

# afstudeerverslag

tussenafdeling der metaalkunde technische hogeschool delft

## ENIGE TREKPROEVEN AAN Cu-ÉÉNKRISTALFOLIES IN DE ELEKTRONENMICROSCOOP

door

Jaap J. Stapel oktober 1972



Buigingscontouren en dislocaties in Cu-éénkristalfolie. gegevens:  $\alpha = 90^{\circ}$  vergroting: 2.2 x 15.500 = 34.000 x t = 0^{\circ} code nr. : E.M.-300 - 1970 Verslag van het afstudeerwerk van Jaap J. Stapel, verricht op de Tussenafdeling der Metaalkunde.

Vakgroep : Fysische en Chemische Metaalkunde

Sectie : Fysische Chemie van de Vaste Stof

Sectieleider: Prof.dr.ir. B. Okkerse

Begeleiders : Ir. H.J. Kolkman en Prof.dr.ir. B. Okkerse.

- "Ik ben een misoponianist"-

(zie Erasmus' Lof der Zotheid)

INHOUDSOPGAVE

		blz.
1.	Inleiding	1
II.	Theorie	2
	II.1. Inleiding	2
	II.2. Theorie van Wu en Smoluchowski;	
	Veselý	3
	II.3. Berekening Wu-factoren	6
	II.4. Oriëntatieverandering bij deformatie	7
III.	Experimentele procedure	8
	III.1. Inleiding	8
	III.2. Bereiding éénkristallen en trek-	
	proeven	8
	III.3. Preparaatbereiding	10
	III.4. Rekhouder	11
	III.5. Onderzoek naar deformatiediepte	
	t.g.v. bewerking	12
	III.6. Bepaling van glijsystemen in de	
	elektronenmicroscoop	13
IV.	Resultaten	16
	IV.1. Inleiding	16
	IV.2. Bepaling glijsystemen	16
	IV.3. Resultaten	18
	JV.4. Beschouwing van de resultaten	21
ν.	Conclusies en aanbevelingen	23
	V.1. Conclusies	23
	V.2. Aanbevelingen	23
VI	Summary	25

Literatuur

Figuren

Foto's

Tabel M-, W- en W'-factoren

#### SYMBOLENLIJST

a	afstand tussen twee slip-traces van één dislocatie
Б	burgersvector
C14	"midden" stereografische standaarddriehoek
F	kracht
g .	diffractievector
L	afstand van folievlak tot folievlak gemeten langs burgersvector
М	Schmidfactor (orientatiefactor)
0	oppervlak
Q	vergroting
t	dikte van het folie
t	tilthoek
W	W-factor voor schroefdislocaties
W '	idem voor randdislocaties
Ŷ	shear strain

τ schuifspanning

τ<sub>kr</sub>

kristische schuifspanning

de volgende symbolen zijn hoeken tussen

α	folievlak	- vlak door burgersvector en normaal op glijvlak
β	folienormaal	- burgersvector
γ	folienormaal	- richting in het glijvlak loodrecht op
		burgersvector
δ	trekas	- snijlijn van folievlak en glijvlak
ε	folienormaal	- normaal op glijvlak
λ	trekas	- burgersvector
φ	burgersvector	- snijlijn van folievlak en glijvlak
θ	trekas	- normaal op glijvlak

#### I. INLEIDING

De elektronendiffractie en microscopie is een hulpmiddel gebleken om de eigenschappen van de vaste stof te onderzoeken.

Naast onderzoek aan precipitaten, insluitsels, kristalgrenzen, enz., is wet mogelijk door onderzoek aan dislocatiestructuren, stapelfouten, *stapelfouten, enz.*, meer te weten te komen van de atomaire opbouw van de vaste stof. Door processen welke plaatsvinden in bulkmateriaal, zoals precipitatie en deformatie, te laten geschieden in een daarvoor geschikte preparaathouder in de elektronenmicroscoop, zou men uitspraken kunnen doen over de mechanismen welke bij dergelijke processen een rol spelen. Men dient zich daarbij te realiseren dat het gedeelte van een preparaat dat bestudeerd kan worden in de elektronenmicroscoop slechts van zeer geringe dikte is. Zelfs bij Al dat vanwege zijn lage rangnummer in het periodiek systeem, goed doorstraalbaar is ligt de maximale doorstraalbare dikte voor een 100 kV elektronenbundel beneden de micron (10<sup>-3</sup> mm). De eigenschappen van dergelijke dunne preparaten zullen aanleiding kunnen geven tot andere mechanismen t.a.v. precipitatie, dislocatiebeweging e.d.

Het doel van dit onderzoek was de bestudering van de dislocatiebeweging in Au-éénkristalfolies, vervaardigd uit bulkmateriaal dat al dan niet een bepaalde voordeformatie opgelegd was.

Door moeilijkheden tijdens een der laatste fases van de preparaatbereiding was het niet mogelijk het onderzoek op Au-folies te verrichten. Het onderzoek werd voortgezet op Cu-folies, waarbij slechts ongedeformeerde folies zijn bestudeerd.

Getracht is een voorspelling te kunnen doen welke glijsystemen geactiveerd zullen worden in Cu-éénkristalfolies, afhankelijk van de oriëntaties van trekrichting en de normaal op het folie.

felmht?

#### **II.** THEORIE

#### II.1. Inleiding

Bij het op trek belasten van metalen zal afschuiving plaatsvinden op bepaalde kristallografische vlakken (glijvlakken) in bepaalde kristallografische richtingen (glijrichtingen).

Voor bcc-metalen, zoals b.v. α-Fe gelden als glijvlakken o.a. {110}, tevens zouden {211} en {321} als glijvlak kunnen optreden, doch hieřover bestaat in de literatuur geen eenduidigheid.

Voor fcc-metalen (bv. Al, Cu, Au) bestaat grotere eenduidigheid. Als glijvlakken treden op de {111}, als glijrichtingen de <110>. Voor de glijvlakken zij er vier mogelijkheden, n.l. (111), (111), (111) en (111), gemakshalve resp. A, B, C en D genoemd (in de literatuur vindt men ook andere notaties). Bij de glijrichtingen zijn zes mogelijkheden, resp. |110|, |110|, |101|, |011|, |011| en |101|, ook wel geschreven als I, II, III, IV, V, VI.

Een combinatie van glijvlak en glijrichting, waarbij de tweede uiteraard gelegen moet zijn in de eerste, noemt men een glijsysteem.

Aldus kan men in een fcc-metaal twaalf glijsystemen onderscheiden.

Een glijsysteem kan dan worden gekarakteriseerd door bv. DV, m.a.w. glijvlak  $(\overline{11}1)$  en glijrichting |011|. (Zie ook tabel).

		110	110	101	011	011	101
	(111)	ΙA			anna a seala na Alexandro de Alexandro de Angelo de Alexandro de Alexandro de Alexandro de Alexandro de Alexand	A . V	A VI
Tabel 1.	(111)		BII		BIV		B VI
	(111)	СІ		C III	C IV		
	(111)		DII	D III		DΥ	

Bij het op trek belasten van een éénkristal zal volgens Schmid (lit. II.1) dat glijsysteem worden geactiveerd dat de hoogste schuifspanning bezit. De schuifspanning in een glijsysteem kan worden geschreven als

$$\tau = \frac{F}{Q} \cos \theta \cos \lambda \tag{2.1}$$

waarbij  $\theta$  de hoek voorstelt tussen trekas en de normaal op het glijvlak en  $\lambda$  de hoek tussen trekas en glijrichting.

or equility of

Het product

 $\cos \theta \cos \lambda = M$ 

wordt ook wel de Schmidfactor genoemd.

