

Praktikum B

2.8 Versetzungen in Lithiumfluorid

Raum: 110

1 Einleitung

1.1 Vorbereitung

Der Versuch ist umfassend in dem Text von Nevey und Davidge im Anhang beschrieben [1]. Informationen über die Energie einer Versetzung und über Kleinwinkelkorn Grenzen finden Sie im Kittel [2] und in [3]. Weiterführende Literatur ist am Ende dieser Anleitung aufgeführt.

1.2 Ziel des Versuchs

In diesem Versuch beschäftigen Sie sich mit Versetzungen. Dabei handelt es sich um lineare Kristallbaufehler, die eine Reihe von physikalischen Eigenschaften von Festkörpern beeinflussen. Besonders wichtig sind Versetzungen für die mechanischen Eigenschaften eines Festkörpers, da das Wandern von Versetzungen der mikroskopische Mechanismus der plastischen Verformung ist.

Sie verwenden im Versuch die Doppelätz-Methode um die Wanderung von Versetzungen zu beobachten. Zuerst erzeugen Sie Versetzungen in kontrollierter Art und Weise. Die Durchstoßpunkte der Versetzungslinien an der Oberfläche werden durch Ätzen sichtbar gemacht. Durch Druck auf die Probe wandern die Versetzungen. Nach einem weiteren Ätzvorgang werden Sie neben den alten Ätzgrübchen auch neue Grübchen an den Stellen finden, wo Versetzungen nach dem Wandern enden. Aus dem Abstand zwischen alten und neuen Ätzgrübchen können Sie die Geschwindigkeit bestimmen, mit der Versetzungen wandern.

1.3 Bitte bereiten Sie die folgenden Punkte für den Versuch vor

1. Was ist der kürzeste Burgers-Vektor in LiF? Warum sind Versetzungen mit längeren Burgers-Vektoren so unwahrscheinlich?
2. Bestimmen Sie für einen Abstand d zwischen zwei Ätzgrübchen auf einer Kleinwinkelkorn Grenze den Winkel zwischen den Kristalliten, die dort aufeinander stoßen. Nehmen Sie eine symmetrische Korn Grenze an, die aus Stufenversetzungen aufgebaut ist. Die Gitterkonstante für LiF ist $a = 0.402 \text{ nm}$.
3. Wie verlaufen die Versetzungslinien, die durch den Nadeleindruck erzeugt werden? Welche Gleitsysteme werden durch den Nadeleindruck betätigt?

4. Welche Gleitsysteme in LiF werden betätigt, wenn man axialen Druck auf eine der $\{100\}$ -Oberflächen ausübt?

2 Proben und Methoden

2.1 Proben

Sie erhalten ein Stück LiF-Kristall mit äußeren Abmessungen von etwa $15 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$. Das Stück ist von einem größeren Kristall durch Spalten abgetrennt worden und ist dann für 48 Stunden bei 650°C getempert und langsam abgekühlt worden. Ein zweites Stück spalten Sie selbst zu Beginn des Versuchs von einem größeren Block ab.

2.2 Polieren und Ätzen

Zum chemischen Polieren verwenden Sie ein Lösungsmittel, das die Kristalloberfläche glättet und dessen Abtragungsrate nicht von Störungen der Kristallstruktur abhängt. Sie verwenden das Poliermittel im Versuch, um eine Oberflächenlage von mehreren μm Dicke zu entfernen. Durch das Spalten entstehen im direkten Oberflächenbereich eine Reihe von Stufen und oberflächlichen Versetzungen, die den Versuch stören können.

Neben den Poliermitteln verwenden Sie ein Ätzmittel. Oft erhält man Ätzmittel durch Zusatz sog. Inhibitoren zu Poliermitteln. Die Durchstoßpunkte der Versetzungen durch die Oberfläche sind bevorzugte Angriffspunkte für Ätzmittel, weil hier beim Weglösen des Materials die elastische Spannungsenergie der Umgebung der Versetzung und die Energie des Versetzungskerns frei werden. Auf den $\{100\}$ -Flächen des LiF bilden sich bei geeigneter Konzentration des Ätzmittels pyramidenförmige Ätzgrübchen (engl.: etch pits), deren Dichte durch Auszählen bestimmt werden kann (zur Ätztechnik siehe [4, 5, 6], zur Wirkungsweise der Inhibitoren siehe [4]).

