diskussion wird das Erholungsverhalten in verschiedene Temperaturbereiche unterteilt.

Schon im tiefsten Temperaturbereich (4.5-6K) sehen wir eine deutliche Änderung von  $\Delta\rho$  um  $\sim 20\%$ . Unter Berücksichtigung der verschiedenen Bestrahlungsenergien und -dosen ist dies in Übereinstimmung mit Messungen von O'Neal et al./53,57/. Diese Autoren fanden nach  $e^-$  Bestrahlung bis zu  $\Delta\rho \sim 1-2 \text{ n}\Omega\text{cm}^2$  Erholungsstufen: die 1. bei 4.5-8K mit  $\sim 40\%$  Erholung, die 2. bei 9-13 K mit  $\sim 35\%$  Erholung. Beide Stufen zeigten weder eine Dosisverschiebung noch eine Kinetik 1. Ordnung. O'Neal et al. deuteten die 1. Erholungsstufe als eine Überlagerung mehrerer (mindestens 4) Stufen, die von verschiedenen eng benachbarten Frenkelpaarkonfigurationen herühren. Zusätzlich beobachteten wir eine deutliche Abnahme des Symmetrieparameters um 30% (vgl. Abb.20). Dagegen ändert sich die effektive Agglomeratgröße nur geringfügig. Eine genauere Analyse der Daten von Tab. 14 deutet komplexe Defektreaktionen an.

Die Abnahme des Widerstandes (um  $\sim 20\%$ ) und von  $\sigma_{\text{h}}^{(1)}$  (um  $\sim 50\%$ ) deutet eine Rekombination an, während das Ansteigen von  $\sigma_{\text{h}}^{(3)}$  (um  $\sim 10\%$ ) auf ein simultanes, schwaches Wachsen einiger ZGA Agglomerate hinweist. Unter der Annahme, daß die Konfiguration der Majorität der Defekte (Agglomerate von 2-3 ZGA) sich nicht ändert, läßt sich aus der Änderung der diffusen Streuung der Dipolkrafttensor des verschwindenden Defekttyps bestimmen/1/. Obwohl ein geringes Wachsen der ZGA Agglomerate beobachtet wird, scheint diese Annahme für den Symmetrieparameter vernünftig, wie seine geringe Änderung zwischen 6-20K zeigt. Damit folgt aus der relativ starken Abnahme von  $\sigma_{\text{h}}^{(1)}$ , daß der verschwindende Defekttyp in Richtung der c Achse eine stärkere Verzerrung ausübt als die kleinen ZGA Agglomerate. Dieser verschwindende Defekt ist höchstwahrscheinlich ein enges Paar. Die Rekombination enger Paare bei Temperaturen, die höher als die Wanderungstemperatur der ZGA liegen, wurde auch bei vergleichbaren Systemen (ohne Stufe I) wie Au/5/ und Nb/58/ zur Erklärung von Erholungsstufen bei tiefen Temperaturen angenommen. Die Defektkonfiguration könnte die  $H_{\text{c}}$  Lage wie bei Zn sein. Aber auch die T Lage, die nach Modellrechnungen/59/ als stabile Lage des ZGA in Mg vorgeschlagen wird, und die O Lage sind mit den experimentellen Daten verträglich.

Im anschließenden Temperaturbereich (6-90K, Ende von Stufe II) beobachten wir ein stetiges Wachsen der Agglomeratgröße auf das 2-3 fache; dieses Verhalten ist ähnlich dem von Zn in Stufe II. Die Zuordnung von Stufe II zu diesem Temperaturbereich wird durch die Beobachtung anderer Autoren bestätigt. Howe et al. /60/ beobachteten in einer Mg - 0.2 at% Ag Legierung und 1MeV  $H^+$  Bestrahlung bei 30K den Einfang von ZGA an Ag-Atomen und die Bildung von gemischten Hanteln, woraus sie auf eine Wanderung von Mg - ZGA unterhalb von 30K schlossen. Da wir im gesamten Temperaturbereich von 4.5-30K keine deutliche Stufe in der Agglomeratgröße sehen, wie wir sie bei einem Beweglichwerden von Einzel ZGA als Majoritätsdefekt erwarten, unterstützt dies die Annahme, daß sich ZGA Agglomerate bereits während der Bestrahlung bilden. Die Unterstufe bei  $\sim 50\text{K}$  wurde auch bei niedrigerer  $e^-$  Bestrahlungs-