Voor iedere willekeurige oriëntatie van de trekas kan de Schmidfactor bepaald worden door bepaling van de hoeken  $\theta$  en  $\lambda$ . Door nu in een stereografische projectie aan te geven welk glijsysteem (evt. glijsystemen) de hoogste Schmidfactor heeft voor een bepaalde oriëntatie, verkrijgen we fig. II.1. In elk "driehoekje" heeft het aangegeven glijsysteem de hoogste Schmidfactor. Weten we de oriëntatie van de trekas, dan is uit de projectie af te lezen welk glijsysteem (resp. glijsystemen) geactiveerd zal worden. De driehoek, bepaald door 001, 011 en 111, noemt men de standaarddriehoek. In deze driehoek heeft het systeem BVI de hoogste Schmidfactor, het bereikt binnen deze driehoek de hoogste waarde voor het geval dat de trekas op de grootcirkel door  $|\overline{101}|$  en |111| ligt en wel van beide 45<sup>°</sup> verwijderd. Voor deze oriëntatie, welke niet beschreven kan worden met rationele Miller-indices is de factor gelijk aan 0,5. Bij het gebruik irrationele indices kan men deze richting beschrijven als  $|\overline{1}, 2 + \sqrt{6}; 5 + 2\sqrt{6}|$ . Gedurende het onderzoek werd de richting C14 genoemd, hetgeen geen verdere fysische betekenis heeft.

In het algemeen wordt de theorie van Schmid, voor ronde staven gevolgd. Bij het bekend zijn van de oriëntatie van de trekas ligt de situatie vast. Diverse onderzoeken toonden aan dat de theorie van Schmid niet altijd op gaat bij niet-ronde staven, zoals b.v. bij folies.

Wu en Smoluchowski (lit. II.2) deden onderzoek aan Al-folies (fcc); Veselý (lit. II.3) aan Mo-folies (bcc). Beide onderzoeken toonden aan, dat de theorie van Schmid niet toegepast mag worden op folies.

#### II.2. Theorie van Wu en Smoluchowski; Veselý

Wu en Smoluchowski kwamen, naar aanleiding van hun experimenten met Alfolies tot de conclusie, dat naast de Schmidfactor tevens rekening moet worden gehouden met de lengte van de weg die de dislocaties moeten afleggen in het folie, immers, zo stellen zij, de kans dat een dislocatie geremd zal worden in zijn beweging (bijv. door mozaïkgrenzen) zal kleiner zijn, naarmate de weg korter is. Stilzwijgend nemen zij aan, dat de dislocaties bewegen in de richting van hun burgersvector, waarna zij stellen,

> ulj Toutherne : mit onloppich ; schundolid. Her cross-schoppe. wij Toutherne : mit onloppich ; schundolid. Her will cost verwisstakel.

ima wel?

(2.2)

-3-

dat de Schmidfactor vermenigvuldigd zou moeten worden met een term welke omgekeerd evenredig is met de af te leggen weg, gemeten langs de burgersvector. De nieuwe factor, we zullen hem Wu-factor (W) noemen, wordt nu in plaats van

$$M = \cos \theta \cos \lambda$$

$$W = M \cdot \frac{t}{L}$$

waarin t de dikte van het folie, en L de af te leggen weg, gemeten langs de burgersvector voorstellen.

Wu en S. werken dit uit tot

$$W = M \cdot \frac{\cos \theta \sin \phi}{\sin \delta}$$
(2.4)

hierin is  $\phi$  de hoek tussen de snijlijn van glijvlak met folievlak en de glijrichting en is  $\delta$  de hoek tussen deze snijlijn en de trekas. Eenvoudiger is het om (2.3) uit te werken tot (zie ook fig. II.2)

 $W = M \cdot \cos \beta \tag{2.5}$ 

waarin  $\beta$  de hoek is tussen de normaal op het folie en de glijrichting. Wu en S. stellen zoals eerder opgemerkt, dat de dislocaties zullen bewegen in de richting van hun burgersvectoren, m.a.w. de dislocaties zouden een randkarakter hebben.

Met behulp van deze nieuwe factor konden Wu en S. hun experimenten grotendeels verklaren.

Het juist zijn van de gedachte dat de dislocaties in de richting van hun burgersvectoren zouden bewegen en de voorkeur zou uitgaan voor die richting, waarvan de weg gemeten langs de burgersvectoren het kortste zou zijn, betekent dat de dislocaties evenwijdig zouden liggen aan het folievlak. Een dislocatie kan niet eindigen middenin een perfekt kristal. Zij is ôf in zichzelf gesloten, ôf vertakt, ôf eindigt op een vlak waar de periodiciteit van het kristalrooster ophoudt, zoals het oppervlak of een niet-koherente kristalgrens.

Bij het evenwijdig liggen van de dislocaties aan het oppervlak, zullen de uiteinden van de dislocaties in één en hetzelfde folievlak liggen.

(2.3)

De uiteinden zouden het folievlak slechts kunnen verlaten als knooppunt van dislocaties, hetgeen niet erg waarschijnlijk is. Aannemende dat de uiteinden in het folievlak blijven liggen zal bij beweging, de dislocaties òf het folie uitlopen, òf zich splitsen in twee dislocaties, waarvan de uiteinden niet in hetzelfde folievlak liggen.

Wilsdorf (lit. II.4) deed elektronenmicroscopisch onderzoek aan Al-folies. Op grond van de mogelijkheid van cross-slip komt hij tot de conclusie dat de dislocaties in Al-folies een schroefkarakter hebben. Verder stelt hij dat dislocaties om energetische redenen loodrecht op het folie willen staan.

Combinerend kan men dan het uitgangspunt van Wu en S. als volgt wijzigen met behoud van de formule voor de Wu-factor.

Indien in een metaalfolie de bewegende dislocaties, voornamelijk een schroefkarakter hebben, zal dat glijsysteem worden geactiveerd waarvan het product van Schmidfactor en de reciproke afstand van boven- tot onderkant van het folie, gemeten langs de burgersvector het grootste is. Als in plaats van de schroefdislocaties de randdislocaties in een metaalfolie beweeglijker zouden zijn, zal men moeten komen tot een andere factor.

In plaats van de afstand gemeten langs de burgersvector zullen we nu de afstand gemeten langs de richting loodrecht op de burgersvector en in het glijvlak kunnen beschouwen. We zouden dan kunnen stellen:

$$W' = M \cdot \cos \gamma \tag{2.6}$$

waarbij  $\gamma$  de hoek is tussen de normaal op het folie en de bedoelde richting loodrecht op de burgersvector.

Het is een bekend verschijnsel dat in bcc-metalen, de randcomponent van een dislocatie sneller loopt dan de schroefcomponent (lit. II.5 en 6). Een soort gelijk onderzoek als door ons verricht is gedaan door Veselý aan Mo-folies (bcc) (lit. II.3). Veselý stelt in plaats van de Schmidfactor voor

$$V = M \cdot \sin B \tag{2.7}$$

waarbij hij als nevenvoorwaarde stelt dat het glijvlak zoveel mogelijk loodrecht op het folie staat. Ook Veselý neemt aan dat de dislocaties om energetische redenen loodrecht op het folie willen staan.

-5-

Als actieve glijvlakken neemt hij {110} en {321}, m.a.w. bij elke burgersvector kunnen negen glijvlakken optreden, bij fcc slechts twee. De factor welke Veselý voorstelt is dus niet zonder meer over te nemen voor fcc. Voor het geval dat de glijvlakken loodrecht op het folie staan komt men met de formules (2.6) en (2.7) op hetzelfde resultaat.

#### II.3. Berekening Wu-factoren

We kunnen nu de Wu-factoren berekenen (de W'-factor is op analoge wijze te berekenen), aannemende dat de trekas C14 is.

Bij een ronde staaf kan men met de oriëntatie van de trekas de situatie vastleggen. Bij een folie moet men naast de trekas ook de oriëntatie van het folievlak weten, wil de situatie eenduidig zijn.

Bekijken we fig. II.3, dan zien we dat in beide gevallen de Schmidfactor gelijk is aan 0.5, doch de Wu-factor is in de twee gevallen verschillend. De situatie kan worden vastgelegd door de hoek tussen enerzijds het vlak bepaald door de normaal op het glijvlak B en de glijrichting VI en anderzijds het folievlak. Deze hoek wordt  $\alpha$  genoemd; bijv. voor fig. II.2a:  $\alpha = 0^{\circ}$ , voor fig. II.2b:  $\alpha = 90^{\circ}$ .

Deze definitie heeft het voordeel dat  $\alpha$  niet verandert bij deformatie, mits het glijsysteem B VI wordt geactiveerd.