Die den Zustand der Probe nach der Verformung eigentlich charakterisierende Größe ist die Versetzungsdichte N_D . Sie ist definiert durch die Gesamtlänge aller Versetzungen L im Volumen V :

$$N_D = L/V$$

Diese Größe kann man nicht direkt aus Ätzexperimenten bestimmen. Sie bestimmen stattdessen die Ätzgrübchendichte N :

$$N = n/F$$

(n = Zahl der Ätzgrübchen auf der Fläche F)

Zwischen N_D und N besteht kein berechenbarer Zusammenhang, weil die Geometrie der Versetzungsanordnung in den meisten Fällen unbekannt ist. Trotzdem kann man aus Ätzgrübchenuntersuchungen in gewissem Maße auf Versetzungsanordnungen und auf Versetzungsbewegungen im Kristallinneren zurückschließen [6].

Quantitative Bestimmungen der Versetzungsdichte selbst sind durch Abbildung der Versetzungsanordnung mit dem Elektronenmikroskop möglich. Dazu müssen aus dem Kristall dünne Folien (Dicke rund $0.5\ \mu\text{m}$) herauspräpariert werden. Anschließend kann die Gesamtlänge der Versetzungen direkt auf dem elektronenmikroskopischen Bild ausgemessen werden. Auch die Foliendicke lässt sich mit Hilfe von Stereofotos elektronenmikroskopisch bestimmen. Da aber die untersuchten Probenvolumina sehr klein sind, müssen sehr viele Proben in dieser Weise untersucht werden, damit statistisch signifikante Ergebnisse gewonnen werden können. Insgesamt ist dieses zeitaufwendige Verfahren deshalb für Routineuntersuchungen nicht geeignet.

2.3 Chemikalien

Poliermittel für LiF: (Vol.-%) 10% HBF_4 (35%-ig), 30% HNO_3 (65%-ig), 60% H_2O

Anwendungszeit: 5-10 min. **Vorsicht! Stark ätzend, Hautkontakt vermeiden!**

Ätzmittel: 50 ppm FeCl_3 in dest. Wasser, Anwendungszeit 5-10 min.

2.4 Behandlung der Proben

Während des Polierens und Ätzens sollten die Lösungen von Zeit zu Zeit vorsichtig geschwenkt werden. Beim Polieren und ersten Ätzen sollten zudem die Kristalle nach etwa der halben Anwendungszeit in der Lösung umgedreht werden, damit alle Seiten des Kristalls von den Lösungen erreicht werden. Die Kristalle werden danach in Ethanol gespült und an Luft getrocknet.

Die Kristalle müssen sehr vorsichtig behandelt werden. Selbst leichte Eindrücke mit der Pinzette oder ein Gleiten der Kristalle über eine raue Oberfläche erzeugen zusätzliche Versetzungen, die den Versuch stören.

2.5 Nadeleindrücke

Die Eindrücke werden mit einer gehärteten Nadel gemacht. Drücken Sie die Spitze der Nadel mit leichtem Druck auf eine Seite des Kristalls. Sie sollten über die Länge des Kristalls drei Eindrücke machen und dabei den Druck von Stelle zu Stelle leicht variieren.

2.6 Presse

Die folgende Abbildung zeigt schematisch die Presse, die benutzt wird, um die Kristalle axial unter Druck zu setzen. Der Kristall wird mit seiner langen Achse vertikal in die Presse eingesetzt. Der Druck kann über zusätzliche Gewichte auf dem oberen Teller variiert werden. Ohne Zusatzgewichte beträgt die Masse des oberen Stempels 948 g. Der Druck auf die Stirnflächen des Kristalls erzeugt eine Schubspannung im Gleitsystem der Versetzungen und führt dazu, dass diese sich bewegen. Es ist eine Ihrer Aufgaben, diese Bewegung zu dokumentieren.

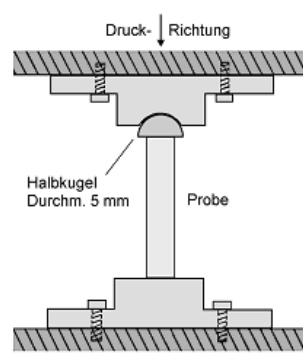


Abbildung 1: Presse

2.7 Mikroskopie, Mikrophotographie

Sie verwenden für den Versuch ein optisches Auflichtmikroskop mit verschiedenen Objektiven. Die Bilder werden mit einer Videokamera erfasst und auf einem PC gespeichert.

Zur Längskalibrierung wird eine Mikrometerskala mit einer Teilung von 1/100 mm benutzt.

Achtung: Der maximale Betriebsstrom für die Lampe im Mikroskop ist 4.5 A.