dosis (1-4 nΩcm) beobachtet/61/. In Übereinstimmung mit unseren Ergebnissen wurde sie von den Autoren mit Wanderung und Rekombination von ZGA Agglomeraten an Leerstellen erklärt.

Oberhalb von 90K nimmt  $\Delta\rho$ , Huangstreuung und asymptotische Streuung stark ab. Dies interpretieren wir wie bei Zn und Cd mit dem Beweglichwerden von LS. In Übereinstimmung damit sind Abschreckexperimente/62, 63/, die ab  $\sim 130\text{K}$  eine Erholung von  $\Delta\rho$  anzeigen. Analog zu Cd erholt Mg nicht völlig nach Stufe III (vgl. Abb. 19a). Wir deuten dies mit der Bildung kleiner LS Agglomerate, die ein völliges Erholen der ZGA Agglomerate verhindern.

VII. Zusammenfassung der Ergebnisse für Zn, Cadmium und Magnesium

Einkristalle von 3 hcp Elementen (Zn, Cd, Mg) wurden nach Bestrahlung mit 3MeV Elektronen (bei 4.5K) mit diffuser Röntgenstreuung untersucht. Die Auszeichnung der c Achse im hcp Kristall ermöglichte es, die Komponenten der Gitterverschiebungen um die Defekte - in c Richtung und in der Basisebene - durch Messungen in 2 Richtungen im reziproken Gitter zu bestimmen. Durch Vergleich mit Defektmodellen erhält man damit direkt Aussagen über die Konfiguration der Einzel ZGA bzw. ZGA Agglomerate. Zur quantitativen Beschreibung charakteristischer Defektgrößen wurden zusätzlich die elektrische Restwiderstandsänderung  $\Delta\rho$  und die relative Gitterparameteränderung ( $\Delta c/c$  bei Zn und  $\Delta a/a$  bei Mg) gemessen.

Bei Zn wurden nach Bestrahlungsdosen zwischen  $\sim 1-7 \cdot 10^{18} \text{ e}^-/\text{cm}^2$  bei 6K Einzel ZGA und LS gefunden. Ihr Beitrag zur elektrischen Restwiderstandsänderung wurde durch  $\rho_F = (15.3 \pm 5.7) \mu\Omega\text{cm/at} \%$  beschrieben. Die relative Gitterparameteränderung der c Achse, ausgedrückt durch  $\eta = (\Delta c/c) / \Delta\rho$ , betrug  $\eta = (3.05 \pm 0.3) \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$ . Das Einzel ZGA war durch ein großes Relaxationsvolumen  $(\Delta V/\Omega)^{\text{ZGA}} = 3.6 \pm 0.7$  und eine große Anisotropie des langreichweitigen Verschiebungsfeldes  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)} / \Pi_h^{(3)}} = P_{33}/P_{11} = 2.5 \pm 0.3$  bzw.  $\lambda_{33}/\lambda_{11} = -6.4$  charakterisiert. Der hohe Wert von  $P_{33}/P_{11}$  zeigte große Verzerrungen um das ZGA in der c Richtung an und war mit dem einer entlang der c Achse ausgerichteten Hantel konsistent.