Het is duidelijk dat alleen  $\beta$  de hoek tussen folienormaal en glijrichting afhankelijk is van  $\alpha$ . De hoeken  $\theta$  en  $\lambda$  zijn constant voor elk glijsysteem. Met behulp van de S.G.P. en het Wulffse net kan men de hoeken  $\theta$ ,  $\lambda$  en  $\beta$ bepalen. Het is ook mogelijk het geheel langs analytische weg te doen, door gebruik van het inwendig produkt van twee vectoren. Dit laatste is beschreven in lit. II.7. In fig. II.4 zijn de Wu-factoren voor de verschillende glijsystemen uitgezet tegen  $\alpha$ . De krommen hebben het karakter van een cosinus, (absolute waarde), hetgeen later door Kolkman (lit. II.8) ook aangetoond is.

De krommen voor de W-factoren hebben een soortgelijk karakter.

Deformeren we nu een folie met  $\alpha = 0^{\circ}$ , dan zal volgens Wu het glijsysteem B VI / geactiveerd worden, aangezien de Wu-factor voor B VI bij  $\alpha = 0^{\circ}$ dan juist nul is. Het glijsysteem met de grootste Wu-factor is dan C III, direct gevolgd door resp. C IV, B II en B IV.

De bovenstaande beweringen zijn te staven door de bepaling van de actieve glijsystemen in metaalfolies en anderzijds de bepaling van het karakter van de bewegende dislocaties c.q. rand- of schroefdislocaties.

#### II.4. Oriëntatieverandering bij deformatie

Bij deformatie van een éénkristal verandert de oriëntatie van de trekas. Dit is bijvoorbeeld duidelijk te zien aan het z.g. "houten schijvenmodel". Hiermee zien we dat de trekas zich zal bewegen in de richting van de glijrichting, waardoor de Schmidfactor zich zal wijzigen.

Beschouwen we een ronde staaf met trekas C14, dan zal de trekas zich bewegen langs de grootcirkel door |111| en  $|\overline{1}01|$  tot de grenslijn van de gebieden B VI en D V, zal zijn bereikt. Op de grenslijn zijn de Schmidfactoren van de systemen B VI en D V aan elkaar gelijk.

We nemen nu een folie met trekas C 14 en stellen dat de Wu-factor geldig is. Uit fig. II.4 kunnen we aflezen dat afhankelijk van  $\alpha$  de glijsystemen C IV, B VI of C III geactiveerd zullen worden.

Bij deformatie, zal dus de trekas zich bewegen resp. naar |011|, |101| of |101|. (Fig. II.5).

Als de trekas niet meer in C14 is zal niet alleen de Schmidfactor veranderd zijn, doch ook  $\beta$ . De berekening van de Wu-factoren zou dan opnieuw moeten gebeuren.

Aannemende dat B VI het geactiveerde systeem zal zijn, zijn behalve voor  $\lambda = 45^{\circ}$  ook berekeningen uitgevoerd voor  $\lambda = 40^{\circ}$ ,  $35^{\circ}$  en  $31^{\circ}.29$ '. Voor dit laatste geval, net op de grenslijn zijn de resultaten weergegeven in fig. II.6.

De berekeningen voor de vier waarden van  $\lambda$  zijn samen te vatten tot het diagram in fig. II.7. Alleen het gedeelte, waarin B VI staat afgebeeld is direct bruikbaar. Immers als men een folie heeft met  $\alpha = 90^{\circ}$  en trekas C14 dan zal volgens het diagram B VI worden geactiveerd. Bij verdere deformatie blijft B VI de grootste Wu-factor houden; bij een folie met

 $\alpha = 120^{\circ}$  en trekas C14 zal het glijsysteem C III de grootste Wu-factor  $II \cdot 7$  hebben. Men mag nu niet uit het diagram aflezen dat bij verdere deformatie C III de grootste Wu-factor blijft houden. De trekas beweegt nu niet naar de  $|\overline{101}|$ , maar naar de |101|. Een en ander is ook beschreven in lit. II.7.

in this was Birls

#### **III. EXPERIMENTELE PROCEDURE**

#### III.1. Inleiding

heorieën

wit

Juil.

Not. pearf

ilet ink

dimich?

Deformeren we een fcc-éénkristal (ronde staaf) met trekas C14, dan zal volgens Schmid het glijsysteem B VI worden geactiveerd. Deformeren we een éénkristallijn folie, eveneens met trekas C14, dan blijkt (zie hoofdstuk II) dat niet altijd het systeem B VI geactiveerd behoeft te worden. Het al dan niet activeren van systeem B VI zou afhankelijk zijn van de oriëntatie van het folievlak, welke we kunnen vastleggen door een hoek a eerder gedefinieerd in hoofdstuk II.

Teneinde te kunnen onderzoeken, welke van de twee in hoofdstuk II genoemde/geldig zou zijn, zijn folies onderzocht met resp. waarden van  $\alpha = 0^{\circ}$ en 90°. Volgens Wu zal bij  $\alpha$  = 90° het systeem B VI geactiveerd worden en bij  $\alpha = 0^{\circ}$  juist niet. De V-factor voor  $\alpha = 0$  is voor B VI de hoogste. Het lag in de bedoeling om het onderzoek te verrichten aan Au-folies. light wide we Deze zouden na elektrolytisch polijsten getrokken worden in de rekhouder, welke gebruikt kan worden in de Philips EM-300. Het elektrolytisch polijsten dient om het folie doorstraalbaar te maken voor elektronenstralen. Naast ongedeformeerde preparaten zouden ook preparaten worden bekeken, welke afkomstig waren uit trekstaven die reeds een bepaalde deformatie hadden ondergaan. Deze "voordeformatie" zou resp. geschieden tot halverwege het easy-glide gebied (zie ook III.2) ook wel stage I genoemd en tot in stage III.

> Door naar het scheen onoverkoombare moeilijkheden die optraden bij het elektrolytisch polijsten van de Au-preparaten werd tenslotte besloten het onderzoek voort te zetten op Cu. Voorlopig zijn slechts ongedeformeerde preparaten bestudeerd in de rekhouder.

#### III.2. Bereiding éénkristallen en trekproeven

Volgens de methode van Bridgman werd uitgaande van Au-draden (Drijfhout) met diameter 1.5 mm een éénkristal vervaardigd met een diameter van 4 mm en een lengte van 90 mm. De verticale snelheid gedurende de bereiding bedroeg 1 mm/min.

Uit het éénkristal, dat een willekeurige oriëntatie had, werd door gebruikmaking van vonkverspanen een ent vervaardigd waarvan de lengterichting i det de lengterichtingfilmen de bedoeling dat het filmen de kristal de lengterichtig tweede kristal de lengterichting van de ent overnam. Dit kristal diende

Und have

voor het leveren van meerdere enten, zodat een aantal éénkristallen vervaardigd kon worden met de gewenste richting (zie ook lit. III.1). { Eén éénkristal is gebruikt om daaruit ongedeformeerde preparaten te { vervaardigen, twee anderen zijn verwerkt tot trekstaven. Hiertoe zijn nadat de staaf elektrolytisch gepolijst was om een glad oppervlak te verkrijgen aan de uiteinden huljes gesoldeerd, die pasten in op dit laboratorium geconstrueerde trekstangen.

Aangezien de trekproeven verricht zijn bij 78<sup>°</sup>K, moest een speciale voorziening worden gebruikt om zorg te dragen dat de trekstaven tijdens het koelen van de opstelling niet gedeformeerd zouden worden. (zie ook lit. III.2,3 en 4).

De trekproeven zijn verricht op een Instron TTCML. Nemen we een trekkromme van een éénkristallijne fcc-trekstaaf op, dan verwachten we een verloop als geschetst in fig. III.1. Bij een bepaalde schuifspanning  $(\tau_{kr})$  zal afschuiving plaatsvinden. De versteviging zal in het begin gering doch lineair toenemen (stage I, ook wel easy-glide). Na een zekere rek zal de versteviging sterk toenemen, doch nog steeds lineair (stage II); weer later zal de kromme afbuigen van deze lineaire versteviging (stage III).

Eén van de trekstaven is gedeformeerd tot in stage III, zodat uit de trekkromme de grootte van stage I bepaald kon worden, terwijl de staaf zelf kon dienen voor het leveren van preparaten, welke een voordeformatie hadden gekregen tot in stage III.

