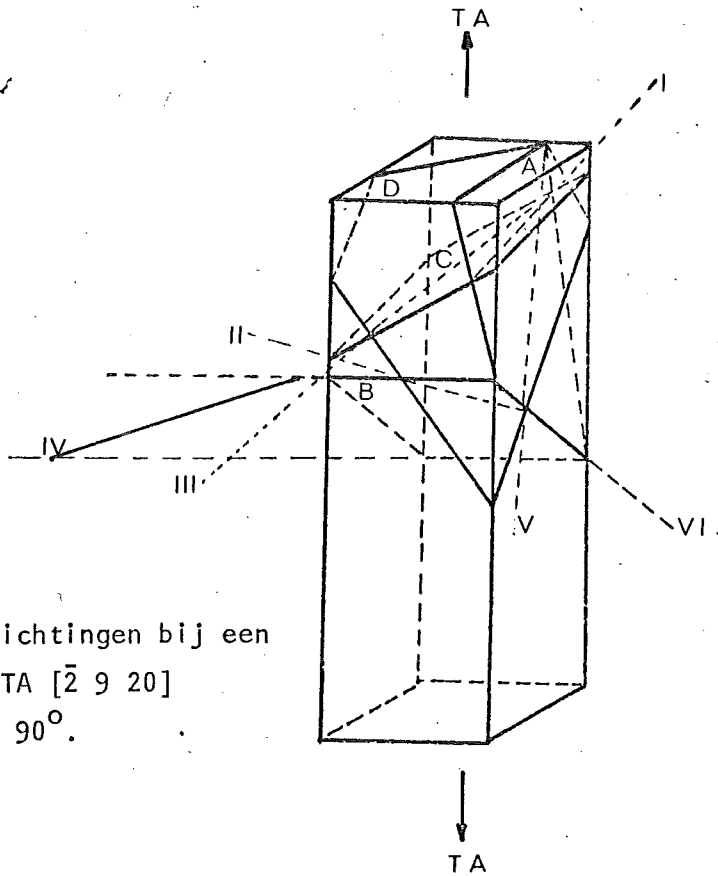


AFWIJKINGEN VAN DE WET VAN SCHMID BIJ GROTE DUNNE KOPER EENKRISTALLEN



Vlakken en richtingen bij een kristal met TA $[\bar{2} 9 20]$ voorvlak $\alpha = 90^\circ$.

Verslag van het afstudeerwerk van H.F.C. Berckenkamp, 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, Dr. F.W. Schapink en Prof.dr.ir. B. Okkerse

*No man is an island,
entire of itself*

John Donne.

Aanvulling afstudeerverslag H.F.C. Berckenkamp.

Wilt u in de inhoudsopgave tussen IV.3 en IV.4 het volgende invoegen en IV.4 veranderen in VI.4.

	<u>Biz.</u>
IV 4.1. Verandering van de oriëntatie van de trekas	19
4.2. Laue methode	21
4.2a Opstelling	21
4.2b Uitwerken foto's	22
5. Opgedrukt rasterwerk	28
6. Elektronenmicroscopie	29
V Resultaten	31
1. Algemeen	31
2. Optische microscopie	31
3. Elektronenmicroscopie	32
4. Laue-fotografie	34
5. Bepaling glijsystemen met opgedrukt raster	37
6. Samenvatting resultaten	37
VI Bespreking van de resultaten	39
1. Algemeen	39
2a Resultaten van de elektronenmicroscopie	39
2b Vergelijken van de E.M. resultaten met de voorspellingen van Schmid en anderen.	39
3. Bespreking van de resultaten van de optische microscopie, het volgen van de oriëntatieverandering van de trekas en de rasterwerkbepalingen	42
3.1. Inleiding	42
3.2. Optische microscopie	43
3.3. Oriëntatieverandering van de trekas	44
3.4. Rasterwerkbepalingen	44

Inhoudsopgave

	<u>Blz.</u>
I Inleiding	1
II Theoretische inleiding	2
1.1. De wet van Schmid	2
1.2. Het primaire systeem	2
2.1. Afwijkingen van de wet van Schmid	2
2.2. Wu en Smoluchowski	4
2.3. Young en Sherill	5
2.4. Lohne	6
2.5. Kolkman	6
2.6. Franken	6
2.7. Minari, Pichaud en Capella	7
2.8. Sadananda en Marcinkowski	7a
3. Dislocatievermenigvuldiging en ontstaan	8
III Preparaatbereiding	11
1. Preparaten voor trekproeven	11
1.1. Koperéénkristallen	11
1.2. Trekstaven	11
1.3. Uitrichten en vonkverspanen van de kristallen	14
1.4. Chemisch afdraaien	14
1.5. Napolijsten, na het chemisch afdraaien	16
1.6. Rasterwerk	17
2. Prepareren voor de elektronenmicroscopie	17
2.1. Vonkverspanen	17
2.2. Polijsten	17
IV Methoden van experimenteren en waarnemen	18
1. Inleiding	18
2. Trekken	18
3. Optische microscopie	18
4. Verschil tussen de E.M. waarnemingen en de Laue en rasterwerkbepalingen	44
5. Voorstellen van een selectieregel voor de bulk van de kristallen	46
6. Dimensies van het kristal en de mogelijke gevolgen daarvan	46

	<u>Blz.</u>
VII Conclusies en aanbevelingen	54
1. Conclusies	54
2. Aanbevelingen	54
VIII Summary	55
Literatuurlijst	56
Lijst van gebruikte symbolen	58

1. Inleiding

In het kader van het promotie-onderzoek van H.J. Kolkman is geprobeerd de invloed na te gaan van de oriëntatie, vorm en afmetingen op de keuze van glijsystemen bij koperéénkristallen, onder éénassige trekbelasting. Hierbij is gebruik gemaakt van: lichtmicroscopie, electronenmicroscopie, Laue methoden en rasters op het oppervlak.

De trekproeven zijn aan grote koperéénkristallen met ongeveer de maten $80 \times 50 \times (\approx 1)$ mm uitgevoerd. Geprobeerd is een selectieregel te geven, die de keuze van het glijsysteem bepaalt.

II. Theoretische inleiding

II.1.1 De wet van Schmid

Bij het belasten van kristallen zijn er vaste glijsystemen, waarlangs afschuiving plaats vindt. Voor de drie belangrijkste metaalstructuren, de hexagonale dichtste pakking, de kubisch vlakkegecentreerde(k.v.g.) en de kubisch ruimtelijk gecentreerde(k.r.g.) zal de glijrichting één der dichtstgepakte richtingen zijn. Als glijvlak treedt in het algemeen op één der dichtst bezette vlakken.

Voor k.v.g. metalen houdt dit in dat de 6 <110> richtingen de glijrichtingen zijn, en de 4 {111} vlakken de glijvlakken.

De twaalf glijsystemen die op deze manier mogelijk zijn, worden voor het gemak met een letter-cijfer-kombinatie weergegeven (1)(zie tabel 1).

Tabel 1. Glijsystemen en hun Schmidfactoren S, voor asrichting S = 0,5 (9).

Glijsystemen				S	Glijstysteem				S
A	$\bar{1}\bar{1}1$	110	I	0,05	C	$\bar{1}\bar{1}1$	110	I	0,18
		011	V	0,22			101	III	0,47
		$\bar{1}01$	VI	0,17			$0\bar{1}1$	IV	0,29
B	111	$\bar{1}10$	II	0,25	D	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}0$	II	0,12
		$0\bar{1}1$	IV	0,25			101	III	0,20
		$\bar{1}01$	VI	0,50			011	V	0,32

De keuze van het glijstysteem wordt bepaald door de wet van Schmid (2): " De schuifspanning nodig voor afschuiving in een glijvlak, moet een kritische, voor een gegeven materiaal konstante, waarde te boven gaan".

Hieruit volgt: dat glijstysteem zal gaan werken, dat de grootste schuifspanning ondervindt, en wel bij de kritische schuifspanning. Deze spanning vindt men als volgt (zie figuur 1, volgende blz.).

De afschuifspanning op het glijvlak en in de glijrichting is

$$\tau = \frac{F \cos \lambda}{0 / \cos \phi} = \sigma \cdot \cos \phi \cdot \cos \lambda = S \cdot \sigma$$

τ = schuifspanning

F = normaalkracht op 0

0 = spanningsdoorsnede

λ = hoek tussen glijrichting en trekas

ϕ = hoek tussen normaal glijvlak en trekas

S = Schmidfactor

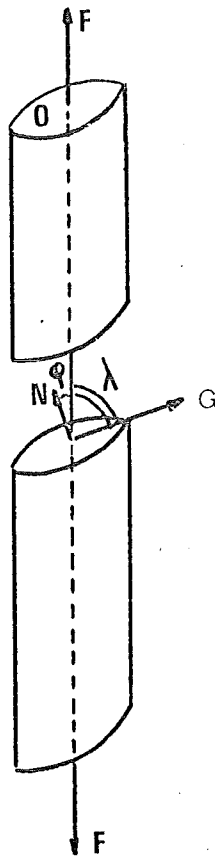


Fig. 1. g = glijrichting, N = normaal op glijvlak.

11.1.2 Het primaire systeem

Het glijstelsysteem met de hoogste Schmidfactor zal als eerste geactiveerd worden. Dit wordt genoemd het primaire (glij) stelsysteem. De andere glijstelsystemen zijn secundaire systemen. In een stereografische projectie (figuur 2) kan nu voor iedere oriëntatiedriehoek aangegeven worden, wat het primaire stelsysteem voor die driehoek zijn zal. Ligt de richting van de trekas op de rand van twee driehoeken, dan kunnen beide systemen optreden. De driehoek begrensd door $[001]$, $[011]$ en $[\bar{1}11]$ is in dit onderzoek als standaarddriehoek gebruikt. Het primaire stelsysteem is dan BVI.