Bei Cd wurden nach Bestrahlungsdosen von  $\sim 6$  und  $11 \cdot 10^{18} \text{ e}^-/\text{cm}^2$  bei 6K ZGA Agglomerate gefunden. Ihre effektive Größe wuchs mit der Bestrahlungsdosis und ergab für die beiden Bestrahlungsdosen  $\sim 6$  bzw.  $\sim 9$  ZGA pro Agglomerat. Dies setzt ein für  $T \leq 6\text{K}$  bewegliches ZGA voraus. Für den Symmetrieparameter erhielten wir  $\sqrt{8\Pi_h^{(1)} / \Pi_h^{(3)}} = 1.6$  (Wert bei 7OK). Dies zeigte an, daß die ZGA Agglomerate auf Basisebenen liegen.

Bei Mg wurden nach Bestrahlungsdosen zwischen  $\sim 3-10 \cdot 10^{18} \text{ e}^-/\text{cm}^2$  bei 6K ZGA Agglomerate gefunden. Im Gegensatz zu Cd fanden wir

keine Abhängigkeit der Agglomeratgröße von der Bestrahlungsdosis. Die ZGA Agglomerate, deren Größe auf 2-3 ZGA pro Agglomerat abgeschätzt wurde, besaßen einen Symmetrieparameter  $\sqrt{8\pi_h^{(1)}/\pi_h^{(3)}} = 0.31 \pm 0.02$ , der - im Gegensatz zu ZGA Agglomeraten in Zn und Cd - auf eine starke Verzerrung der Atome in der Basisebene hinweist. Für die Gitterparameteränderung  $\Delta a/a$ , normiert auf die Widerstandsänderung  $\Delta\rho$ , erhielten wir  $\eta = (\Delta a/a)/\Delta\rho = (1.26 \pm 0.2) \cdot 10^3 (\Omega\text{cm})^{-1}$ .

Im Erholungsverhalten zeigen alle 3 Metalle bereits bei tiefen Temperaturen eine deutliche Erholung, wobei Stufe I nur bei Zn identifiziert wurde. Am Ende von Stufe I liegen bei Zn kleine ZGA Agglomerate von 2-3 ZGA vor.

Das Erholungsverhalten bis Ende Stufe II ( $\sim 100\text{K}$ ) ist, entsprechend der ähnlichen Defektverteilung von kleinen ZGA Agglomeraten zu Beginn dieser Stufe, für alle 3 Metalle sehr ähnlich. Wir beobachten ein Ansteigen der effektiven Agglomeratgröße bis  $\sim 7-10$  ZGA bei Zn,  $\sim 12$  ZGA bei Cd und  $\sim 6-9$  bei Mg. Dies läßt sich durch das Zusammenlagern der kleinen ZGA Agglomerate, die Abnahme der Defektkonzentration durch Rekombination der beweglichen ZGA Agglomerate mit LS erklären.

In Stufe III finden wir bei allen 3 Elementen eine starke Abnahme von Huangstreuung, asymptotischer Streuung und  $\Delta\rho$ . Wir deuten dies mit der freien Wanderung von LS, die die ZGA Agglomerate auflösen. Unter unseren Versuchsbedingungen ist bei Zn mit Stufe III die Erholung abgeschlossen. Bei Cd und Mg hingegen haben sich nach Stufe III kleine LS Agglomerate gebildet, die ein völliges Erholen nach Stufe III verhindern.

Die eingangs aufgeworfene Frage, ob die Konfiguration der ZGA Defekte vom c/a Verhältnis abhängt, läßt sich für einen großen Bereich der Agglomeratgröße verfolgen. Beginnend von kleinsten ZGA Agglomeraten aus 2-3 ZGA erstreckt er sich bis zu Größen, die den Anschluß an elektronenmikroskopische Beobachtungen ermöglichen. Schon für die kleinsten ZGA Agglomerate mit 2-3 ZGA, wie sie bei Zn am Ende von Erholungsstufe I und bei Mg bei 6K vorliegen, finden wir eine Abhängigkeit der Defektkonfiguration vom c/a Verhältnis: für Zn ( $c/a = 1.856$ ) finden wir die größeren Verschiebungen

