

KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG
Institut für Festkörperforschung

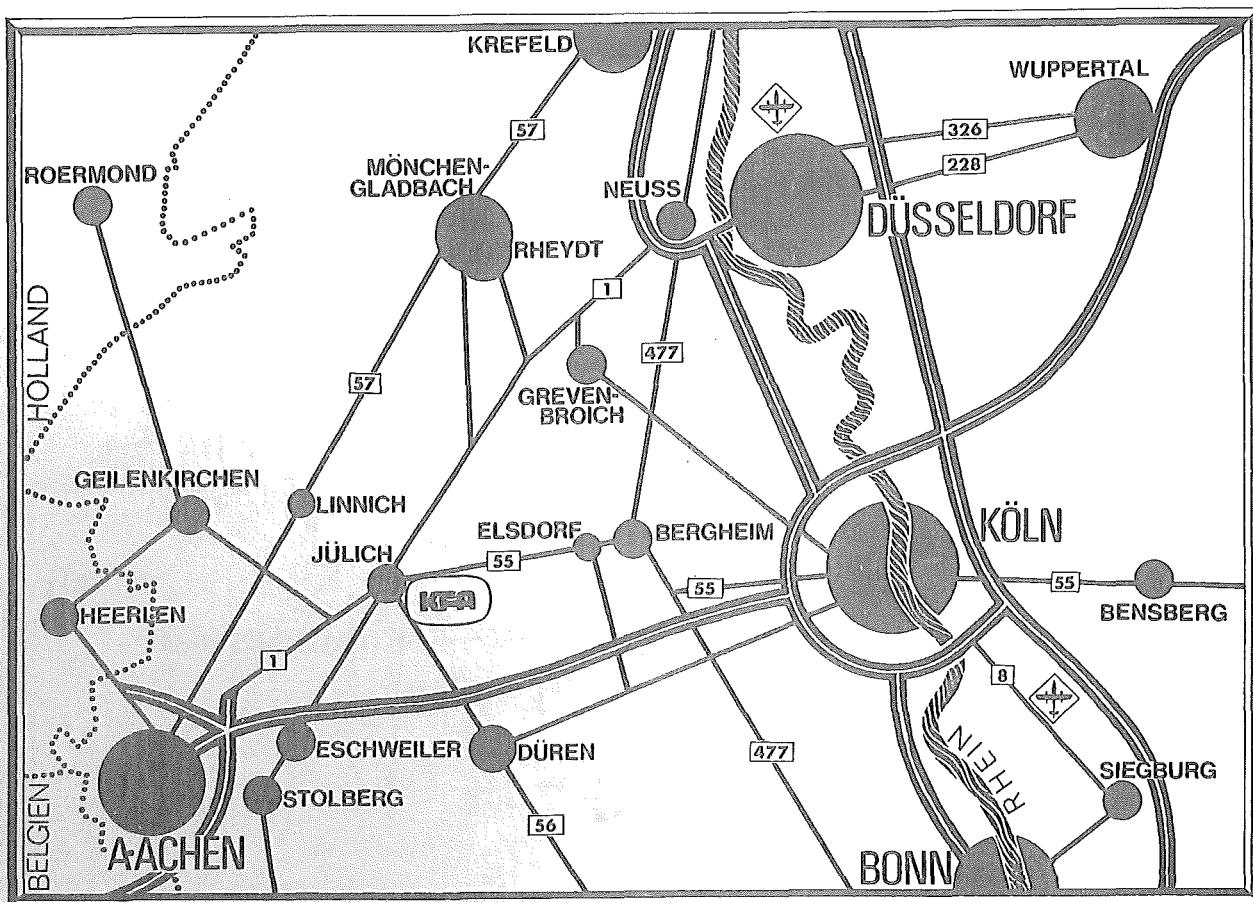
**Änderung der elastischen Eigenschaften
von Aluminium nach Tieftemperatur-
Elektronenbestrahlung**

von

K.-H. Robrock

Jül - 1088 - FF
Juli 1974

Als Manuskript gedruckt



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich - Nr. 1088

Institut für Festkörperforschung Jülich - 1088 - FF

Dok.: Elasticity – Radiation Damage, Diaelasticity, Praelasticity
 Anelasticity – Radiation Damage
 Aluminium – Elastic Properties, Radiation Damage
 Radiation Damage – Electron Irradiation
 Crystal Defect – Anelasticity

Im Tausch zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,
 Jülich, Bundesrepublik Deutschland

Änderung der elastischen Eigenschaften von Aluminium nach Tieftemperatur- Elektronenbestrahlung

von

K.-H. Robrock

D 82 (Diss. T. H. Aachen)

Inhalt

	Seite
1. Einleitung	1
2. Dipoleigenschaften der Defekte (Para- und Diaelastizität)	2
2.1. Der ideale Kristall	2
2.2. Der Kristall mit Defekten	4
2.3. Der Kristall mit Defekten bei homogener Verformung	6
2.3.1 Paraelastizität (PEM)	7
2.3.2 Temperaturabhängigkeit der PEM	11
2.3.3 Diaelastizität (DEM)	12
2.4. Moduländerung durch Festlegen von Versetzungen	17
3. Die Meßapparatur	20
3.1. Die Proben	20
3.2. Das Torsionspendel	22
3.3. Der Kryostat	25
3.4. Die Elektronik	28
4. Meßergebnisse zur diaelastischen Moduländerung	32
4.1. Überblick über die Messungen	32
4.2. Richtungsabhängigkeit und Gitterparameter- änderung	35
4.3. Temperaturabhängigkeit	39
4.4. Vergleich mit anderen Messungen	43
4.5. Die diaelastische Polarisierung des Zwischen- gitteratoms in der $\langle 100 \rangle$ -Hantelkonfiguration	47

5. Paraelastische Relaxationserscheinungen	53
6. Zusammenfassung	58
Anhang: Fehlerabschätzung	60
Literaturverzeichnis	64
Abbildungen	67

1. Einleitung

Die durch hochenergetische Teilchen in Festkörpern erzeugten Strahlenschäden ändern die Materialeigenschaften in markanter Weise. So beobachtet man z.B. in Metallen nach Bestrahlung mit Neutronen, Ionen oder Elektronen Änderungen des spezifischen elektrischen Widerstandes, des Gitterparameters, der diffusen Röntgenstreuung und der mechanischen Eigenschaften /40/. Diese Effekte sind in zweifacher Hinsicht von Bedeutung: Zum einen ist ihre Kenntnis wichtig bei der technologischen Auslegung von Anlagen, in denen solche Strahlung auftritt, z.B. Reaktoren. Zum anderen bietet die Untersuchung der Eigenschaftsänderungen die Möglichkeit, zu einem besseren Verständnis der atomistischen Vorgänge zu gelangen, die bei den Gitterstörungen eine wesentliche Rolle spielen.

Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag leisten zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften bestrahlter Metalle. Das elastische Verhalten eines Kristalls mit Defekten kann in Analogie zu den elektrischen und magnetischen Phänomenen in Festkörpern dargestellt werden mit Hilfe des Konzepts des elastischen Dipols /41/. Gitterdefekte können zum einen ein permanentes elastisches Dipolmoment haben, welches Anlaß zur Orientierungsrelaxation oder zur Paraelastizität gibt. Diese Effekte werden in Kap. 2 beschrieben. Zum anderen wird durch Anlegen eines Spannungs- oder Dehnungsfeldes die Umgebung eines Defektes elastisch polarisiert. Eine solche Konfiguration

entspricht induzierten elastischen Dipolen, und die beobachteten Effekte werden daher als Diaelastizität bezeichnet. Dieses wird in Kapitel 2. und 4.5. dargestellt.

Die Messungen wurden vorwiegend an elektronenbestrahlten Aluminium-Einkristallen durchgeführt. Der Vorteil der Elektronenbestrahlung liegt darin, daß man damit relativ einfache und darüber hinaus bereits gut untersuchte Defektkonfigurationen erzeugt /1, 19, 20/. Aluminium ist ein einfaches, kubisch-flächenzentriertes Metall, dessen Verhalten nach Bestrahlung durch Widerstands- und Röntgenuntersuchungen /19, 20/ recht gut verstanden ist und darüber hinaus einige, in Kap. 3. näher beschriebene experimentelle Vorteile hat.

In Kapitel 3 werden ferner die experimentellen Details der Messungen beschrieben und in Kapitel 4 die Ergebnisse zur Diaelastizität dargestellt. In Zusammenhang mit jüngsten theoretischen Rechnungen liefern sie insbesondere neue Aussagen über die Änderung der Kopplungsparameter in der Umgebung der Defekte. In Kapitel 5 schließlich werden Messungen der Inneren Reibung (Paraelastizität) beschrieben und diskutiert.

2. Dipoleigenschaften der Defekte

(Para- und Diaelastizität)

2.1. Der ideale Kristall

Der homogen verformte Kristall wird in der Gittertheorie beschrieben durch die im Gleichgewichtszustand gültige Beziehung

$$\phi_{ik}^{uu} s_k^u = F_i^u \quad (1)$$

(über alle doppelt vorkommenden Indizes wird summiert)

F_i^m ist die i -te Komponente der Kraft, die an das Atom $\underline{m}$ angreift und dazu dient, die Verschiebung s_k^n des Atoms $\underline{n}$ aufrecht zu erhalten. Die Kopplungsparameter ϕ_{ik}^{mn} beschreiben die Kraft am Atom $\underline{m}$ in i -Richtung, wenn das Atom $\underline{n}$ in Richtung k um eine Längeneinheit verschoben wird und alle anderen Atome festgehalten werden. Bei homogener Verformung sind die Verschiebungen $\underline{s}$ proportional zum Ortsvektor $\underline{R}$.

$$\underline{s}^u = \underline{v} \underline{R}^u \quad (2)$$

$\underline{v}$ ist der Verformungstensor.

Die Energie des Kristalls ist

$$\mathcal{U} = \frac{1}{2} (\underline{s}, \underline{F}) = \frac{1}{2} (\underline{s}, \underline{\phi} \underline{s}) \quad (3)$$

$$= \frac{1}{2} v_{is} \chi_s^m \phi_{ik}^{\underline{u} \underline{u}} \chi_t^{\underline{u}} v_{kt} \quad (4)$$

Da Rotation zur Energie keinen Beitrag liefert, kann man diese aus $\underline{v}$ abspalten, und es bleibt der reine Dehnungstensor $\underline{\varepsilon}$ übrig:

$$\mathcal{U} = \frac{1}{2} \varepsilon_{is} \chi_s^{\underline{u}} \phi_{ik}^{\underline{u} \underline{u}} \chi_t^{\underline{u}} \varepsilon_{kt} \quad (5)$$

Der Vergleich dieses Ausdrucks mit dem Energieterm der Kontinuumsstheorie

$$\mathcal{U} = \frac{V}{2} \varepsilon_{is} C_{is,kt} \varepsilon_{kt} \quad (6)$$

liefert den Zusammenhang zwischen Kopplungsmatrix und Elastizitätsmoduln (V ist das Volumen des Körpers)/1/.

$$V C_{is,kt} = \chi_s^{\underline{u}} \phi_{ik}^{\underline{u} \underline{u}} \chi_t^{\underline{u}} \quad (7)$$

2.2. Der Kristall mit Defekten

Ein Defekt im Kristall übt auf die übrigen Atome Kräfte $\hat{f}_I^m$ aus und führt zu (statischen oder permanenten) Verschiebungen dieser Atome. Zusätzlich ändert er die Federbindungen, so daß die Kopplungsmatrix $\overset{\circ}{\phi}$ des ungestörten Kristalls übergeht in

$$\phi_{ij}^{\underline{u} \underline{u}} = \overset{\circ}{\phi}_{ij}^{\underline{u} \underline{u}} + \psi_{ij}^{\underline{u} \underline{u}} \quad (8)$$

Die Gleichgewichtsbedingung (1) lautet, ausgedrückt in den neuen Kopplungsparametern des defekten Kristalls

$$\Phi_{ij}^{\underline{m}\underline{u}} s_j^{\underline{u}} = \tilde{f}_i^{\underline{m}} \quad (9)$$

$$\Phi_{ij}^{\circ \underline{m}\underline{u}} s_j^{\underline{u}} = \tilde{f}_i^{\underline{m}} - \varphi_{ij}^{\underline{m}\underline{u}} s_j^{\underline{u}} = f_i^{\underline{m}} \quad (10)$$

Die auf die ungestörte Kopplungsmatrix bezogenen Kräfte $\underline{f}^{\underline{m}}$ nennt man Kanzaki-Kräfte /2/. Aus (10) und aufgrund der Definition der Green'sche Funktion erhält man für das Verschiebungsfeld

$$\begin{aligned} s_j^{\underline{u}} &= (\Phi^{\circ})_{ij}^{\underline{m}\underline{u}} f_j^{\underline{u}} \\ &= \hat{G}_{ij}^{\underline{m}\underline{u}} \cdot f_j^{\underline{u}} \end{aligned} \quad (11)$$

Für größere Abstände $\underline{R}^{\underline{m}}$ vom Defekt kann man das asymptotische Verschiebungsfeld mit Hilfe der elastischen Green'schen Funktion/4/

$$\hat{G}_{ij}(\underline{R}) = \frac{1}{R} g_{ij}\left(\frac{\underline{R}}{R}\right) \quad (12)$$

beschreiben, wobei g_{ij} nicht mehr von $|\underline{R}|$ abhängt. Weiterhin gilt

$$s_i^{\underline{u}} = s_i(\underline{R}^{\underline{m}} - \underline{R}^{\underline{n}}) = s_i(\underline{R})$$

wobei das Zentrum des Defektes in $\underline{R}^{\underline{n}}$ ist. Damit liefert die Entwicklung von $s_i^{\underline{m}}$ /3, 4/, Abb. 1

$$\begin{aligned}
 S_i(\underline{R}) = \sum_{\underline{s}} \left\{ \overset{\circ}{G}_{ij}(\underline{R}) \cdot f_j^{\underline{s}} \right. & \quad \text{Monopol} \\
 - \frac{\partial}{\partial R_k} \overset{\circ}{G}_{ij} \cdot X_k^{\underline{s}} \cdot f_j^{\underline{s}} & \quad \text{Dipol} \\
 + \dots & \quad \left. \vphantom{\sum_{\underline{s}}} \right\} \quad \begin{array}{l} \text{höhere} \\ \text{Pole} \end{array}
 \end{aligned} \tag{13}$$

Wegen $\sum_{\underline{s}} f_j^{\underline{s}} = 0$ verschwindet der Monopolterm. Wegen (12) geht der Dipolterm mit R^{-2} gegen Null, während die höheren Pole mit höheren Potenzen abfallen. In genügender Entfernung vom Defekt ist das statische Verschiebungsfeld ein Dipolfeld

$$S_i \cong - \frac{\partial}{\partial R_k} \overset{\circ}{G}_{ij}(\underline{R}) \cdot P_{jk} \tag{14}$$

wobei P_{jk} der sogenannte Doppelkrafttensor (DKT) ist

$$P_{jk} = X_k^{\underline{s}} \cdot f_j^{\underline{s}} = P_{kj} \tag{15}$$

der das erste Moment der Kanzakikräfte darstellt.

2. 3. Der Kristall mit Defekten bei homogener Verformung

Wird ein Kristall mit Defekten homogen verformt, setzt sich das Verschiebungsfeld aus zwei Anteilen zusammen /4/, Abb. 1a

$$\underline{S} = \underline{S}_{p(ermanent)} + \underline{S}_{v(erformung)} \tag{16}$$

Der "permanente" Anteil $\underline{s}_p$ ist der im vorigen Abschnitt diskutierte. Er beschreibt sowohl die Volumenaufweitung als auch die paraelastische Response der Defekte auf äußere Felder. Der Anteil $\underline{s}_v$ wird in 2.3.3. behandelt.

2.3.1. Paraelastizität

Der elastische Dipol - beschrieben durch den Doppelkrafttensor P_{ij} - verhält sich in einem elastischen Spannungs- oder Dehnungsfeld genauso wie ein permanenter elektrischer oder magnetischer Dipol im elektrischen bzw. magnetischen Feld. Ein solcher Dipol kann bezüglich der Kristallachsen i.a. verschiedene Lagen einnehmen, die i.f. durch den oberen Index ν gekennzeichnet werden. Die Energie eines Dipols im Dehnungsfeld $\underline{\varepsilon}$ ist /3/

$$U^\nu = - \int_V \underline{s}_i^\nu \cdot \varepsilon_{ik} X_k^\nu = - P_{ik}^\nu \varepsilon_{ik} \quad (17)$$

Diese Beziehung wird in /3/ abgeleitet für Defekte, die keine Änderung der Federkonstanten bewirken. Sie gilt auch für Defekte mit Federkonstantenänderung, wenn der Dipoltensor mit den Kanzaki-kräften (15) definiert wird /4/.

Man kann zeigen /3/, daß das durch eine statistische Verteilung von Defekten erzeugte mittlere Verschiebungsfeld, charakterisiert durch Gl. (16), dasselbe ist wie das in einem defektfreien Kristall mit homogenen Spannungen

$$\sigma_{ij}^P = \int_V P_{ij}^\nu \quad (18)$$

Bei einer homogenen Verformung ergibt sich dieses Spannungsfeld zusätzlich zum elastischen Anteil:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} - \int_V P_{ij}^\nu \quad (19)$$

Dabei ist ρ^v die Volumenkonzentration der Defekte in der Orientierung v . Für diese gilt /5,9/ (ρ^0 = mittlere Konzentration)

$$\rho^v = \rho^0 \frac{e^{-\frac{u^v}{kT}}}{\sum_{\mu} e^{-\frac{u^{\mu}}{kT}}} \approx \frac{\rho^0}{n} \left(1 - \frac{u^v}{kT} + \frac{1}{n} \sum_{\mu} \frac{u^{\mu}}{kT} + \dots \right) \quad (20)$$

(20) in (19) eingesetzt liefert

$$\sigma_{ij} = - \frac{\rho^0}{n} \sum_{v=1}^n P_{ii}^v + \left\{ C_{ijkl} - \frac{\rho^0}{kT} \cdot \frac{1}{n} \sum_v \left[P_{ij}^v P_{kl}^v - \frac{1}{n} \sum_{\mu} P_{ij}^v P_{kl}^{\mu} \right] \right\} \epsilon_{kl} \quad (21)$$

Die Moduländerung

$$\delta C_{ijkl}^{PEM} = \frac{\rho^0}{kT} \cdot \frac{1}{n} \sum_v \left(P_{ij}^v P_{kl}^v - \frac{1}{n} \sum_{\mu} P_{ij}^v P_{kl}^{\mu} \right) \quad (22)$$

rührt von der Umverteilung der permanenten Dipole her und wird daher paraelastische Moduländerung genannt.

Die Mittelwerte $\langle P_{ij} P_{kl} \rangle$ treten in dieser Form auch in der Huangstreuung von Punktfehlstellen auf. Sie lassen sich für kubische Kristalle allgemein berechnen und durch den Dipoltensor für eine beliebige Orientierung ausdrücken /43/. Wie zu erwarten, ergibt sich keine Änderung des Kompressionsmoduls ($\delta(C_{11} + 2C_{12}) = 0$), während die Änderungen der Schermoduln gegeben sind durch

$$\delta(C_{11} - C_{12}) = \frac{\rho^0}{kT} \Pi^{(2)} = \frac{\rho^0}{kT} \cdot \frac{1}{6} \left\{ (P_{11} - P_{22})^2 + (P_{22} - P_{33})^2 + (P_{33} - P_{11})^2 \right\}$$

$$\delta(2C_{44}) = \frac{\rho^0}{kT} \Pi^{(3)} = \frac{\rho^0}{kT} \cdot \frac{2}{3} (P_{12}^2 + P_{23}^2 + P_{31}^2) \quad (23)$$

Die $\Pi^{(1)}$ sind die in der Huangstreuung geläufigen Konstanten /43/.

Die oft als Orientierungsrelaxation bezeichnete PEM erfolgt

i.a. über thermisch aktivierte Prozesse /5/ beschrieben durch

eine Relaxationszeit τ und die entsprechende Aktivierungsenergie H .

Auf diese Weise wird die PEM frequenz- bzw. temperaturabhängig. Ferner absorbieren diese Prozesse Energie aus dem äußeren Wechselfeld. Es ist zweckmäßig, diese Effekte durch einen komplexen elastischen Modul /6,7,8/

$$C = C_1(\omega) + i C_2(\omega) \quad (24)$$

auszudrücken, wobei C_1 der "eigentliche" elastische Modul ist und C_2 die Absorption, d.h. die Dämpfung beschreibt.

Für ein Torsionspendel findet man z.B. /7/

$$C_1(\omega) = C_u - \frac{\delta C^{\text{PEM}}}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (25a)$$

$$C_2(\omega) = \delta C^{\text{PEM}} \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (25b)$$

wobei C_u der "unrelaxierte" Modul und ω die Pendelfrequenz ist.

Mit den folgenden Größen

$$\Delta^0 = \frac{\delta C^{\text{PEM}}}{C_u} \quad (26a)$$

$$\Delta(\omega\tau) = \frac{C_u - C_1(\omega)}{C_u} \quad (26b)$$

$$Q^{-1} = \frac{C_2(\omega)}{C_u} \quad (26c)$$

lauten Gl. (25a) und (25b)

$$\Delta(\omega\tau) = \frac{\Delta^0}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (27a)$$

$$Q^{-1}(\omega\tau) = \Delta^0 \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (27b)$$

Die relative Moduländerung Δ^0 wird Relaxationsstärke genannt, die Dämpfungskonstante Q^{-1} (reziproke Güte) hängt mit der pro Schwingung absorbierten Energie zusammen gemäß /6/

$$Q^{-1} = \frac{1}{2\pi} \cdot \frac{\Delta W}{W} \quad (28)$$

Die Gleichungen (25a) und (25b) sind in Abb. 2 dargestellt.

C_R ist der "relaxierte" Modul, $Q^{-1} \propto C_2$.

Zum Abschluß sei noch erwähnt, daß der erste Term in Gl. (21) die homogene Volumenaufweitung des Kristalles beschreibt.

2.3.2. Temperaturabhängigkeit der PEM

a) Die Größen $\Delta(\omega\tau)$ und $Q^{-1}(\omega\tau)$ sind wegen

$$\tau = \tau(T) \quad (29)$$

temperaturabhängig. Oft kann dafür eine Arrheniusbeziehung

$$\tau = \tau_0 e^{\frac{H}{kT}} \quad (30)$$

angenommen werden. (H Aktivierungsenergie)

In diesem Falle ist eine Auftragung von Δ und Q^{-1} gegen $\ln(\omega\tau)$ einer solchen gegen T^{-1} äquivalent (Abb. 2).

Diesen Umstand nutzt man häufig bei Torsionspendeln aus. Da i.a. Frequenzänderungen aus experimentellen Gründen nur schwierig zu machen sind, variiert man stattdessen die Meßtemperatur.

b) Eine weitere Temperaturabhängigkeit steckt in der Relaxationsstärke Δ^0 . Wie Gleichung (23) zeigt, gilt

$$\Delta^0 = \frac{\tilde{\Delta}^0}{T} \quad (31)$$

$$\tilde{\Delta}^0 = \tilde{\Delta}^0(p, P) \quad (32)$$

Diese T^{-1} -Abhängigkeit ("Curie-Gesetz") ist ein Charakteristikum der Orientierungsrelaxation, und es wird sich zeigen, daß sie ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal zur diaelastischen Moduländerung (DEM) ist, die im folgenden Abschnitt beschrieben wird.

2.3.3. Diaelastizität

Im Falle homogener Verformung enthält das Verschiebungsfeld neben dem permanenten Anteil (Gl. 16) einen Anteil, der die homogene Verformung und eine weitere, induzierte Verschiebung beschreibt. (Abb. 1a)

$$\underline{s} = \underline{s}_p + \underline{s}_v \quad (33)$$

$$\underline{s}_v = \underline{\varepsilon} \underline{R} + \underline{s}_{ind} \quad (34)$$

Die neue Gleichgewichtsbedingung lautet nun im Innern des Kristalls

$$\underline{\phi} \cdot \underline{s} = \underline{\phi} \cdot \underline{s}_p + \underline{\phi} \cdot \underline{s}_v = \underline{\tilde{f}}^m \quad (35)$$

Da aber $\underline{s}_p$ so bestimmt wurde, daß

$$\underline{\phi} \cdot \underline{s}_p = \underline{\tilde{f}}^m \quad (36)$$

ist, reduziert sich die Gleichgewichtsbedingung auf

$$\underline{\phi} \cdot \underline{s}_v = 0 \quad (37)$$

im Innern. Beschreibt man diesen Zustand wieder durch die Größen des ungestörten Kristalls, so ist

$$\overset{\circ}{\underline{\phi}} \cdot \underline{s}_v - \underline{\varphi} \underline{s}_v = 0 \quad (38)$$

d.h. im ungestörten Kristall hätte man zusätzliche Kräfte im Innern

$$\Delta f_i^u = - \varphi_{ik}^u s_k^u \quad (39)$$

(Index v jetzt weggelassen)

anzubringen, um dasselbe Verschiebungsfeld zu erhalten, wie es im defekten Kristall vorliegt.

Um die Änderung der elastischen Moduln zu erhalten, ist es zweckmäßig, analog zu dem in 2.1. gezeigten Verfahren von der Betrachtung der Energie auszugehen:

Dazu geht man zweckmäßigerweise vom endlichen Kristall aus und wählt als Randbedingung, daß an der Oberfläche $\underline{s}_v = \underline{\xi} \underline{R} = \underline{s}^0$ ist.