11.2.1 Afwijkingen van de wet van Schmid

Uit vele onderzoeken (3 t/m 10) is gebleken dat er vooral bij dunne platte kristallen afwijkingen van de wet van Schmid optreden. In plaats van het stelsysteem met de grootste Schmidfactor worden één of meer secundaire systemen gevonden. Een aantal onderzoekers heeft getracht om regels te vinden, waarmee kan worden voorspeld welk glijstelsysteem als eerste zal gaan werken. Dit is zowel voor foliekristallen gebeurd, als voor bulkkristallen, zowel op

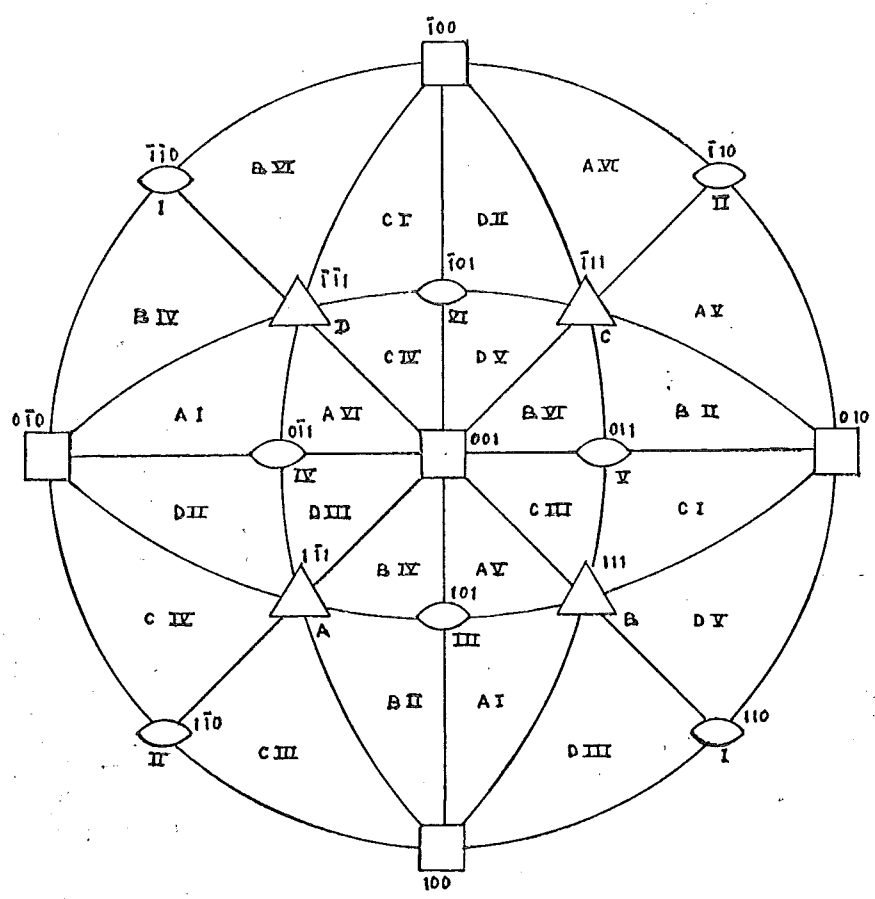


Fig. 2. Oriëntatiedriehoeken met bijbehorende primaire glijsystemen.

grond van praktische experimenten, als op grond van puur theoretisch werk. In het volgende wordt een kort overzicht gegeven van een aantal onderzoeken en resultaten betreffende de k.v.g. metalen.

11.2.2 Wu en Smoluchowski (3)

Dit is een onderzoek geweest aan aluminium kristallen. De maten van deze kristallen waren 20 x 2 x 0,2 mm. Uit een vergelijking van hun resultaten met de wet van Schmid bleek dat er geen overeenstemming was. Wu en Smoluchowski wijzen er dan op, dat behalve de Schmidfactor ook de dislocatieweglengte van belang is. Een dislocatie die evenwijdig ligt aan het grote oppervlak van het kristal, en in een richting loodrecht op dit oppervlak beweegt, legt een kortere afstand af, voordat hij het kristal uitloopt, dan een dislocatie die loodrecht op het grote oppervlak staat en evenwijdig hieraan beweegt. Hierbij wordt door hen stilzwijgend uitgegaan van randdislocaties. Bij een korte weglengte, stellen zij, is de kans op vastlopen van de dislocatie kleiner dan

bij een grote weglengte. Zij komen dan tot een gecorrigeerde Schmidfactor, waarin de dislocatieweglengte in rekening wordt gebracht.

$$S' = P \cos \phi \cos \lambda = \frac{c}{l} \cdot S.$$

Hierin is c een constante en l de weglengte. Stapel (7) werkt de formule uit tot

$$S' = S \cos \beta.$$

Hierin is β de hoek tussen de glijrichting en de normaal op het grote oppervlak van het kristal. Bij meerdere systemen met gelijke S zal het systeem met de burgersvector \bar{b} zoveel mogelijk loodrecht op het oppervlak worden gekozen. Wu en Smoluchowski spreken in hun artikel in 't geheel niet over schroefdislocaties.

11.2.3 Young en Sherill (10)

Young en Sherill stellen dat bij een dislocatie de randcomponent aan het oppervlak snel wegloopt en een schroefdislocatie als spoor achterlaat, die veel langzamer beweegt. Daarom postuleren zij dat bij verandering van de oriëntatie van het oppervlak, bij gelijke trekas, de keuze van het glijsysteem wordt veranderd.

Bij hun experimenten om dit te verifiëren vinden zij dat de burgersvectoren van de dislocaties die gegenereerd worden zoveel mogelijk evenwijdig liggen aan het grootste oppervlak. De maten van hun koper kristallen zijn $10 \times 5 \times 1$ mm. Letterlijk zeggen ze dan: "Apparently it is greatly preferred that the edge dislocations run and leave the screw component as a trace".

Zij wijzen erop dat Vesely (4) bij molybdeen iets soortgelijks vindt. Deze stelde hiervoor de formule op (vergelijk 11.2.2)

$$V = S \sin \beta.$$

Dat glijsysteem wordt gekozen, waarvoor V zo groot mogelijk is. Vaak (8, 9) wordt gezegd dat het criterium van Young en Sherill gelijk is aan dat van Vesely. Dit is niet juist, want Vesely eist bovendien dat \bar{b} in een glijvlak ligt dat loodrecht op het oppervlak staat. Zover gaan Young en Sherill niet.

11.2.4 Lohne (5)

Lohne constateert net als Young en Sherill, dat aan het oppervlak een kort randsegment van een dislocatie wegloopt, en een lange schroefdislocatie achterlaat. Hij stelt daarom dat de totale dislocatielijnlengte in de vroege vervormingsprocessen evenredig is met de afstand die de randsegmenten hebben gelopen.

Die dislocaties, die een hoge kritische afschuifspanning ondervinden en eindsegmenten hebben, die slechts geringe weerstand ondervinden, zullen worden geactiveerd. De weerstand van de eindsegmenten is afhankelijk van het vlak waarin zij liggen. Dit hangt af van de lijnenergie van het eindsegment van de dislocatie. Is deze laag dan blijft dit segment in het primaire vlak en de loopweerstand blijft laag. Is deze energie hoog, dan zal het eindsegment cross slippen en wordt de loopweerstand hiervan ook hoog. Lohne rekend dan de energie van de uiteinde in primair en cross slip vlak uit. Hoe groter het negatieve energieverval, hoe gunstiger dit is. Bij Lohne's experimenten aan aluminiuméénkristallen leek dit te worden bevestigd.

11.2.5 Kolkman (6)

Kolkman wijst er op dat de resultaten van vele onderzoekers verschillend zijn, maar dat ook iedereen zijn eigen materiaal, oriëntatie van de trekas (T.A.), en onderzoeksmethode heeft. Uit zijn eigen experimenten aan koper kristallen met T.A. = $[\bar{2} 9 20]$ konkludeert hij dat de volgende selectieregel geldig is: "De Burgersvector van het geactiveerde systeem moet in het glijvlak liggen, dat de kleinste hoek maakt met het grote oppervlak van het kristal. Dit is niet noodzakelijk het actieve glijvlak". Als mogelijke verklaring stelt hij dat in deze vlakken, de restricties van de dimensies van het kristal op het vormen van dislocaties zo klein mogelijk zijn.

11.2.6 Franken (9)

Franken heeft onderzoek gedaan aan aluminiuméénkristallen in verschillende diktes, oriëntatie T.A. = $[\bar{2} 9 20]$, oppervlak $\alpha = 0$ (zie III.1.2). Hij komt tot een verband tussen het percentage afwijkende glijsystemen en Q , de breedte/dikte verhouding (zie figuur 3).

Als dit gebeurt, zal het segment uitbuigen volgens de stadia 1, 2, ..., 7 in figuur 5a. Het primaire vlak is $(\bar{1}11)$ en het cross slip vlak is (111) . S is een verankeringspunt voor de dislocatie.

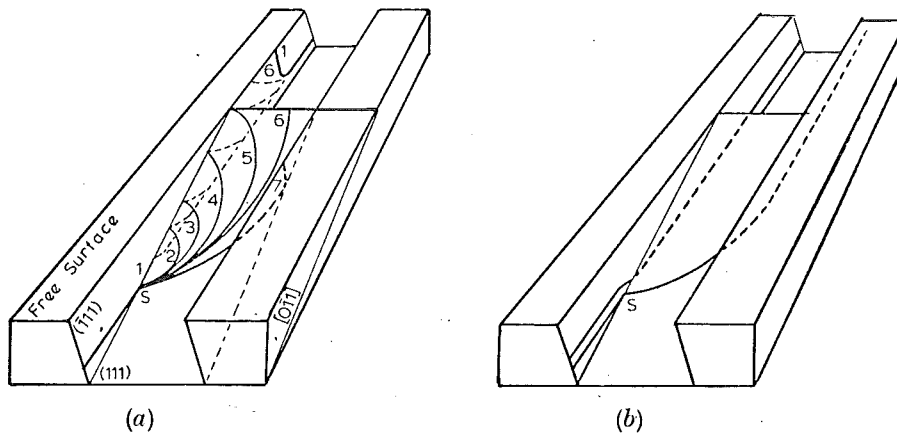


Fig. 5. Schets van het eerste stadium van dislocatie vermenigvuldiging bij cross slip
 $(\bar{1}11)$ primaire vlak (111) cross slip vlak.