De trekkromme bepaald aan de eerste staaf is afgebeeld in fig. III.2; het eerste stuk van de kromme is afgebeeld in fig. III.3. Afhankelijk van de definitie van stage I vinden we voor de waarde van  $\gamma_{I} = 0,016 - 0,021$  ( $\gamma$ : shear strain). In de literatuur neemt men soms voor het einde van stage I het einde van het eerste lineaire gedeelte (bv. lit. III.5). Anderen nemen als eindpunt het snijpunt, dat men verkrijgt na extrapolatie van de twee lineaire gedeelten (bv. lit. III.6). Uitgaande van het resultaat is de tweede trekstaaf gedeformeerd tot  $\gamma = 0,008$  (fig. III.4).

Aangezien de maximale kracht bij deze deformatie belangrijk lager was dan bij de eerste trekproef, was de mogelijkheid aanwezig door een andere keuze van meetcel voor de Instron-trekbank, een nauwkeurige  $\tau_{kr}$  te bepalen. De kritische schuifspanning bedroeg 0,104 kg/mm<sup>2</sup>. Vergelijking met in de literatuur voorkomende gegevens: Sachs und Weerts(lit. III.7)0,091kg/mm2Berner(lit. III.6)0,070- 0,125kg/mm2Andrade and Aboav(lit. III.8)0,120kg/mm2

Naast de Au-éénkristallen zijn tevens Cu-éénkristallen vervaardigd. Hierbij is uitgegaan van Cu (99,999); Johnson and Matthey. De uiteindelijk verkregen Cu-éénkristallen hadden eveneens de richting C14. De preparaatbereiding uit zowel de ongedeformeerde éénkristallen, als uit de twee voorgedeformeerde staven, loopt parallel en wordt besproken in III.3.

#### III.3, Preparaathereiding

well

De afmetingen van de preparaten bestemd om bestudeerd te worden in de rekhouder zijn 5 x 2,7 x 0,2 mm. Deze worden verkregen door de éénkristallen overlangs door te snijden d.m.v. vonkverspanen. Alvorens dit te kunnen doen, moet het kristal zodanig zijn uitgericht (Laue-opnamen) dat het snijvlak voldoet aan de eis dat de hoek  $\alpha$  resp. 0<sup>°</sup> en 90<sup>°</sup> is. Aangezien vonkverspanen een bewerking is waarbij deformatie optreedt moet de vonkenergie zo klein mogelijk worden gekozen. Een te kleine vonkenergie levert echter het gevaar op dat de Cu-draad in aanraking komt met het kristal, hetgeen mechanische deformatie tot gevolg kan hebben. Het overlangs doorgesneden kristal, wordt vervolgens in stukjes van 5 mm verspaand (wederom middels vonkverspanen).

Om na het vonkverspanen te komen tot de gewenste dikte van 200  $\mu$  worden de stukjes afgedraaid. De motivatie voor de keuze van afdraaien i.p.v. andere bewerkingsmethoden is beschreven in III.5.

De stukjes worden voor het afdraaien vastgekit op een onderplaat, welke geplaatst kan worden in een draaibank. De gebruikte draaibank is een AIdraaibank type DR 1 S. Door de afname van steeds kleinere spanen tot 5 µ, gelijk ook is toegepast door Okkerse (lit. III.9), kan men komen tot een toelaatbare deformatiediepte. De laatste bewerking, alvorens men elektrolytisch kan polijsten is zorgdragen voor de juiste breedte (2,7 mm), welke wederom door vonkverspanen wordt verkregen. Het elektrolytisch polijsten van Au-preparaten stuitte op moeilijkheden. Deels was het doorstraalbaar gebied te klein, deels zou het verkregen doorstraalbaar gebied niet geactiveerd kunnen worden. Het onderzoek aangaande het polijsten van Au-preparaten is verricht door ir. H.J. Kolkman en dhr C.D. de Haan. Resultaten zijn o.a. beschreven in lit. III.10. Het elektrolytisch polijsten van Cu levorde geen moeilijkheden op.

-10-

Het polijsten geschiedde in een Struers Tenupol. Gebruikt elektrolyt: Struers D2 (geen nadere samenstelling bekend).

Bij de Struers Tenupol wordt tegen beide zijden van het preparaat elektrolyt gespoten, terwijl er tevens een spanningsverschil bestaat tussen het preparaat en tegenelektrode. Een voordeel van dit z.g.n. "jet polishing" is de constante aanvoer van nieuw elektrolyt. Zodra in een preparaat een gat "valt" met rond het gat een doorstraalbaar gebied, dient het polijsten gestopt te worden.

In het apparaat is een lichtbron ingebouwd, welke licht laat vallen op het preparaat. Na het ontstaan van een gat, zal door het opvallende licht een achter het preparaat opgestelde lichtgevoelige cel worden geactiveerd. De vloeistofstroom wordt uitgeschakeld, evenals het spanningsverschil. Het preparaat dient vervolgens om etsing te voorkomen snel overgebracht te worden in methanol.

Alle preparaten vertoonden enige etsing, als remedie zou het spanningsverschil opgevoerd kunnen worden, doch de grootte van het doorstraalbaar gebied wordt dan kleiner.

Een optimum wordt bereikt bij een spanningsverschil van 10 V; temperatuur  $15^{\circ}$ C; de benodigde stroom bedraagt dan <u>+</u> 3.5 A/cm<sup>2</sup>.

#### III.4. Rekhouder

De gebruikte rekhouder was een Philips PW-6552. Het eigenlijke rekgedeelte is afgebeeld in fig. III.5 (overgenomen uit lit. III.11). De bevestiging van de preparaten is nog niet geheel bevredigend. De z.g.n. kikkerplaatjes in fig. III.5 de nummers 12 en 13, bleken niet voldoende te klemmen om te voorkomen dat het preparaat weg kon slippen.

Als oplossing werd getracht lijm te gebruiken, doch dit gaf in de elektronenmicroscoop aanleiding tot opladingsverschijnselen, waardoor bestudering onmogelijk werd. Door aan de onderkant van de kikkerplaatjes een gedeelte weg te frezen, werd het klemmend vermogen aanmerkelijk verbeterd, slechts een enkele maal trad nog slip op.

Het is onmogelijk gebleken om de bevestiging van een preparaat in de rekhouder deformatieloos te laten verlopen. Een onderzoek toonde aan dat tijdens de handelingen voorafgaand aan het bevestigen in de rekhouder geen deformatie optrad, mits men voorzichtig te werk ging. Bij het aandraaien van de kikkerplaatjes traden scheurtjes op in het dunne gebied van het preparaat. De scheurtjes liepen altijd in de richting van de snijlijnen van glijvlak met het folie.

Naast de scheurtjes trad ook tweelingvorming op.

-11-

Bij de behandeling en bevestiging van de preparaten is de grootst mogelijke voorzichtigheid betracht. Onderzoek naar een andere bevestigingsmethode lijkt wenselijk.

#### III.5. Onderzoek naar deformatiediepte t.g.v. bewerking

In het begin van de afstudeerperiode is een kort onderzoek ingesteld met het doel na te gaan wat de beste bewerkingsmethode zou zijn voor Au-éénkristallen.

De dikte van de preparaten moest gereduceerd worden tot  $\pm$  200  $\mu$ . Om deze dikte te bereiken kon gekozen worden uit

a. schuren, eventueel gevolgd door polijsten;

b. planen;

X

c. afdraaien.

Daarnaast is tevens de deformatiediepte onderzocht t.g.v. vonkverspanen, waarbij een gelijke vonkenergie is toegepast als gebruikt werd bij het overlangs vonkverspanen van de éénkristallen.

De methodiek welke gebruikt is om de deformatiediepte te bepalen, is het maken van Laue-terugstraalopnamen.

Zou een Laue-opname gemaakt worden van een deformatieloos éénkristal, dan zullen op de film scherpe stippen voorkomen. Bij een gedeformeerd éénkristal zullen de stippen uiteen vloeien, of zelfs kunnen verdwijnen. Vanwege de interesse voor de oppervlaktelagen van het kristal werd gewerkt met een lage buisspanning (slechts 15 kV), zodat het doordringend vermogen van de röntgenstraling klein was.

Na de verschillende bewerkingsmethoden, werden Laue-opnamen gemaakt en de dikten gemeten. Door nu in stappen te etsen en telkens dikten te meten en Laue-opnamen te maken tot het beeld van de Laue-opname weer het karakter heeft van een Laue-opname van een deformatieloos éénkristal, kan men een indruk krijgen van de deformatiediepte.