($\underline{s}^0$ Verschiebung im ungestörten Kristall). Um dies zu erreichen,

hat man an der Oberfläche Kräfte anzubringen. In diesem Fall ist

$$\underline{\phi} \cdot \underline{s} \neq 0 \text{ und auch } \overset{\circ}{\underline{\phi}} \cdot \underline{s}^0 \neq 0 \text{ an der Oberfläche, aber } \underline{\phi} \cdot \underline{s} = 0 = \overset{\circ}{\underline{\phi}} \cdot \underline{s}^0$$

im Innern. Daher gilt für die Energie

$$\begin{aligned} \mathcal{U} &= \frac{1}{2} (\underline{s}, \underline{\phi} \underline{s}) \\ &= \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\phi} \underline{s}) \end{aligned} \quad (40)$$

da $\underline{\phi} \underline{s} \neq 0$ nur an der Oberfläche, wo $\underline{s} = \underline{s}_0$ ist.

$$\begin{aligned} \mathcal{U} &= \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\phi} \underline{s}) + \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\psi} \underline{s}) \\ &= \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\phi} \underline{\dot{s}}) + \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\psi} \underline{s}) \end{aligned} \quad (41)$$

$$= \mathcal{U}_0 + \Delta \mathcal{U} \quad (42)$$

Die Energieänderung gegenüber dem idealen Kristall ist

$$\begin{aligned} \Delta \mathcal{U} &= \frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\psi} \underline{s}) = -\frac{1}{2} (\underline{\dot{s}}, \underline{\Delta f}) \\ &= -\frac{1}{2} \varepsilon_{ij} \chi_j^m \Delta f_i^m(\varepsilon) \end{aligned} \quad (43)$$

Die Größe $\chi_j^m \cdot \Delta f_i^m(\varepsilon) = \Delta P_{ij}(\varepsilon)$ ist die Änderung des Doppelkrafttensors eines Defektes, die durch die Verformung hervorgerufen wird. (vgl. Gl. (17))

Bei einer statistischen Verteilung von vielen Defekten sind makroskopisch definierte Größen wie die Energie scharfe Größen. Unter dieser Voraussetzung gilt

$$\Delta \mathcal{U}_{\text{total}} = N_{\text{el(efekt)}} \cdot \Delta \mathcal{U}_{\text{Einzeldefekt}} \quad (44)$$

und
$$\chi_j^{\text{m}} \Delta \int_i^{\text{m}}(\varepsilon) = N_{\text{el}} \cdot \Delta P_{ij}(\varepsilon) \quad (45)$$

Unter Berücksichtigung der Gl. (6) wird

$$\mathcal{U} = \frac{1}{2} V C_{ijke} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ke} = \frac{1}{2} \left\{ V \overset{\circ}{C}_{ijke} + \Delta (V C_{ijke}) \right\} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ke} \quad (46)$$

und aus dem Vergleich mit Gl. (43), (45) und (46) folgt

mit
$$\Delta (V C_{ijke}) = N \cdot \Delta (V_z C_{ijke}) \quad (47)$$

$$\Delta (V_z \cdot C_{ijke}) = - c \frac{\partial \Delta P_{ij}(\varepsilon)}{\partial \varepsilon_{ke}} \quad (48)$$

Dabei ist V_z das Volumen der Elementarzelle und $c = N_d/N$ die Konzentration der Defekte mit N = Zahl der Atome im Kristall.

Die Moduländerung (48) kommt zustande durch die bei Anlegen des Dehnungsfeldes $\underline{\varepsilon}$ induzierte Änderung des Dipolmomentes

$$P_{ij}(\varepsilon) = P_{ij}^{\text{perm}} + \Delta P_{ij}(\varepsilon)$$

$$\Delta (V_2 C_{ijkl}) = -c \frac{\partial P_{ij}(\epsilon)}{\partial \epsilon_{kl}} \quad (49)$$

Daher wird diese Moduländerung als diaelastische Moduländerung bezeichnet. Bei Kenntnis der Änderung der Federkräfte - $\underline{\varphi} \cdot \underline{s}$ kann man die DEM für verschiedene Defekte ausrechnen (Kap. 4). Eine ausführliche Darstellung dieser Zusammenhänge findet man in /4/.

Die Eigenfrequenzen der neuen "Federn" liegen in der Größenordnung der Debyefrequenz. Daher treten bei Torsionsexperimenten oder auch bei Ultraschallmessungen keine Zeit- oder Frequenzabhängigkeiten auf. Abgesehen von anharmonischen Effekten, die in dieser Arbeit unterhalb der Meßbarkeit lagen, tritt bei der DEM keine Temperaturabhängigkeit auf. Es wird immer der statische Wert der DEM gemessen.

Aus Gleichung (49) läßt sich direkt die Änderung der elastischen Konstanten angeben:

$$\Delta C_{ijkl} = c \cdot \tilde{a}_{ijkl} - \frac{\Delta V_2}{V_2} C_{ijkl} \quad (50)$$

$\tilde{a}$ ist die diaelastische Polarisierbarkeit des Defektes

$$\tilde{a}_{ijkl} = - \frac{1}{V_2} \cdot \frac{\partial P_{ij}}{\partial \epsilon_{kl}} \quad (51)$$

$\frac{1}{3} \frac{\Delta V_2}{V_2} = \frac{\Delta a}{a}$ ist die Änderung des Gitterparameters und aus Röntgenmessungen /10/ bekannt. Andererseits ist $\frac{\Delta V_2}{V_2}$ direkt durch den Dipoltensor gegeben (vgl. Gleichung (21))

$$\frac{\Delta V_2}{V_2} = \frac{c}{V_2} \cdot \frac{1}{C_{11} + 2C_{12}} \cdot P_{ii}$$

Ein wesentlicher Teil dieser Arbeit wird sich mit der Bestimmung der $\tilde{a}$ für die Moduln C_{44} und $(C_{11}-C_{12})/2$ befassen.

2.4. Moduländerung durch Festlegen von Versetzungen

Jedes Material enthält Versetzungen in mehr oder weniger großer Zahl. Unter dem Einfluß eines Dehnungsfeldes werden sie ausgebogen und ergeben eine zusätzliche Dehnung $\underline{\epsilon}^V$ oder, bezogen auf den elastischen Dehnungsanteil, einen geänderten Modul.

Quantitativ können diese Effekte gut im Rahmen des sog. Saitenmodells /7/ verstanden werden. In dieser Theorie wird die Bewegung einer Versetzungslinie zwischen zwei Haftstellen analog zu der einer schwingenden Saite behandelt. Enthält ein Kristall Versetzungen mit der mittleren freien "Saitenlänge" l_0 zwischen zwei Verankerungspunkten, so ist die Moduländerung

$$\frac{\Delta C^V}{C} \propto l_0^2 \quad (52)$$

Bei Vorhandensein von Versetzungen ist der Kristall weicher. Wird ein Kristall bestrahlt, so können die erzeugten Punktdefekte als Haftstellen wirken. Das bedeutet, die mittlere Länge der Versetzungen nimmt ab gemäß /7/

$$l = \frac{l_0}{1 + n \cdot l_0} \quad (53)$$

(n = Zahl der Verankerungspunkte pro Versetzungslänge)

Für nicht zu hohe Konzentrationen von Haftstellen ist

$$n \cdot l_0 = \alpha \cdot c \quad (54)$$

wobei c die durch Bestrahlung erzeugte Defektkonzentration ist und α die Pinningrate angibt.

Der Modul eines Kristalls mit Versetzungen sei gegenüber dem eines versetzungsfreien Kristalls um $\Delta^V(\infty)$ erniedrigt. Diese Modulerniedrigung wird durch Bestrahlung reduziert, und die Konzentrationsabhängigkeit ist wegen (52), (53) und (54) von der Form

$$\frac{\Delta C^V}{C} = \Delta^V(c) = \Delta^V(\infty) \cdot \left\{ 1 - \frac{1}{(1 + \alpha c)^2} \right\} \quad (55)$$

Zur Übersicht sind die in Kap. 2, 3, 4 beschriebenen verschiedenen Moduleffekte in folgender Tabelle dargestellt:

	Moduländerung	Innere Reibung
Diaelastisch *	$\Delta = a \cdot c$	-
Paraelastisch	$\Delta = \frac{\Delta^0}{1 + (\omega \tau)^2}$ $\Delta^0 \propto \frac{c}{T}$	$Q^{-1} = \Delta^0 \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2}$
Versetzungs- verankerung	$\Delta^V(c) = \Delta^V(\infty) \left\{ 1 - \frac{1}{(1 + \alpha c)^2} \right\}$	$Q^{-1} = A \cdot \frac{\omega}{(1 + \alpha c)^4}$

Tabelle 1

* Man kann die Polarisierbarkeit auf zwei Arten definieren.

Bezieht man sie auf die absolute Änderung des Moduls (Gl. 51), so ist $\Delta C = c \cdot \tilde{a}$, bezogen auf die relative Änderung des Moduls ist $\Delta C/C \equiv \Delta = c \cdot a$. Beide Definitionen sind gleichwertig. Die zur elektrischen oder magnetischen Polarisierbarkeit analoge Größe ist $\tilde{a}$.

3. Die Meßapparatur

Die Meßapparatur wurde im Hinblick darauf konzipiert, daß die Moduländerung bei Bestrahlung und als Funktion der Temperatur sowie die Innere Reibung (bei Orientierungsrelaxation) gemessen werden können. Es wurde insbesondere Wert auf Erreichen eines hohen Auflösungsvermögens gelegt. Im einzelnen ergaben sich folgende Konstruktionen:

3.1. Proben

Ein wesentliches Ziel dieser Arbeit war es, Kenntnisse über die Symmetrien der einzelnen Defekttypen zu erhalten, die ihrerseits die Orientierungsabhängigkeit der gemessenen Effekte verursachen. Aus diesem Grund wurden die Messungen an verschiedenen orientierten Einkristallen durchgeführt. Aus folgenden Gründen erwies es sich als zweckmäßig, eine röhrenchenförmige Geometrie der Proben zu verwenden: Zunächst mußten die verwendeten Kristalle wegen der notwendigen umfangreichen Handhabungen wie Montage, Transport im Meßkryostaten usw. und wegen der unvermeidbaren Erschütterungen bei Bestrahlung und Bedienung der Kühlmittelversorgung mechanisch stabil sein. Ferner sollte eine effektive Kühlung bei Bestrahlung gewährleistet sein. Ein weiterer wesentlicher Grund war die Einhaltung geringer Schichtdicken des Probenmaterials, um eine möglichst homogene Schädigung zu erhalten. Von Mohrenstein-Ertel /11/ wurden Abschätzungen und experimentelle Untersuchungen über die Inhomogenität der Defekterzeugung durch Vielfachstreuung in röhrenchenförmigen Proben

durchgeführt. Theoretisch würde man einen Abfall der Schädigungsrate um etwa 30-40% in den zum Elektronenstrahl tangentialen Bereichen der Probe erwarten. Jedoch zeigten Proben, bei denen das Material in diesen Bereichen entfernt worden war, dieselben Schädigungsraten wie röhrenchenförmige Proben.

Natürlich ergibt sich durch Strahlaufweitung im hinteren Teil des Röhrenchens eine niedrigere Schädigungsrate als im vorderen Teil. Aus diesem Grunde waren, bezüglich der Elektronenstrahlrichtung, vor und hinter der Torsionsprobe Widerstandsproben montiert. Der bei den Experimenten auftretende Unterschied in den Schädigungsraten der beiden variierte je nach Wandstärke des Röhrenchens zwischen 20 und 40%. Da wegen der oben genannten Untersuchungen andere Inhomogenitäten ausgeschlossen werden konnten, wurde das aus den beiden Widerstandsänderungen errechnete arithmetische Mittel als Maß für die Konzentration der Defekte genommen.

Nachteilig bei der gewählten Röhrenchen-Geometrie war, daß die Meßgröße selbst, nämlich die erreichbaren Winkeländerungen $\varphi = \lambda/r \cdot \epsilon$ für ein bestimmtes ϵ wegen des z.B. gegenüber dünnen drahtförmigen Proben ungünstigen Faktors λ/r relativ klein waren. Dieser Nachteil konnte aber durch die zusätzlich getroffenen Maßnahmen zur Verbesserung des Signal-Rauschverhältnisses wettgemacht werden.

Die Präparation dieser Proben erfolgte folgendermaßen: In mehreren Arbeitsgängen wurde die Röhrenchen-Hantel-Form (siehe Abb. 3)

mittels geeignet gestalteter Elektroden funkenerosiv aus ein-kristallinem Material 99.999%-iger Reinheit herausgearbeitet. Anschließend wurde chemisch eine Schicht von etwa $100\mu - 150\mu$ abgetragen. Die Qualität der so präparierten Kristalle wurde an mehreren über die Probenlänge verteilten Stellen mittels Laueaufnahmen und Rocking-Kurven getestet, ebenso wurden sie nach erfolgten Messungen kontrolliert.

Typische Maße waren (Abb. 3) $l = 30 \text{ mm}$, $r = 1,5 \text{ mm}$, $\Delta r = 0,2 \dots 0,25 \text{ mm}$. Diese Abmessungen ergaben sich im wesentlichen als Kompromiss zwischen Kühlmitteldurchsatz einerseits und Meßge-nauigkeit (φ) andererseits.

Eine ganze Reihe von Proben wurde aufgeschnitten und hinsichtlich der Gleichförmigkeit der Wandstärke mit einer Mikrometer-Meßuhr bzw. mit einem Mikroskop untersucht. Die Waddickenunterschiede innerhalb einer Probe $\delta(\Delta r)$ lagen diesen Messungen zufolge immer unterhalb 10μ .

Die zur simultanen Widerstandsmessung verwendeten Proben wurden aus Folien von 30μ Dicke und 5 N Reinheit geschnitten. Die erreichten Heliumverhältnisse $R_{300}^0/R_{4.5}^0$ lagen bei 1500 bis 1600.

3.2 Torsionspendel

Eine schematische Darstellung des Torsionspendels gibt Abb. 4. Die Probe ist zwischen den Enden zweier konzentrischer V2A-Rohre mittels spezieller Einspannvorrichtungen montiert. Das äußere Halterohr ist fest mit dem Kryostatenflansch verbunden, das

innere Antriebsrohr trägt am anderen Ende die zueinander parallel gewickelten Anregungs- und Meßspulen, von denen ein 150 mm langes Galvanometerband mit geringer Rückstellkraft und kleiner innerer Reibung zu einem Waagebalken in Achatsteinlagerung führt. Dieser trägt am anderen Ende verstellbare Gewichte, die das Gewicht des Antriebsrohres so kompensieren, daß die Probe frei von Zugkräften ist. Aufgrund der vorliegenden Geometrie ergab sich pro pond nicht ausbalancierten Gewichts eine Zugdehnung von $\frac{d\epsilon}{dG} \approx 7 \cdot 10^{-8}$, so daß die genaue Austarierung des Waagebalkens sehr unkritisch war.

Während des Meßvorgangs führt vor allem das Antriebsrohr als mit der Probe gekoppeltes Pendel erzwungene Eigenschwingungen aus, deren Energieverlust zu einer zusätzlichen Dämpfung Q_A^{-1} führt. Man erhält als Korrektur folgenden Ausdruck:

$$Q_P^{-1} = Q_{\text{gemessen}}^{-1} \cdot \left\{ 1 + \frac{D_P \cdot Q_A^{-1}}{D_A \cdot Q_P^{-1}} \right\}^{-1}$$

(D=Rückstellkraft pro Winkелеinheit, A Antriebsrohr, P Probe)

wobei das Verhältnis D_P/Q_P^{-1} durch die Probeneigenschaften gegeben ist, so daß man dafür sorgen muß, daß Q_A^{-1}/D_A möglichst klein ist und zusätzlich keine Temperaturabhängigkeit hat.

Messungen an einer ähnlichen Apparatur /12/ und die eigenen Messungen zeigten, daß diese Korrektur unter 1% bleibt und überdies nur einen konstanten Untergrund liefert, der nach /12/ unter $Q^{-1} = 10^{-5}$ liegt. Die Frequenz der Schwingung ist unbeeinflußt von diesem Effekt.

Die Torsionsschwingungen wurden mit einem Galvanometersystem aufgenommen. Eine Pick-up Spule mit 5000 Windungen 25µ starken

lackisolierten Cu-Drahtes befindet sich in einem Ringspaltmagneten mit $B = 0,7 \text{ kG}$. Die Empfindlichkeit ist bei einer Frequenz von typisch 40 Hz etwa $\frac{\Delta U}{\Delta \varphi} = 50 \frac{\text{Volt}}{\text{W.E.}}$, d.h. bei einer Maximalamplitude von $2 \cdot 10^{-4} \text{ WE}$ ($\hat{=} \epsilon = 10^{-5}$) ist das Signal 10 mV und liegt damit je nach Umwelteinflüssen etwa um einen Faktor $50 \dots 1000$ über dem Untergrundpegel. Das Meßsystem befindet sich in einem elektrisch und magnetisch abgeschirmten Gehäuse. Die Schwingungen werden durch eine automatisch gesteuerte Rückkopplung des Meßsignals auf die Anregungsspule bis zu einer bestimmten, einstellbaren Maximalamplitude angeregt.

Um die Proben während des Transports der Meßapparatur zu und von der Bestrahlungseinrichtung vor mechanischer Zerstörung durch Schlagen des Antriebsrohres zu schützen, wurde in das Oberteil eine Arretiervorrichtung eingebaut, die folgendermaßen funktioniert (Abb. 4): Konzentrisch zum Antriebsrohr waren zwei kreisringförmige Weichlotbäder montiert, die in ihrer Höhe verstellbar waren. Das Lot wurde mittels einer eingebauten Heizung geschmolzen ($T_{\text{S}} \approx 60 \text{ }^{\circ}\text{C}$) und die Bäder anschließend hochgefahren, bis zwei am Antriebsrohr befestigte Halteringe in das Lot tauchten. Nach Erstarren des Lotes war das Pendelrohr gegen alle Bewegungen gesichert. Das Material dieser Vorrichtung bestand vorwiegend aus Invarstahl, um Wärmedehnungen zu unterbinden. Das Lot war im Hinblick auf niedrige Schmelztemperatur ($\approx 60 \text{ }^{\circ}\text{C}$) und geringe Schrumpfung beim Erstarren und Abkühlen ausgesucht worden. Es konnte erreicht werden, daß die beim Arretieren auftretenden Verformungen unter $\epsilon = 10^{-5}$ blieben und damit die Messungen nicht

verfälschen konnten. Natürlich war darauf zu achten, daß bei arretiertem Pendel keine Druck- oder Temperaturänderungen vorgenommen wurden.

3.3. Der Kryostat

Da der Kryostat sowohl zur Messung als auch zur Bestrahlung verwendet werden sollte, wurden Vorrichtungen für zwei verschiedene Kühlsysteme eingebaut. Während der Messungen der IR- und der isochronen Ausheilprogramme arbeitet der Kryostat nach dem konventionellen Verdampferprinzip. Die Wände der Probenkammer (Abb5) (17) werden durch direkten Heliumdurchfluß aus dem Heliumtank (16) gekühlt, das Abgas (Leitung 3) wird zur Vorkühlung des Kryostatenrohres über Wärmetauscher aus Silbersinterkörpern (12) geleitet, die thermisch an das Kryostatrohr angekoppelt sind. Die Kühlung der Probe erfolgt über Austauschgas (He) von 0,5 Torr Druck. Dieser Druck gewährleistet einerseits eine zufriedenstellende Kühlung - es wurden Temperaturen von 6 K erreicht - andererseits ist die durch ihn verursachte Reibung $Q^{-1} < 10^{-5}$. Der Temperaturgradient in der Probe ist bei 6 K kleiner als 0,1 K, er steigt mit wachsender Aufheiztemperatur erst langsam, dann zunehmend bis auf etwa 2 K bei Zimmertemperatur an. Eine an der Einspannvorrichtung des Halterohres montierte Heizung gestattet die Einstellung einer beliebigen Temperatur zwischen 6 K und 300 K bei einer Temperaturkonstanz von etwa 0,1 K/30 min. Die Temperatur wird mittels eines in unmittelbarer Nähe der Probe angebrachten AuFe-NiCr (3%) Thermoelementes gemessen, welches auch gleichzeitig als Sensorelement für die elektronische Temperaturregelung dient.

Die Kühlung während der Bestrahlung erfolgt durch direkten Durchfluß des Heliums aus dem Verflüssiger innen durch die röhrenförmige Probe (Leitung 2), der Rückstrom außen an der Probe vorbei (2). Die Widerstandsproben werden ebenfalls im Rückstrom gekühlt. Genaue Voruntersuchungen und Kontrollmessungen mit mehreren Thermoelementen ergaben, daß die maximale Temperatur in der Probe bei einer Strahlstromdichte von $20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ typische Werte von $5,5 - 6 \text{ K}$ nicht überschreitet. Der Elektronenstrahl wird mit mehreren wassergekühlten Blenden auf das richtige Format ausgeblendet, passiert über zwei auswechselbare Fenster (15) aus $24 \mu\text{m}$ dicker V2A-Folie die Probenkammer und wird von einem dahinterliegenden, isolierten Faradaykäfig (11) aufgefangen. Die Bestrahlungseinrichtung ist ausführlich in /13/ beschrieben. Eine genauere Detailbeschreibung der Probenkammer gibt Abb. 6.

Während die Widerstandsmessungen nicht durch die Positionen der Strahlblenden beeinflusst wurden - die Proben lagen wie üblich mit den Potentialabgriffen voll im Strahl - war eine genaue Einstellung der oberen und unteren Blende wegen der verdickten Enden der Torsionsproben kritisch. Zu diesem Zweck waren vor der Probenkammer vier dünne Drähte gespannt, welche die zu bestrahlende rechteckige Fläche von $5 \times 30 \text{ mm}$ markierten. Dabei wurde sorgfältig darauf geachtet, daß der obere und untere Draht sehr genau auf die Probenenden eingestellt war. Dies erfolgte vor der Bestrahlung mit Hilfe eines Kathetometers. Nach erfolgter Montage des Kryostaten am Strahlrohr wurde mit einem Fernrohr eine wassergekühlte Blende genau auf die Drahtmarkierungen

eingestellt. Um die thermische Belastung dieser Blende in Grenzen zu halten, wurde vor dieser eine wassergekühlte Viersektorenblende /13/ mit etwa je 4 mm größerer Öffnung angebracht.

Die Reproduzierbarkeit der Messungen einerseits und die in der vorderen Widerstandsprobe erreichte Schädigungsrate von $9 \cdot 10^{-27} \frac{\Omega m}{e/cm^2}$ (Abb. 9 und /14/) andererseits zeigen, daß die Proben richtig im Strahl justiert waren.

Die Messung der Dosiskurven der dielastischen Moduländerung wurde im Bestrahlungsbetrieb durchgeführt, d.h. bei durchfließendem Heliumstrom. Das war deshalb möglich, weil die Heliumdichte während der ganzen Messungen bis auf kleine Schwankungen konstant blieb. Ansonsten verursachte das Helium lediglich eine Frequenzverschiebung von etwa $2 \cdot 10^{-4}$, die die Messungen aber nicht störte, da sie im Verlauf der ganzen Dosiskurven konstant blieb. Wegen des hohen mechanischen Geräuschuntergrundes an der Bestrahlungseinrichtung wurde die elektronische Rauschunterdrückung gegenüber den Labormessungen durch zusätzliche Filter und durch verstärkte Integration im digitalen Teil der Elektronik verbessert, so daß die Reproduzierbarkeit der Einzelmessung besser als $5 \cdot 10^{-5}$ war. Lediglich Heliumdichteänderungen verursachten sichtlich Schwankungen in der Dosiskurve. Doch blieben auch diese, wie man aus den Maßkurven entnehmen kann, immer unterhalb $\delta(\Delta_\epsilon) = 10^{-4}$.

Die Bestimmung des elektrischen Widerstandes zur Messung der Defektkonzentration wurde mit Standard-Vierpunkt-Methode durchgeführt.

3.4. Elektronik

Das Blockschaltbild der verwendeten Meßelektronik ist in Abb. 7 dargestellt. Das Signal aus der Meßspule

$$u(t) = u_0 e^{-\delta t} \cos \omega_0 t \quad (1)$$

mit
$$\delta = \frac{\omega_0}{2} Q^{-1} \quad ; \quad \omega_0 = 2\pi f_0 \quad (2)$$

wird nach Verstärkung in einem Vorverstärker mittels eines Bandpassfilters und eines Notchfilters weitgehend von Brumm- und Rauschspannung befreit. Dabei wird die Bandbreite des ersten Filters so eingestellt, daß das Spektrum des Signals

$$F(\omega) = \frac{\delta}{(\omega - \omega_0)^2 + \delta^2} \quad (3)$$

praktisch ungestört übertragen wird. Das Notchfilter unterdrückt unvermeidbare Netzfrequenzspannungen (50 Hz), welche für Pendelfrequenzen $f_0 > 40$ Hz zu störenden Amplitudenschwebungen in der Signalspannung führen würden. Die Meßwerterfassung geschieht mittels mehrerer Vorrichtungen.

a) Messung des logarithmischen Dekrementes:

Die Abklingkonstante δ bzw. Q^{-1} kann einmal unmittelbar aus der Steigung einer Geraden ermittelt werden, die mit einem Pegelschreiber mit logarithmischer Kennlinie aus dem Meßsignal erhalten wird. Zum anderen wird die Spannung in einem bipolaren Spannungsfrequenzwandler in eine Impulsfolge verwandelt, deren Pulsfrequenz direkt proportional zum Betrag der Eingangsspannung ist. Die Impulse werden in einen Zähler 1 geführt, der während der Zeit für eine definierte, variable Anzahl von Nulldurchgängen des Meßsignals geöffnet ist. Die vom Zähler 1 angezeigte Zahl ist

$$A_n \sim \int_{t_N}^{t_N + n \cdot T} |u(t)| dt \quad (4)$$

wobei t_N der Zeitpunkt der Öffnung des Zählers 1, n die Zahl der gezählten Nulldurchgänge, T die Schwingungsdauer und $t_N + n \cdot T$ der Zeitpunkt des Schließens des Zählers 1 bedeutet. Gleichzeitig mit dem Schließen von Zähler 1 öffnet ein gleicher Zähler 2 und führt dieselbe Zählung durch. Danach übernimmt wieder Zähler 1 usw. Auf diese Weise erhält man eine Zahlenfolge A_N

$$A_N = a \cdot e^{-\pi Q^{-1} \cdot N \cdot n} \quad (5)$$

und durch Logarithmieren

$$\tilde{A}_N = \log A_N = \log a - \pi Q^{-1} \cdot N \cdot n \quad (6)$$

$$N = 1, 2, 3 \dots$$

Mit Hilfe eines Rechenprogramms wurde daraus nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate Q^{-1} bestimmt. Aus Gleichung (4) erkennt man, daß durch die Integration noch vorhandenes Rauschen umso stärker unterdrückt wird, je größer man n macht.

b) Messung der Frequenz:

In zwei weiteren Zählern, Z3 und Z4, die ebenfalls im alternierenden Betrieb arbeiten, werden innerhalb der definierten Öffnungszeiten $n \cdot T$ die Impulse eines hochstabilen Quarzoszillators (1 MHz) eingespeist. Die angezeigten Werte sind demnach

$$B_N = 10^6 \cdot n \cdot T \quad (7)$$

und liefern ein unmittelbares Maß für die Periodendauer T und damit für die Frequenz f des Pendels.