In stadium 5 loopt het dislocatiesegment het kristal uit en maakt zich los van de oorspronkelijke dislocatie. Het nieuwe vrije uiteinde 6 glijdt om de energie te verminderen weer op het primaire vlak en de spiegelbeeldkrachten trekken het naar een bijna randoriëntatie (stadium 7). Dezelfde heroriëntatie vindt plaats met het vrije uiteinde in het cross slip vlak als dit segment een schroeforiëntatie heeft aangenomen. De twee randsegmenten liggen in evenwijdige primaire vlakken, waarin zij snel weglopen en lange schroefdislocaties achterlaten (zie figuur 5b).

Volgens de auteurs kan dit cross slip mechanisme bij zeer lage aangelegde spanningen optreden.

11.2.8 Sadananda en Marcinkowski (12)

Sadananda en Marcinkowski stellen dat de meeste dislocaties in een kristal uit lussen bestaan. In een numerieke benadering, waarin zij deze lussen in rechte rand- en schroefsegmenten verdelen, berekenen zij dat het energetisch voordelig is als bij grote lussen een schroefsegment door cross slip in een ander glijvlak overgaat. De orde van grootte van deze lussen is (zie figuur 6): $R_1 = 160 \cdot 10^{-8}$ cm, $x_1 = 20 \cdot 10^{-8}$ cm en $R_2 = 80 \cdot 10^{-8}$ cm.

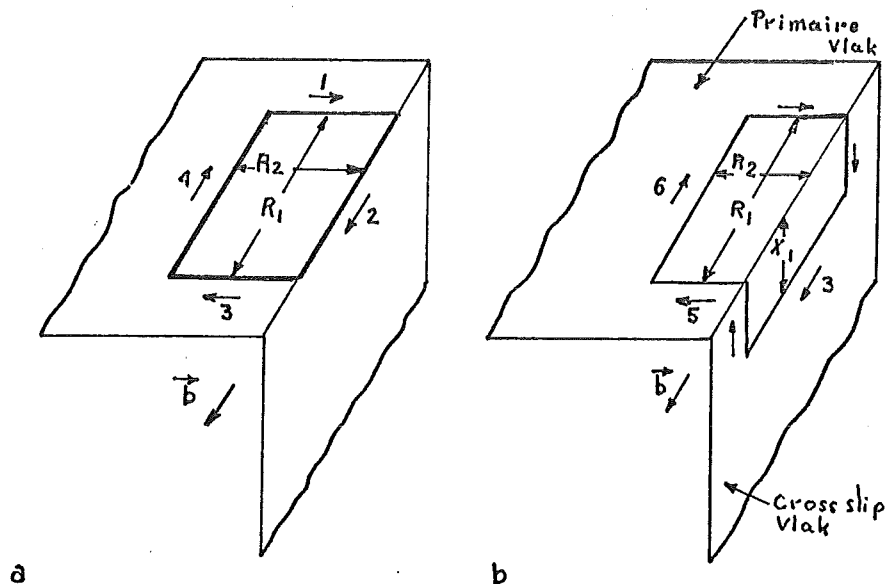


Fig. 6. Schets van de benadering van een dislocatielus door rechte rand- en schroefsegmenten voor en na cross slip.

Deze waarden gelden bij een spanning van $\approx 150 \cdot 10^8$ dyne/cm. Bij grote lussen, nadert de spanning nodig voor cross slip tot nul. Bij kleine lussen, zoals die bijvoorbeeld in sterk verstevigd materiaal bestaan, is deze cross slip energetisch niet gunstig. Bij deze berekening is uitgegaan van dislocaties die niet in partiëlen gesplitst zijn. In hun bespreking zeggen de auteurs echter dat de resultaten waarschijnlijk ook voor k.v.g. metalen en legeringen die wel in partiëlen gesplitste dislocaties hebben, nog in grote mate geldig zullen zijn.

Een ander resultaat van hun berekeningen is, dat de dislocaties door herhaalde cross slip zoveel mogelijk het vlak met de maximale schuifspanning zullen gaan benaderen in een soort van trapvorm.

Verder wordt gesteld, dat hoewel vele experimenten van onder andere Gilman en Johnston (13) suggereren dat een dislocatielus een Frank-Read bron kan worden door dubbele cross slip, zij hebben aangetoond dat een lus zich continu kan uitbreiden, zelfs in een getrapte configuratie.

11.3 Dislocatievermenigvuldiging en ontstaan

Bij afschuiving in kristallen zijn er dislocaties nodig. Daarom spelen dislocatievermenigvuldigingsmechanismen een grote rol. Friedel (14) rekt uit dat het verband tussen de aangelegde afschuifspanning en de noodzakelijke grootte van een door thermische kiemvorming ontstane lus gegeven wordt door

$$\sigma_c = \frac{\mu b}{2\pi K D} \ln \frac{e D_c}{b_0},$$

waarin σ_c de afschuifspanning is, μ = de glijdingsmodulus, K is een konstante

≈ 1 , D_c is de lusdiameter en b_0 is de parameter voor de kernenergie van de dislocatie, ongeveer gelijk aan b . Bij te kleine schuifspanning klapt een lus weer in elkaar, bij voldoende schuifspanning wordt een lus groter. Voor een Frank-Read bron geeft Friedel als verband tussen glijspanning en lengte l van de verankerde dislocatie:

$$\sigma = \frac{2\mu b}{l}$$

Uitgaande hiervan berekenen Johnson en Ashby (15) met behulp van statistiek, dat de spanning om een Frank Read bron in een Frank netwerk te doen ontstaan, evenredig is met het volume V van een kristal en met de dislocatie-dichtheid ρ volgens

$$\frac{\sigma}{\mu} = k_1 \cdot \rho^{-3/2} \cdot V^{-1/2}$$

De constante k_1 is ongeveer 0,6. Deze formule geldt voor lage dislocatie-dichtheden. $\rho < 5 \cdot 10^3 \text{ cm/cm}^3$. Voor grotere dislocatie-dichtheden geldt

$$\frac{\sigma}{\mu} \approx k_2 \cdot b \cdot \rho^{1/2}$$

In de konstante k_2 zit nog een kleine volume afhankelijkheid verwerkt. In figuur 7 is dit voor beide takken van de grafiekschaar in beeld gebracht voor het materiaal koper.

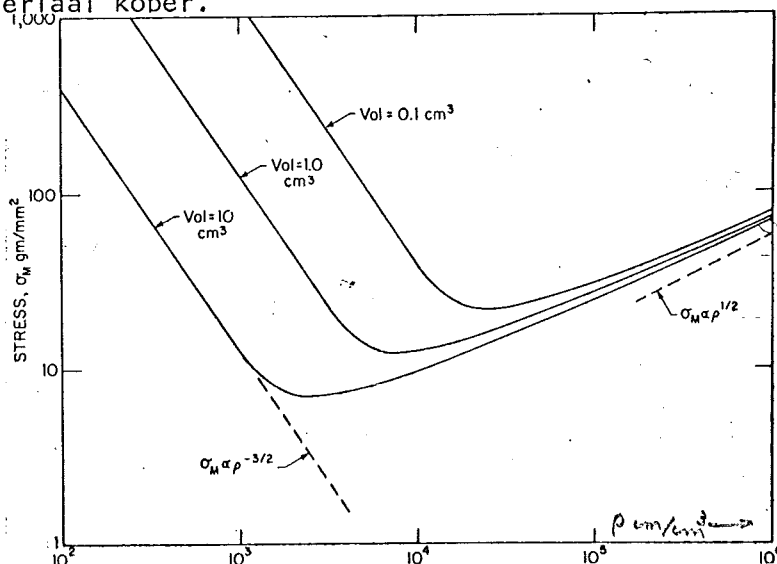


Fig. 7. Spanning nodig voor dislocatie vermenigvuldiging bij koper, als functie van de dislocatie-dichtheid.

Gilman en Johnston (13) komen naar aanleiding van hun experimenten met Li F tot de conclusie dat dislocatievermenigvuldiging in twee stappen kan plaats vinden.

1^e Een dislocatie glijdt door een glijvlak en laat roosterfouten in het "kielzog" achter.

2^e Uit deze fouten ontstaan nieuwe dislocatielussen, die gaan bewegen, en het proces herhaalt zich.

Daarnaast komen zij tot de conclusie dat de kans op de vorming van de roosterfouten evenredig kan zijn met het door de dislocatie doorlopen oppervlak.

III. Preparaatbereiding

III.1. Preparaten voor trekproeven

III.1.1 Koperéénkristallen

De trekstaven zijn gemaakt uit cilindervormige koperéénkristallen. Het maximale percentage verontreinigingen was 0,001%. Deze kristallen zijn in het Laboratorium voor Metaalkunde gemaakt door dr.ir. D. Weiner, met behulp van de Bridgeman techniek. De kristallen hadden allen een doorsnede $\phi = 8$ mm. Van drie kristallen was de lengte 80 mm, terwijl het vierde 60 mm lang was. De asrichting van de kristallen is zo dicht mogelijk bij de richting $S = 0,5$ geweest. Met dit symbool wordt het punt bedoeld, waar het primaire systeem Schmidfactor 0,5 heeft. Dit punt ligt op de grootcirkel door $[\bar{1}01]$ en $[111]$ en is van beide 45° verwijderd (zie figuur 8). De Millerindices zijn ongeveer $[\bar{2} 9 20]$.

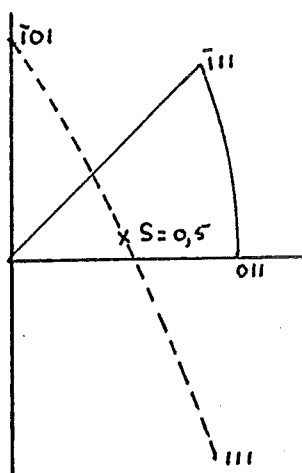


Fig. 8. Ligging van de trekas in de oriëntatiedriehoek.