Resultaat:	vonkverspanen	+	30	μ	)	m. the	olid.	-kij ć	20 mit
	schuren	+	35	μ		mul	~ - (	7	
	planen	+	20	μ					
	afdraaien	+	25	μ	1				

Het parallellisme is voor het afdraaien het beste. Vanwege het kleine verschil tussen planen en afdraaien t.a.v. de deformatiediepte, gaf het parallellisme de doorslag voor de keuze van afdraaien. . Het afdraaien is gedaan door de Instrumentmakerij van de sectie Fysische Chemie van de Vaste Stof, waar voor het afdraaien van Au-éénkristallen reeds oriënterende proeven waren uitgevoerd met Cu-éénkristallen.

#### III.6. Bepaling van glijsystemen in de elektronenmicroscoop

shelt Ned.

# Om aan te tonen volgens welke theorie bepaald kan worden welk glijsysteem geactiveerd zal worden, zal het mogelijk moeten zijn glijsystemen te identificeren, liefst reeds tijdens het rekken van de preparaten.

De identificatie van glijsystemen valt uiteen in twee delen:

a. bepaling glijvlak;

b. bepaling glijrichting (b).

Is het glijvlak bekend dan blijven er nog slechts drie mogelijkheden voor de glijrichting, andersom als de glijrichting bekend is dan nog twee mogelijkheden voor het glijvlak.

Aangezien het glijvlak eenvoudiger te bepalen blijkt, geniet de volgorde eerst glijvlak dan glijrichting de voorkeur.

In het algemeen zullen de uiteinden van een dislocatie in een folie zich bevinden in het folievlak. Wordt een dergelijke dislocatie geactiveerd tot beweging dan zullen de uiteinden van de dislocatie zich bewegen langs de snijlijnen van het glijvlak met de twee folievlakken.

Aangezien de oriëntatie van de onderzochte preparaten bekend is, n.l. trekas C14 en  $\alpha = 0^{\circ}$  of 90<sup>°</sup>, kunnen we uit de richting van de beweging van de uiteinden het glijvlak bepalen.

De bepaling van het glijvlak kan later op foto worden vastgelegd door het fotograferen van tenminste twee dislocatie van hetzelfde glijvlak. Door de uiteinden met elkaar te verbinden legt men de richting van de snijlijnen vast.

In de praktijk is gebleken dat dit niet nodig was. De uiteinden van de dislocaties laten bij beweging een spoor achter. Deze sporen ("slip traces") worden vaker gevonden (foto's in lit. III.12, 13 en 14). De oorzaak ligt in het feit dat de vlakken nabij het folievlak nog niet geheel in evenwichtspositie zijn gekomen na het passeren van de dislocatie, waarschijnlijk omdat de oxidehuid of contaminatielaag tegenwerkt (foto 1). De slip traces verdwijnen na verloop van tijd, onder invloed van de elektronenbundel bij Cu zelfs binnen 5 à 10 sec.

In fig. III.  $\frac{1}{2}$  zijn de richtingen van de snijlijnen voor de vier glijvlakken getekend, zowel voor  $\alpha = 0^{\circ}$  als  $90^{\circ}$ .

le stellen?

Door tevens rekening te houden met de hoekverdraaiing van het beeld is het mogelijk reedstijden het rekken het glijvlak te bepalen. Het tweede deel van de identificatie van een glijsysteem is na het bekend zijn van het glijvlak een stuk eenvoudiger geworden, immers van de zes mogelijkheden voor de glijrichtingen (b) vervallen er drie. Voor een dislocatie met burgersvector  $\overline{b}$ , geldt dat als het produkt  $\overline{g}$ ,  $\overline{b}$ , waarin g de diffraktievector voorstelt, ongelijk is aan nul dan is de betreffende dislocatie in contrast. Is het product  $\overline{g.b}$  gelijk aan nul dan is de dislocatie niet in contrast, (Lit. III.14 en 15).

Voorbeeld:  $g = 1\overline{13}$ , dislocatie is zichtbaar in donkerveld van  $1\overline{13}$ -stip. m.a.w.:  $\overline{g}$ ,  $\overline{b}$  moet ongelijk aan nul zijn. Conclusie  $\overline{b}$  = 110 is niet mogelijk.

Voorbeeld bepaling glijsysteem gegevens:  $\alpha = 0^{\circ}$ ; tilthoek  $0^{\circ}$ 

slip traces in C-richting

Olives a towards mogelijke burgersvectoren zijn nu I (110), III (101) en IV (011). Bij een tilthoek  $0^{\circ}$  staan de diffraktievectoren  $\overline{2}02$  en 111 loodrecht op de instraalrichting.

Donkerveld met 111; dislocatie zichtbaar

							110	101	011
	g.]	5					2	2	0
Actief	is	dus	С	Ι	of	С	III		

Donkerveld met 202; dislocaties niet zichtbaar

110 101 g.b --2 0 Actief is hier het glijsysteem C III

Opmerking 1. Men dient zich te realiseren, dat er voor de plaatsing van een preparaat in de rekhouder vier mogelijkheden zijn. Bij het bepalen van glijvlakken en uitwerken van diffraktiepatronen tijdens de metingen (nodig voor het bepalen van  $\overline{g.b}$ ), moet men hier op bedacht zijn. Opmerking 2. Bij  $\alpha = 0^{\circ}$  lopen de snijlijnen van de glijvlakken A en B in dezelfde richting. Met de bepaling van de burgersvector kunnen een aantal mogelijkheden nog onderscheiden worden, echter de burgersvector 101 (VI) ligt in beide glijvlakken.

Om te kunnen bepalen of A VI of B VI actief is, kan een mogelijkheid zijn gebruik te maken van de hoek die het glijvlak maakt met het folievlak. Bij glijvlak B is deze hoek 90°, hetgeen betekent dat bij tilthoek 0° de beide snijlijnen boven elkaar liggen en niet gescheiden zijn waar te nemen. Voor het glijvlak A zijn de snijlijnen wel gescheiden waar te nemen.

#### IV.1. Inleiding

in the

Na het elektrolytisch polijsten van de Cu-éénkristalfolies in de Struers Tenupol en plaatsing in de rekhouder verkrijgt men een beeld als te zien is in foto 2.

De scheuren en tweelingen, grotendeels ontstaan tijdens plaatsing in de Arekhouder, lopen in bepaalde richtingen.

Voordat het rekproces gestart kan worden, moet men eerst met behulp van diffraktiepatronen bij verschillende/hoeken, bepalen hoe het preparaat in de rekhouder is geplaatst (er zijn vier mogelijkheden), zodat identificatie van glijvlakken en richtingen mogelijk is.

Door zoveel mogelijk te werken met beeldvergrotingen van resp. 59.000 en (Allfluctuur) 62.000x kan men de beeldrotatie zoveel mogelijk elimineren. De trekas in de rekhouder komt dan namelijk vrijwel evenwijdig te liggen met de trekas in het beeld.

Om toch bij andere vergrotingen ook snel identificatie van het glijvlak te kunnen verrichten is een draaiplateau vervaardigd, waarmee gecorrigeerd kan worden voor de beeldrotatie.

#### IV.2. Bepaling glijsystemen

In het gedeelte III.6 is uiteengezet hoe men met behulp van elektronenmicroscopie glijsystemen kan identificeren. Hierna volgt een volledige uitwerking.

In een plaatje met  $\alpha = 0^{\circ}$  werden bij trek slip-traces waargenomen in de richting van de snijlijnen van het glijvlak (11) (D) met het folievlak. De dislocatiebeweging vond dus plaats op het glijvlak D.

Foto 3 geeft het beeld van de dislocaties na het trekken.

De slip-traces zijn hier reeds verdwenen. Toch is het mogelijk nog te controleren of de waarneming dat de dislocaties in het glijvlak D liggen juist is geweest, zonder dat slip-traces zichtbaar zijn op de foto. Uit de afstand tussen de twee slip-traces van een dislocatie kan men de dikte van het folie berekenen. Bij een tilthoek van 0<sup>°</sup> geldt voor de dikte van het folie

 $t = \frac{a \cdot tge}{Q}$ 

(4.1)

waarin a = de afstand tussen de slip-traces

 $\varepsilon$  = de hoek tussen folienormaal en normaal op glijvlak

Q = vergroting

tabul up p. 2

De dikte van het folie ter plaatse van de dislocaties 1 en 2 (foto 3) zal gelijk zijn, zodat de afstanden tussen de resp. slip-traces ook gelijk zal moeten zijn.