Die Zähler wurden nach Entwürfen und Schaltungen von Buchholz gebaut und sind in /12/ detailliert beschrieben.

Die erzielbaren Genauigkeiten hängen stark von der Güte des Nulldurchgangszählers ab. Da ein solcher mit den zu fordernden Spezifikationen nicht kommerziell erhältlich war, wurde eine Schaltung nach Abb. 8 entworfen und gebaut. Mit diesem Gerät in Verbindung mit dem Zähler können folgende Genauigkeiten erzielt werden: (vgl. Anhang)

$$\frac{\delta Q^{-1}}{Q^{-1}} = 2 \cdot 10^{-4} \quad \frac{\delta f}{f} = 3 \cdot 10^{-6} \quad (8)$$

bis hin zu Werten $Q^{-1} = 5 \cdot 10^{-3}$.

Die Anregung der Pendelschwingung erfolgt durch Rückkopplung des Meßsignals über einen Phasenschieber in die Anregungsspule. Die Anregung wird so eingestellt, daß die Anstiegszeit der aufgeschaukelten Schwingungen etwa gleich der Abfallzeit des Meßsignals ist. Sämtliche Funktionen, wie Abschalten der Anregung, Steuern der Meßgeräte, Meßwertausgabe usw. erfolgen vollautomatisch. Ein mechanischer, schneller Lochstreifenstanzer, der durch eine Spezialkodierung auf eine Registriergeschwindigkeit von 400 - 500 Ziffern pro Sekunde gebracht wurde, dient als Datenausgabeeinheit.

Die Reproduzierbarkeit lag ebenfalls innerhalb der oben angegebenen Fehlergrenzen. Diese hohe Meßgenauigkeit wurde im wesentlichen durch folgende vier Einrichtungen erreicht:

1. Magnetische Abschirmung des Meßsystems
2. Hohe Präzision bei der selektiven Verstärkung
3. Digitale Integration mit variabler Integrationszeit
4. Entkoppeln des Meßkryostaten von mechanischem Geräuschuntergrund (Gebäudeschwingungen, Trittschall) durch Aufstellen der ganzen Anlage auf ein passivisolierendes Fundament, wodurch der durch Erschütterungen verursachte Untergrund allein schon um einen Faktor 10 - 100 (je nach Frequenz) herabgesetzt werden konnte. (Nicht bei Dosiskurven)

Darüber hinaus zeigte es sich, daß die obigen Fehlergrenzen den theoretisch erwarteten entsprachen.

4. Meßergebnisse zur diaelastischen Moduländerung

4.1. Überblick über die Messungen

Die Bestrahlungen erfolgten an der Tieftemperaturanlage der KFA Jülich /13/. Die Strahlstromdichten lagen zwischen 17,5 und $20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ je nach Wandstärke der Proben. Die Defektkonzentration c wurde aus der Widerstandszunahme mit dem Umrechnungsfaktor /20/

$$\rho_F = 4 \mu\Omega \text{ cm} / \text{at}\% \quad (1)$$

berechnet. Die erhaltenen Schädigungsraten stimmen innerhalb weniger Prozent mit den von Sassin /14/ gemessenen überein (Abb. 9).

Die relative Änderung des Schubmoduls Δ_G wurde direkt aus der Änderung der Periodendauer T (bzw. der Frequenz f) ermittelt.

$$\Delta_G = \frac{T_0^2 - T^2}{T^2} = \frac{f^2 - f_0^2}{f_0^2} \quad (2)$$

T_0 , f_0 sind die Werte bei Bestrahlungsbeginn.

In Abb.10 bis 17 sind die an verschiedenen Kristallen bei verschiedenen Bestrahlungen gemessenen Moduländerungen dargestellt. Man erkennt aus diesen Kurven, daß sich offensichtlich zwei Effekte überlagern. Der eine ist die bei höheren Defektkonzentrationen auftretende lineare Abnahme des Moduls. Das ist die

durch diaelastische Polarisierung der Defekte erzeugte Modulerniedrigung. Die Steigung dieses linearen Teils

$$\alpha = \frac{1}{C} \Delta \epsilon \quad (3)$$

ist die Polarisierbarkeit, wie sie in 2.3.3. Tabelle 1 eingeführt wurde.

Der zweite Effekt ist die zu Beginn einer jeden Bestrahlung auftretende Modulerhöhung, die vom Verankern der Versetzungen herrührt. Dieser Anteil erreicht schon bei relativ niedrigen Defektkonzentrationen eine Sättigung. Der Verlauf entspricht der Funktion 2.4 (55).

Durch mehrmaliges Bestrahlen und anschließendes Aufwärmen der Proben auf Zimmertemperatur wird der Versetzungsanteil reduziert. Das bedeutet, daß nach Ausheilen der Defekte bei Zimmertemperatur ein großer Teil der Versetzungen verankert bleibt. In der nachfolgenden Tabelle 2 sind die aus dem linearen Teil der Meßkurven erhaltenen Polarisierbarkeiten zusammengefaßt.

Kristall		Polarisier- barkeit	Abb.	Bemerkungen	
Nr.	Orientierg. Nr.				
$a = \frac{4}{c} \Delta_{\text{G}}$					
1	111	I	./.	10	hoher Versetzungsanteil
2	111	I	- 19,9	11	
3	111	I	- 18,4	12	
4	100	II	- 26,9	13	
5	100	III	- 26,4	14	
6	111	I	- 28,0	15	Absolutwert falsch infolge Fehljustierung, Näheres in Abschnitt 4.1
7	111	I	- 29,1	15	- " -
8	111	I	- 30,5	15	- " -
9	100	IV	- 72,3	16	- " -
10	111	V	- 21	17	keine Dosiskurve. Wert bestimmt aus Ausheilkurve, große Fehlergrenzen

Tabelle 2

D E M in Aluminium

Die aus Messung Nr. 2-5 erhaltenen Werte zeigen die für die DEM in Aluminium charakteristischen Eigenschaften.

1. Die Polarisierbarkeit ist negativ, d.h. der Kristall wird bei Bestrahlung weicher.
2. Die Werte a sind hoch. Pro Atomprozent Frenkel-Defekte erhält man 19% bzw. 27% Änderung des Schubmoduls.

3. Obwohl Aluminium nahezu isotrop ist, ist die Polarisierbarkeit deutlich anisotrop.

Bei den Messungen Nr. 6 - 9 waren die Proben schlecht im Strahl justiert, wie sich nachträglich herausstellte. Die bei diesen Messungen erhaltenen Schädigungsraten waren um einen Faktor 2 bzw. 3 kleiner als die zu erwartenden bzw. als die bei Nr. 1 - 5 erhaltenen. Daher sind die Absolutwerte der Polarisierbarkeit falsch. Das wird besonders deutlich aus dem Vergleich von Messung Nr. 2 - 3 und Messung Nr. 6 - 8, bei denen derselbe Kristall gemessen wurde. Aus diesem Grunde wurden die Daten der Kurven versuchsweise gegen die Dosis $\phi \cdot t$ aufgetragen. In diesen Diagrammen sind die Steigungen der Kurven 6 - 9 kleiner als die der Kurven 2 - 5, im Gegensatz zu den Δ gegen c - Kurven. Trotzdem sind die Kurven 6 - 9 von Bedeutung, weil das aus ihnen ermittelte Verhältnis von $\frac{\Delta(C_{11}-C_{12})}{2}$ zu ΔC_{44} wieder gut mit den aus Kurve 2 - 5 ermittelten übereinstimmt und damit die Anisotropie der DEM aufzeigt.

Es soll noch erwähnt werden, daß die in 3. 3. beschriebene Strahljustiervorrichtung zum Zeitpunkt der Messungen 6 - 10 noch nicht vorhanden war, sondern daß bei diesen Messungen der Strahl mit einfacheren Mitteln - und offensichtlich großer Unsicherheit - justiert werden mußte.

4.2. Richtungsabhängigkeit und Gitterparameteränderung

Um aus den gemessenen Änderungen der effektiven Moduln verschieden orientierter Kristalle die Änderung der kubischen Moduln C_{ijkl}

(bzw. $C_{\alpha\beta}$ in Voigt'scher Notierung) zu erhalten, muß man berücksichtigen, daß für kubische Kristalle, die in Torsion verformt werden, gilt /15/:

$$\frac{1}{G} = \frac{1}{C_{44}} + 2 \left\{ \frac{2}{C_{11}-C_{12}} - \frac{1}{C_{44}} \right\} \Gamma \quad (4)$$

$$\Gamma = \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 \quad (5)$$

G ist der effektive Torsions- bzw. Schubmodul, C_{44} , C_{11} , C_{12} sind die bekannten in Voigt'scher Induzierung geschriebenen elastischen Konstanten bzw. Moduln. Γ heißt Orientierungsfaktor, die α_i sind die Richtungscosinus der kubischen Kristallachsen mit der Torsionsachse. Die in dieser Arbeit untersuchten Proben waren bezüglich der Torsionsachse $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ bzw. $\langle 111 \rangle$ orientiert. Aus diesem Grunde und wegen der gewählten Geometrie - kreisförmiger Querschnitt und großes äußeres Trägheitsmoment - waren die elastischen Verformungen reine Torsion, d.h. reine Scherungen und frei von Torsion-Biegungs-Kopplung. /7, App.D/16/

Für kleine Änderungen folgt aus (4)

$$\frac{\Delta G}{G} = \frac{\Delta (C_{44}^{-1}) + 2 \left\{ 2 \Delta (C_{11}-C_{12})^{-1} - \Delta (C_{44}^{-1}) \right\} \Gamma}{C_{44}^{-1} + 2 \left\{ 2 (C_{11}-C_{12})^{-1} - C_{44}^{-1} \right\} \Gamma} \quad (6)$$

Man kann leicht zeigen, daß für $\langle 100 \rangle$ -Orientierung $\Gamma = 0$ und für $\langle 111 \rangle$ -Orientierung $\Gamma = 1/3$ ist. Berücksichtigt man, daß

für Aluminium /17/

$$\frac{C_{11} - C_{12}}{2 C_{44}} = 0,81 \quad (7)$$

ist, kann man Gleichung (3) durch die relativen Änderungen der Moduln C_{44} und $C_{11}-C_{12}/2$ ausdrücken. Man findet

$$\text{für } \langle 100 \rangle: \left. \frac{\Delta C}{C} \right|^{100} = \Delta C^{100} = \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} \quad (8)$$

$$\text{für } \langle 111 \rangle: \left. \frac{\Delta C}{C} \right|^{111} = \Delta C^{111} = 0,288 \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} + 0,712 \frac{\Delta (C_{11}-C_{12})}{C_{11}-C_{12}} \quad (9)$$

bzw.

$$\frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = \Delta C^{100} \quad (10)$$

$$\frac{\Delta (C_{11}-C_{12})}{C_{11}-C_{12}} = 1,4045 \Delta C^{111} - 0,4045 \Delta C^{100} \quad (11)$$

Wie man sieht, liefern Torsionsmessungen Aussagen nur über die Schermoduln C_{44} und $C_{11}-C_{12}/2$.

Da die Moduländerung aus der Eigenfrequenz des Pendels /18/

$$f^2 \sim G \cdot \frac{d^3 \cdot w}{l} \quad (12)$$

(G = Schubmodul, d = mittlerer Röhrchendurchmesser, w = Wandstärke, l = Röhrchenlänge)

bestimmt wird, muß bei der Auswertung ferner noch der Einfluß der Gitterparameteränderung berücksichtigt werden.

$$\frac{\Delta C}{C} = 2 \cdot \frac{\Delta f}{f} - 3 \cdot \frac{\Delta a}{a} \quad (13)$$

wobei $\Delta d/d = \Delta \omega/\omega = \Delta l/l = \Delta a/a$. $\Delta a/a$ ist die Änderung des Gitterparameters. Wagner /10/ fand für Aluminium

$$\eta = \frac{1}{f} \cdot \frac{\Delta a}{a} = (1,61 \pm 0,10) \cdot 10^3 \quad (\Omega \text{ cm})^{-1} \quad (14)$$

Mit $\int_F = 4 \cdot 10^{-4} \cdot c \quad \Omega \text{ cm}$ erhält man

$$\frac{\Delta a}{a} = 0,644 c \quad (15)$$

und damit

$$\frac{\Delta C}{C} = 2 \cdot \frac{\Delta f}{f} - 1,93 \cdot c \quad (16)$$

Dieser Wert stellt eine Korrektur von etwa 10% der Meßwerte dar und kann hinreichend genau berücksichtigt werden.

Unter Berücksichtigung der Gleichungen (10) und (11) ergibt sich aus den Daten der Tabelle 2 als Mittelwert:

$$\frac{1}{c} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = -27 \pm 2 \quad (17)$$

$$\frac{1}{c} \frac{\Delta (C_{11} - C_{12})}{C_{11} - C_{12}} = -15 \pm 2 \quad (18)$$

Auf diese Werte wird bei allen weiteren Diskussionen Bezug genommen. Die Berechnung und Zusammensetzung der in (17) und (18) angegebenen Fehler ist im Anhang A dargestellt.

4.3. Temperaturabhängigkeit

Wie in Kap. 2 dargelegt wurde, ist das wichtigste Unterscheidungsmerkmal zwischen der Modulerniedrigung durch diaelastische Polarisation und einer solchen verursacht durch Orientierungsrelaxation der Temperaturverlauf bei Temperaturen oberhalb $\omega\tau = 1$. Um festzustellen, ob die beobachteten Effekte durch einen Relaxationsprozess bewirkt werden, dessen Stufe ($\omega\tau = 1$) unterhalb der Meßtemperatur von 4,2 K liegt, wurde an einem bis $c = 5,4 \cdot 10^{-4}$ bestrahlten $\langle 111 \rangle$ -Kristall der Temperaturverlauf des Schubmoduls untersucht (Abb. 18). Für den Fall der Orientierungsrelaxation würde man aber bei Temperaturen oberhalb der Modulstufe einen Verlauf gemäß Abb. 19 erwarten:

$$\Delta = \frac{\tilde{\Delta}^0}{\tau} \cdot f(\tau) \quad (19)$$

Wegen der niedrigen Temperaturen wäre dieser Effekt sehr ausgeprägt. Die Messungen erfolgten innerhalb eines isochronen Ausheilprogramms mit 10%-Schritten der Anlaßtemperaturen. Nach Anlassen der Probe auf eine bestimmte Temperatur T_i^a wurde die Probe abgekühlt und dann der Modul bei 6 K, 10 K, 15 K usw. jeweils bis knapp unterhalb T_i^a gemessen. Auf diese Weise ergab sich Abb. 18. Ein Vergleich dieser Kurven mit Abb. 19 macht unmittelbar

deutlich, daß die beobachtete Modulerniedrigung weitgehend temperaturunabhängig ist und daher nur durch diaelastische Polarisierung der Defekte verursacht sein kann.

Ein kleiner zusätzlicher temperaturabhängiger Anteil tritt nach Anlassen bei Temperaturen zwischen 38 K und 74 K auf. Dieser Effekt rührt von einem Relaxationsprozess unterhalb 6 K her, der auch in der inneren Reibung beobachtet wird. Er muß einem Defekt zugeschrieben werden, der erst im Bereich der Stufe II gebildet wird. Näheres dazu wird in Kap. 5 gesagt werden. Trägt man die Werte aus Abb. 18 als Funktion der Anlaßtemperatur auf (Abb. 17), erhält man die bekannte Darstellung der isochronen Ausheilkurven. Der Vergleich mit der dort gleichzeitig wiedergegebenen Ausheilkurve des elektrischen Widerstands zeigt eine starke topologische Ähnlichkeit dieser beiden Kurven. Die diaelastische Moduländerung heilt analog zum elektrischen Widerstand aus. Aus dem Vergleich dieser beiden Kurven kann man einige qualitative Schlußfolgerungen hinsichtlich der Polarisierbarkeit der einzelnen im Verlauf der Erholung vorliegenden Defekttypen ziehen:

Im Bereich der Stufe I finden in Aluminium ähnlich wie in einigen anderen Metallen mehrere Prozesse statt. Einmal können die freibeweglichen Zwischengitteratome mit den vorhandenen Leerstellen rekombinieren /19/. Dies verursacht den starken Abfall in der Widerstandskurve. Zum anderen ist auch die Bildung von Zwischengitteratomclustern möglich /20/. Aus Messungen der Huangstreuung weiß man, daß etwa gegen Ende von Stufe I die Zwischengitteratome zum

größten Teil als Zweier-Cluster vorliegen. Aus Abbildung 17 erkennt man, daß die Polarisierbarkeit ($\sim \Delta G / \Delta \rho$) dieser Cluster deutlich größer als zu Beginn der Bestrahlung ist. Sie wird noch größer mit wachsender Clustergröße n in Stufe II. Agglomerate mit etwa $n = 8 - 10$ Atome bilden Versetzungsringe /20/. Deren Bildung ist offensichtlich der Grund für den starken Abfall der Polarisierbarkeit etwa in der Mitte von Stufe II. Über die qualitativen Schlußfolgerungen hinausgehende quantitative Angaben zu machen, ist kaum möglich. Zum einen fehlt die dazu nötige Kenntnis der zahlenmäßigen Zusammensetzung der Cluster nach Größe und Konzentration. Zum anderen finden, wie Keefer et al. /21/ nachweisen konnten, in Stufe I und besonders zu Beginn von Stufe II Versetzungs-Entankerungsprozesse statt, welche in den Verlauf der Modulerholungskurve eingehen.

Im ganzen gesehen kann man aber aus der Erholungskurve erkennen, daß kleine Zwischengitteratomcluster eine größere Polarisierbarkeit zeigen als Einzelzwischengitteratome, während für die als Versetzungsringe vorliegenden großen Cluster eher das Gegenteil der Fall zu sein scheint.

Die Erholungskurve oberhalb 120 K wird bestimmt durch einen starken Versetzungs-Entankerungsprozess, so daß die Polarisierbarkeit der in Stufe III vorliegenden Defekte nicht gemessen werden konnte.

Man kann aus der gesamten Erholung des Moduls ΔG_0 und des Widerstands $\Delta \rho_0$ die Polarisierbarkeit der Defekte unmittelbar nach

Bestrahlungsende ermitteln. Dazu wurde der nicht meßbare Anteil von Stufe III unter Verwendung der von Wenzl et al. /22/ für Stufe III erhaltenen Daten berücksichtigt. Der erhaltene Wert von

$$\frac{1}{\zeta_0} \Delta G_0''' = -21 \pm 4$$

stimmt in Anbetracht der recht groben Berücksichtigung der Stufe III recht gut mit den aus den Dosiskurven ermittelten Werten überein. Er ist unter der Nr. 10 in Tabelle 2 ebenfalls eingetragen worden.

Die hier besprochenen systematischen Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit und zum Erholungsverhalten an einem $\langle 111 \rangle$ -Kristall bestätigen frühere Meßergebnisse an einem $\langle 110 \rangle$ -Kristall, an dem hauptsächlich die innere Reibung untersucht wurde (Abb. 21,22). Diese Kurven wurden folgendermaßen erhalten. Der Modul (und die innere Reibung) wurden als Funktion der Temperatur gemessen. Bei Erreichen einer bestimmten Höchsttemperatur (die immer knapp oberhalb eines Reibungsmaximums lag) wurde die Probe auf 6 K abgekühlt und ein neuer Meßzyklus begonnen. Auf der Ordinate sind die Frequenzquadrate aufgetragen, die direkt proportional zum Modul sind.

Qualitativ findet man das aus Abb. 18 bekannte Verhalten: Abwesenheit einer T^{-1} -Abhängigkeit bei tiefen Temperaturen und Ausheilen des diaelastischen Anteiles. Insbesondere wird die Erholung im Bereich der Stufe I_D in Kurve 1 unmittelbar sichtbar.

4.4. Vergleich mit anderen Messungen

Die einzige bisher bekanntgewordene Messung der DEM an Aluminium wird von Wenzl et al. /23/ beschrieben. Es wurde die Moduländerung von hochreinen polykristallinen Proben nach Bestrahlung mit schnellen Neutronen gemessen. Der in /23/ angegebene Wert ist

$$\frac{1}{c} \frac{\Delta G}{G} = -47 \pm 3$$

Man kann aus den Werten 4.2. (17,18) für die Änderung der kubischen Moduln C_{ij} die für polykristallines Material zu erwartenden Werte der Änderung des effektiven Torsionsmoduls abschätzen. Dies wurde mit Hilfe der näherungsweise gültigen Formeln von Voigt bzw. Reuß /7/ gemacht. Man stellt fest, daß der oben angegebene Wert für neutronenbestrahltes Material etwa doppelt so groß ist wie der, den man aufgrund der Abschätzung für elektronenbestrahltes Material erwarten würde. Falls man davon ausgeht, daß die in /23/ beschriebenen Messungen in Ordnung sind - und aufgrund der sorgfältig geprüften Reproduzierbarkeit der Neutronenbestrahlungsergebnisse besteht kein Grund, daran zu zweifeln - kann dieser Unterschied nur auf die Verschiedenartigkeit der Defektkonfiguration nach Elektronen- und nach Neutronenbestrahlung zurückgeführt werden. Während im Falle der Elektronenbestrahlung im wesentlichen einzelne Zwischengitteratome und Leerstellen vorliegen, erzeugt man mit schnellen Neutronen Kaskaden mit hoher lokaler Defektkonzentration /19/. Einen Hinweis für diese Interpretation liefern Messungen der Huang-Streuung an mit schnellen Neutronen bestrahltem Kupfer /24/, die weiter unten diskutiert werden.

Weiterhin ist diese Auffassung in guter Übereinstimmung mit dem im vorigen Abschnitt Gesagten: Die im Laufe thermischer Erholung erzeugten Cluster zeigen ebenfalls eine wesentlich höhere Polarisierbarkeit als Einzeldefekte.

Es ist eine große Anzahl Messungen an anderen Metallen bekannt /25,42 (Tabelle V)/. Das wohl am häufigsten untersuchte Element von diesen ist Kupfer. In jüngster Zeit wurden insbesondere Einkristalldaten /25/ erhalten, aufgrund derer die Änderung der kubischen Moduln nach Bestrahlung mit thermischen Neutronen bestimmt werden konnte. Die dort angegebenen Werte sind

$$\frac{1}{C} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = -15,8 \quad \frac{1}{C} \frac{\Delta (C_{11} - C_{12})}{C_{11} - C_{12}} = -18,1 \quad (1)$$

Zur Kontrolle haben wir im Rahmen einer weiteren Arbeit /26/ die Polarisierbarkeit von Cu nach Elektronenbestrahlung an einem Polykristall gemessen. Der dabei erhaltene Wert von

$$\frac{1}{C} \frac{\Delta G}{G} = -17 \pm 2$$

stimmt sehr gut mit den Werten von Rehn /25/ überein. Zum besseren Vergleich sind in der folgenden Tabelle die absoluten Änderungen der elastischen Moduln eingetragen, die man pro 100%-Defekte erhalten würde.

Material	$\frac{1}{c} \Delta C_{44} / 10^{12} \frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2}$	$\frac{1}{c} \Delta \frac{C_{11}-C_{12}}{2} / 10^{12} \frac{\text{dyn}}{\text{cm}^2}$
Aluminium (diese Arbeit)	- 8.53	- 4.19
Kupfer * /25/	-12.92	- 4.64

Tabelle 4: Absolute Änderung der Moduln C_{44} und $C_{11}-C_{12}/2$

* Diese Zahlen wurden mit den Werten 4.4.(1) errechnet.

Dabei ist zu beachten, daß Kupfer - im Gegensatz zu Aluminium - anisotrop ist ($\frac{2 C_{44}}{C_{11}-C_{12}} = 3,18$ für Cu; $\frac{2 C_{44}}{C_{11}-C_{12}} = 1,21$ für Al).

Die qualitative und quantitative Übereinstimmung zwischen den Werten für Aluminium und Kupfer ist ganz hervorragend, insbesondere wenn man bedenkt, daß die Ergebnisse mit ganz verschiedenen Meßmethoden nach verschiedenartiger Bestrahlung gefunden wurden. Allerdings ist zum letzteren Punkt zu sagen, daß die Unterschiede in der Defektstruktur nach Elektronen- bzw. Bestrahlung mit thermischen Neutronen nicht so verschieden voneinander sind wie nach Bestrahlung mit schnellen Neutronen /19/. Dementsprechend paßt es sehr gut in den Rahmen der hier gemachten Interpretationen, daß der von Wenzl et al. /23/ gefundene Wert der Polarisierbarkeit für Kupfer nach Bestrahlung mit schnellen Neutronen

$$\frac{1}{c} \frac{\Delta C}{C} = -39 \pm 3$$

wieder etwa doppelt so hoch ist.

Insgesamt muß man feststellen, daß die DEM von den experimentellen Ergebnissen her in den beiden Metallen Aluminium und Kupfer weitgehend analoge Eigenschaft zeigt, und zwar hinsichtlich dreier Gesichtspunkte: Ihrer zahlenmäßigen Größe, ihrer Anisotropie und der Abhängigkeit von der Bestrahlungsart bzw. von der Defektkonfiguration.

Ein noch in gewissem Umfange offenes Problem ist die Frage nach dem Einfluß der Leerstelle. Folweiler und Brotzen /27/ führten Messungen an abgeschreckten Aluminiumproben durch, und aus ihren Daten ergibt sich für Leerstellen eine Polarisierbarkeit von

$$\frac{1}{C} \left. \frac{\Delta G}{G} \right|_{L.S.} = -5$$

Allerdings wurde die Leerstellenkonzentration bei diesem Experiment nicht unmittelbar gemessen und darüber hinaus der möglicherweise vorhandene Einfluß von Versetzungen gar nicht in Betracht gezogen, so daß der o.g. Wert mit großer Vorsicht zu behandeln ist.

Jüngste theoretische Rechnungen /28/ zeigen jedoch eine gute Übereinstimmung mit diesem Wert, nämlich

$$\frac{1}{C} \left. \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} \right|_{L.S.} = -4,5 \quad \frac{1}{C} \frac{\Delta(C_{11}-C_{12})}{C_{11}-C_{12}} = -8,0$$

Diese Rechnungen werden weiter unten noch eingehender diskutiert.