Bij de meeste kristallen is de oriëntatie van de as 1 à 2 graden naast dit punt geweest.

III.1.2 Trekstaven

Uit ieder cilindervormig ééncristal zijn twee trekstaven gemaakt. De staven hebben in volgorde van prepareren een letter gekregen, A, B, C, enz. (Niet te verwarren met de glijsystemen A, B, C, D). Het bovenoppervlak van de staaf maakte bij de kristallen A, C, D, E en G een hoek van 90° met het

vlak door de normaal van het glijvlak en door de burgersvector. Dit wordt gedefinieerd als $\alpha = 90^\circ$. Is deze hoek 0° zoals het geval bij de kristallen B en F, dan wordt van $\alpha = 0^\circ$ gesproken. (Zie de figuren 9 en 10a). In de

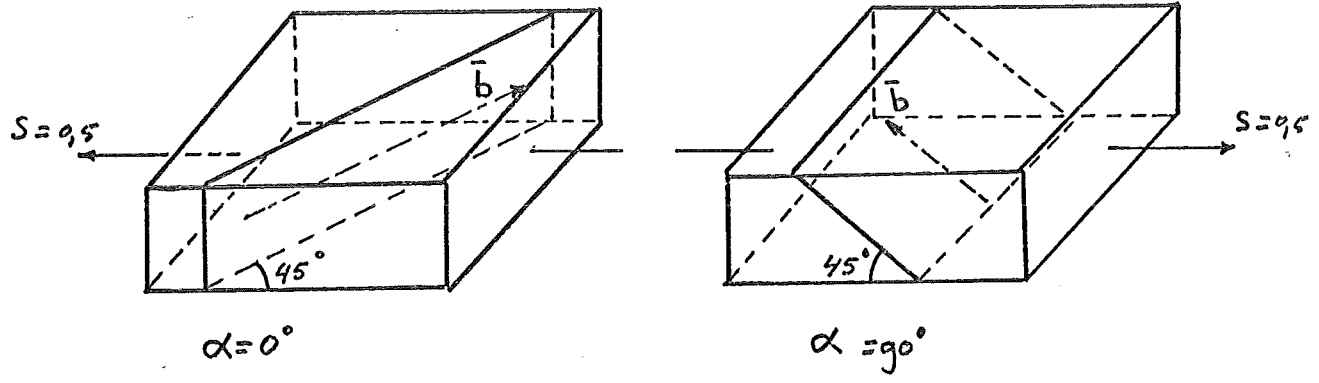


Fig. 9. Oriëntatie primaire glijstelsysteem ten opzichte van trekas en bovenoppervlak.

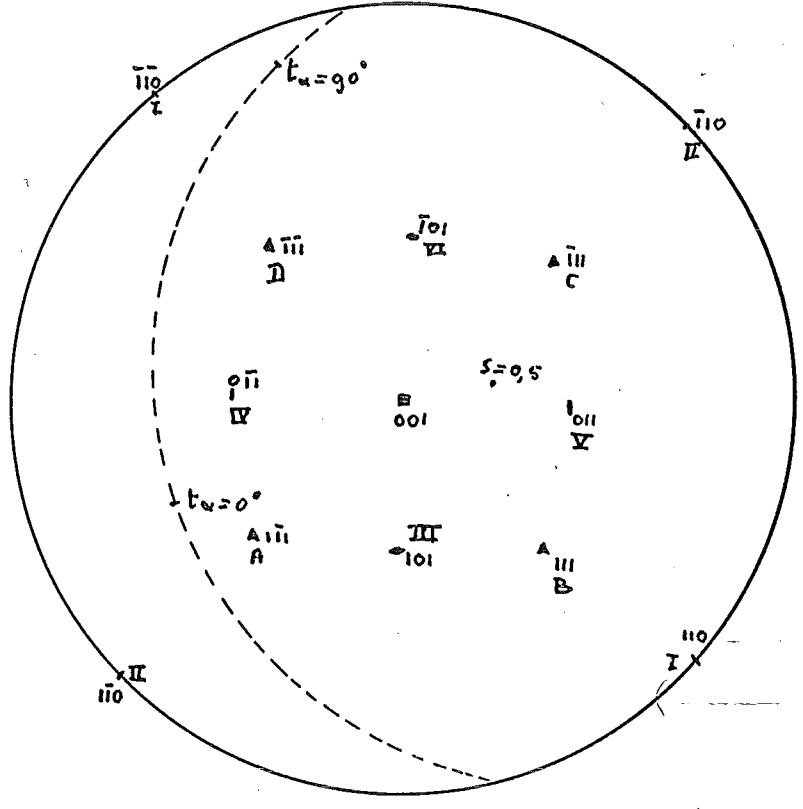


Fig. 10a. Oriëntatie folienormalen t bij kristallen met $\alpha = 0^\circ$ en $\alpha = 90^\circ$, in standaard 001 projectie.

figuur 10a worden de richtingen gegeven van de normaal t van het bovenvlak van het kristal bij $\alpha = 0$ en $\alpha = 90^\circ$ in een standaard (001) projectie.

In de figuren 10b en c worden de stereografische projecties gegeven van de bovenzvlakken van de kristallen met $\alpha = 0^\circ$ en $\alpha = 90^\circ$.

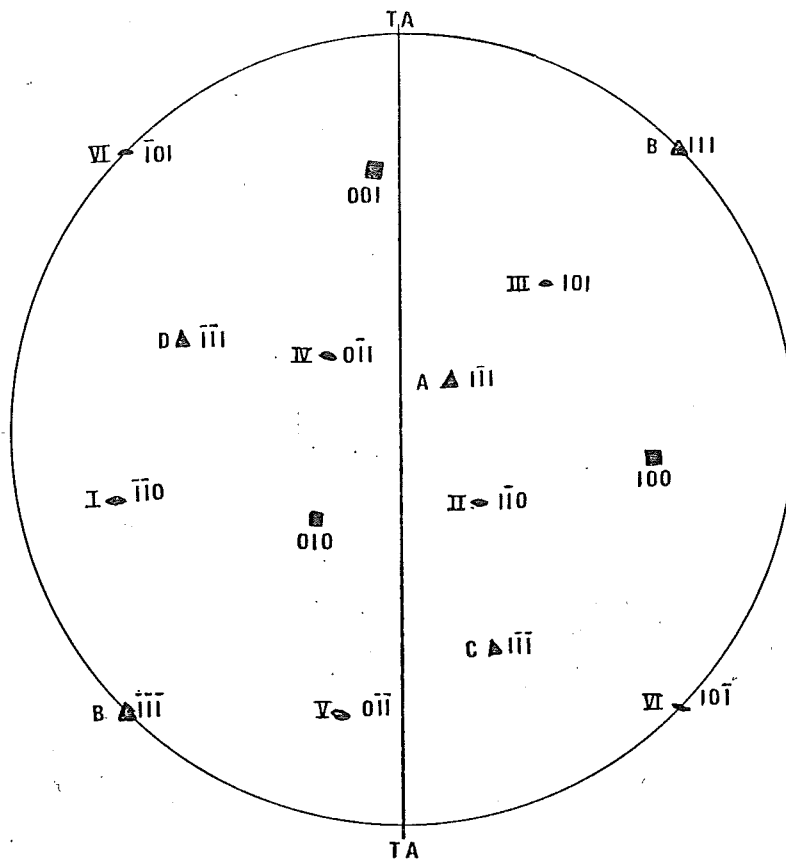


Fig. 10b. Stereografische projectie van het bovenzvlak bij een kristal met $\alpha = 0$.

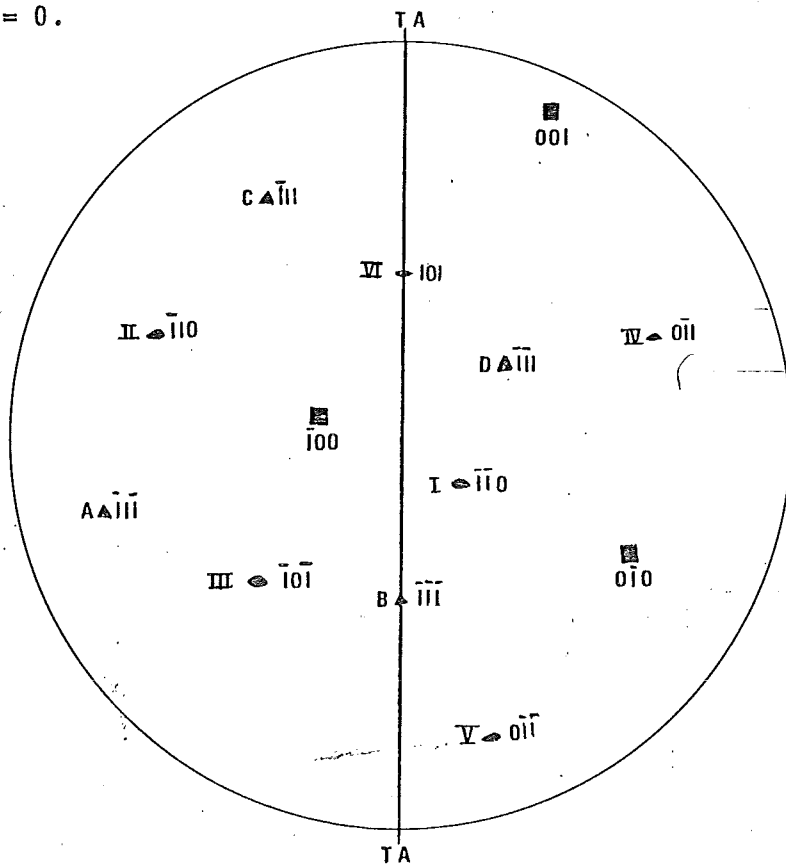


Fig. 10c. Stereografische projectie van het bovenzvlak bij een kristal met $\alpha = 90^\circ$.