Indien de slip-traces van een dislocatie niet meer zichtbaar (of niet in contrast) zijn, kan men de richting nog wel construeren door het trekken van lijnen door de uiteinden van de dislocatie evenwijdig aan de snijlijnen van glijvlak en folievlak. Bij de dislocaties 1 en 2 in foto 3 zijn alle drie mogelijke richtingen (bij  $\alpha = 0^{\circ}$  vallen de richtingen van de snijlijnen van de glijvlakken A en B samen) van de snijlijnen getrokken. Zoals men ziet, zijn slechts de afstanden tussen de snijlijnen van het glijvlak D in beide gevallen gelijk.

Daaruit kan dan eventueel achteraf de conclusie worden getrokken dat de dislocaties op het glijvlak D liggen. Voor de burgersvectoren van de dislocaties blijven dan drie mogelijkheden n.l.

II |110|, III |101|, V |011|

Door nu donkerveld te maken met verschillende diffraktiestippen is verdere identificatie mogelijk. Foto 4 toont een donkerveldopname van hetzelfde gebied.  $\tilde{g} = |\tilde{1}\tilde{1}\tilde{1}|$ . De dislocaties zijn zichtbaar hetgeen betekent dat de dislocaties niet de burgersvector  $|\tilde{1}10|$  kunnen hebben. Foto 5 eveneens een donkerveldopname, nu echter met  $\tilde{g} = |20\tilde{2}|$ . Aangezien dan  $\tilde{g}.\tilde{b} = 0$  voor  $\tilde{b} = |101|$  blijft als enige mogelijkheid voor de burgersvector: |011|. Het actieve glijsysteem is hier dus D V.

Een aantal malen trad cross-slip op. De identificatie is dan in principe mogelijk zonder donkerveld te maken. Immers uit de richting van de sliptraces kan men de glijvlakken bepalen, waarna de burgersvector vast ligt, aangezien deze in beide glijvlakken moet liggen. Neemt men cross-slip waar op de vlakken B en D, dan zijn de glijsystemen B II en D II actief.

#### IV.3 Resultaten

Direct bij het begin van het rekproces ontwikkelen zich in het folie aan de randen van het doorstraalbaar gebied scheuren.

Enerzijds breiden zich de scheuren uit welke zijn ontstaan bij het plaatsen van een folie in de rekhouder, anderzijds ontstaan nieuwe scheuren, vaak op plaatsen waar tweelingen zijn, waarschijnlijk eveneens ontstaan bij plaatsing in de rekhouder.

De scheuren ontwikkelen zich altijd in de richtingen van de snijlijnen van glijvlak met folievlak. Binnen de scheur vindt beurtelings afschuiving plaats op verschillende glijvlakken, waardoor een "zaagtand"-uiterlijk ontstaat. Een dergelijk zaagtand-uiterlijk is ook gevonden door Menter and Pashley in opgedampte Au-folies (lit. IV.1).

Bij folies met  $\alpha = 0^{\circ}$  trad scheurvorming op in alle drie mogelijke richtingen van snijlijnen van glijvlak met folievlak.

Bij folies met  $\alpha = 90^{\circ}$  waar vier mogelijkheden zijn voor de richting van de snijlijnen, trad scheurvorming alleen op in de B-richting, ook al waren bij het begin reeds scheuren aanwezig in de andere richtingen. In de gebieden direct bij een scheur was dislocatiebeweging zichtbaar. Buiten deze gebieden eveneens, dit vooral na korte tijd nadat scheurvorming moeizamer (dikker gebieden) verliep en tevens meer dislocaties waren gevormd.

Om een identificatie van een glijsysteem te verrichten, werd het rekproces telkens stopgezet. Er bleven dan een groot aantal dislocaties nog enige tijd in beweging, doch na verloop van korte tijd trad stilstand op. Bij de identificatie welke beschreven is in III.6 en IV.2 traden vele moeilijkheden op. Is het inwendig product van diffractievector (g) en burgersvector (b) ongelijk aan nul dan zullen de dislocaties in donkerveld in contrast zijn. Is het inwendig product gelijk aan nul dan zijn de dislocaties bij donkerveld niet in contrast. Echter dikwijls is de intensiteit van het donkerveld zo laag dat niet waar te nemen is of de dislocaties wel of niet in contrast zijn. Ziet men bij een donkerveld geen dislocaties dan kan de conclusie dat het inwendig product nul zal zijn, soms te voorbarig zijn, aangezien het niet zichtbaar zijn ook "veroorzaakt" kan zijn door een te lage intensiteit van het beeld. Slechts wanneer in het donkerveld andere details duidelijk te onderscheiden zijn en de dislocaties niet in contrast, mag men stellen dat het inwendig product nul zal zijn.



paf. thick with

alunit .

Een zekere identificatie is mogelijk door slechts gebruik te maken van donkerveldopnamen, waarbij de dislocaties in contrast zijn. Hierdoor wordt de identificatie een stuk lastiger. Stel namelijk dat slip-traces waargenomen zijn in C-richtingen, voor de burgersvectoren zijn nu de mogelijkheden I, III, IV. Als het glijsysteem C I actief zou zijn, zou slechts éénmaal donkerveld gemaakt behoeven worden. Maakt men donkerveld met  $\bar{g}$  = 220, dan zijn de dislocaties van C I niet en van C III en C IV wel in contrast. Neemt men de zekere weg, dan zal men meermalen donkerveld moeten maken, b.v. met  $\bar{g}$  = 202 en  $\bar{g}$  = 111. Daar de slip-traces onder invloed van de elektronenbundel vrij snel verdwijnen, moet snel na het stoppen van het rekproces een foto genomen worden, wil men de slip-traces fotografisch vastleggen. Aangezien de dislocatiebeweging nog even doorgaat, krijgt men een "bewogen" beeld, waarin de afzonderlijke dislocaties niet zichtbaar zijn. Soms ziet men direct na het stopzetten beweging op andere glijvlakken, bij weer verder trekken is slechts beweging op het eerste glijvlak. De dislocaties op de andere glijvlakken bewegen dan namelijk niet meer. Foto 6 toont naast slip-traces in de C-richting ook slip-traces in de A-richting. (Ondanks  $\alpha = 0^{\circ}$  is hier toch onderscheid te maken tussen A en B, doordat hier de slip-traces gescheiden waar te nemen zijn). Tijdens het trekken was geen beweging op het A-glijvlak waargenomen. Hervat men het rekproces pas na langere tijd, dan duurt het even voordat de dislocaties weer geactiveerd worden, waarschijnlijk doordat de spanning intussen afgenomen is.

Vaak verkrijgt men een beeld zoals in foto 3. De dislocaties hebben dan de neiging in rijen te bewegen. De bewegingsrichting is dan ongeveer loodrecht op een dergelijke rij. In foto 7 zijn deze rijen eveneens duidelijk waar te nemen. De verklaring voor het bewegen in deze rijen is dat twee rand-dislocaties, althans geen zuivere schroefdislocaties met gelijke burgersvector en hetzelfde glijvlak elkaar zullen afstoten, daarentegen zullen twee rand-dislocaties met gelijke burgersvector, doch liggende op twee evenwijdige glijvlakken elkaar aantrekken (lit. IV.2 en 3). Voorts tonen de dislocaties vaak een zig-zag-uiterlijk, zoals in foto 7. Wilsdorf (lit. IV.4) geeft een mogelijke verklaring. Volgens Wilsdorf zijn smalle stapelfouten aanwezig. Hij baseert deze conclusie op het feit dat in een pile-up alle zig-zags met elkaar in fase zijn. De resultaten van de identificatie van glijsystemen, waarbij de zekere weg is bewandeld, m.a.w. door het maken van donkerveldopnamen met dislocaties in contrast, zijn:

- $\alpha = 0^{\circ}$
- DV,CI en BVI.

B II en D II.

Het glijsysteem D V is in alle preparaten (5) waargenomen, C I in enkele (2), terwijl B VI slechts éénmaal kon worden geïdentificeerd.