4.5. Die diaelastische Polarisation des Zwischengitteratoms in der $\langle 100 \rangle$ -Hantelkonfiguration

Die großen gemessenen Wert der diaelastischen Polarisation kann man nach Dederichs /4/ durch das folgende theoretische Modell erklären.

Man geht aus von Gleichung 2. (38)

$$\underline{\underline{\dot{\Phi}}} \cdot \underline{\underline{\xi}} = - \underline{\underline{\Psi}} \cdot \underline{\underline{\xi}} \quad (1)$$

Mit Hilfe der Streumatrix $\underline{\underline{t}}$ läßt sich diese Gleichung schreiben als

$$\underline{\underline{\Psi}} \cdot \underline{\underline{\xi}} = \underline{\underline{t}} \cdot \underline{\underline{\xi}} = \underline{\underline{t}} \underline{\underline{\xi}} \underline{\underline{R}} \quad (2)$$

wobei

$$\underline{\underline{t}} = \underline{\underline{\Psi}} - \underline{\underline{\Psi}} \frac{1}{\underline{\underline{\Phi}} + \underline{\underline{\Psi}}} \underline{\underline{\Psi}} \quad (3)$$

Damit wird in Gleichung 2.(41) unter Berücksichtigung 2(44)

$$\Delta \mathcal{U} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\xi}}, \underline{\underline{t}} \underline{\underline{\xi}}) = \frac{c}{2} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} X_j^u t_{ik}^{uu} X_l^u \quad (4)$$

Nach 2.1 erhält man daraus die Änderung der elastischen Moduln

$$\Delta (V_2 C_{ijkl}) = c t_{ik}^{uu} X_j^u X_l^u \quad (5)$$

Die in (3) vorkommende Größe $(\underline{\underline{\Phi}} + \underline{\underline{\Psi}})^{-1}$ ist die Green'sche Funktion im Defektraum. Sie kann nach ihren Eigenfunktionen $S_i^u(\alpha)$ entwickelt werden, wobei α der Index der Eigenfunktionen ist /29/

$$\{(\underline{\underline{\Phi}} + \underline{\underline{\Psi}})^{-1}\}_{ij}^{u'u'} = G_{ij}^{u'u'} = \sum_{\alpha} \frac{S_i^u(\alpha) S_j^{u'}(\alpha)}{\lambda_{\alpha}^2} \quad (6)$$

wobei gilt

$$\lambda_{\alpha}^2 > 0 \quad (7)$$

Damit lautet Gleichung (5)

$$\begin{aligned} \Delta(V_2 C_{ijke}) &= c X_j^{\underline{u}} \psi_{ik}^{\underline{u} \underline{u}} X_e^{\underline{u}} \\ &- c \sum_{\alpha} \frac{1}{\lambda_{\alpha}^2} X_j^{\underline{u}} \psi_{ik}^{\underline{u} \underline{u}'} S_{\alpha}^{\underline{u}'}(\alpha) S_{\alpha}^{\underline{u}}(\alpha) \psi_{ke}^{\underline{u}' \underline{u}} X_e^{\underline{u}} \end{aligned} \quad (8)$$

Der erste Term in (8) liefert den unmittelbar von den Federänderungen herrührenden Anteil. Er wurde schon in früheren theoretischen Arbeiten /30,31/ berücksichtigt. Man war aber nicht in der Lage, die Größe der experimentellen Werte der DEM mit ihm allein zu erklären.

Der zweite Term dagegen, im folgenden als Polarisations-term bezeichnet, kann große Beiträge liefern. Außerdem sind diese immer negativ, da die Matrixelemente $(X_{\underline{i}} \psi_{\underline{j}}^{\underline{u}})$ quadratisch vorkommen und wegen (7).

Große, negative Moduländerungen ergeben sich dann, wenn die Eigenwerte klein sind und / oder wenn die Matrixelemente $(X_{\underline{i}} \psi_{\underline{j}}^{\underline{u}})$ groß sind (quadratisch!). Es tragen aber nicht alle Eigenfunktionen $s_{\alpha}^{\underline{u}}$ zum Effekt bei, sondern nur solche, für die

$$S_{\alpha}^{\underline{u}}(\alpha) = - S_{\alpha}^{\underline{u}}(\alpha) \quad (9)$$

ist. Der Grund dafür ist die Symmetrieeigenschaft der $R^{\underline{u}}$ und der $\psi^{\underline{u} \underline{u}}$:

$$\underline{X}^{\underline{u}} = - \underline{X}^{-\underline{u}} \quad (10)$$

(homogene Verformung)

$$\psi^{\underline{u} \underline{u}'} = \psi^{-\underline{u}, -\underline{u}'} \quad (11)$$

(Inversionsymmetrie)

Schwingungsmoden mit der Eigenschaft (9) wurden von Dederichs, Lehmann und Scholz /33,36/ bei der Untersuchung des dynamischen Verhaltens der ZGA-Hantel gefunden, wobei diese Rechnungen für die Modellsubstanz Kupfer gemacht wurden. An einer der von ihnen entdeckten resonanten Schwingungsmoden läßt sich deren Einfluß ganz besonders deutlich und anschaulich verstehen. Diese Mode ist in Abb. 20 dargestellt. Die Feder zwischen den beiden Hantelatomen ist stark vorgespannt. Bei einer Verschiebung senkrecht zur Hantelachse erhält man dadurch eine Kraft in Richtung dieser Verschiebung, d.h. diese Anordnung wirkt wie eine Blattfeder mit negativer Rückstellkraft. Diese kompensiert teilweise die übrigen Federkräfte in der Umgebung der Hantel und die derart reduzierte Rückstellkraft der ganzen Defektanordnung ist der Grund für das starke "Weicher"-werden des Kristalls gegen bestimmte Verformungen.

Auch die Anisotropie läßt sich an diesem Beispiel erklären. Rein anschaulich wird man schon erwarten, daß eine Scherung senkrecht zur Hantelachse, d.h. in $\langle 100 \rangle$ -Richtung, besonders stark mit der soeben besprochenen Mode koppelt. Der Modul C_{44} beschreibt aber gerade Scherungen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung und man wird für diese Mode einen großen Beitrag zur Moduländerung erwarten. Dagegen beschreibt $(C_{11} - C_{12})/2$ Scherungen längs Flächendiagonalen $\langle 110 \rangle$, und daher sollte der Effekt für diesen Modul wesentlich kleiner sein.

Die reduzierten Rückstellkräfte sind auch der Grund für die niedrige Eigenfrequenz ω_α der beschriebenen Mode ($\omega_\alpha \sim 0,16 \omega_{max}$). Da die Eigenwerte unmittelbar mit den Eigenfrequenzen verknüpft sind,

$$\lambda_\alpha^2 \cong m \omega_\alpha^2 \quad (12)$$

liefern nach Gl. (8) die in Abb. (22) dargestellten Resonanzmoden große Beiträge zur DEM. Daneben müssen aber auch höher frequente Beiträge berücksichtigt werden, wenn die entsprechenden Matrixelemente einen wesentlichen Betrag liefern, da diese ja quadratisch in (8) eingehen.

Die ausführliche Rechnung bei Mitnahme aller Eigenmoden liefert folgendes Ergebnis für Kupfer:

$$\frac{1}{C} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = -28,3 \quad \frac{1}{C} \frac{\Delta(C_{11}-C_{12})}{C_{11}-C_{12}} = -6,0 \quad (13)$$

Der in Gleichung (8) von der Volumenänderung von V_z herrührende Anteil ist in diesen Zahlen mit berücksichtigt.

Die durch Leerstellen verursachte Änderung der Elastizitätsmoduln läßt sich ebenfalls mit dem obigen Verfahren bestimmen. Für diese liefert Gleichung (8) nach Breuer /28/ ebenfalls wieder für Kupfer:

$$\frac{1}{C} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = -4,5 \quad \frac{1}{C} \frac{\Delta(C_{11}-C_{12})}{C_{11}-C_{12}} = -8,0 \quad (14)$$

Ein weiterer, bisher noch nicht berücksichtigter Beitrag zur DEM ergibt sich durch die Änderung der Kopplungsmatrix aufgrund der Anharmonizität des Gitters. Bekanntlich bewirken die Defekte eine Aufweitung des Gitters, die sich im endlichen Kristall aus zwei Anteilen zusammensetzt /3,34/:

$$\Delta V_{\text{endlich}} = \Delta V_{\infty} + \Delta V_{\text{Bild}} \quad (15)$$

Der Anteil ΔV_{Bild} rührt her von den Bildkräften, die man an der Oberfläche des endlichen Kristalls anzubringen hat, wenn man sich diesen aus dem unendlichen Material herausgeschnitten denkt. Sie ersetzen gewissermaßen die rücktreibende Wirkung des außen weggeschnittenen Materials.

Jede Volumenaufweitung liefert aufgrund der Anharmonizität des Gitters eine Änderung der elastischen Moduln. Der Anteil von ΔV_∞ wurde bei der Berechnung der Werte (13) in den lokal geänderten Federkonstanten φ_{mn} berücksichtigt. Den Beitrag von den Bildkräften kann man folgendermaßen bestimmen. Nach Eshelby /34/ ist

$$\Delta V_{\text{endlich}} = 3 \cdot \frac{1-\nu}{1+\nu} \Delta V_\infty \quad (16)$$

wobei ν die Poissonzahl ist. (16) in (15) eingesetzt, liefert

$$\Delta V_{\text{Bild}} = \left(3 \frac{1-\nu}{1+\nu} - 1 \right) \Delta V_\infty \quad (17)$$

Mit $\nu = 1/3$ für Aluminium wird

$$\Delta V_{\text{Bild}} = \frac{1}{2} \Delta V_\infty = \frac{1}{3} \Delta V_{\text{endlich}} \quad (18)$$

Die Größe $\Delta V_{\text{endlich}}$ ist aus Röntgenmessungen bekannt. Es gilt nämlich /3, 20/

$$\frac{\Delta V_{\text{endlich}}}{V} = c \cdot \frac{1}{K} \cdot \frac{P_{ii}}{3 V_2} \quad (19)$$

(K = Kompressionsmodul, c = Defektkonzentration, P = Doppelkraft-tensor, V_2 = Atomvolumen).

Da die Bildkräfte lediglich eine homogene Verformung des Kristalls bewirken, kann man ihren Beitrag zu den Moduländerungen über die Druckabhängigkeit der elastischen Moduln berechnen.

$$\begin{aligned} \Delta C_{\alpha\beta} &= \frac{\partial C_{\alpha\beta}}{\partial V} \cdot \Delta V_{\text{Bild}} \\ &= \frac{\partial C_{\alpha\beta}}{\partial p} \cdot \frac{\partial p}{\partial V} \cdot V \cdot \frac{\Delta V_{\text{Bild}}}{V} \\ &= -\frac{\partial C_{\alpha\beta}}{\partial p} \cdot c \cdot \frac{1}{3} \cdot \frac{\text{Sp } P}{3 V_2} \end{aligned}$$

bzw.

$$\frac{1}{c} \cdot \Delta C_{\alpha\beta} = -\frac{1}{9} \frac{\partial C_{\alpha\beta}}{\partial p} \cdot \frac{\text{Sp } P}{V_2} \quad (20)$$

Die rechts stehenden Größen sind alle aus der Literatur bekannt /17, 20, 35/, und man erhält

$$\frac{1}{c} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} = - 3,6 \qquad \frac{1}{c} \frac{\Delta (C_{11} - C_{12})}{C_{11} - C_{12}} = - 3,2 \qquad (21)$$

Der Vergleich der experimentell ermittelten Daten mit den verschiedenen Beiträgen (13), (14) und (21) zeigt:

1. Leerstellen tragen mit einem Anteil von etwa 12% (in C_{44}) und 33% (in $C_{11} - C_{12}/2$) zur gemessenen Modulerniedrigung bei.
2. Der Beitrag der Bildkräfte liegt in einer ähnlichen Größenordnung von 13% bzw. 20%.
3. Einen ganz wesentlichen Beitrag liefern die in Gleichung (8) gezeigten Polarisationssterme. Diese wurden in den bisher veröffentlichten Theorien /25,26,30/ nicht berücksichtigt. In diese Terme gehen vor allem die Symmetrien der Defektkonfiguration über die Verschiebungsmoden $\underline{s}^{\text{III}}(\alpha)$ ein. Verformungen, die aufgrund ihrer Symmetrie stark mit den $\underline{s}^{\text{III}}(\alpha)$ koppeln, liefern eine große, negative Moduländerung. Das ist im Falle der $\langle 100 \rangle$ -Hantelkonfiguration des Zwischengitteratoms für eine $\langle 100 \rangle$ -Scherung, d.h. für C_{44} der Fall. Dagegen sind $\langle 110 \rangle$ -Scherungen nahezu orthogonal zu den $\underline{s}^{\text{III}}(\alpha)$ der Hantel, und die Moduländerung von $C_{11} - C_{12}/2$ ist infolgedessen klein. Die Meßdaten 4.2 (17) und 4.2 (18) zeigen die Anisotropie, die man für das Zwischengitteratom in $\langle 100 \rangle$ -Hantelkonfiguration aufgrund der theoretischen Voraussagen (13) erwartet.

5. Paraelastische Relaxationerscheinungen in e-bestrahltem Aluminium

Die Messung der Maxima der inneren Reibung und ihrer zugehörigen Modulstufen liefert u.a. detaillierte Aussagen über Art und Struktur des vorliegenden Defekts. Ausführliche Untersuchungen an n-bestrahltem und α -bestrahltem hochreinen Aluminium liegen bereits vor /37,38/. Daher lag die Fragestellung nahe, ob es in e⁻-bestrahltem Material signifikante Unterschiede zu den vorigen gibt. Aus diesem Grunde wurde an einem $\langle 110 \rangle$ -Kristall die innere Reibung näher untersucht (Abb. 21, Abb. 22). Im Temperaturbereich zwischen 4 K und 100 K findet man sechs Maxima der inneren Reibung, die nach steigender Temperaturlage mit 0,1 , ..., 5, bezeichnet werden. Diese Bezeichnung ist identisch mit derjenigen in /37/. Maximum 1 wurde nicht in Abb. 21,22 gefunden, da die Probe vor Beginn der Meßkurve 1 bereits auf 25 K gewesen war. Es wurde im Verlauf mehrerer anderer Messungen gefunden, deren eine in Abb. 23 dargestellt ist.

Maximum 0: Von diesem Maximum konnte bei einer Meßfrequenz von 44 Hz nur ein Teil der Hochtemperaturflanke gesehen werden. Daß es sich um einen echten Relaxationsprozess handelt, beweist die T^{-1} -Abhängigkeit des Schubmoduls (Abb. 18,22) im Bereich der Anlaßtemperaturen zwischen 38 K und 67 K (siehe weiter unten). Aus diesem Anstieg ermittelt man eine Relaxationsstärke von

$$\tilde{\Delta}^0 \approx 5 \cdot 10^{-3}$$

und bei einer Maximumslage unterhalb 5 K

$$\tilde{\Delta}^0 = \frac{\tilde{\Delta}}{T} \geq 10^{-3}$$

Dies stimmt überein mit den Q^{-1} -Werten, für die man aus Abb. 21 entnimmt

$$\Delta^0 > 2 \cdot 10^{-4}$$

Aus den Q^{-1} -Werten bei 6 K kann man das Erholungsverhalten dieses Maximums bestimmen. Dazu wurde während der in 4.3. besprochenen Erholungsmessungen die Innere Reibung bei 6 K und 10 K gemessen, und diese Werte sind in Abb. 24 gegen die Anlaßtemperatur aufgetragen. Während die Q^{-1} (10 K)-Werte praktisch konstant bleiben, steigen die Q^{-1} (6 K)-Werte bei 35 K stark an. Das bedeutet, Maximum O wird im Bereich der Stufe I_D gebildet. Es bleibt praktisch konstant zwischen 50 K und 65 K und heilt bei höheren Temperaturen (65-90 K) wieder vollständig aus.

Aus Röntgenmessungen weiß man /20/ (vgl. Kap. 4.3.), daß in Stufe I_D u.a. Zwischengitteratomcluster gebildet werden, deren Größe im Verlauf der Stufe II anwächst und die bei etwa 80 K kontinuierlich in Versetzungsringe übergehen. Es erscheint plausibel, Maximum O auf die Bildung und Umlagerung dieser Agglomerate zurückzuführen.

Auch Ehrensberger /37/ fand nach n-Bestrahlung ein Anwachsen der Inneren Reibung unterhalb 8 K nach tiefen Temperaturen hin (Meßfrequenz 65 Hz). Außerdem ist die durch diese Meßpunkte gelegte Kurve bei einer höheren Meßfrequenz von 258 Hz deutlich zu höheren Temperaturen verschoben. Dieses Ergebnis kann zwanglos durch eine Verschiebung der Debye-Kurve durch die höhere Meßfrequenz gedeutet werden. Es scheint klar, daß es sich hier um dasselbe Maximum handelt wie in unseren Messungen und daß der Effekt nicht durch Heliumtröpfchen (bei 8 K und 0,5 Torr

Heliumdruck) verursacht wird, wie in /37/ angenommen wird. Berücksichtigt man ferner die schon erwähnte Tatsache, daß bei Bestrahlung mit schnellen Neutronen von vorneherein Zwischengitteratomcluster gebildet werden, so ist klar, daß Maximum 0 schon unterhalb Stufe I_D auftreten sollte, was tatsächlich bei den Messungen von Ehrensberger der Fall ist.

Maximum 1 (Abb. 23)

Dieser Peak tritt bei etwa 19 K auf und heilt an der Maximalstelle aus. Es handelt sich um denselben, der nach n-Bestrahlung /37/ gefunden wurde, und der der Relaxation engbenachbarter Paare zugeordnet wird.

Maximum 2, 3, 4, 5 (Abb. 21)

Auch diese Maxima stimmen hinsichtlich Temperaturlage, Höhe und Ausheilverhalten mit denen nach α - bzw. n-Bestrahlung gefundenen überein /37,38/. Maximum 2 und 4 heilen im Bereich der Maximaltemperatur aus, d.h. im Bereich der Stufen II_1 bzw. II_2 (vgl. /19/). Sie werden der Relaxation 2- bzw. höher atomiger Cluster zugeschrieben /38/. Ehrhart /20/ konnte zeigen, daß Stufe II_1 durch die Auflösung von Doppel-ZGA und Stufe II_2 durch die Auflösung eines (oder mehrerer) höheratomiger Cluster zustande kommt.

Von verschiedenen Autoren /37,39/ wird Maximum 2 erklärt durch die Relaxation eines kleinen, noch nicht ausgeheilten Restes der in I_D beweglichen Zwischengitteratome. Man kann jedoch mit folgendem einfachen Argument zeigen, daß diese Möglich-

keit ausgeschlossen werden muß. Aus den Erholungskurven des elektrischen Widerstandes /19/ entnimmt man für die Mitte der Stufe I_D (~ 35 K) eine Zeitkonstante für die Erholung von etwa $\tau_{\text{erh.}} \approx 260$ sec. Um andererseits die Maximumbedingung $\omega \tau_{\text{rel.}} = 1$ bei einer Pendelfrequenz von 44 Hz erfüllen zu können, benötigt man eine Zeitkonstante von $\tau_{\text{rel.}} = (2\pi 44)^{-1} \approx 3,6 \cdot 10^{-3}$ sec. Selbst wenn man annimmt, daß in $\tau_{\text{erh.}}$ eine mittlere Schrittzahl von $n = 10 \dots 1000$ bis zum Rekombinationsprozess enthalten ist, so ist die Sprungfrequenz der Zwischengitteratome um einige Größenordnungen zu klein, um die Maximumsbedingung erfüllen zu können. Anders formuliert, wenn man $n \cdot \tau_{\text{rel.}} = (3,6 \cdot 10^{-2} \dots 3,6)$ sec als Zeitkonstante für die Erholung annimmt, so wären innerhalb einer Zeit von $0,16 \dots 16$ sec 99 % der Zwischengitteratome bei der Temperatur des Maximums entfernt. Üblicherweise benötigt man aber zum Messen eines Reibungsmaximums eine Zeit der Größenordnung "Stunden". Das Relaxationsmaximum des Zwischengitteratoms kann bei Pendelexperimenten üblicher Frequenzen nicht in Erscheinung treten.

Interessant hinsichtlich seines Ausheilverhaltens ist Maximum 3. Es wird erst nach Erholung von Peak 4 sichtbar. Ob es sozusagen von Anfang an vorgelegen hat oder ob es erst im Verlauf der Stufe I bzw. II_1 gebildet wurde, läßt sich daher nicht feststellen. Aus Abb. 21 geht hervor, daß es im Bereich zwischen 80 K und 100 K ausheilt.

Es soll noch erwähnt werden, daß bei diesen Messungen das Bordonmaximum aufgrund der Bestrahlung vollkommen unterdrückt war und erst nach Auslagern bei Zimmertemperatur wieder auftrat.

Abb. 22 zeigt die den Q^{-1} -Kurven entsprechenden Modulkurven. Man erkennt die jedem Maximum entsprechende Modulstufe (Gleichung 2 (27a)). Jedoch sind diese durch Ausheilprozesse bzw. durch die normale T-Abhängigkeit des Elastizitätsmodul in ihrer Form teilweise verzerrt.

In der Parallelverschiebung der Kurven erkennt man unmittelbar das Ausheilen der diaelastischen Modulerniedrigung. Insbesondere entspricht der steile Anstieg in Kurve 1 der Erholung der DEM in Stufe I_D .

Zusammenfassend läßt sich folgendes feststellen:

1. Das Spektrum der inneren Reibung von e^{-} -bestrahltem Aluminium ist weitgehend identisch mit denen nach α - bzw. n-Bestrahlung.
2. Die Relaxation des ZGA (Hantel) kann aufgrund der hohen Pendelfrequenz - wie in /37/ und /38/ auch - nicht gesehen werden.

6. Zusammenfassung

An einkristallinen Aluminiumproben wurden die Änderungen der elastischen Eigenschaften nach Tieftemperaturelektronenbestrahlung untersucht. Die Messungen wurden an einem tieffrequenten Torsionspendel (typische Torsionsfrequenz 40 Hz) durchgeführt. Es wurden sowohl die Innere Reibung als auch der Torsionsmodul mit hoher Genauigkeit als Funktion der Bestrahlungsdosis bzw. der Temperatur gemessen. Die beobachteten Effekte lassen sich ihrer Natur nach in zwei verschiedene Kategorien einteilen:

1. Ein äußeres Spannungsfeld induziert elastische Dipolmomente der Defekte und führt zur diaelastischen Moduländerung (DEM). Die Messungen zeigen, daß diese negativ, sehr groß und anisotrop ist. Pro Prozent Defekte erhält man eine relative Erniedrigung des Moduls C_{44} von -27%, des Moduls $C' = C_{11} - C_{12}/2$ von -15%.

Solch große Moduländerungen waren lange Zeit unverstanden. Theoretische Modellrechnungen jüngster Zeit haben offensichtlich eine Klärung dieser Fragen herbeigeführt. Durch das Hineinzwängen des Defektes in das Zwischengittergebiet entstehen in der Defektumgebung stark zusammengedrückte "Federn". Bei Scherbeanspruchung senkrecht zu ihrer Längsachse wirken sie wie Blattfedern mit negativer Rückstellkraft und reduzieren die Rückstellkräfte des ungestörten Gitters. Entsprechend den ausgeprägten, unterschiedlichen Symmetrien der verschiedenen Modelle, die in der Vergangenheit für das Zwischengitteratom

vorgeschlagen wurden, sind auch ausgeprägte Unterschiede in den Änderungen der verschiedenen kubischen Moduln C_{ij} zu erwarten. Der Vergleich der Anisotropie der experimentell ermittelten Daten mit den Rechnungen zeigt die Eigenschaften, die man für das Zwischengitteratom in der $\langle 100 \rangle$ -Hantelkonfiguration erwartet. Darüber hinaus stimmen auch die absoluten Werte erstaunlich gut sowohl mit den theoretischen Werten als auch mit vergleichbaren Zahlen für Kupfer überein.

Das Ausheilverhalten der DEM zeigt, daß kleine Zwischengitteratomcluster eine noch höhere Polarisierbarkeit haben als einzelne Zwischengitteratome, daß aber Agglomerate in Form von Versetzungsscheibchen nur schwach polarisierbar sind.

2. Defekte können bereits von Natur aus ein permanentes elastisches Dipolmoment haben. In diesem Falle können sie in einem äußeren Spannungs- oder Dehnungsfeld in energetisch günstigere Lagen umorientieren. Diese Prozesse führen zu Maxima in der Inneren Reibung und zu einer charakteristischen Modulerniedrigung.

Es wird gezeigt, daß die gefundenen Maxima der Inneren Reibung - bis auf das bekannte, von eng benachbarten Paaren erzeugte 19 K Maximum - durch Defektcluster verursacht wurden. Insbesondere konnte eine Erhöhung der Inneren Reibung bei sehr tiefen Temperaturen im Gegensatz zur Interpretation in einer anderen Arbeit ebenfalls eindeutig als Reibungsmaximum identifiziert werden. Im übrigen zeigen diese Messungen, daß die Temperaturabhängigkeit der Inneren Reibung und des Modulleisteffektes weitgehend identisch ist mit der, die nach Bestrahlung mit Neutronen und α -Teilchen beobachtet wird.