In de figuur op de titelpagina zijn de stereografische projecties uitgewerkt in een ruimtelijke schets van een kristal met $S = 0,5$.

III.1.3 Uitrichten en vonkverspanen van de kristallen

Door de Röntgenservice van de Tussenafdeling der Metaalkunde zijn de kristallen met behulp van terugstraal Laue-opnamen uitgericht in de verlangde oriëntaties. Hierna zijn de kristallen langs de vlakken $\alpha = 0^\circ$ of $\alpha = 90^\circ$ door de instrumentmakerij van de afdeling doorgesneden met behulp van vonkverspanen. Om de deformatie te beperken is dit gebeurd met een zo laag mogelijke vonkenergie.

III.1.4 Chemisch afdraaien

De nu half cilindervormige kristallen zijn met behulp van chemisch afdraaien op de uiteindelijke maten gebracht. Hiervoor is gebruik gemaakt van een apparaat, gebouwd naar aanwijzingen van Young en Wilson (16). Dit apparaat was door de instrumentmakerij van de tussenafdeling gemaakt voor ir. C.M. van Baal en kon na enkele kleine wijzigingen worden gebruikt (18).

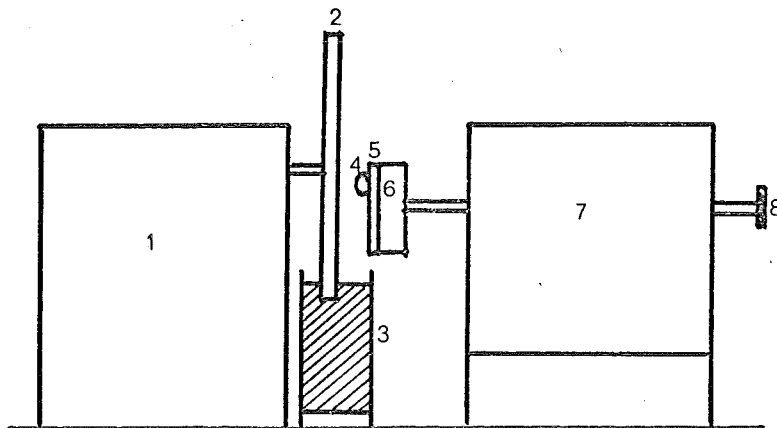


Fig. 11. Zuurpolijstapparaat.

1. Motor grote schijf
2. Grote schijf
3. Kunststof bak met zuur
4. Preparaat
5. Glazen schijf
6. Kunststof schijf
7. Motor kleine schijf
8. Stelschroef kleine schijf

Het centrale deel van het zuurpolijstapparaat (zie figuur 11) is een grote schijf, $\phi = 270$ mm. Over deze schijf kan een doek worden gespannen met behulp van een rubber O-ring. Het gebruikte doek is beddelaken katoen in twee lagen. Teneinde eventueel appret te verwijderen is dit katoen op advies van de Nederlandse Vereniging van Huisvrouwen voor gebruik driemaal gewassen. De schijf kan door een bak zuur of etsmiddel draaien.

Op een tweede schijf, $\phi = 100$ mm, welke planparallel ten opzichte van de eerste moet kunnen draaien, wordt het preparaat bevestigd. Door de tweede schijf naar de eerst toe te bewegen kan het kristal afgepolijst worden. Als polijstmiddel is een variant op de oplossing van Ahearn, Monaghan en Mitchel (17) gebruikt. Deze oplossing bestaat uit:

1 l 36% zoutzuur verzadigd met CuCl_2
110 ml polyethyleen glycol 200

In de optimale situatie komt het preparaat niet in direkt contact met het doek, maar bevindt er zich een vloeistoffilm tussen doek en kristal (19). Het doek moet na iedere 6 à 8 gebruiksuren vervangen worden. Het werken met 25% zoutzuur in plaats van 36% is minder kritisch, maar het gaat langzamer. Het apparaat is gemaakt van staal, bedekt met zuurbestendige lak. De schijven en de zuurbak zijn van plexiglas. Op de kleine schijf kan met p.v.c. boutjes een glazen plaat van gelijke diameter worden bevestigd. Op deze plaat wordt het koper kristal geplakt met bijenwas. Dit laatste blijkt van alle geprobeerde hechtmiddelen het enige te zijn, dat voldoende zuurbestendig is. Het losmaken van het kristal gaat met tri of nog beter met warme alcohol (90°C). Voor het haaks afdraaien van de zijkanten van het preparaat wordt dit eerst op een L-vormig blokje koper geplakt, en dit laatste vervolgens op de glazen schijf. Nadat beide kanten haaks zijn afgedraaid, wordt de bolle kant verwijderd en tenslotte een laagje aan de vonkverspaande zijde (zie figuur 12).

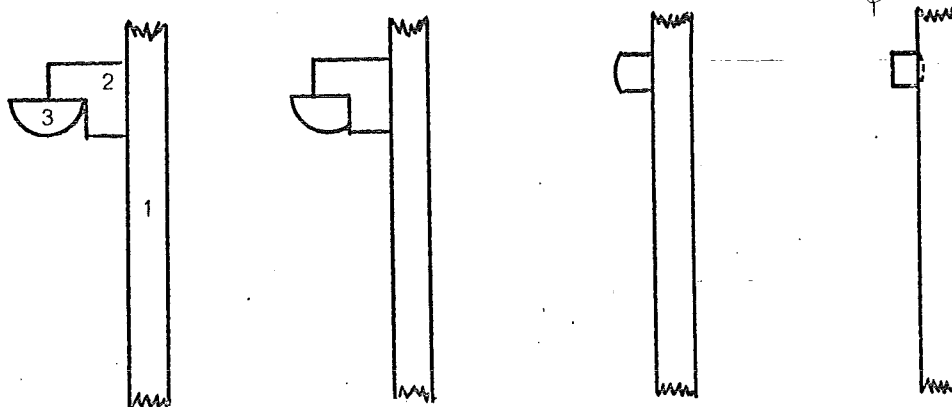


Fig. 12. Opeenvolgende stadia afdraaien koper kristal.

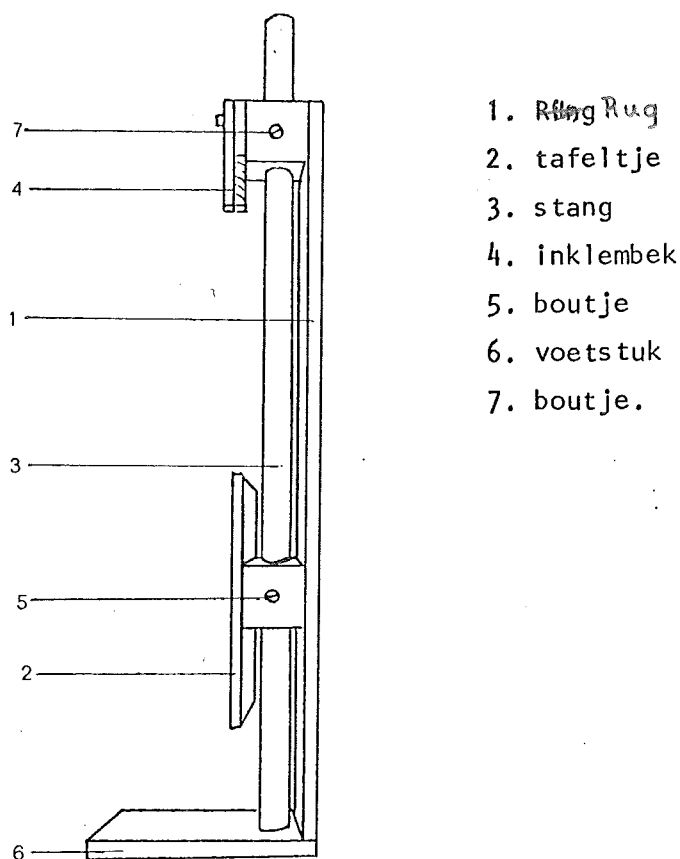
- 1 = glazen schijf
- 2 = L-vormig koper blokje
- 3 = kristal

III.1.5 Napolijsten, na het chemisch afdraaien

Na het chemisch afdraaien van de kristallen zijn deze, om eventuele deformatie alsnog te verwijderen, chemisch gepolijst, in een oplossing naar Mc.G. Tegart (20). Deze bestaat uit:

33 ml HNO_3	sm 1,40
33 ml H_3PO_4	sm 1,84
33 ml $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$	sm 1,065

De gebruikstemperatuur van deze oplossing is 60°C . Na het polijsten wordt achtereenvolgens gespoeld met gedestilleerd water, alcohol p.a. en aceton p.a. Om het preparaat bij het napolijsten en spoelen te kunnen hanteren, is uit messing een manipulator gemaakt. De manipulator wordt (zie figuur 13) eerst



1. Ring Rug
2. tafeltje
3. stang
4. inklembek
5. boutje
6. voetstuk
7. boutje.

Fig. 13. Manipulator ééncristallen.

met de rugkant, op de tafel gelegd. Op het tafeltje 2 kan het preparaat worden geplaatst. Hierna wordt het tafeltje langs geleide stang 3 naar inklembek 4 geschoven. Boutje 5 wordt nu vastgezet en het preparaat kan voorzichtig worden ingeklemd. Nu wordt het instrument gekanteld en op voetstuk 6 geplaatst. Het tafeltje kan verticaal worden weggeschoven; waarna het

kristal vrij komt te hangen. Stang 3 en tafeltje 2 kunnen nu worden verwijderd, waardoor ruimte ontstaat voor het manipuleren van bekersglazen spoel- en polijstmiddel.