 $\alpha = 90^{\circ}$ 

Beide glijsystemen werden in alle preparaten (5) waargenomen. De overige niet-volledige identificaties spreken bovenstaande resultaten niet tegen. B.v. bij  $\alpha = 90^{\circ}$  kon een aantal malen geen onderscheid gemaakt worden tussen B II en B IV, enz.

Tijdens het trekken trad alleen bij folies met  $\alpha = 90^{\circ}$  een aantal malen cross-slip op. Foto 8 toont duidelijk slip-traces in B- en D-richting. Cross-slip is slechts mogelijk voor schroefdislocaties. Controle dat cross-slip is opgetreden kan worden uitgevoerd door de punten waar de slip-traces van een dislocatie van richting veranderen met elkaar te verbinden. Deze verbindingslijn moet evenwijdig zijn met de burgersvector. In foto 8 is dit duidelijk het geval.

Het kwam wel voor dat direct na het tot stilstand brengen van het rekproces cross-slip optrad. De dislocaties welke de slip-traces in foto 6 veroorzaakten, bleken bij identificatie de burgersvector I te bezitten. Deze burgersvector ligt behalve in C ook in het glijvlak A. De slip-traces van A zijn waarschijnlijk afkomstig van cross-slip.

Het karakter van de dislocaties was niet eenduidig. Naast schroefdislocaties traden rand-dislocaties, maar meestal dislocaties met een gemengd karakter op.

Bij de glijsystemen B II en D II in folies met  $\alpha$  = 90<sup>°</sup> traden schroefdislocaties op, althans de afwijking was klein. Bij het systeem B VI traden zuivere randdislocaties op.

Na verloop van tijd vormden zich in de gebieden welke nog net doorstraalbaar waren, netwerken welke afgebeeld zijn op de foto's 9 en 10 en op de foto voorin het verslag. Identificatie van de burgersvector was niet mogelijk wegens een te lage intensiteit van de donkerveldopnamen. Vanwege de grote lengte van de dislocaties, moeten deze vrijwel evenwijdig liggen met de snijlijnen van glijvlak en folievlak. Construeren we in de foto's de snijlijnen van de glijvlakken met het folievlak dan blijkt dat de dislocaties hiermee inderdaad evenwijdig liggen. Bij de folies met  $\alpha = 0^{\circ}$  vinden we alle drie de richtingen terug. Bij de folies met  $\alpha = 90^{\circ}$ vinden we alleen dislocaties liggende in de B- en D-richting. Zowel gescheiden, als gemengd, dit laatste in foto 10.

#### IV.4. Beschouwing van de resultaten

Bij een beschouwing van de resultaten blijkt dat voor beide oriëntaties van het folievlak niet het glijsysteem te worden geactiveerd welke men zou verwachten aannemende dat de Wu-factor (W) bepalend zou zijn. Immers voor de oriëntatie  $\alpha = 0^{\circ}$ , verwachten we CII en/of C IV (het verschil tussen beide glijsystemen is niet groot) en niet de nu waargenomen D V. Voor de folies met  $\alpha = 90^{\circ}$  was de verwachting dat het systeem B VI zou optreden, doch bij waarneming bleken B II en D II op te treden. Ook als in plaats van W de bepalende factor W' zou zijn (m.a.w. uitgaande van het energetisch voordeliger zijn van rand-dislocaties) kan men de waarnemingen niet in overeenstemming brengen met de theorie, alhoewel enkele waargenomen glijsystemen een hogere factor hebben. Uit de grafieken behorende bij hoofdstuk II en tevens uit de tabel achter in het verslag blijkt dat voor de systemen B II en B IV geen verschil is voor de factoren. Beide systemen liggen bij  $\alpha = 0^{\circ}$  en 90<sup>°</sup> symmetrisch aan elkaar in het preparaat. Bij waarneming van B II zou men verwachten dat ook B IV zal optreden, hetgeen echter niet het geval is. Een verklaring kan gezocht worden in de afwijkingen van trekas en folienormalen van het preparaat, t.a.v. de gewenste oriëntaties hiervan. De afwijkingen zijn gedefinieerd in fig. IV.1 en bedragen ongeveer 2 à 3°. Het blijkt dat de afwijkingen voor de factoren aanzienlijk kan zijn. In de tabel zijn de waarden van W en W' voor de werkelijke oriëntaties tussen haakjes vermeld, achter de waarden welke voor het "ideale" geval zijn berekend. De waarden voor de belangrijkste glijsystemen zijn nu

$\alpha = 0^{\circ}$	М	W	W'
DV	0.327	0.112	0.271
CI	0.164	0.152	0.133
B VI	0.500	0.017	0.500
(C III)		0.277	0.318
(C IV)		0.264	1 · · ·
	a gana kiya yang sa saya - 1977 (k saya ta kina darang bangana	•	Republic to the second s

$\alpha = 90^{\circ}$	М	W	W '
BII	0.219	0.080	0.135
D II	0.111	0.041	0.050
(B VI)		0.360	
(C III)		0.278	0.360

-21-

on the unchilight

Voor zowel W als W' bezit het glijsysteem B IV echter een hogere waarde dan B II, alhoewel B II optrad.

-22-

Het valt op dat het glijsysteem C III, dat in alle gevallen, zowel bij verschillende  $\alpha$  als bij beide factoren, een hoge waarde heeft. Gedurende de metingen is C III nooit zeker waargenomen. Opgemerkt moet worden dat een aantal malen geen onderscheid gemaakt kan worden tussen C I en C III. Uit de waarnemingen is gebleken dat de dislocaties geen eenduidig karakter hadden, de beide factoren echter zijn gebaseerd op voornamelijk optreden van resp. schroef- en randdislocaties.

Om te kunnen voorspellen welk glijsysteem primair geactiveerd zal worden, zal men een theorie op moeten stellen, die niet uitgaat van het exclusieve optreden van schroef- of rand-dislocaties.

Daarnaast kan men zich afvragen of de loodrechte stand op het folie-vlak inderdaad minimale energie met zich mee brengt.

Een kritisch punt in het onderzoek is de scheurvorming in de folies. Immers blijft de spanning gedurende het rekproces voor alle plaatsen evenwijdig met de trekrichting. Voor het geval dat scheurvorming alleen loodrecht op de trekrichting optreedt wel. Treden scheuren in diverse dan richtingen op,/is dit niet zeker. Dat de gedeelten tussen de scheuren toch geactiveerdworden, blijkt uit de dislocatiebeweging gedurende het rekproces.

#### V. CONCLUSIES EN AANBEVELINGEN

#### V.1. Conclusies

Uit het onderzoek is gebleken dat voor Cu-éénkristalfolies het theorema van Schmid niet geldig is. Dit theorema is erop gebaseerd dat dat glijsysteem zal worden geactiveerd dat de hoogste oriëntatiefactor bezit. Gelijk ook werd gevonden door Wu en Smoluchowski (lit. II.2) bij Alfolies en door Veselý (lit. II.3) bij Mo-folies, blijkt de oriëntatie van het folievlak een rol te spelen.

Een poging om de verkregen resultaten te verklaren door enerzijds aan te nemen dat dislocaties om energetische redenen loodrecht op het folievlak willen gaan staan en anderzijds het exclusieve optreden van resp. schroef- en rand-dislocaties, bleek niet te slagen.

Waarschijnlijk is in Cu-folies het verschil in beweeglijkheid tussen schroef- en rand-dislocaties niet zo groot, zoals dit b.v. bij de meeste bcc-metalen het geval is.

Gedurende het onderzoek in de elektronenmicroscoop waren zowel schroefals randdislocaties waargenomen. Het is tot nu toe niet gelukt een theorie op te stellen, waarmee het optreden van de waargenomen glijsystemen verklaard kunnen worden.

#### V.2. Aanbevelingen

Teneinde een theorie te kunnen opstellen om het optreden van de waargenomen glijsystemen te verklaren, verdient het aanbeveling om naast het verrichte onderzoek aan folies met in dit verslag gedefinieerde oriëntaties, ook onderzoek te verrichten aan folies met andere oriëntaties, teneinde meer inzicht te verkrijgen in de rol die de oriëntatie van het folievlak speelt.