Anhang: Fehlerabschätzung

1) Durch Störsignale mechanischen oder elektronischen Ursprungs verursachte Fehler:

Die Frequenz des Pendels wird bestimmt aus (3.4(7))

$$B_n = 10^6 \cdot n \cdot T$$

Dabei wird die Zeit $n \cdot T = t$ festgelegt durch die Schaltzeitpunkte des Nulldurchgangszählers. Diese können durch zwei Ursachen verschoben werden, nämlich einmal durch statistisch auftretende Störsignale (Abb. 25b) und zum anderen durch systematische Verschiebung des Schaltzeitpunktes durch eine endliche Schaltschwelle bei kleiner werdendem Signal (Abb. 25c). Den ersten Fehler kann man unmittelbar aus der Reproduzierbarkeit der Meßwerte ablesen. Der zweite läßt sich folgendermaßen abschätzen:

Aus

$$u = u_0 e^{-\sigma t} \sin \omega t$$

erhält man

$$\Delta t_2 - \Delta t_1 \cong \frac{1}{\omega} \cdot \frac{u_s}{u_0} \left\{ e^{\sigma n T} - 1 \right\}$$

wobei U_s die endliche Schaltschwelle ist. Man erhält daraus für den relativen Fehler in der Bestimmung des Moduls

$$\frac{\delta C}{C} = 2 \frac{\delta \omega}{\omega} = 2 \frac{\delta B_n}{B_n} = 2 \cdot \frac{\Delta t_2 - \Delta t_1}{n \cdot T} = \frac{1}{\pi \cdot n} \frac{u_s}{u_0} \left\{ e^{\pi Q^2 n} - 1 \right\}$$

Der Fehler wächst mit steigender Dämpfung Q^{-1} , und man erhält z.B. für die typischen Werte $n = 10^2$, $U_s/U_0 = 10^{-6}$ und

$$Q^{-1} = 10^{-4} \dots 10^{-2} :$$

$$\frac{\delta Q}{Q} \in \{ 10^{-10} \dots 3 \cdot 10^{-7} \}$$

Dieser Fehler kann vernachlässigt werden. Demnach ist die obere Grenze der Unsicherheit der Modulmessung

$$\frac{\delta Q}{Q} \leq 6 \cdot 10^{-6}$$

2) Während einer Bestrahlung ändern sich Druck und Dichte des durchfließenden Heliums. Dies ruft über die damit verbundenen Änderungen der Reibung des Pendels Frequenzschwankungen in den Dosiskurven hervor. Die daherrührenden Unsicherheiten in der Bestimmung der Steigung des linearen Teils betragen maximal

$$\delta \left(\frac{1}{c} \Delta_Q \right) = \pm 1$$

für beide Kristallorientierungen.

3) Abweichung der Kristallorientierung

Es ist der Orientierungsfaktor (4.1(5))

$$T = \sum_{i \neq j} \alpha_i^2 \alpha_j^2 \quad (1)$$

und

$$\delta T = 2 \cdot \alpha_1 (\alpha_2^2 + \alpha_3^2) \delta \alpha_1 \quad (2)$$

+ zykl.

Ferner gilt

$$\sum_i \alpha_i^2 = 1 \quad (3)$$

Aus (2) und (3) erhält man unmittelbar, daß $\delta \Gamma = 0$ für Γ (100) und Γ (111) ist. Erst quadratische Terme liefern einen Fehler! Die Berechnung dieser Beiträge erfolgt am zweckmäßigsten für jede Orientierung einzeln. Man findet

$$\delta \Gamma_{100} \approx \delta \Gamma_{111} \approx 4(\delta \alpha)^2$$

wobei $\delta \alpha$ der Fehler in der Angabe der Kristallorientierung ist.

$$\delta \alpha = \delta(\omega \varphi) \leq \delta \varphi$$

Damit wird für beide Orientierungen

$$\delta \Gamma \leq 4(\delta \varphi)^2 = 4 \cdot \left(\frac{1}{20}\right)^2 = 10^{-2}$$

wobei der für $\delta \varphi$ eingesetzte Wert einer Fehlorientierung von 3° entspricht. Aus Gleichung (4,1(4)) läßt sich nun die Beziehung errechnen:

$$-\frac{\delta(\Delta_4)}{\delta \Gamma} = G \cdot 2 \cdot [2(C_{11} - C_{12})^{-1} - C_{44}^{-1}] \cdot \left\{ \frac{2 \cdot \Delta(C_{11} - C_{12})^{-1} - \Delta C_{44}^{-1}}{2(C_{11} - C_{12})^{-1} - C_{44}^{-1}} + \Delta G \right\}$$

wobei $G^{-1} = C_{44}^{-1} + 2(2(C_{11} - C_{12})^{-1} - C_{44}^{-1}) \cdot \Gamma$ ist. Die Anwendung dieser Gleichung auf die Orientierungen $\Gamma = 0$ und $\Gamma = 1/3$ ergibt schließlich

$$\frac{\delta \left(\frac{1}{c} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}} \right)}{\frac{1}{c} \frac{\Delta C_{44}}{C_{44}}} \approx \frac{\delta \left(\frac{1}{c} \frac{\Delta(C_{11} - C_{12})}{C_{11} - C_{12}} \right)}{\frac{1}{c} \frac{\Delta(C_{11} - C_{12})}{C_{11} - C_{12}}} \leq 2 \cdot 10^{-2}$$

4) Fehler in der Dosismessung

Die Konzentration c wurde aus der Widerstandsänderung $\Delta \rho$ mittels folgender Relation berechnet

$$c = \frac{1}{\rho_F} \cdot \Delta \rho \qquad \rho_F = 400 \, \mu\Omega \text{cm} / 10^{-3}$$

wobei $\Delta \rho$ in $\mu\Omega \text{cm}$ einzusetzen ist. Der Zahlenwert 400 ist nicht sehr sicher bekannt. Es werden in der Literatur Werte zwischen 360 ... 400 angegeben. Bei einem Vergleich der $(\frac{1}{c} \Delta \rho)$ -Werte verschiedener Autoren ist darauf zu achten.

Die Genauigkeit der Bestimmung der Widerstandsänderung $\Delta \rho$ ist etwa 0,1 %. Eine Fehlerquelle ergibt sich jedoch aufgrund der Tatsache, daß die Schädigungsrate wegen der Strahlaufweitung nicht in allen Umfangselementen der Probe dieselbe ist (vgl. dazu 3.1). Geht man davon aus, daß die Untersuchungen von Mohrenstein-Ertel /11/ wegen der größeren Wandstärke unserer Proben Maximalwerte des möglichen Fehlers der Konzentration darstellen, so wären diese Fehler

$$\frac{|\delta c|}{c} < 2 \cdot 10^{-2}$$

Faßt man alle möglichen Fehlerquellen zusammen, so kommt man auf folgende Fehlergrenzen:

$$\delta \left(\frac{1}{c} \Delta \right) = \pm 2.0$$

für beide Kristallorientierungen. Die DEM liegt bei -19 bzw. -27, so daß der relative Gesamtfehler der Messungen etwa 10 % beträgt.

- /1/ G. Leibfried in: Theory of condensed matter, IAEA,
Wien 1968
- /2/ H. Kanzaki J. Phys. Chem. Solids 2, 107, 1957
- /3/ R. Siems Jül-545-FN, 1968
- /4/ P.H. Dederichs wird veröffentlicht
- /5/ A. Seeger, E. Mann J. Phys. Chem. Solids 23, 639 (1962)
R.v.Jan
- /6/ Cl. Zener Elasticity and Anelasticity of metals
The University of Chicago Press,
Chicago & London, 1965
- /7/ A.S. Nowick,
B.S. Berry Anelastic Relaxation in Crystalline
Solids, Academic Press, New York and
London, 1972
- /8/ R. De Baptist Internal Friction of Structural Defects
in Crystalline Solids,
North Holland Publ. Co, Amsterdam and
London, 1972
- /9/ G. Alefeld, J. Völkl, phys. stat. sol. 37, 337 (1970)
G. Schaumann
- /10/ H. Wagner Jül-664-FN, 1970
- /11/ M. Mohrenstein-Ertel Diplomarbeit, RWTH Aachen, 1973
- /12/ H. Buchholz Jül-962-FF, 1973
- /13/ J. Hemmerich Jül-579-FN, 1969
- /14/ W. Sassin Jül-586-FN, 1969
- /15/ W. Voigt Lehrbuch der Kristallphysik
2. Ausgabe, Leipzig/Berlin 1928

- /16/ L.D. Landau,
E.M. Lifschitz Lehrbuch der Theoretischen Physik VII
Elastizitätstheorie
Akademie Verlag, Berlin 1970
- /17/ P.S.Ho, A.L. Ruoff Journ. appl. phys. 40, 3151, 1969
- /18/ o.V. Hütte, Bd. I Mechanik
Verlag von Wilhelm Ernst & Sohn
Berlin, München, Düsseldorf 1971
- /19/ W. Schilling in: Vacancies and Interstitials in Metals
North Holland Publ.Co., Amsterdam 1969
- /20/ P. Ehrhart Jül-810-FF, 1971
- /21/ D.W. Keefer, J.C.
Robinson, A.Sosin Acta met. 16, 927, 1968
- /22/ H. Wenzl in: Vacancies and Interstitials in Metals
North Holland Publ.Co., Amsterdam 1969
- /23/ H. Wenzl, F.Kersch, Z. Naturforsch. 26a, 489, 1971
V. Fischer,
K. Ehrensberger,
K. Papathanossopoulos
- /24/ B.Von Guerard, H.Peisl Verhandlungen DPG 8, M 165, 1974
- /25/ L.H. Rehn Thesis, University of Illinois, Urbana 1974
- /26/ V. Spiric, K.-H.
Robrock wird veröffentlicht
- /27/ R.C. Folweiler, Acta met. 7, 716, 1959
F.R. Brotzen
- /28/ K. Breuer wird veröffentlicht
- /29/ H. Mitter Quantentheorie, Bibliographisches Institut
Mannheim/Wien/Zürich, 1969

- /30/ G.J. Dienes Phys. Rev. 86, 228, 1952
 Phys. Rev. 87, 666, 1952
- /31/ M. Pistorius Dissertation, Universität Gießen, 1969
- /32/ M. Pistorius Z. f. angew. Physik 29, 145, 1970
- /33/ A. Scholz, Phys. Rev. B 6, 813, 1972
 Chr. Lehmann
- /34/ J.D. Eshelby Acta met. 3, 487, 1955
- /35/ C.Kittel Introduction to Solid State Physics
 John Wiley & Sons, Inc. New York, London
 Sydney, 1968
- /36/ P.H. Dederichs, Phys. Rev. Lett. 31, 1130, 1973
 Chr. Lehmann,
 A. Scholz
- /37/ K. Ehrensberger, J. Phys. Chem. Solids 31, 1835, 1970
 V. Fischer,
 J. Kerscher,
 H. Wenzl
- /38/ M. Riggauer, phys. stat. sol. 33, 843, 1969
 W. Schilling
 J. Völkl, H. Wenzl
- /39/ P. Moser, R. Pichon J. Phys. F: Metal Phys. 3, 363, 1973
- /40/ W. Schilling Jahrbuch 1969, Westdeutscher Verlag
 Köln und Opladen
- /41/ G. Alefeld Jül-699-FF, 1970
- /42/ L.E. Rehn, J. Holder wird veröffentlicht in Phys. Rev.
 A.V. Granato,
 R.R. Coltman,
 F.W. Young, Jr.
- /43/ P.H. Dederichs J. Phys. F: Metal Phys. 3, 471, 1973

Abbildungen

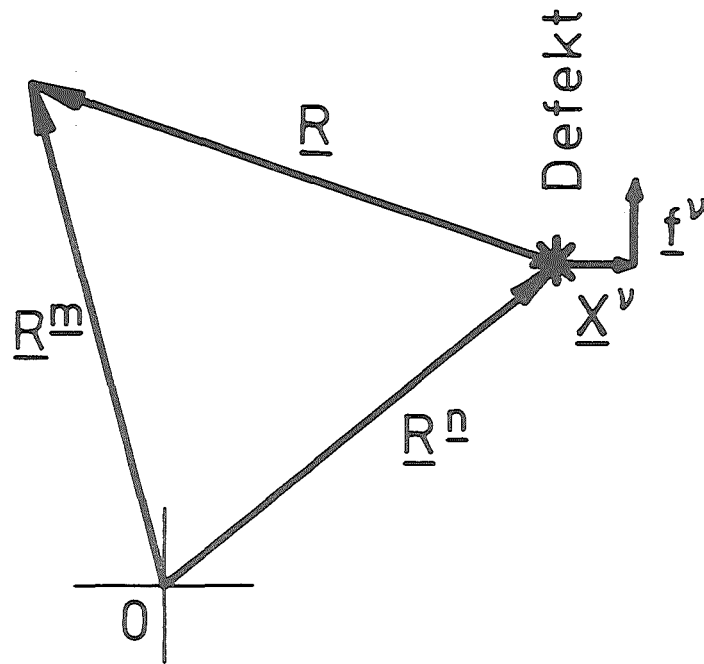
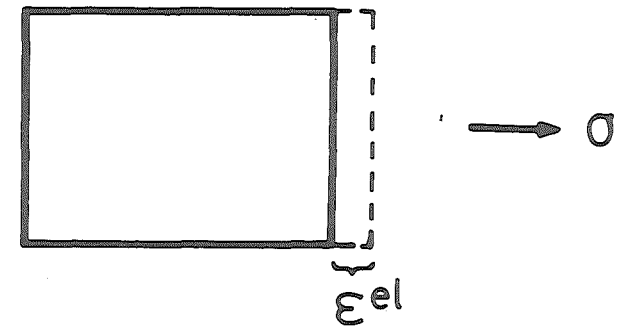
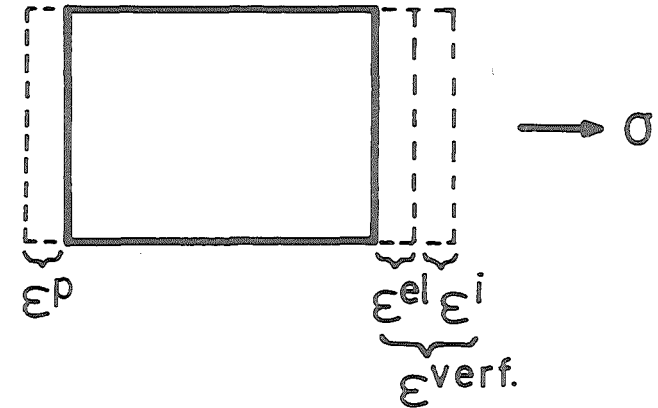


Abb.1: Zur Entwicklung des Verschiebungsfeldes für eine Verteilung von Einzelkräften



Kristall ohne Defekte



Kristall mit Defekten

Abb.1a: Response eines idealen und eines Kristalls mit Defekten auf eine äußere Spannung

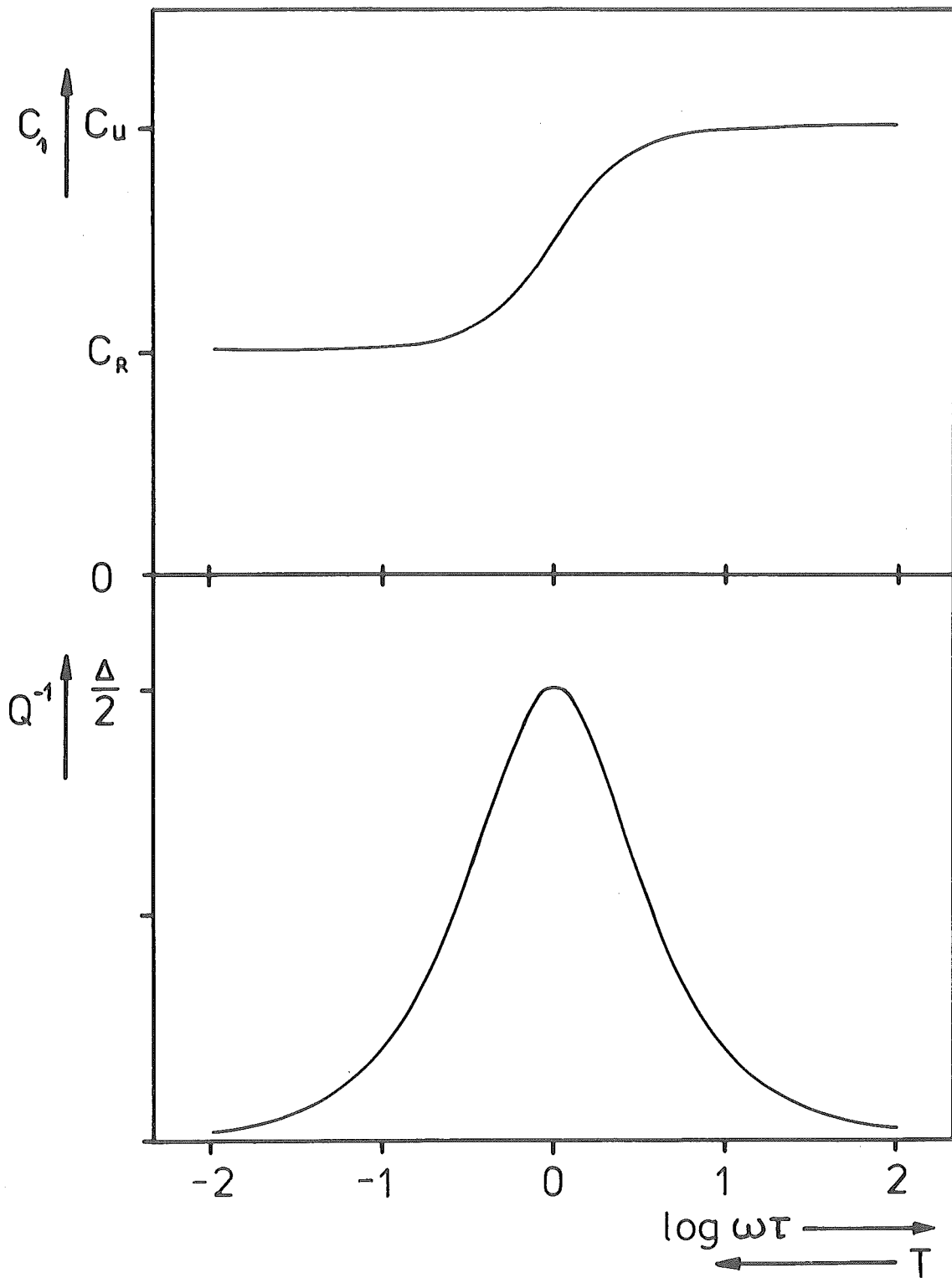


Abb.2: Dämpfung und Moduländerung für Orientierungsrelaxation

Probenmaße [mm]

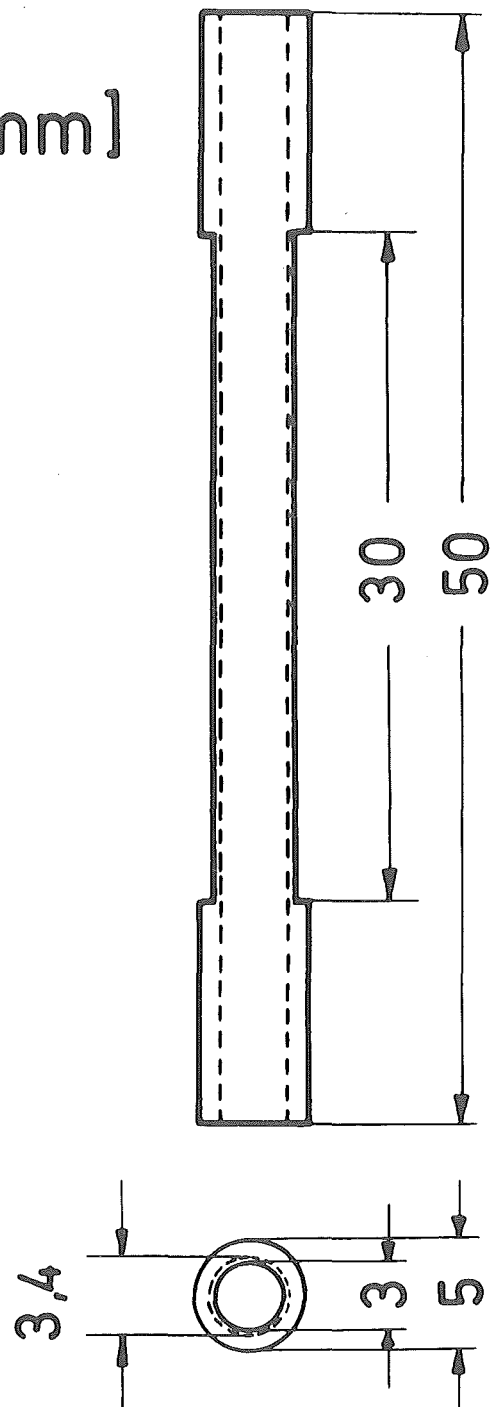


Abb.3: Geometrie der Torsionsproben

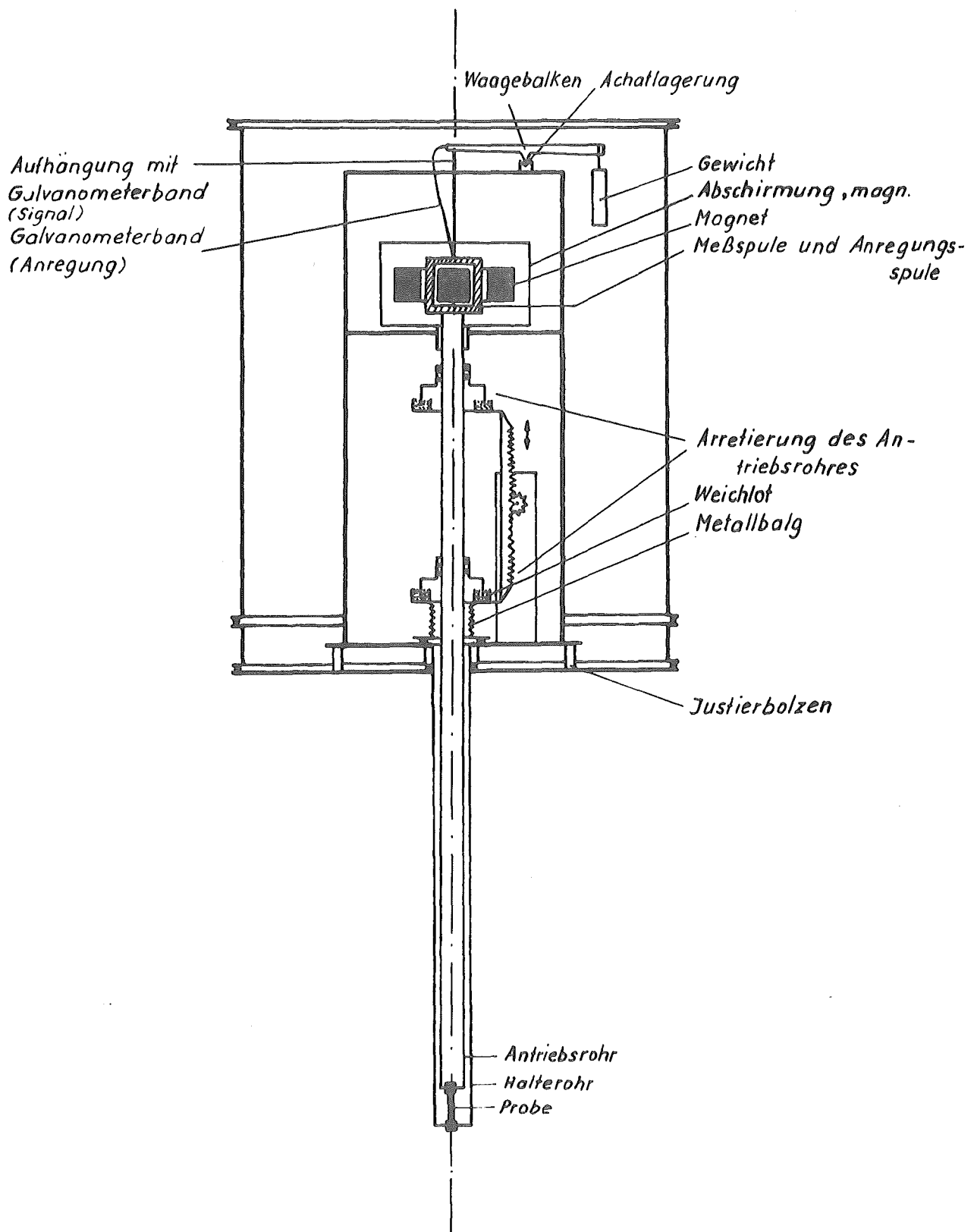
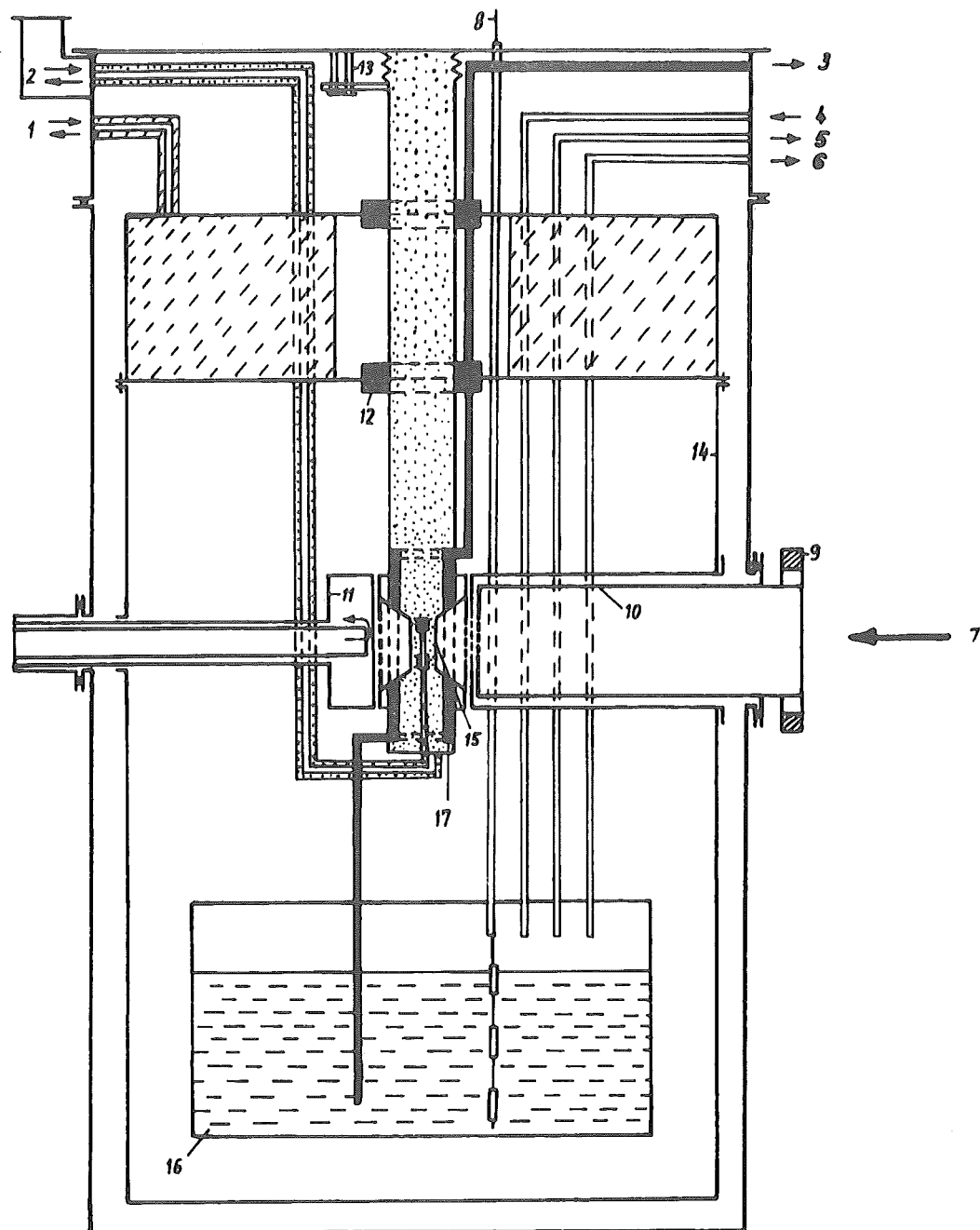