in Richtung der  $c$  Achse, für Mg ( $c/a = 1.624$ ) in der Basisebene. Dies deutet darauf hin, daß sich bei Zn die ZGA Agglomerate auf Basisebenen, bei Mg auf prismatischen Ebenen ausbilden. Mit zunehmender Agglomeratgröße beobachten wir keine Änderung der Vorzugsrichtung des Verschiebungsfeldes. Quantitativ lassen sich diese Ergebnisse durch den Symmetrieparameter beschreiben, der mit theoretischen Werten für große Versetzungsringe verglichen werden kann. Bei den kleineren Agglomeraten erhalten wir noch keine gute Übereinstimmung mit diesen theoretischen Werten. Mit wachsender Agglomeratgröße beobachten wir bei Zn und Cd eine Annäherung an die Werte von Versetzungsringen in der Basisebene, bei Mg dagegen an die von Versetzungsringen auf prismatischen Ebenen. Diese Ebenen sind für die jeweiligen Metalle gemäß ihrem  $c/a$  die dichtest gepackten Ebenen. Dieses Ergebnis steht in Übereinstimmung mit elektronenmikroskopischen Untersuchungen an großen interstitiellen Versetzungsringen, die bei Zn und Cd/64/ in der Basisebene, bei Mg/65/ hingegen nicht in der Basisebene lagen.

Abschließend sollen noch die strahlungsinduzierten Defekte der 3 hcp Metalle mit denen der ausführlicher untersuchten fcc Metalle verglichen werden. Das Einzel ZGA, das wir nur bei Zn fanden, unterscheidet sich zwar mit seinem großen Relaxationsvolumen und seiner großen Anisotropie des langreichweitigen Verschiebungsfeldes sehr von dem des Einzel ZGA in Al und Cu. Es erscheint aber interessant, daß wiederum eine Hantellage des ZGA gefunden wurde. Die ZGA Agglomerate in Cd, die sich während der Bestrahlung bildeten und deren Größe von der Bestrahlungsdosis abhängt, haben ihr Analogon im fcc Au. Allein im Falle von Mg, dessen ZGA Agglomerate nicht von der Bestrahlungsdosis abhängen, findet sich kein ähnlicher, kubischer Kristall. Zur Erklärung dieses Effektes wurde das Auftreten einer Nukleationsbarriere vorgeschlagen, die bei ZGA Agglomeraten von 2-3 ZGA vorliegen sollte. Im Erholungsverhalten finden wir bei Zn, ähnlich wie bei Al, am Ende von Stufe I kleine Agglomerate. Auch Stufe II kann bei allen 3 hcp Metallen analog zu dem für fcc Metalle entwickelten Erholungsmodell /2/ mit dem Beweglichwerden

der zu ihrem Beginn vorliegenden, kleinen ZGA Agglomerate gedeutet werden.

Literaturverzeichnis

- /1/ P. Ehrhart, J. Nucl. Mater. 69-70, 200 (1978)
- /2/ W. Schilling, Indo-German Seminar, 7.-9.11.1977,  
Kalpakkam/Indien
- /3/ J. Donohue, The Structure of the Elements (Wiley, New  
York, 1974)
- /4/ D. Schumacher, Vacancies and Interstitials in Metals,  
[J. Diehl, W. Schilling, D. Schumacher, A. Seeger,  
(Hrsg.) ] (North Holland Publ. Co. 1970) S. 889
- /5/ E. Segura & P. Ehrhart, Rad. Eff. 42, 233 (1979)
- /6/ P.H. Dederichs, J. Phys. F 3, 471 (1973)
- /7/ H. Trinkaus, private Mitteilung
- /8/ C.W. Garland & R. Dalven, Phys. Rev. 111, 1232 (1958)
- /9/ G.A. Alers & J.R. Neighbours, J. Phys. Chem. Solids 7,  
58 (1958)
- /10/ C.W. Garland & J. Silverman, Phys. Rev. 119, 1218 (1960)
- /11/ L.J. Slutsky & C.W. Garland, Phys. Rev. 107, 972 (1957)
- /12/ H.E. Schaefer & W. Dander, Phys. Stat. Sol. (b) 78,  
139 (1976)
- /13/ P.H. Dederichs, C. Lehmann, H.R. Schober, A. Scholz &  
R. Zeller, J. Nucl. Mat. 69&70, 176 (1978)
- /14/ J.B. Roberto, B. Schönfeld & P. Ehrhart, Phys. Rev. B 18,  
2591 (1978)
- /15/ M. Wilkens, USERDA Conf. No. 751006-P1 (U.S. GPO,  
Washington, D.C., 1975) S. 470