Het lijkt wenselijk folies te bestuderen welke voor bestudering in de elektronenmicroscoop reeds een zekere deformatie hebben gehad. Deze voordeformatie zou kunnen geschieden zowel in bulk als in folies. Tijdens deze deformatie, althans zeker bij de deformatie in bulkmateriaal, zal het glijsysteem met de grootste oriëntatiefactor worden geactiveerd. Daarnaast zou een onderzoek naar andere inklemmethoden in de rekhouder misschien kunnen leiden tot deformatieloos plaatsen van preparaten in de rekhouder. Waarschijnlijk kan scheurvorming uitgesloten worden, door doorstraalbare gebieden aan de randen te krijgen, i.p.v. in het midden van de proefplaatjes. Een poging daartoe zal echter niet gemakkelijk zijn. VI. SUMMARY

The aim of this work is studying the deformation of Au single crystals during tensile tests in an electron microscope. We have tried to study the deformation not only on undeformed Au foils but also on foils deformed in bulk into stage I and stage III.

fo

Because the impossibility to make specimens good enough to study in the electron microscope we had to switch on Cu-foils. The study on Cu is done only on undeformed foils.

The tensile axis of the foils was oriented in the middle of the stereographic triangle.

With the theorem of Schmid (reference II.1) it is possible to predict (dependent on the orientation of the tensil axis) which slip system will be activated during tensile deformation of single crystals. Wu and Smoluchowski (reference II.2) on Al foils and Veselý (reference II.3) on Mo foils have shown that the choice of slip system in single crystal foils depends not only on the orientation of the tensile axis but also on the orientation of the foil plane.

In the electron microscope it was mostly possible to identify the slip systems by the direction of the slip traces (slip plane) and dark field micrographs (slip direction).

From the results appeared that also on Cu foils the choiche of slip system not only depends on the orientation of the tensile axis but also on the orientation of the foil plane.

We have not been succesfull in explaining the results with the assumption that either only screw or only edge dislocations, both perpendicular to the foil plane, act during plastic deformation.

It has not been possible to set up a theory to explain the results. There are however indications that the difference in the mobility of screw and edge dislocations in Cu single crystal foils is, contrary to bcc-metals, not so large that it can influence the choice of slip systems. mit funomentioneral

### LITERATUUR

II.1	Schmid and Boas		,	
	Plasticity of Crystals			1935
II.2	Wu and Smoluchowski			
	Phys. Rev.	78	p 468	1950
II.3	Veselý			
	Phys. Stat. Sol.	29	p 675	1968
II.4	Wilsdorf			
	ASTM Spec. Techn. Pub.	245	р 43	1958
II.5	Low and Guard			
	Acta Met.	7	p 171	1959
II.6	Low and Turkalo			
	Acta Met.	10	p 215	1962
II.7	Tussenverslag 6 (appendix)			
II.8	Kolkman			
	Intern rapport 720911			
			•	
III.1	Tussenverslag 1			
III.2	Tussenverslag 2			
III.3	Tussenverslag 3			
III.4	Tussenverslag 4			
III.5	McTegart			
	Elements of Mechanical Metallurgy			1966
III.6	Berner			
	Zeits. Naturforsch.	<u>15a</u>	p 689	1960
III.7	Sachs und Weerts			
	Zeits. f. Phys.	<u>62</u>	p 473	1930
III.8	Andrade and Aboav			
•	Proc. Roy. Soc.	<u>A240</u>	p 304	1957
III.9	Okkerse			
	Phys. Rev.	103	p 1246	1956
III.10	Kolkman			
	Intern rapport 720724			
III.11	Philips Handbook PW 6552			
III.12	Wilsdorf			
	ASTM Spec. Tech. Pub.	245	p 43	1958
III <b>.</b> 13	Price			
	Journal of Appl. Phys.	32	P 1746	1961

•

•

III.14	Hirsch c.s.		
1	Electron Microscopy of thin crystals		1971
III.15	Cursusdictaat Röntgen- en Elektronendiffractie;		
	elektronenmicroscopie. Lab. v. Metaalkunde		<u>1968</u>
		·	
IV.1	Menter and Pashley		
	Structure and Properties of Thin Films	p 110	1959
IV.2	Friedel		
	Dislcoations		1964
IV.3	Collegedictaat Materiaalkunde II, deel XIII		
	Laboratorium voor Metaalkunde		1969
IV.4	Wilsdorf		
	Structure and Properties of Thin Films	p 151	1959











ľ

:













.

. .

. . .

.















fig. III.5

20 21









Foto 1. Slip-traces Gegevens:  $\alpha = 90^{\circ}$ t = 0°

vergroting: 1,4 x 62.000 = 86.800 x code nr. : E.M.-300 - 1960



Foto 2. Uitgangssituatie trekplaatje. Gegevens:  $\alpha = 90^{\circ}$  vergroting: 1.4 x 1240 = 1740 x t = 0^{\circ} code nr. : E.M.-300 - 1967



Foto 3. Bepaling glijsysteem Gegevens:  $\alpha = 0^{\circ}$  vergroting: 1.4 x 59.000 = 82.600 x  $t = 0^{\circ}$  code nr. : E.M.-300 - 2114



Foto 4. Donkerveld foto 3 Gegevens:  $\overline{g} = \overline{111}$  code nr.: E.M.-300 - 2115



Foto 5. Donkerveld foto 3 Gegevens:  $\overline{g} = 20\overline{2}$  code nr.: E.M.-300 - 2116



Foto 6. Slip traces in C-richting, bij stilstaand ook een enkele dislocatie op A-glijvlak

Gegevens:	α	1	00	vergroting:	$1,4 \times 59.000 = 82.600$
	t	2	00	code nr. :	E.M300 - 2101



-Foto 7. Dislocatierijen. Gegevens:  $\alpha = 0^{\circ}$  vergroting: 1,4 x 59.000 = 82.600 t = -34^{\circ} code nr. : E.M.-300 - 2129



-Foto 8. Cross-slip. Gegevens:  $\alpha = 90^{\circ}$ t = -11°

vergroting: 1,4 x 59.000 = 82.600 code nr. : E.M.-300 - 2034



Foto 9. Dislocatienetwerken. Gegevens:  $\alpha = 0^{\circ}$  vergroting: 1,4 x 59.000 = 82.600 t = 0^{\circ} code nr. : E.M.-300 - 2090



Foto 10. Dislocationetworken. Gegevens:  $\alpha = 90^{\circ}$  vergroting: 1,4 x 59.000 = 82.600  $t = +12^{\circ}$  code nr. : E.M.-300 - 2040

Tabel	voor	Μ,	W	en	W	-factoren.
-------	------	----	---	----	---	------------

	and the second				
	M	$W = 0^{\circ}$	W 🕰 = 90°	$M_1  \alpha = 0_0$	W' et = 90°
AI	0.053(0.057)	0.015(0.018)	0.049(0.053)	0.008(0.012)	0.015(0.016)
V	0.219(0.252)	0.063(0.086)	0.049(0.052)	0.038(0.035)	0.206(0.239)
VI	0.167(0.195)	0.000(0.007)	0.118(0.140)	0.057(0.073)	0.112(0.130)
BII	0.250(0.219)	0.216(0.193)	0.088(0.080)	0.125(0.103)	0.150(0.135)
IV	0.250(0.276)	0.216(0.248)	0.088(0.121)	0.125(0.146)	0.150(0.166)
VI	0.500(0.500)	0.000(0.017)	0.354(0.360)	0.500(0.500)	0.000(0.000)
CI	0.182(0.164)	0.053(0.051)	0.169(0.152)	0.151(0.133)	0,025(0.020)
III	0.469(0.485)	0.271(0.264)	0.271(0.278)	0.314(0.318)	0.343(0.360)
IV	0,288(0,308)	0.249(0.277)	0.102(0.135)	0.050(0.043)	0.249(0.267)
DII	0.121(0.111)	0.105(0.098)	0.043(0.041)	0.021(0.014)	0.057(0.050)
III	0.197(0.221)	0.114(0.120)	0.114(0.127)	0.132(0.156)	0.017(0.015)
V	0.318(0.327)	0.092(0.112)	0.071(0.068)	0.267(0.271)	0.173(0.173)

Tussen haakjes staan weergegeven de factoren voor de werkelijke oriëntaties van de folies.

· · · An - in thy se . forvis undergram