Abb.4: Aufbau des Torsionspendels



-  Stickstofftank und -leitungen
 Heliumkühlung während der Bestrahlung
 " " " Messung
 flüssiges Helium

- | | | | |
|---|-----------------------------------|----|--------------------------|
| 1 | N ₂ - Füllen und Abgas | 10 | Kupferblende |
| 2 | He - " | 11 | Faradaykäfig, ölgekühlt |
| 3 | He - Abgas 1 | 12 | Wärmetauscher |
| 4 | He- Füllen | 13 | Justierung |
| 5 | Sicherheitsleitung | 14 | Wärmeschild |
| 6 | He - Abgas 2 | 15 | Fenster (VA- Folie, 24µ) |
| 7 | Elektronenstrahl - Richtung | 16 | Heliumtank |
| 8 | He - Standsanzeige | 17 | Probenkammer |
| 9 | Wasserkühlung | | |

Abb.5: Der Kryostat

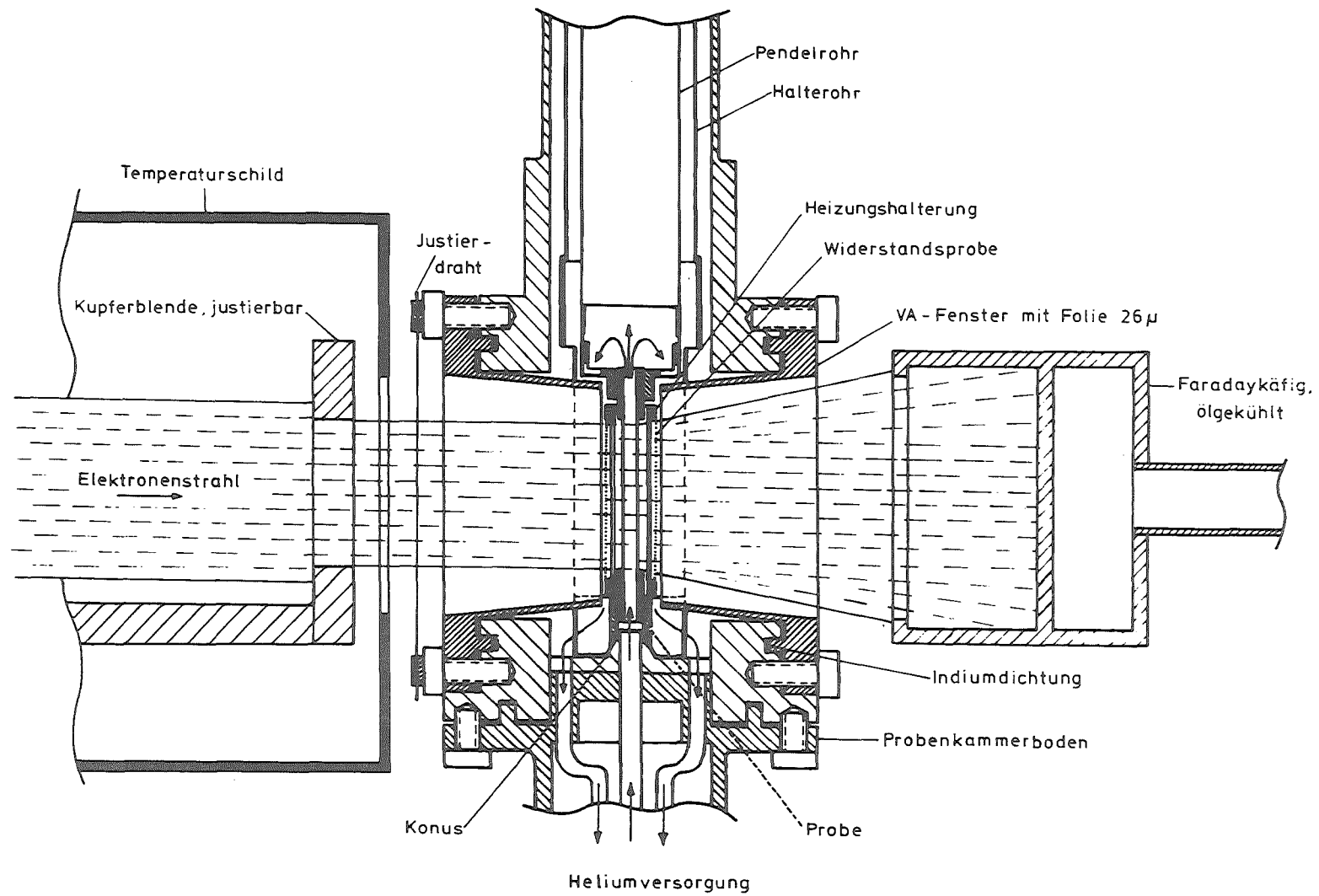


Abb.6: Details der Probenkammer

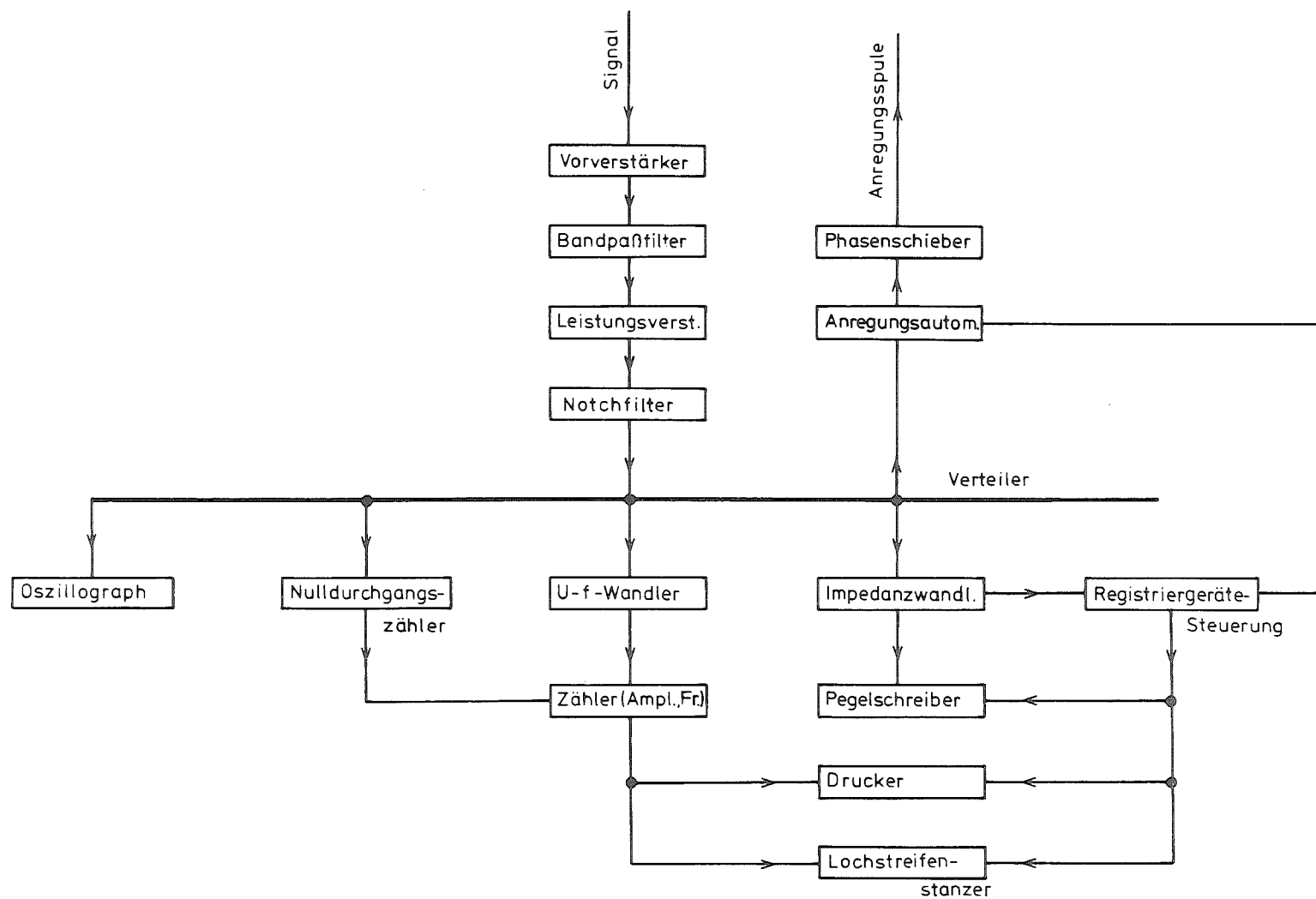


Abb. 7: Blockschaltbild der Meßwerterfassung

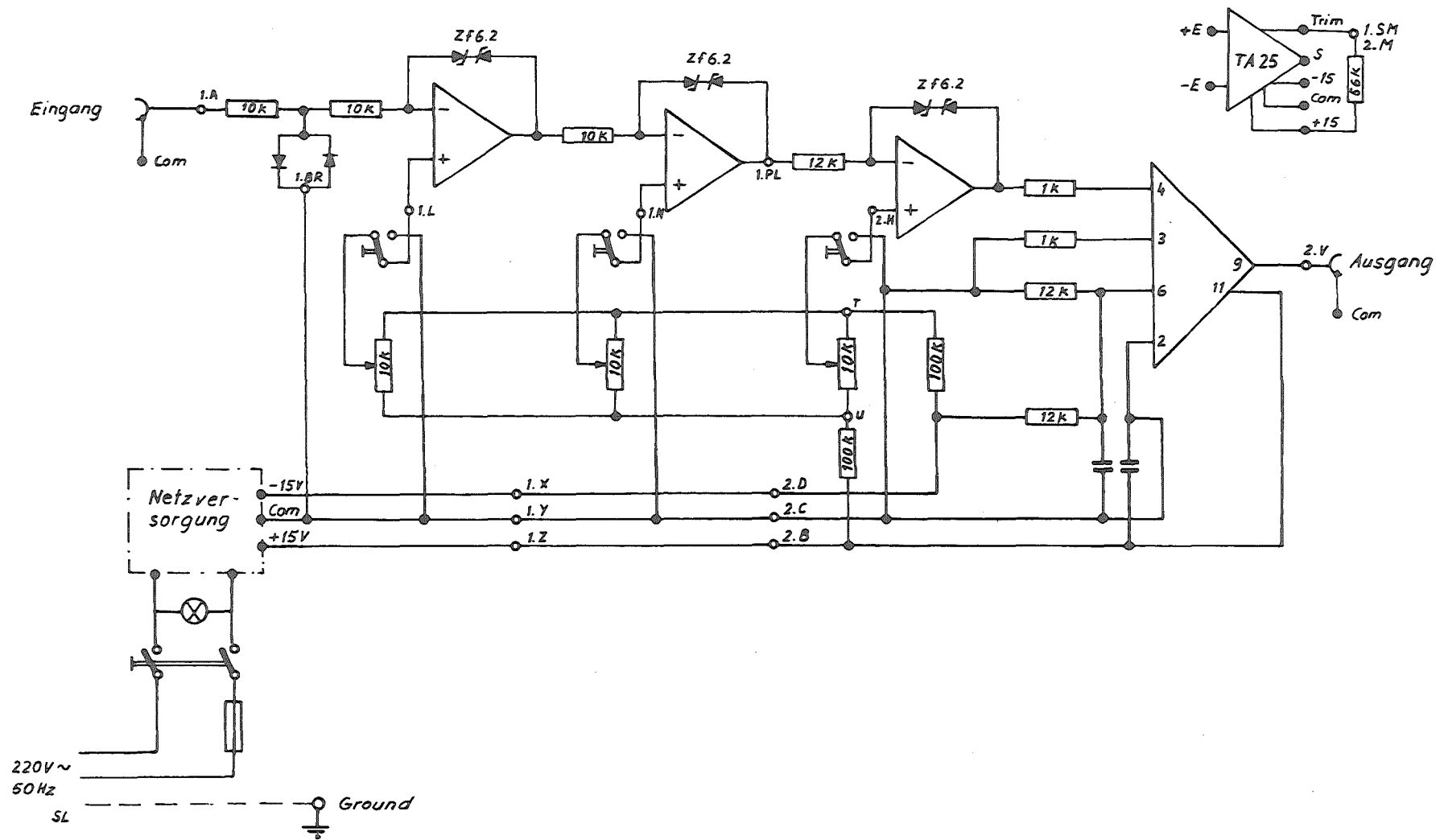


Abb.8: Schaltung des Nulldurchgangszählers

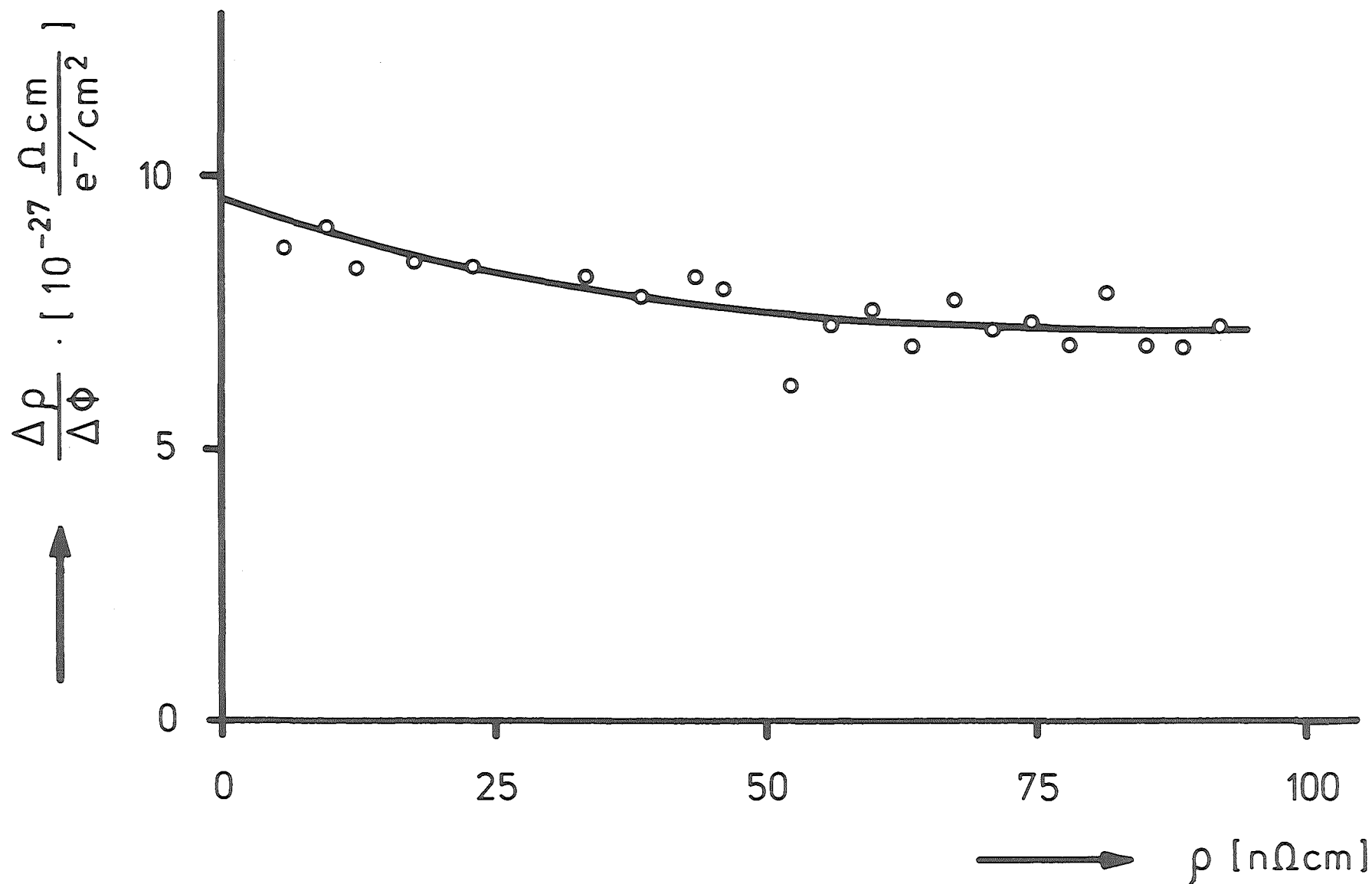


Abb.9: Typischer Verlauf der Schädigungsrate als Funktion der Widerstandszunahme für Aluminium in der vorderen Probe

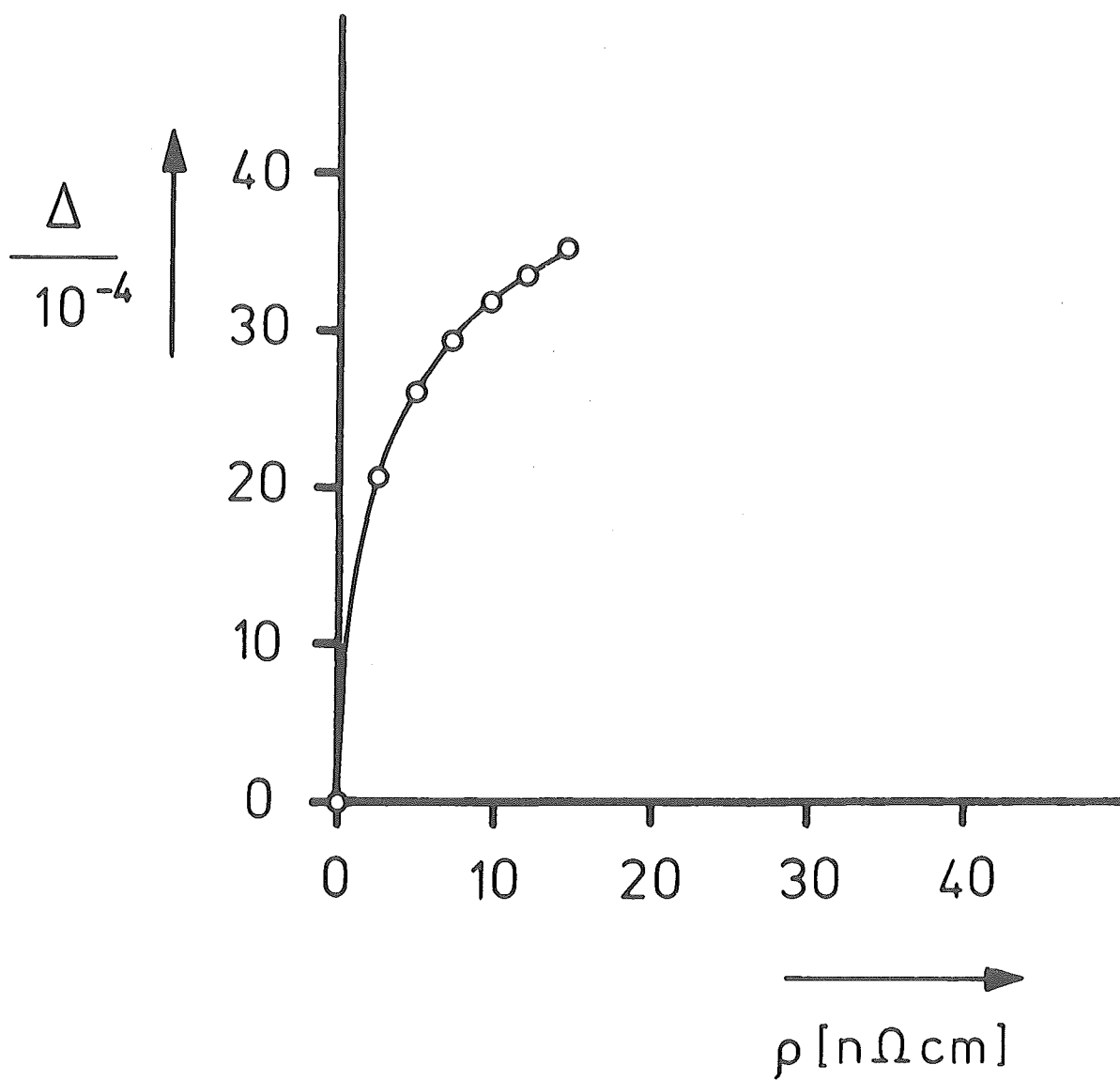


Abb.10: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung
Probe Al 111,I Tab.2 Nr.1

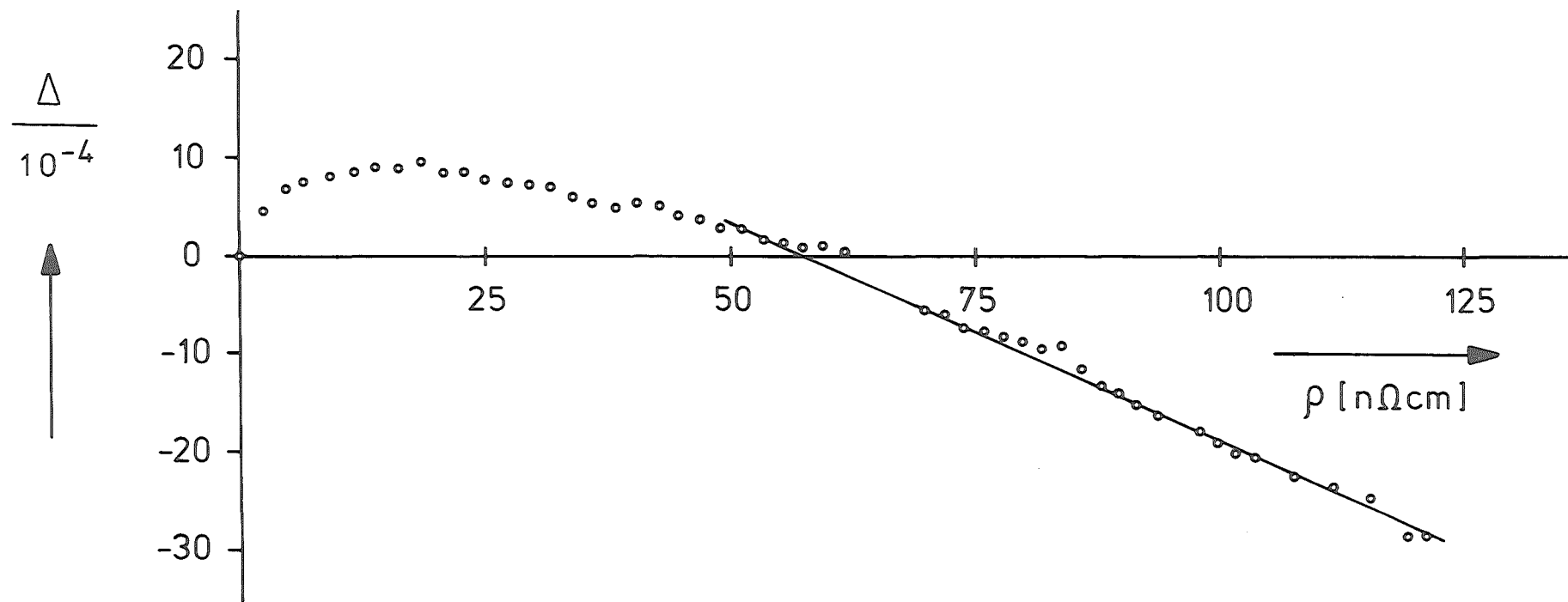


Abb.11: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung
 Probe Al 111,I Tab.2 Nr. 2

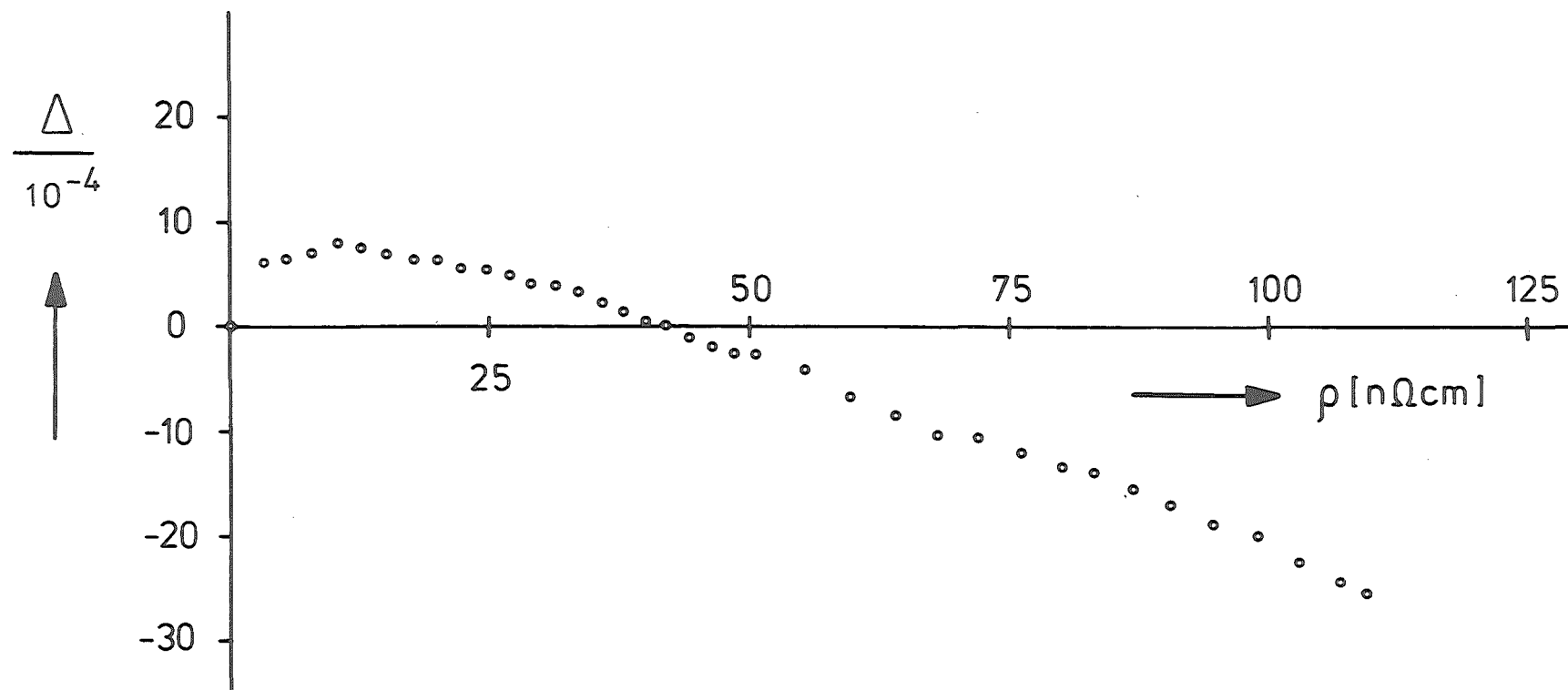


Abb. 12: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung
Probe Al 111, I Tab. 2 Nr. 3