- /16/ B.C. Larson, s. /15/, Vol. 2, S. 820
- /17/ F. Maury, P. Vajda, A. Lucasson & P. Lucasson, Phys. Rev. B 12, 5496 (1973)
- /18/ J. Hemmerich, W. Sassin & W. Schilling, Z. Angew. Phys. 29, 1 (1970)
- /19/ P. Ehrhart & W. Schilling, Phys. Rev. B 8, 2604 (1973)
- /20/ C.J. Sparks, Anomalous Scattering [S. Ramaseshan, S.C. Abrahams (Hrsg.)] (Munksgaard 1974) S. 175
- /21/ International Tables of X-Ray Crystallography (Kynoch, Birmingham, 1974)
- /22/ A. Guinier, X-Ray Diffraction (Freeman, San Francisco, 1963)
- /23/ E. Grüneisen & E. Goens, Z. Phys. 29, 141 (1924)
- /24/ D.A. Channing & S. Weintroub, Can. J. Phys. 43, 1328 (1965)
- /25/ E. Goens & E. Schmid, Phys. Z. 37, 385 (1936)
- /26/ R.D. Mc Cammon & G.K. White, Phil. Mag. 11, 1125 (1965)
- /27/ W.L. Bond, Acta Crystallogr. 13, 814 (1960)
- /28/ R.L. Barns, Advances in X-Ray Analysis [K.F.J. Heinrich et al. (Hrsg.)] (Plenum, New York, 1972) Vol. 15
- /29/ E.E. Gruber & R.E. Black, J. Appl. Crystallogr. 3, 354 (1970)
- /30/ L.C. Chabildas & H.M. Gilder, Phys. Rev. B 5, 2135 (1972)
- /31/ H. Trinkaus, Z. Angew. Phys. 31, 229 (1971)
- /32/ P. Ehrhart & U. Schlagheck, s. /15/, Vol. 2, S. 83

- /33/ P. Lucasson, s. /15/, Vol. 1, S. 42
- /34/ P. Vajda, Rev. Mod. Phys. 49, 481 (1977)
- /35/ P. Vajda, J.N. Daou, A. Lucasson & P. Lucasson,  
Sol. Stat. Comm. 27, 1317 (1978)
- /36/ P. Ehrhart & U. Schlagheck, J. Phys. F 4, 1575 (1974)
- /37/ H. Vandenborre, J. Nihoul & L. Stals, Cryst. Latt.  
Defects 5, 89 (1974)
- /38/ S. Myhra, Phys. Stat. Sol. (a) 43, 579 (1977)
- /39/ J. Roggen, J. Nihoul, J. Cornelis & L. Stals, J. Nucl.  
Mater. 69&70, 700 (1978)
- /40/ S. Myhra & R.B. Gardinier, Rad. Eff. 18, 39 (1973)
- /41/ J. Nihoul, Phys. Stat. Sol. 3, 2061 (1963)
- /42/ J. Roggen, J. Nihoul, J. Cornelis & L. Stals,  
Phil. Mag. 35, 1205 (1977)
- /43/ A. Seeger & U. Gösele, Rad. Eff. 24, 123 (1975)
- /44/ J.P. Simon, P. Vostry, J. Hillairet & P. Vajda,  
Phys. Stat. Sol. (b) 64, 277 (1974)
- /45/ K.H. Robrock, L.E. Rehn, V. Spiric & W. Schilling,  
Phys. Rev. B 15, 680 (1977);  
V. Spiric, L.E. Rehn, K.H. Robrock & W. Schilling,  
ibid. 15, 672 (1977)
- /46/ H.R. Schober, J. Phys. F 7, 1127 (1977)
- /47/ F.W. Joung Jr., J. Nucl. Mater. 69&70, 310 (1978)
- /48/ J. Roggen, J. Nihoul, J. Cornelis & L. Stals, Scr. Metall.  
11, 29 (1977)