III.1.6 Rasterwerk

Op de preparaten D, C, F en G is een rasterwerk gedrukt met mazen van 1 x 1 mm. Het doel was om uit de vervorming van dit rasterwerk gegevens te verkrijgen over de optredende glijsystemen. Voor het opdrukken is gebruik gemaakt van een aan zeefdrukken verwante techniek. Geprobeerd is, dit raster zo voorzichtig mogelijk aan te brengen, zonder deformatie. Als het raster is aangebracht moeten de uiteinden van het kristal opnieuw worden gepolijst, omdat de lijm waarmee het preparaat op de trekbank wordt gelijmd niet op de inkt van het rasterwerk houdt.

III.2. Prepareren voor de elektronenmicroscop

III.2.1 Vonkverspanen

Met behulp van een holle elektrode zijn na het trekken schijfjes uit de kristallen vervaardigd, met een middellijn van $\phi = 3$ mm, waarbij de minimum afstand tot de oorspronkelijke inklemming 10 mm was. Tegen de binnenzijde van de holle elektrode is een draadje gesoldeerd, 0,3 mm dik, om de stand van de trekas aan te geven op het schijfje. Dit is nodig, omdat voor $\alpha = 0^\circ$ de juiste ligging in de E.M. niet éénduidig uit het diffractiepatroon volgt. Voor $\alpha = 90^\circ$ is het merkteken gemakkelijk, maar niet noodzakelijk.

III.2.2 Polijsten

De rondjes zijn vervolgens gepolijst in een Struers Tenupol (7). De gebruikte oplossing was Struers elektrolyt D2. Het spanningsverschil over de elektroden bedraagt 9 à 10 V, de stroomdichtheid ca. 0,4 A/cm².

IV. Methoden van experimenteren en waarnemen

IV.1. Inleiding

Het trekken van de kristallen A en B is aanvankelijk gebeurd met de opstelling van Franken (9). Deze trok met een zelf gebouwde trekbank, terwijl hij het oppervlak van zijn kristallen met behulp van een lichtmicroscop tijdens het trekken bekeek en fotografeerde.

De overige kristallen zijn niet voor de lichtmicroscop getrokken, maar voor een Laue-kamera; naar aanleiding van de resultaten van de proeven van Kolkman. Deze doet trekproeven aan koperéénkristalfolies, die in de E.M. worden getrokken.

Hij heeft gevonden, dat er inconsequenties zijn tussen de oriëntatieverandering van de trekas en de gevonden glijsystemen. Om na te gaan, of dit ook het geval is bij de grote koperéénkristallen van dit onderzoek, zijn de kristallen C t/m G voor de Laue-kamera getrokken, en is de oriëntatieverandering van de trekas gevolgd.

De kristallen D t/m G zijn voorzien van een opgedrukt rasterwerk, om te proberen uit de vervorming van dit rasterwerk gegevens te verkrijgen over de deformatie van het kristal.

Na het trekken zijn er preparaten voor de E.M. uit de kristallen gemaakt en met behulp van de elektronenmicroscop bekeken.

IV.2. Trekken

Voor het trekken van de kristallen is gebruik gemaakt van de trekbank van Franken (9). Dit is een horizontale bank. Een mogelijkheid tot vrije ophanging van het kristal ontbreekt. De kristallen worden met cyanoacrylaatlijm rechtstreeks op de trekkopjes gelijmd. De grootste reksnelheid van de bank bedraagt 0,066 mm/min. Deze snelheid is bij iedere trekproef aangehouden. Dit komt voor de gebruikte kristallen neer op $\approx 1,6 \cdot 10^{-3} \% \text{rek/s}$. De staven A en B zijn 1,5%, de staven C t/m D zijn ongeveer 5% gerekt.

IV.3. Optische microscopie

De kristallen die boven de lichtmicroscop zijn getrokken, zijn bekeken met interferentiecontrast. Het oplossend vermogen voor het zien van glijlijnen is dan zo groot mogelijk. De figuren 14 en 15 geven de richting van de glijlijnen respectievelijk bij oriëntatie $\alpha = 0^\circ$ en $\alpha = 90^\circ$. Bij $\alpha = 0^\circ$ loopt de burgersvector VI evenwijdig met het oppervlak. AVI en BVI zullen daarom moeilijk zijn waar te nemen. De glijlijnen van A en B zijn bij $\alpha = 0^\circ$ evenwijdig, en daarom niet van elkaar te onderscheiden.

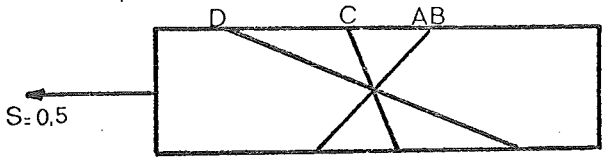


Fig. 14. Glijlijnen $\alpha = 0^\circ$.

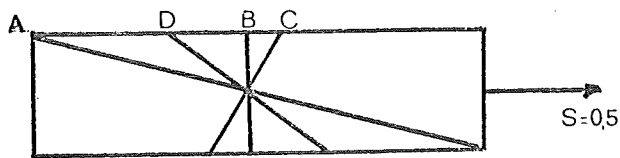


Fig. 15. Glijlijnen $\alpha = 90^\circ$.

IV.4.1 Verandering van de oriëntatie trekas

Als een éénkristal wordt getrokken verandert tijdens het trekken de oriëntatie van de trekas (zie figuur 16).

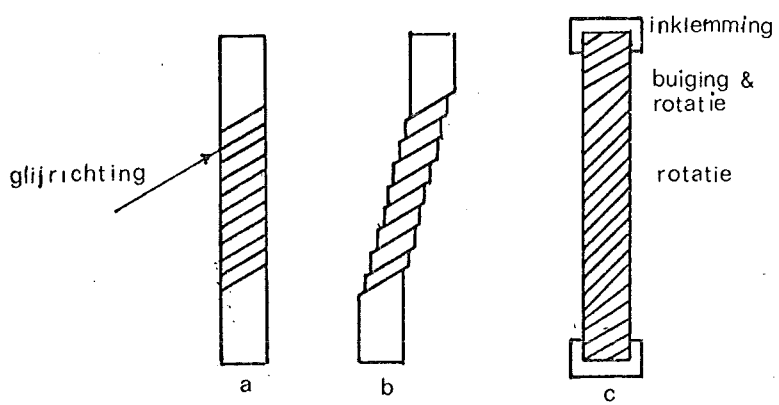


Fig. 16. Afschuiving en rotatie van een éénkristal bij trekproef.

Zouden de bekken van de trekbank mee kunnen geven, dan vindt de afschuiving plaats volgens figuur 16b. Daar dit niet mogelijk is, krijgt men de toestand zoals weergegeven in figuur 16c. Wij beschouwen alleen het middengedeelte van de staaf, waar rotatie is opgetreden, de rest wordt buiten beschouwing gelaten. Zoals men in figuur 16 kan zien, roteert de glijrichting van het kristal naar de trekas toe. Dit is in een stereografische projectie zichtbaar te maken.

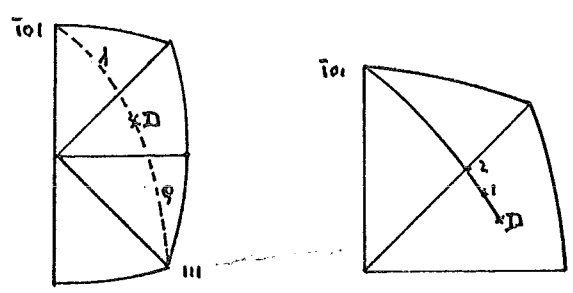


Fig. 17. Verandering van de oriëntatie van de trekas in de standaarddriehoek.

In figuur 17 is de hoek tussen een willekeurige trekas D en de burgersvector $\bar{b} \approx (\bar{1}01)$ gelijk aan λ . Rotatie van de glijrichting naar D kan op twee manieren worden weergegeven.

1^e D langs de grootcirkel door D en $[\bar{1}01]$ naar $[\bar{1}01]$ toe laten bewegen.

2^e D stil laten staan en $[\bar{1}01]$ hier naar toe laten bewegen.

In het tweede geval moeten alle polen van de stereografische projectie van plaats veranderen. Methode 1 die is weergegeven in figuur 17b, verdient daarom de voorkeur.

Wordt nu met behulp van Laue-fotografie de oriëntatieverandering van de trekas bepaald, dan volgt hieruit welke burgersvector actief is. Bij het primaire systeem gaat de trekas naar VI, bij bijvoorbeeld BII gaat deze naar II.

Tussen de oriëntatieverandering en het percentage rek bestaat het verband (22)

$$\frac{\sin \lambda_0}{\sin \lambda_\epsilon} - 1 = \epsilon$$

Er kan nu worden uitgerekend (23) wat λ zal worden bij de verschillende burgersvectoren na een bepaald percentage rek.

Tabel 2. Verband tussen percentage rek en hoek λ , als slechts één glijstelsysteem wordt geactiveerd.

b	λ in graden na		
	0%	1%	2%
I	77,0677	74,7932	72,8478
II	69,2923	67,8402	66,4994
III	54,7321	53,9377	53,1733
IV	als II		
V	21,4245	21,2020	20,9843
VI	45,0000	44,4360	43,8878

Dit is weergegeven in tabel 2. Uit deze tabel blijkt dat bij V na 1% rek het hoekverschil $\Delta\lambda = 0,2225^\circ$ en bij I is $\Delta\lambda = 2,2745^\circ$. Daar van te voren niet bekend is, welke burgersvector zal optreden, blijkt uit tabel 2 dat 5% moet worden getrokken om altijd zeker te zijn dat een oriëntatieverandering van minstens 1° zal optreden. Dit uitgaande van slechts één glijstelsysteem.

IV.4.2 Laue-methode

IV.4.2a Opstelling

Teneinde vooral bij de lage rekpercentages geen fouten te introduceren ten gevolge van het niet volkomen reproduceerbaar opspannen van het kristal werd de trekproef in de Laue-kamera uitgevoerd. Hiervoor is een U-vormige rail gemaakt waar de steunen van de inspanbekken van de trekbank precies inpassen. Deze rail is op een sleetje voor de kamera bevestigd. De trekbank zelf wordt op een aan de tafel van de röntgengenerator bevestigd statief vastgeklemd. Als de afstand van het kristal tot de film is ingesteld op 3 cm, worden alle klemmen vastgezet. De trekproef voltrekt zich dan zonder dat de trekbank van zijn plaats komt. Figuur 18 laat een foto van de opstelling zien.