2.8 Ablauf

1. (zusammen mit Betreuer) Spalten Sie aus einem Block LiF ein Stück ab. Dieses Stück ist Ihre ungetemperte Probe.
2. Wählen Sie aus den getemperten Proben eine aus.
3. Geben Sie beide Proben für etwa 15 Minuten in die Polierlösung.
4. Inzwischen nehmen Sie die μm -Skala jeweils einmal mit 100facher, 200facher und 500facher Vergrößerung auf.
5. Spülen Sie beide Proben und geben Sie dann beide für etwa 6 Minuten in die Ätzlösung.
6. Spülen Sie beide Proben erneut.
7. Untersuchen Sie zunächst die getemperte Probe: Suchen Sie nach einer Seite, die möglichst wenig Stufen und sonstige Schäden hat. Auf dieser Seite machen Sie später die Nadeleindrücke.
8. Bestimmen Sie die Ätzgrübchendichte. Machen Sie mindestens zwei Aufnahmen an typischen Stellen. Die Vergrößerung soll so gewählt sein, dass Sie die Dichte vernünftig bestimmen können.
9. Suchen Sie nach einem Stück einer Kleinwinkelkorngrenze, bei dem Sie die einzelnen Ätzgrübchen abzählen können. Wählen Sie dafür eine geeignete Vergrößerung. Machen Sie eine Aufnahme und wenn möglich wiederholen Sie dies an einer anderen Stelle.

10. Machen Sie auf der in 7 bestimmten Seite drei Nadeleindrücke über die Länge der Probe verteilt. Variieren Sie dabei den Druck. Leichter Fingerdruck genügt.
11. Ätzen Sie die getemperte Probe erneut. Wählen Sie die Zeit entsprechend dem Ergebnis der 1. Ätzung. Waren die Grübchen nach dem 1. Ätzen sehr klein, verlängern Sie die Zeit etwas.
12. Inzwischen bestimmen Sie die Ätzgrübchendichte der ungetemperten Probe.
13. Spülen Sie die getemperte Probe.
14. Fotografieren Sie alle Druckrosetten auf der getemperten Probe. Wählen Sie die Vergrößerung passend zur Größe der Rosette. Wenn erforderlich machen Sie mehrere Aufnahmen, die sich später zusammen montieren lassen. Stellen Sie sicher, dass die Enden aller Ärmchen auf den Fotos erfasst sind.
15. (zusammen mit Betreuer) Spannen Sie die getemperte Probe für 2 Minuten in die Druckapparatur ein. Bestimmen Sie den Druck auf die Flächen und den die daraus folgende Schubspannung.
16. Ätzen und Spülen Sie erneut.
17. Machen Sie Aufnahmen, die das Versetzungswandern oder dessen Ausbleiben dokumentieren. Wenn bei keinem der Arme ein Wandern zu sehen ist, wiederholen Sie die Schritte ab 15.
18. Machen Sie eine Aufnahme mit 500facher Vergrößerung aus einem Bereich der Rosette, in dem sowohl alte Grübchen als auch durch Wandern neu entstandenen zu sehen sind.
19. Bestimmen Sie mit Hilfe eines Messschiebers die äußeren Abmessungen der getemperten Probe.
20. Bestimmen Sie die Geschwindigkeit, mit der die Versetzungen gewandert sind. Erklären Sie, warum nur jeweils ein Zweig der Arme nach außen wächst.

2.9 Protokoll

Beschreiben Sie im Protokoll den Verlauf des Versuchs. In der Einleitung sollten Sie sich auf Punkte konzentrieren, die für das Verständnis der experimentellen Ergebnisse erforderlich sind. Dokumentieren Sie insbesondere die folgenden Ergebnisse:

- Skalierungsfaktoren für die verschiedenen Objektive
- Ätzgrübchendichte für beide Proben. Ändert sich diese über die Probenoberfläche?
- Winkel zwischen den Kristalliten an ein oder zwei Kleinwinkelkorngrenzen.
- Rosetten nach dem Nadeleindruck

- Rosetten nach axialem Druck
- Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung
- Schubspannung im Gleitsystem der untersuchten Versetzungen durch den Druck.

Bestimmen Sie die Fehler der von Ihnen ermittelten Meßwerte.

Literatur

- [1] C. Newey and R. Davidge, *Dislocations in Lithiumfluoride*, (siehe Anhang, <http://www.ph2.uni-koeln.de/403.html>), 1965.
- [2] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*.
- [3] W. Read, *Dislocations in Crystals*, 1953.
- [4] J. Gilman and W. Sears, *J. Appl. Phys.* **29**, 747 (1958).
- [5] S. Amelinckx, *The Direct Observation of Dislocations in Solid State Physics*, 1964.
- [6] J. Gilman and W. Johnston, *Dislocations in Lithiumfluoride Crystals*, *Solid State Physics* **13**, 147 (1962).