- /49/ R.R. Coltman Jr., C.E. Klabunde, J.K. Redman & A.L. Southern, Rad. Eff. 7, 235 (1971)
- /50/ J.P.Simon & C. Minier, Rad. Eff. 13, 137 (1972)
- /51/ J.P.Simon, P. Vostry, J. Hillairet & V. Levy, Phil. Mag. 31, 145 (1975)
- /52/ W. Witthuhn, A. Weidinger, W. Sandner, H. Metzner, W. Klinger & R. Böhm, Z. Phys. B 33, 155 (1979)
- /53/ T.N. O'Neal & R.L. Chaplin, Phys. Rev. B 5, 3810 (1972)
- /54/ H.J. Wollenberger, s. /4/, S. 215
- /55/ P. Jung, private Mitteilung
- /56/ H.R. Schober & R. Zeller, J. Nucl. Mat. 69-70, 341 (1978)
- /57/ W.E. Faust, T.N. O'Neal & R.L. Chaplin, Phys. Rev. 183 609 (1969)
- /58/ J. Fuss & H. Schultz, Rad. Eff. 40, 181 (1979)
- /59/ C.N. Tomé, A.M. Monti & E.J. Savino, Phys. Stat. Sol. (b) 92, 323 (1979)
- /60/ L.M. Howe, M.L. Swanson & A.F. Quenneville, Rad. Eff. 35, 227 (1978)
- /61/ P. Vajda, F. Maury, A. Lucasson & P. Lucasson, Rad. Eff., wird veröffentlicht
- /62/ J. Hillairet, C. Mairy, J. Espinasse & V. Levy, Acta Metal. 18, 1285 (1970)
- /63/ P. Tzanetakis, J. Hillairet & G. Revel, Phys. Stat. Sol. (b) 75, 433 (1976)
- /64/ M.E. Whitehead, A.S.A. Karim, M.H. Loretto & R.E. Smallman, Acta Metal. 26, 983 (1978)
- /65/ M.K. Hossain & L.M. Brown, Acta Metal. 25, 257 (1977)

Diese Arbeit wurde im Institut IX (Gitterfehlordnung) des Instituts für Festkörperforschung der Kernforschungsanlage Jülich durchgeführt.

Ich möchte vor allem Herrn Prof. Dr. W. Schilling für die Anregung zu dieser Arbeit, Unterstützung und Förderung danken. Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. P. Ehrhart für wertvolle Hilfe bei der Durchführung der Experimente und für viele klärende Diskussionen bei der Auswertung der Meßergebnisse.

Zu großem Dank verpflichtet bin ich Herrn Dr. H. Trinkaus für Diskussionen und Bereitstellung unveröffentlichter Ergebnisse, der Beschleunigergruppe für ihren Einsatz bei den Bestrahlungen, Herrn A.M. Fattah für die Probenpräparation, Herrn J. Koslowski für die Hilfe bei der Durchführung der Messungen und Frl. G. Koll für das Schreiben des Manuskripts.

Schließlich danke ich allen Mitarbeitern, die auf irgendeine Art zur Durchführung dieser Arbeit beigetragen haben.