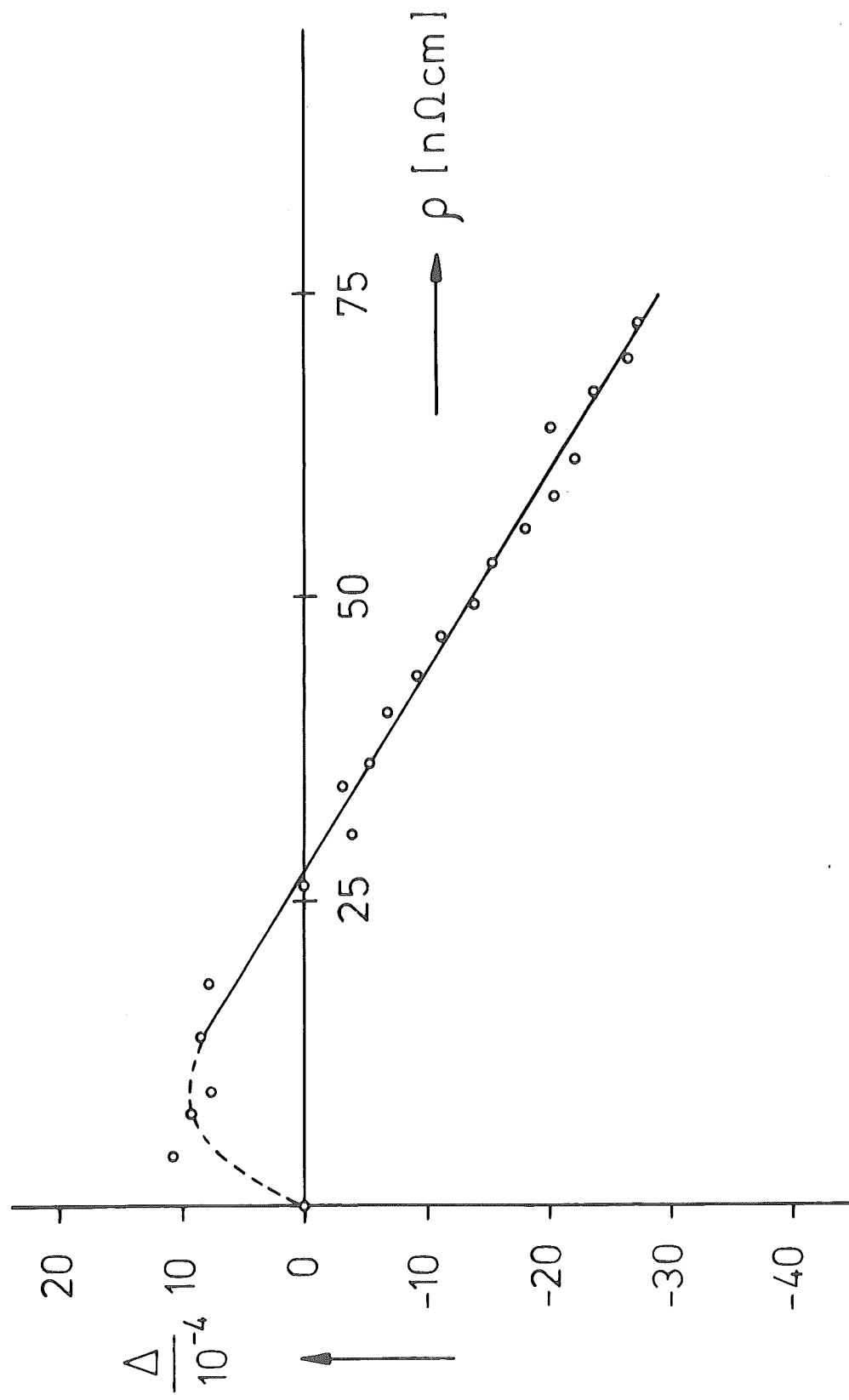


Abb.13: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung
 Probe Al 100,II Tab.2 Nr.4

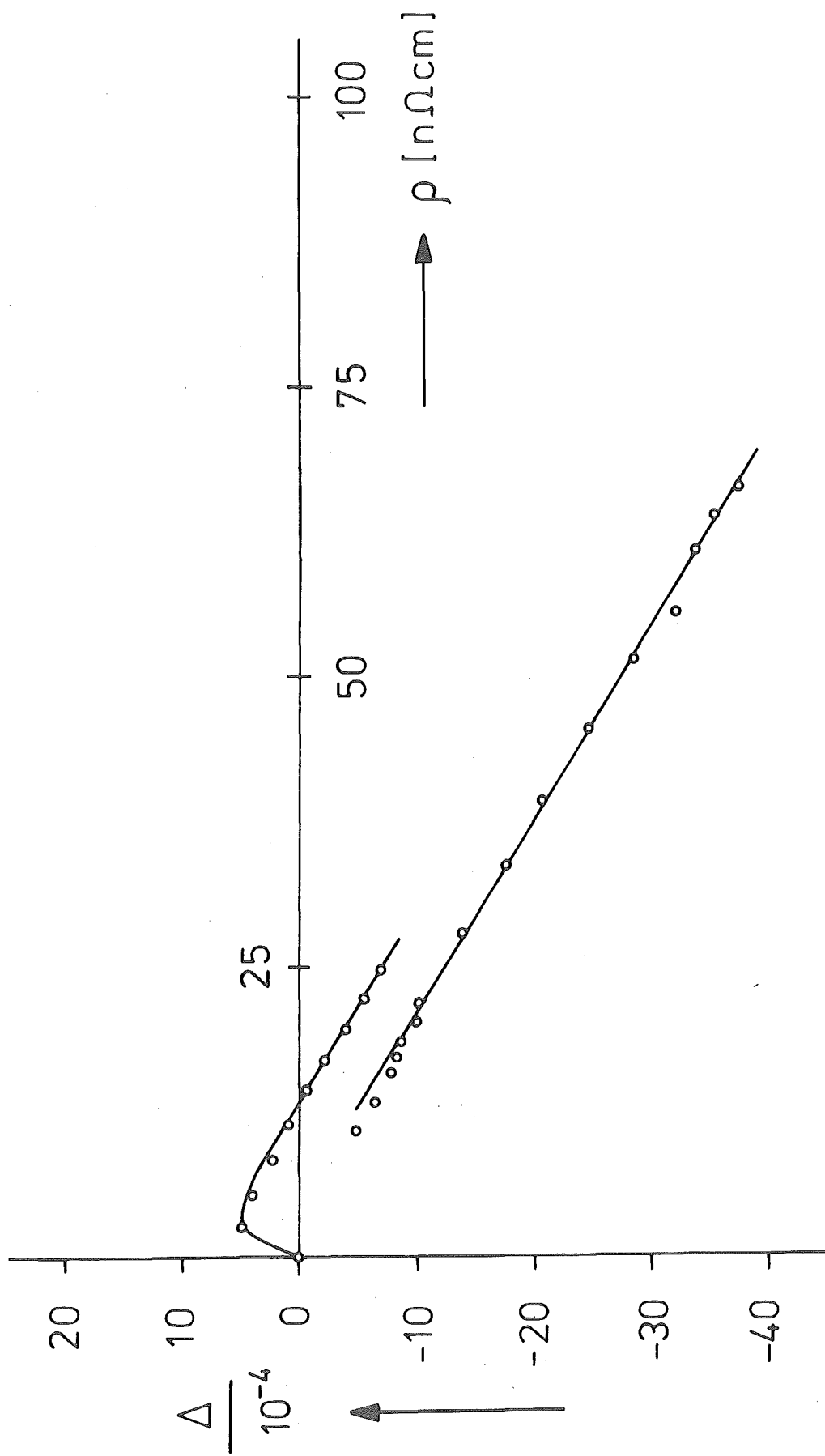


Abb.14: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung

Probe Al 100, III Tab.2 Nr.5

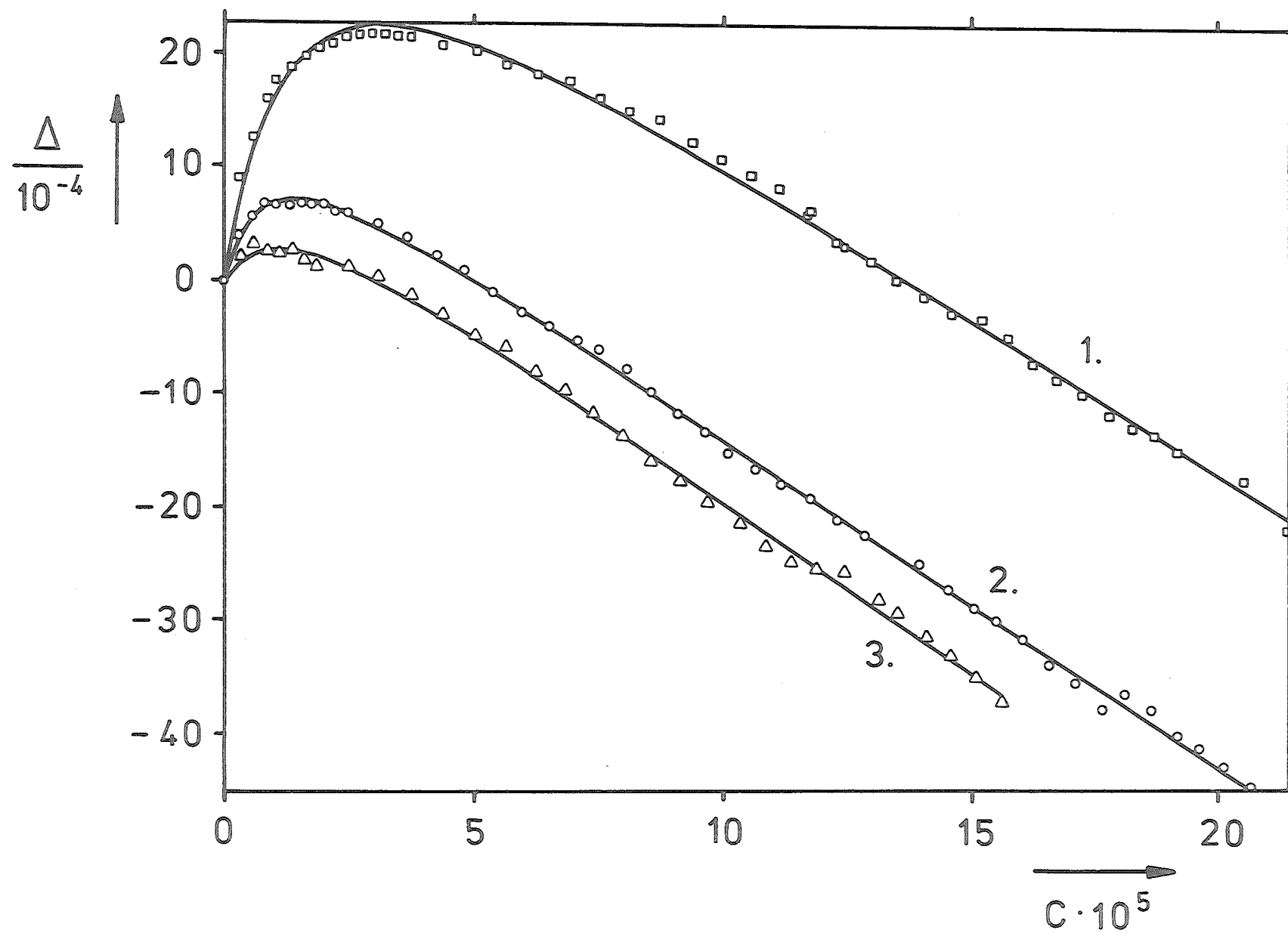


Abb.15: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung
Probe Al 111,I Tab.2 Nr.6,7,8

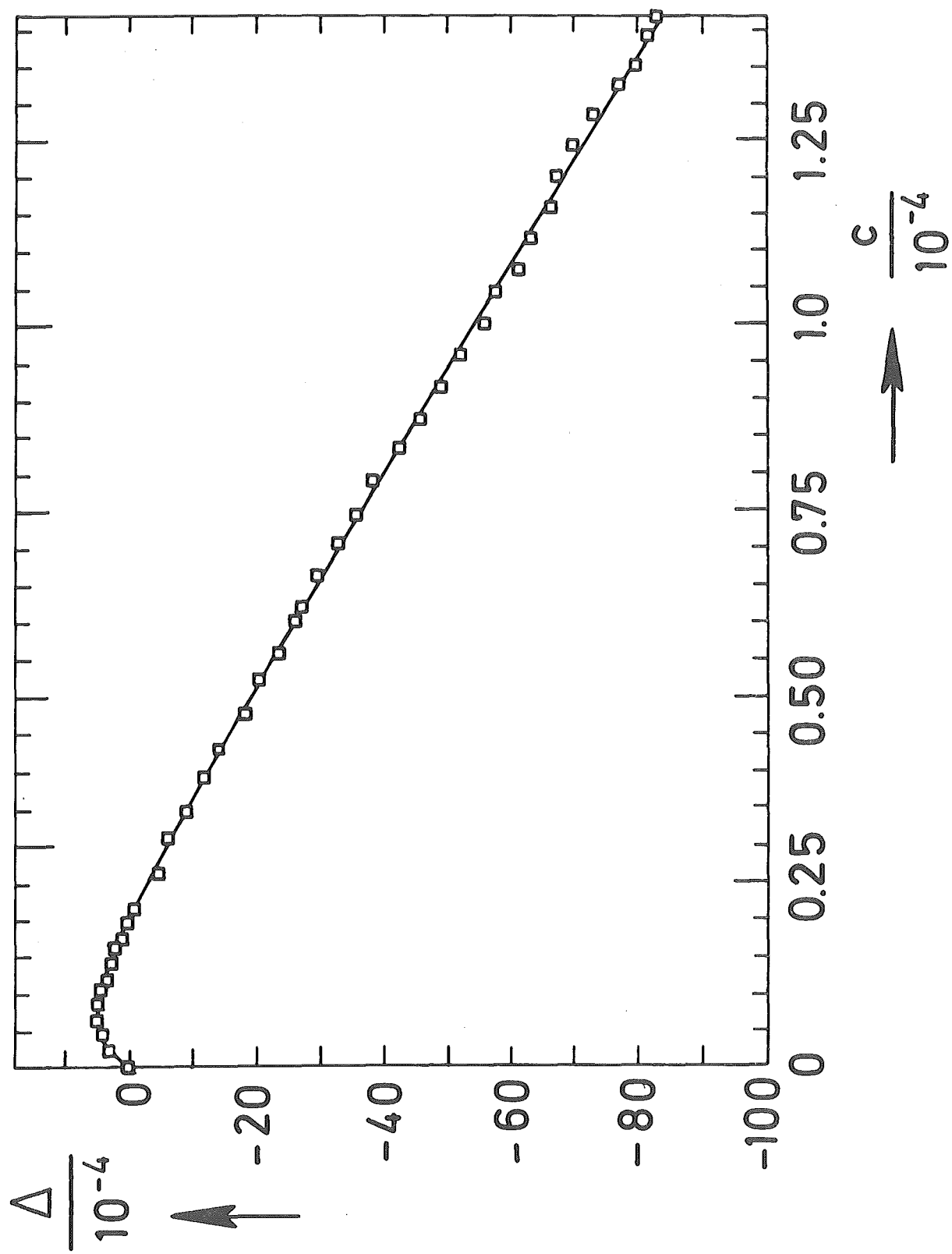


Abb.16: Dosisabhängigkeit der relativen Moduländerung, Probe Al 100, IV Tab.2 Nr.9

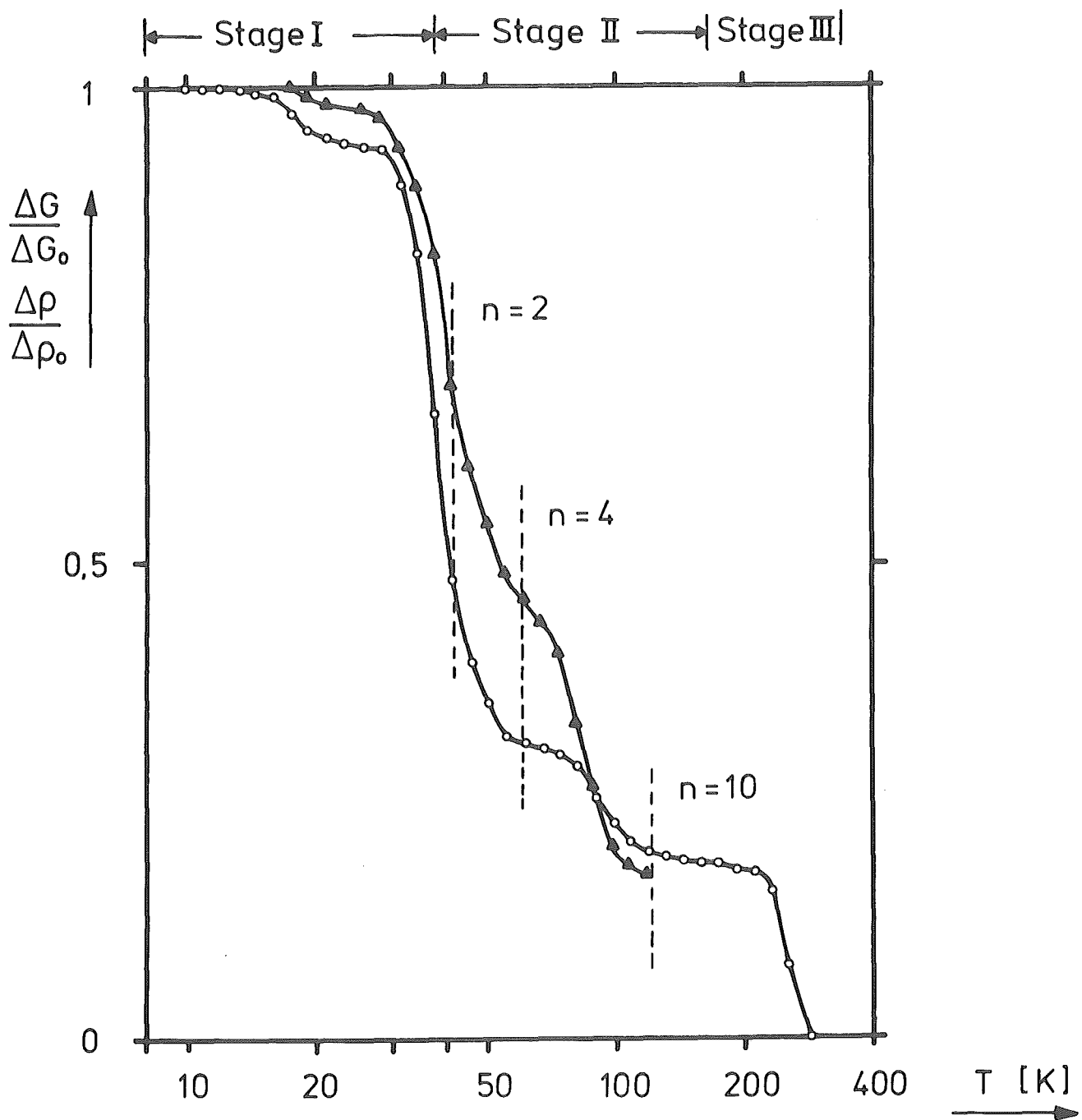


Abb.17: Erholungsverhalten von Widerstands- (○) und Moduländerung (▲) als Funktion der Anlaßtemperatur.

Probe Al 111,V Tab.2 Nr.10; $c = 5,4 \cdot 10^{-4}$

Die Marken $n = 2, 4, 10$ geben die Größe der vorliegenden Zwischengitteratomagglomerate nach /20/ an.

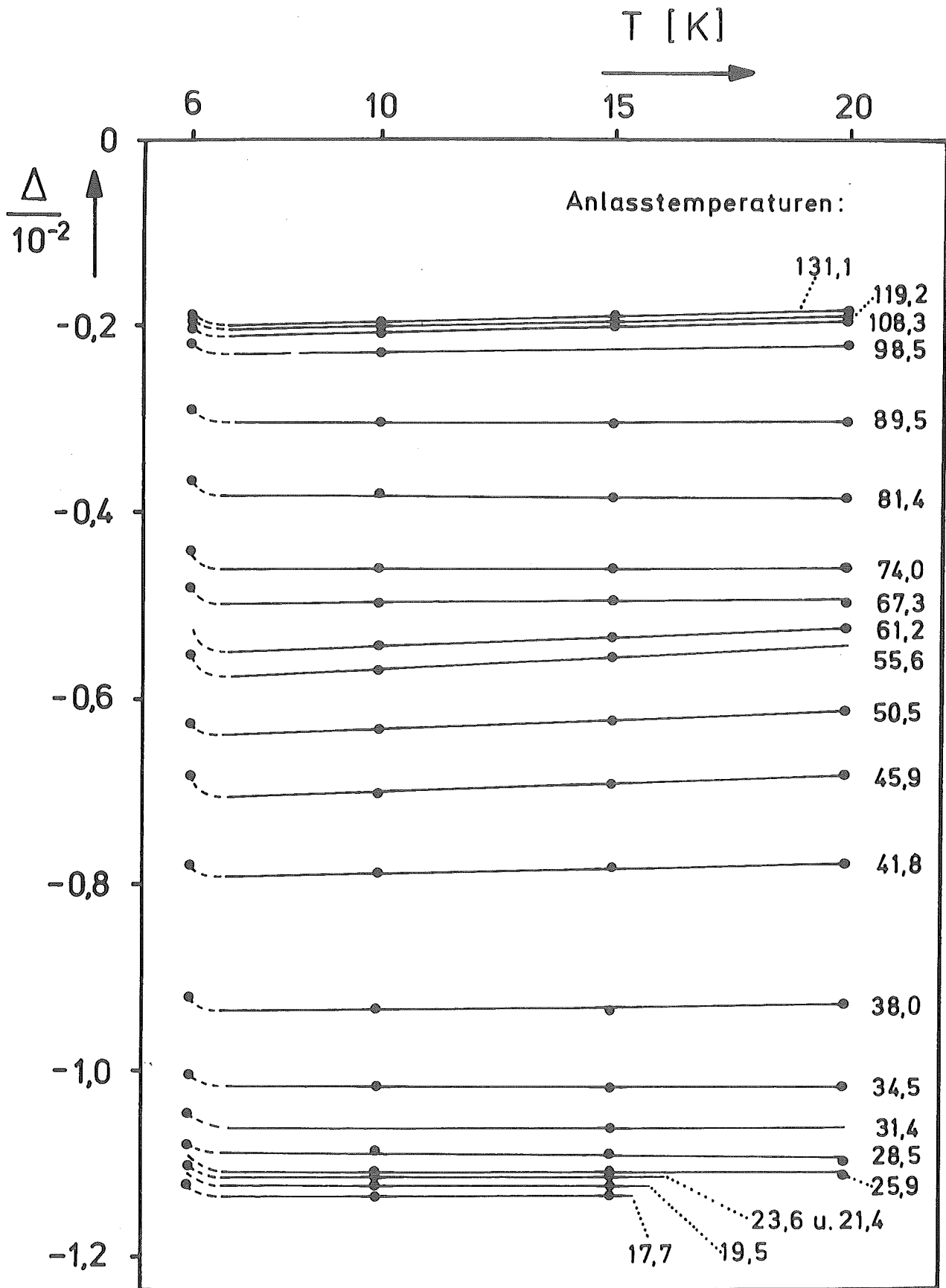


Abb.18: Temperaturabhängigkeit der Moduländerung. Die Kurvenparameter sind die Anlasstemperaturen des isochronen Erholungsprogramms. Probe Al 111, V; $c = 5,4 \cdot 10^{-4}$