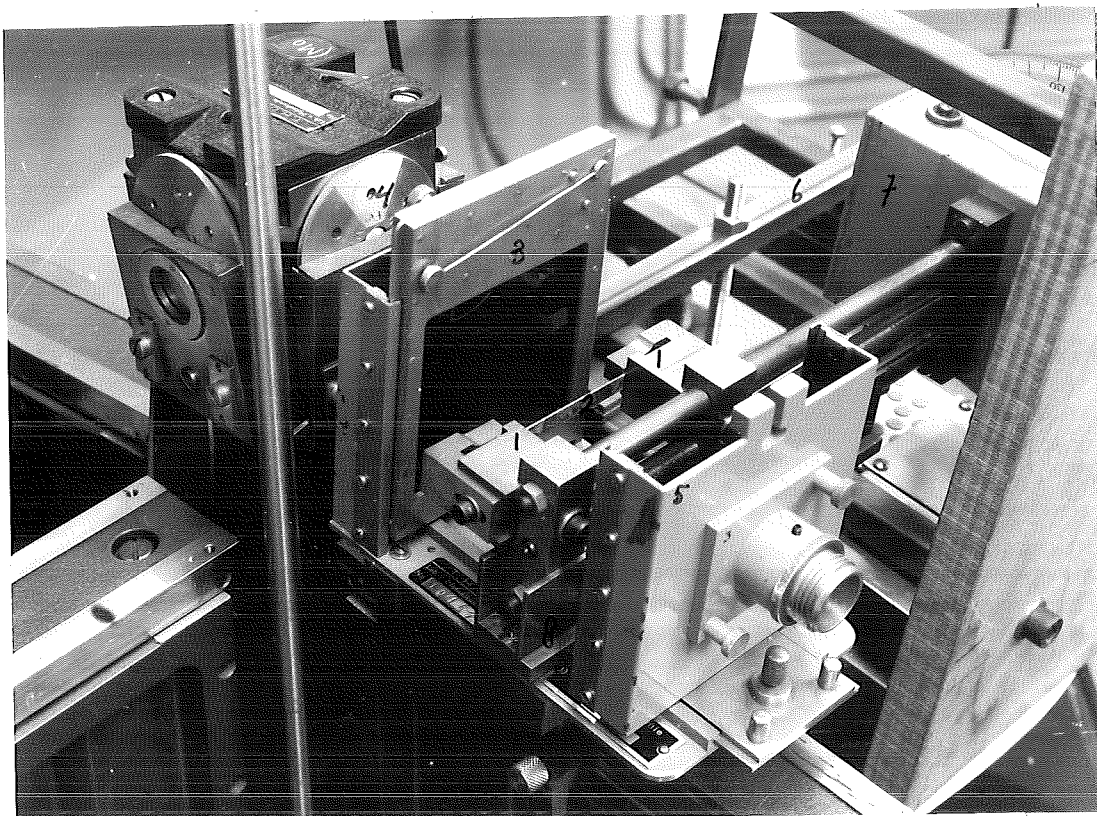


Fig. 18. Trekkbank opgesteld voor de Laue-kamera.

1. Trekkoppen trekbank
2. Kristal
3. Filmcassette
4. Röntgenbuis
5. Achterwand camera
6. Klem trekbank
7. Motor trekbank
8. U-rail

De röntgenstraling werd opgewekt in een Mo buis, bij een spanning van 30 kV en een stroom van 25 mA. De belichtingstijd per foto was 5 minuten. Voor deze proeven is getrokken van 0 t/m 5%. Telkens als er een procent was getrokken, werd een Laue foto gemaakt.

IV.4.2b Uitwerken foto's

Voor het uitwerken van de foto's is een door Kolkman (23) uitgewerkte methode gebruikt. Hij gaat hierbij uit van Amoros et al. (37). Hierbij wordt gebruik gemaakt van referentie foto's, één voor $\alpha = 0^\circ$ en één voor $\alpha = 90^\circ$. Als één foto voor $\alpha = 0^\circ$ en $\alpha = 90^\circ$ elk volledig zijn uitgewerkt, kan verder in iedere andere foto worden aangewezen, welke stip bij welke vlakvenschaar behoort.

De plaatsen van de stippen veranderen tijdens het trekken niet zoveel, dat dit niet meer zou kunnen. Nu moet het volgende gebeuren.

- 1^e In de foto's moeten nu voor twee verschillende stippen de hoeken tot de trekas bepaald worden.
- 2^e Er moet een rasterwerk worden getekend, van cirkels die de meetkundige plaats voorstellen van punten, die gelijke hoekafstand hebben tot de in de foto's gekozen stippen.
- 3^e Door de hoeken uit 1^o in het rasterwerk in te tekenen vinden we de oriëntatie van de trekas.

Voor deze punten zijn bij $\alpha = 0^\circ$ gekozen $[111]$ en $[\bar{1}20]$ en voor $\alpha = 90^\circ$ $[\bar{1}00]$ en $[110]$. Bij één kristal bleek $[\bar{1}00]$ buiten de foto's te vallen. Hier is gebruikt het punt $[310]$. In de figuren 19, 20, 21 en 22 zijn voorbeelden gegeven van de uitgewerkte Laue foto's en de rasterwerken. Bij het tekenen van de rasterwerken is gebruik gemaakt van een Wulff's net met een diameter van 50 cm en een verdeling in "ruitjes" van één graad.

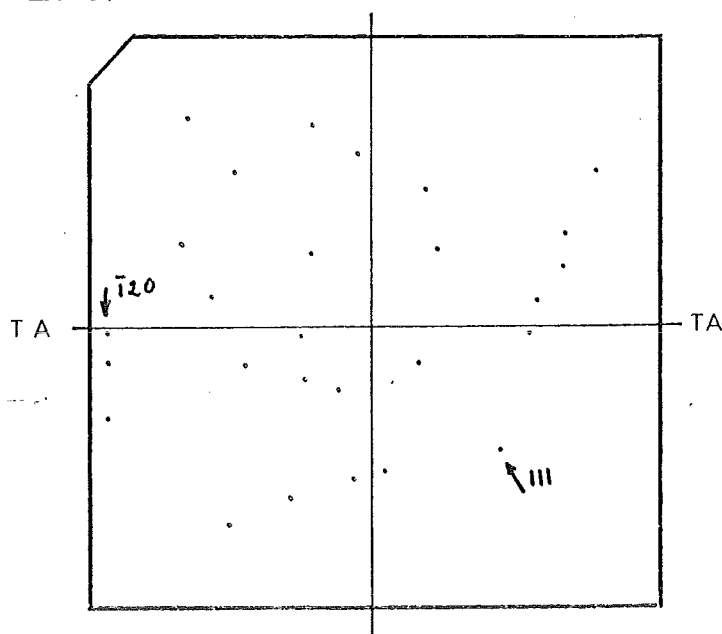


Fig. 19. Laue foto $\alpha = 0^\circ$ kristal.

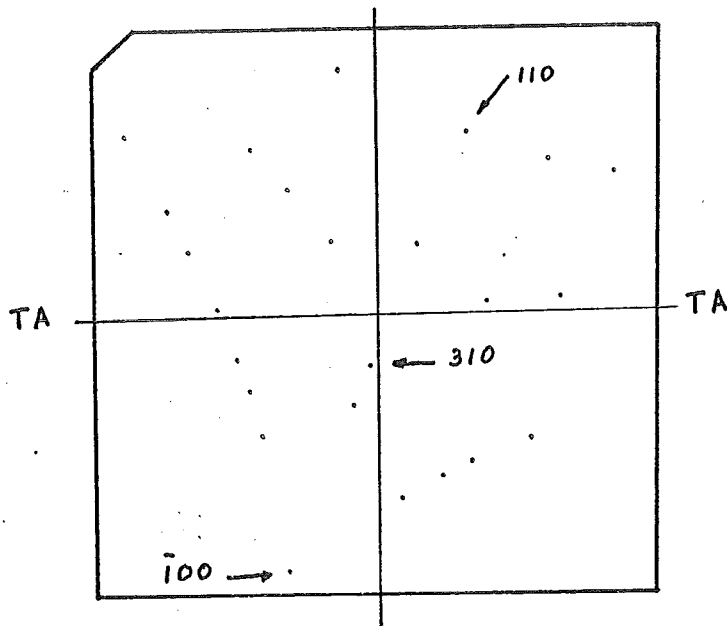


Fig. 20. Laue foto $\alpha = 90^\circ$ kristal
TA is trekasrichting.