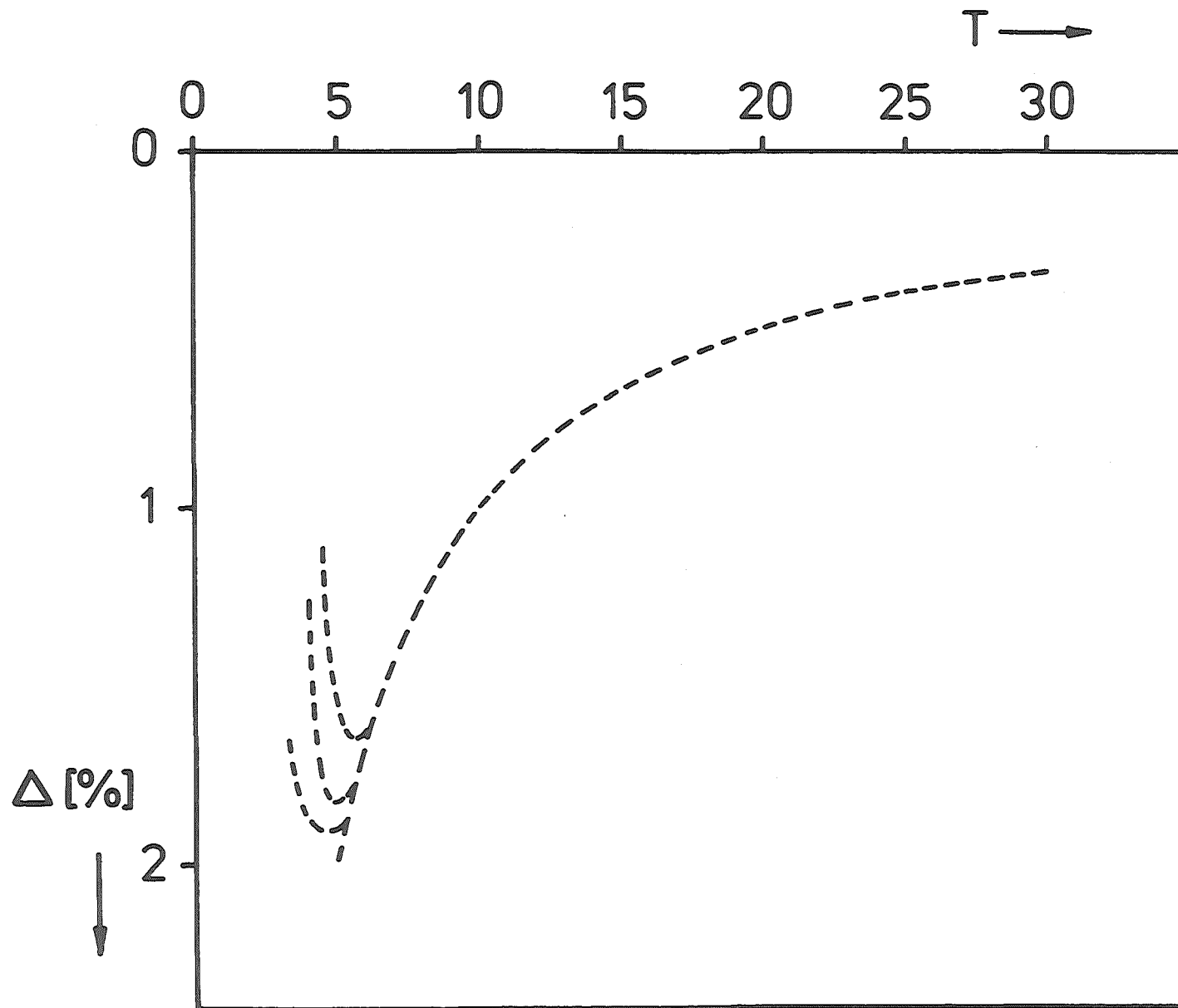


Abb.19: Temperaturabhängigkeit der Relaxationsstärke bei Orientierungsrelaxation nach Gl. 4.3. (19)

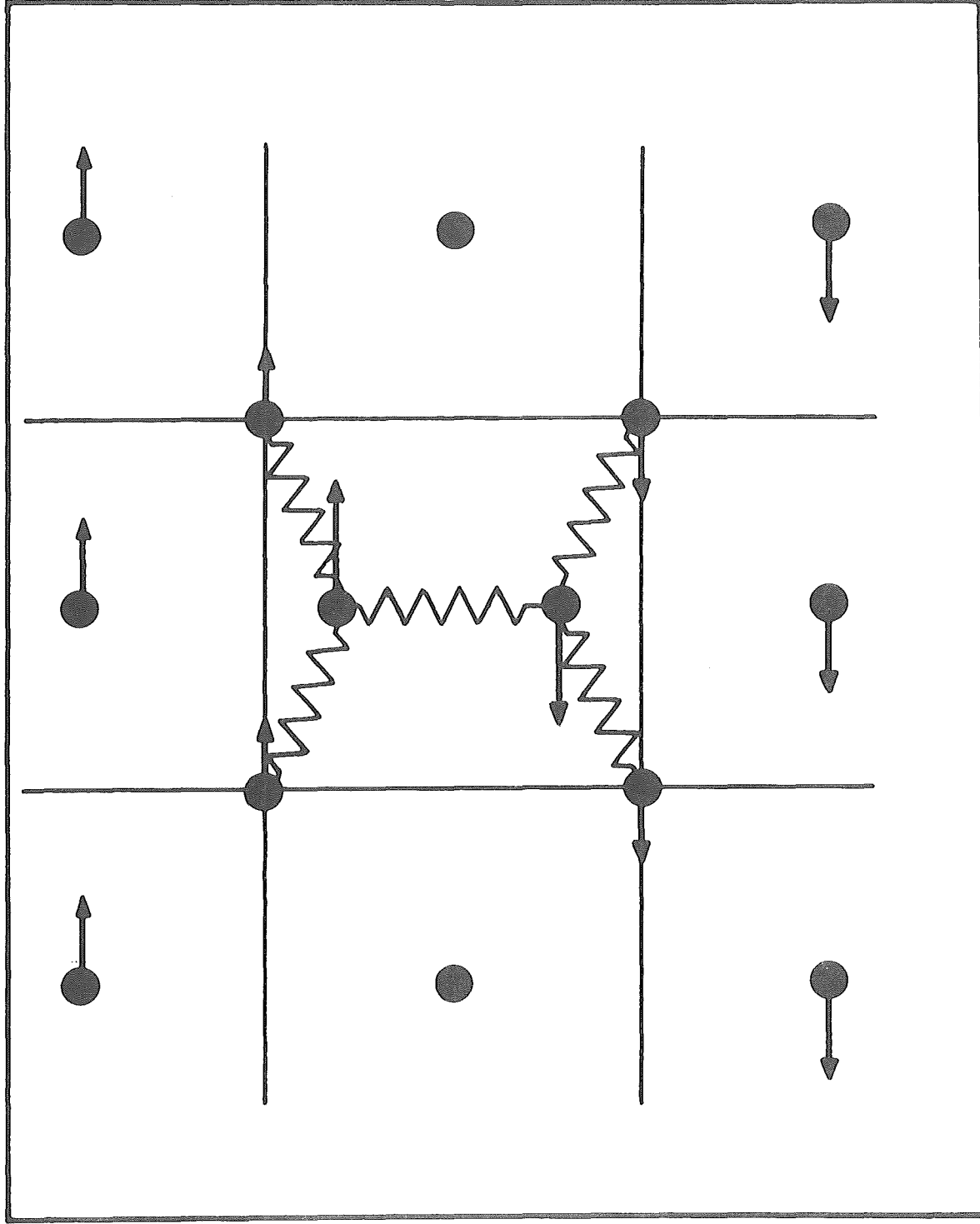


Abb.20: 100 - Scherverformung der Hantelkonfiguration
(schematisch)

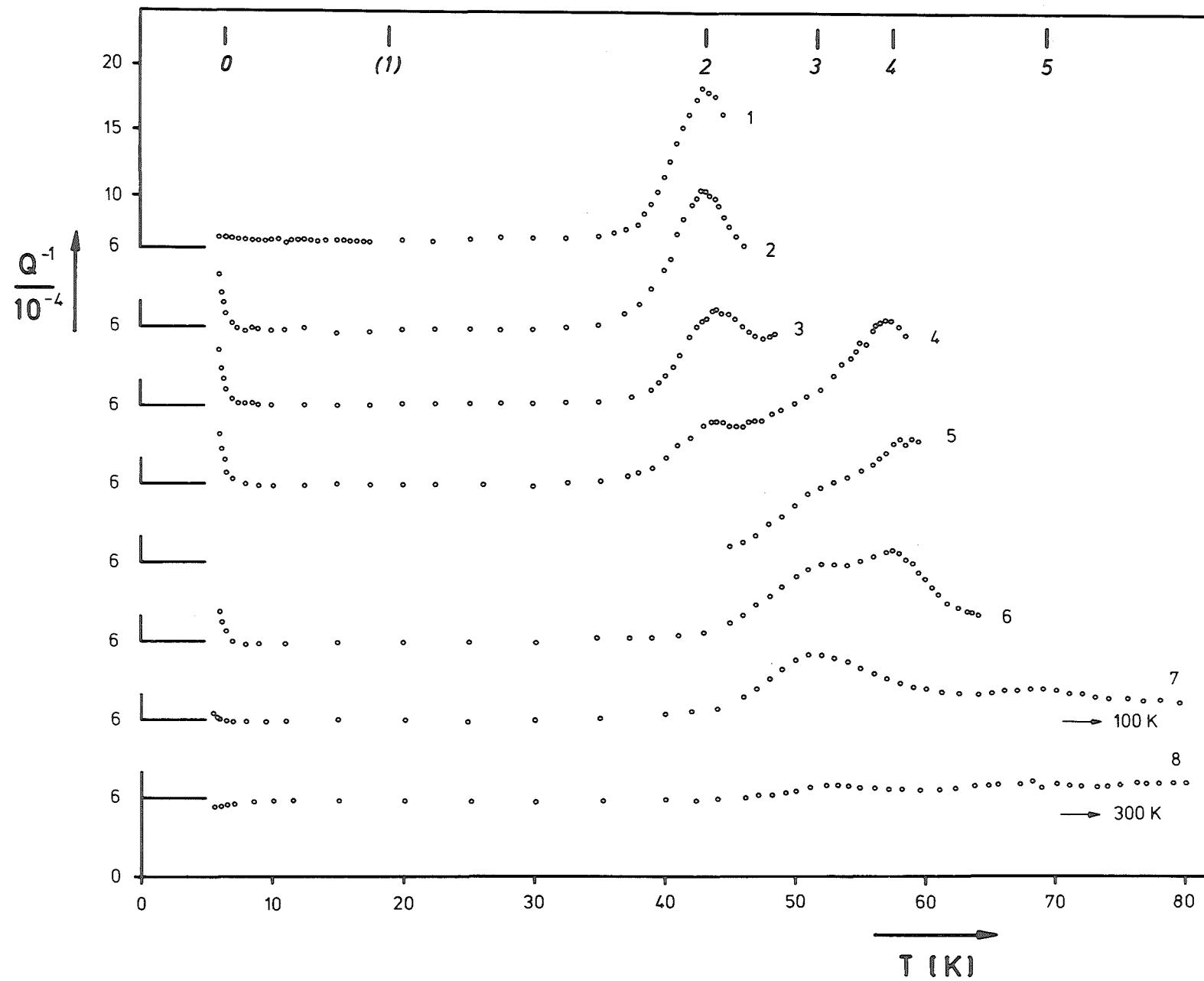


Abb. 21: Innere Reibung Q^{-1} als Funktion der Temperatur; Probe Al 110; $c \sim 5 \cdot 10^{-4}$

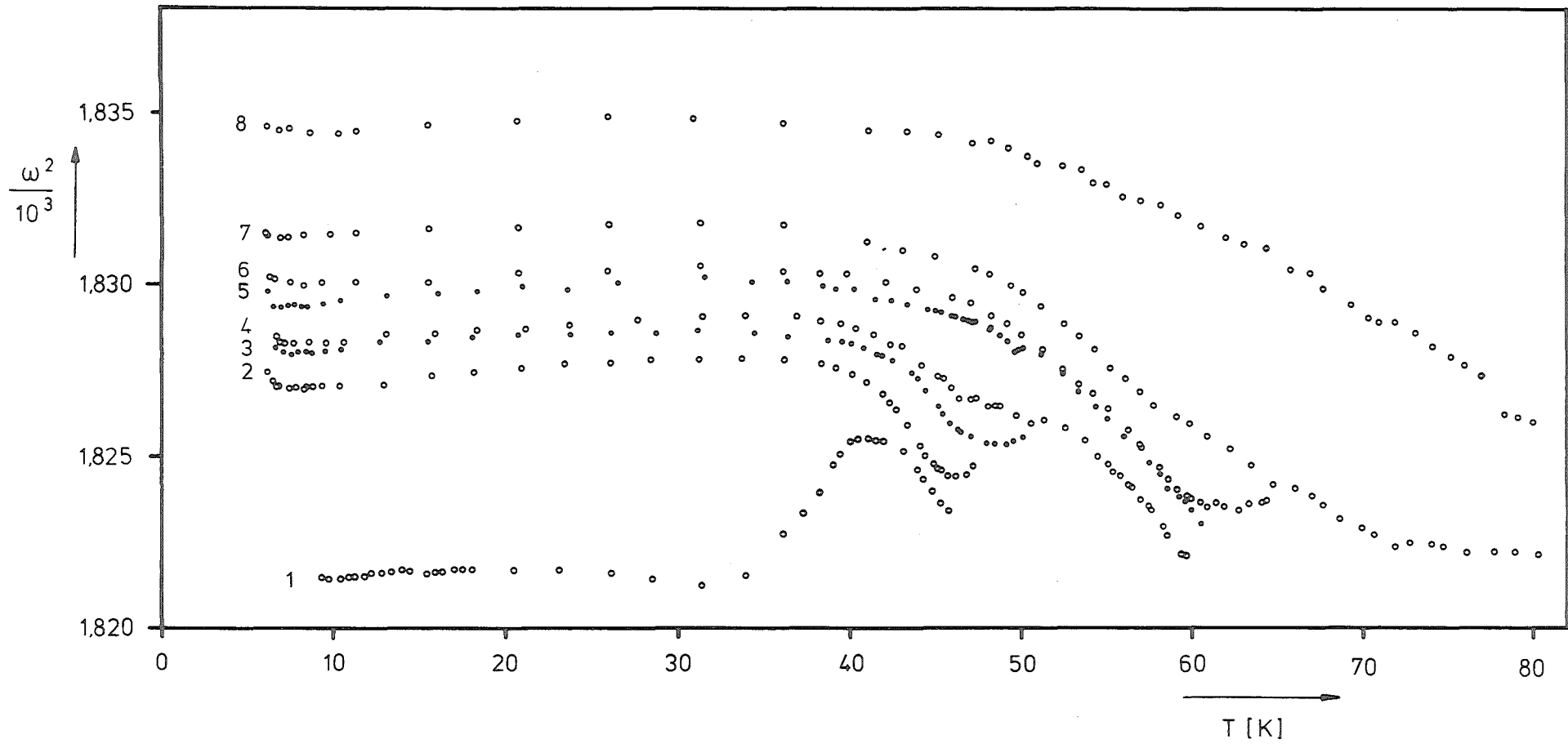


Abb.22: Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls. Diese Kurven sind den Q^{-1} - Kurven der Abb.21 zugeordnet.

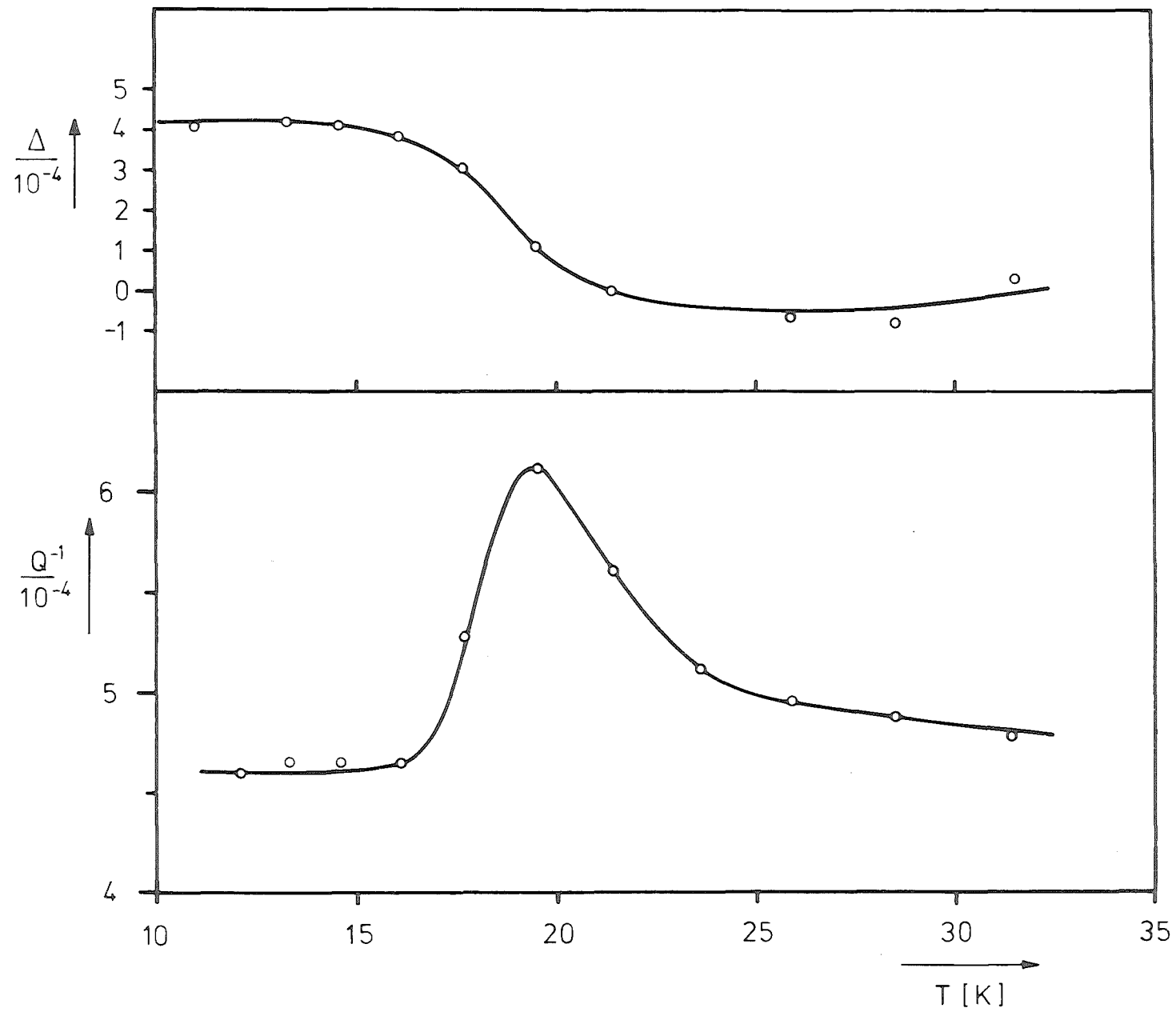


Abb.23: Maximum 1 der Inneren Reibung und zugehörige Modulstufe

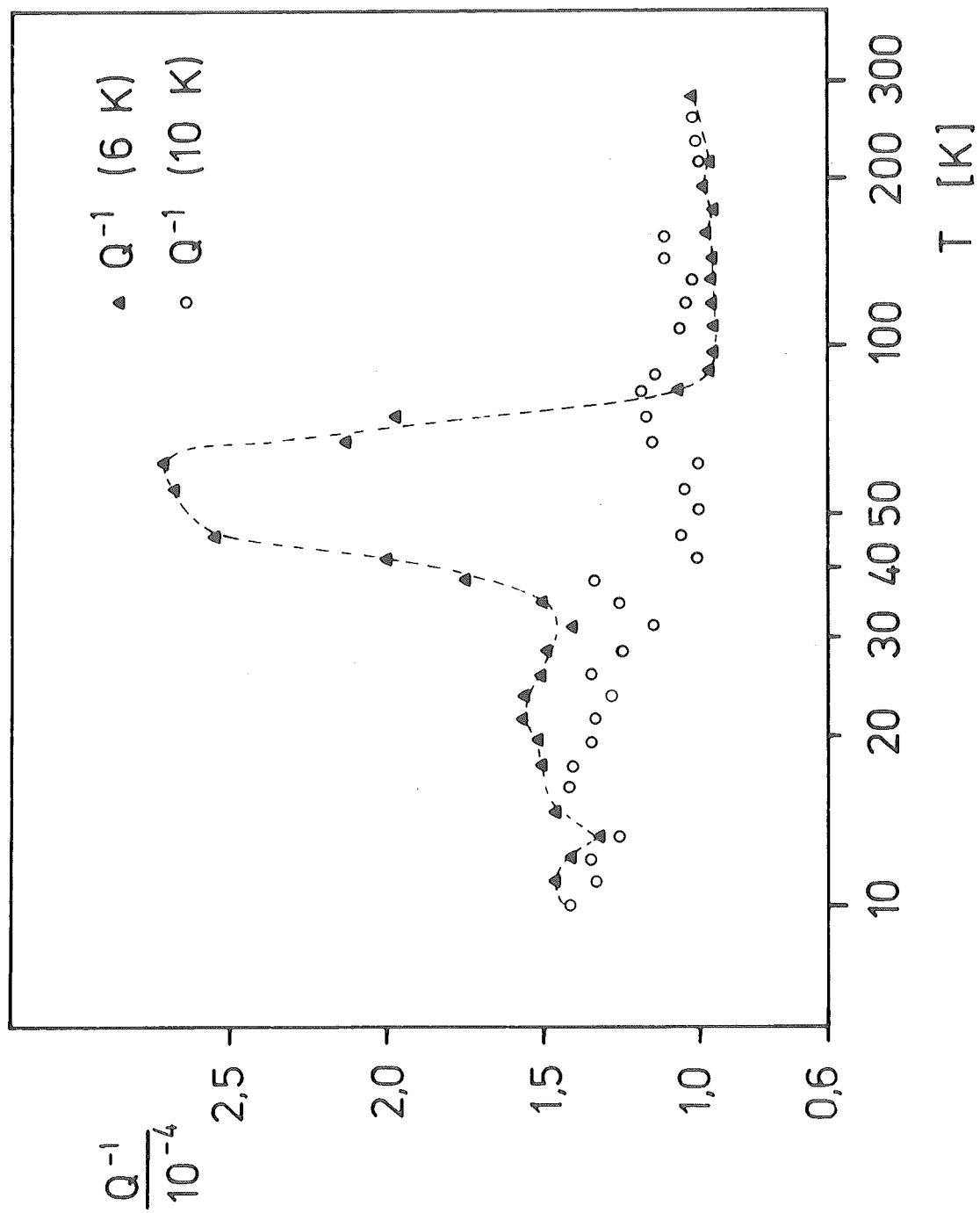


Abb. 24: Erholungsverhalten von Maximum 0

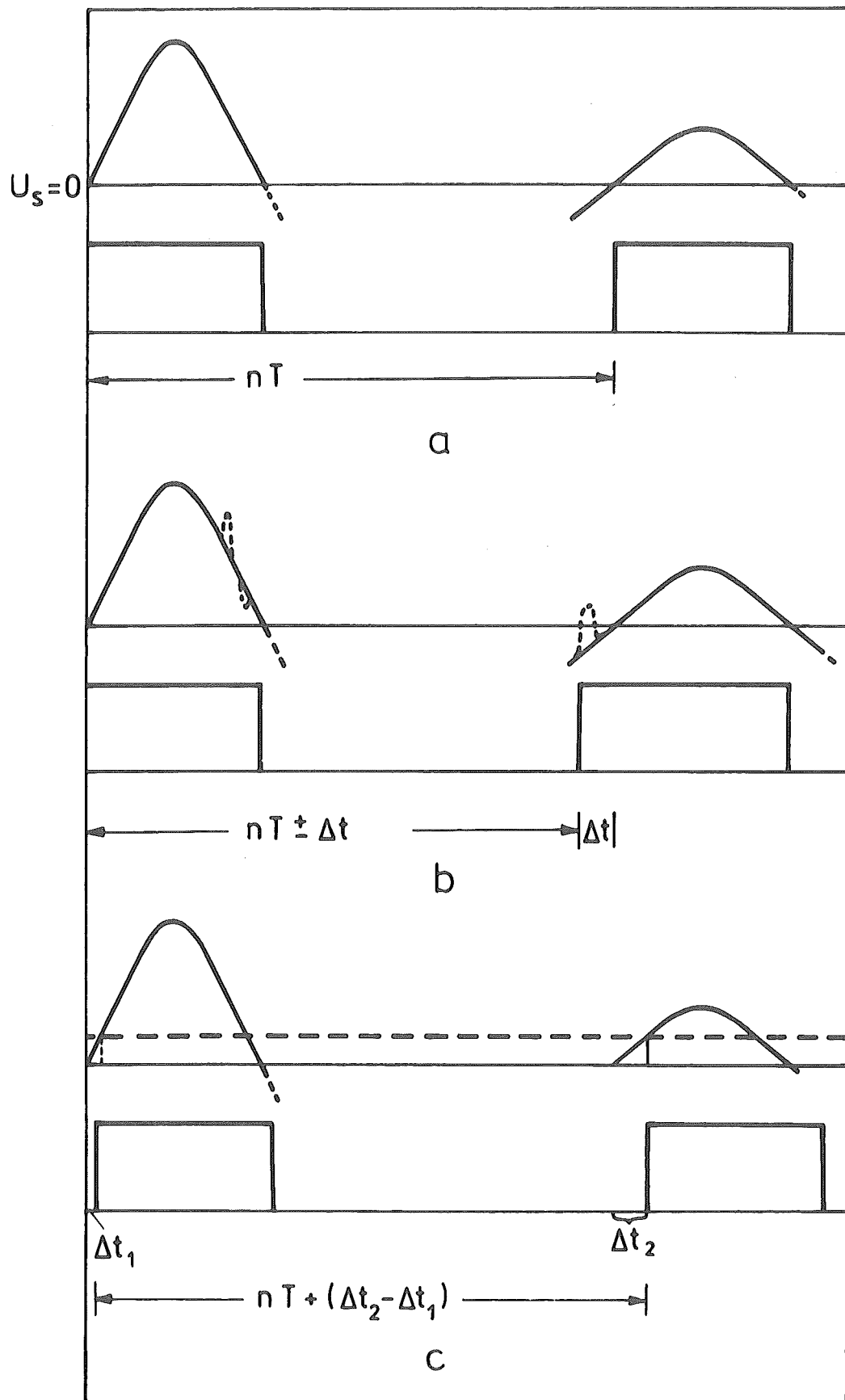


Abb. 25: Fehlerquellen in der Frequenzmessung durch statistische und systematische Verschiebung des Startpunktes der Zeitzählung

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

Ich möchte vor allem Herrn Prof. Dr. W. Schilling danken für die Anregung zu dieser Arbeit und für die zahlreichen klärenden und fördernden Diskussionen.

Weiterhin gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. G. Alefeld und Herrn Dr. J. Völkl, die die Arbeit mit initiiert und durch wertvolle Anregungen gefördert haben.

Herrn Dr. P.H. Dederichs danke ich besonders für die anschaulich klare Darstellung der Theorie der Diaelastizität.

Bei der recht schwierigen Präparation der Proben haben vor allem Herr Ch. Mambor und Herr U. Linke mit großem Geschick geholfen.

Für die Unterstützung bei der Durchführung der Bestrahlungen und der Messungen danke ich den Herren der Beschleunigergruppe und besonders Frau I. Serpekian.

Frau K. Hölzle hat mit viel Schwung und Aufmerksamkeit das Manuskript geschrieben.

Ihnen allen und vielen anderen Kollegen, die manche Frage klären halfen, sei ein herzliches Danke gesagt.