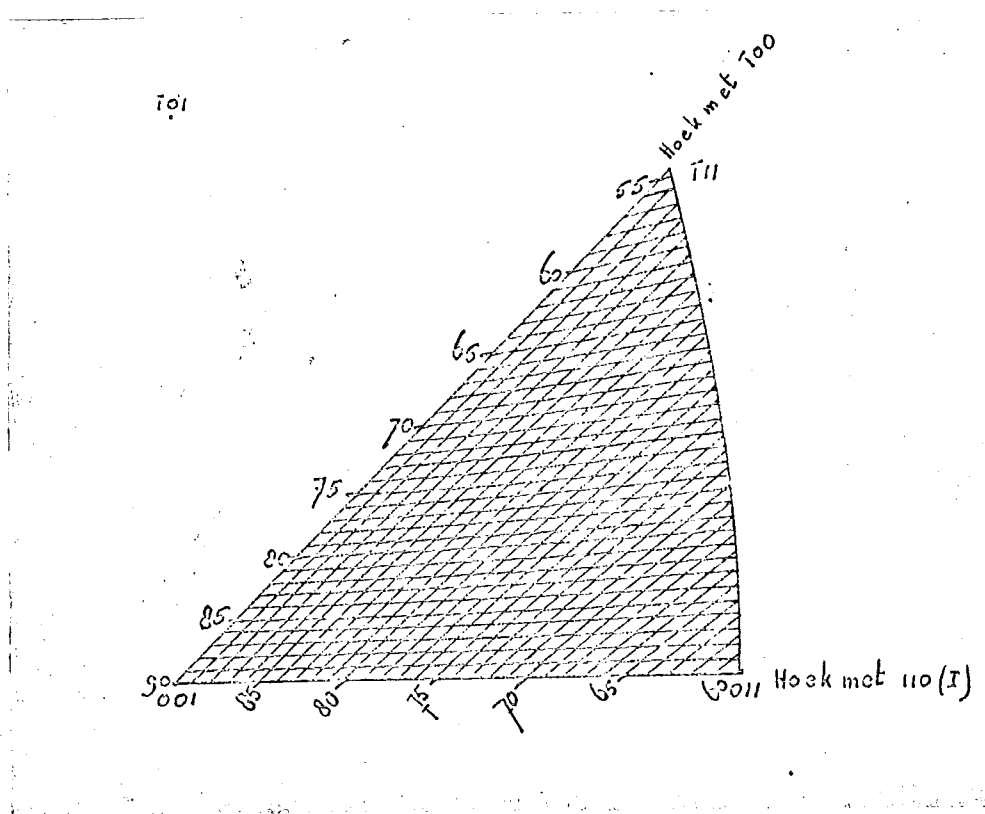


Fig. 21a. Rasterwerk behorende bij $\alpha = 90^\circ$ schaal 7:10.

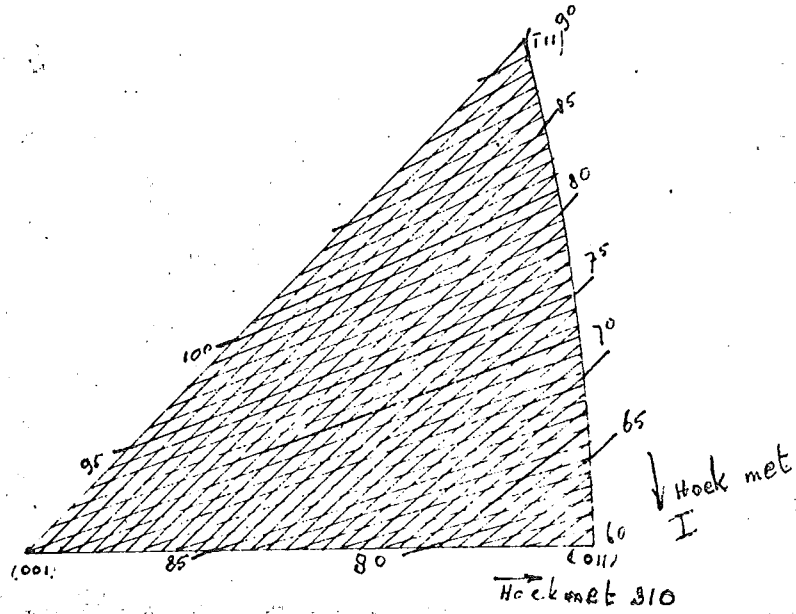


Fig. 21b. Rasterwerk behorende bij $\alpha = 90^\circ$ schaal 7:10.

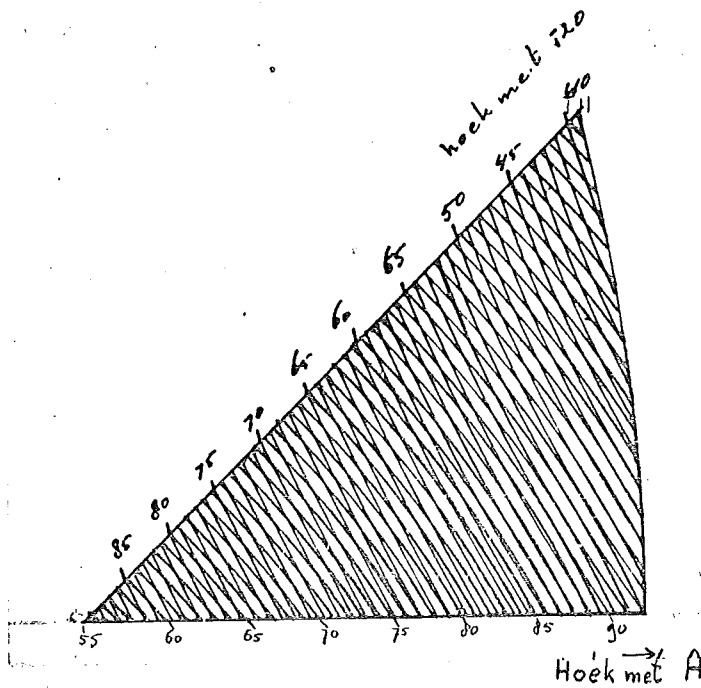


Fig. 22. Rasterwerk behorende bij $\alpha = 0^\circ$ schaal 7:10.

De hoek tussen een punt in de Laue foto, en de trekas wordt als volgt bepaald: De opstelling is zodanig, dat de trekas altijd samenvalt met de horizontaal van de foto. Bepaal nu de hoeken ϕ en ρ . In figuur 23 is aangegeven wat in een stereografische projectie hiermee bedoeld wordt.

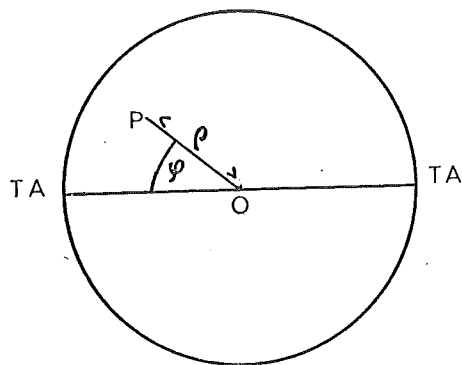
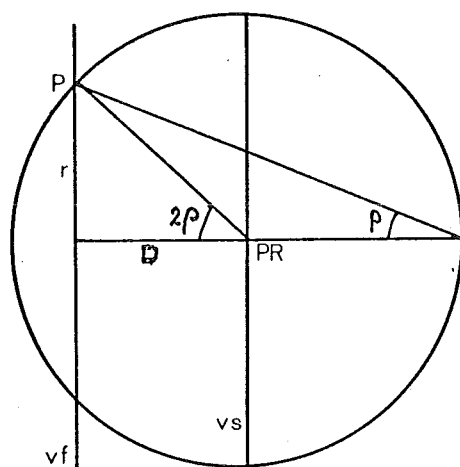


Fig. 23. De hoeken ϕ en ρ voor een punt P.

De invallende bundel is loodrecht op het vlak van tekening in O.
 Hoek ϕ kan met een nauwkeurige (dus grote) gradenboog rechtstreeks uit de foto afgelezen worden. Voor ρ leest men uit fig. 24 af: $\text{tg } 2\rho = \frac{z}{D}$



PR = preparaat
 vf = vlak film
 vs = vlak stereografische projectie

Fig. 24. Verband tussen ρ , 2ρ en $\frac{r}{D}$.

r is de afstand van het midden van de foto tot P.
 D is de afstand van de film tot het preparaat.

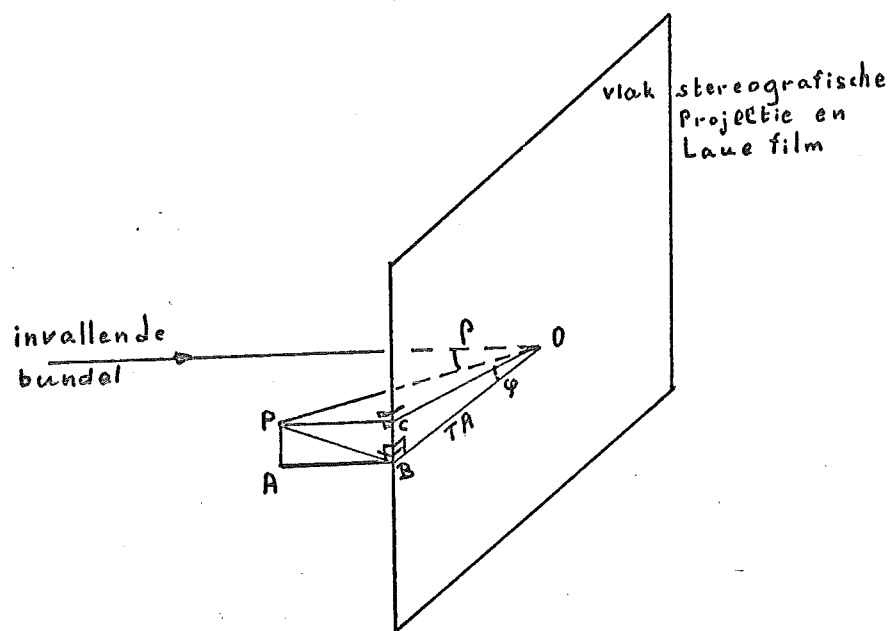


Fig. 25. De invallende bundel trekas, de stip op de Laue foto en de verbanden hiertussen.

Met behulp van figuur 25 vinden we nu

$$\begin{aligned}
 & \angle (P, TA) = \angle (OP, OB) \\
 & \cos \angle (OP, OB) = OB/OP \\
 & OP = OC / \cos (90^\circ - \rho) = OC / \sin \rho \\
 & OC = OB \cos \phi
 \end{aligned}
 \left. \vphantom{\begin{aligned} OP = OC / \cos (90^\circ - \rho) = OC / \sin \rho \\ OC = OB \cos \phi \end{aligned}} \right\} \rightarrow$$

$$\rightarrow \cos \angle (P, TA) = \sin \rho \cos \phi \rightarrow$$

$$\angle (P, TA) = \arccos\{\sin \rho \cos \phi\}.$$

In de figuren 26 en 27 is een uitgewerkt voorbeeld weergegeven.

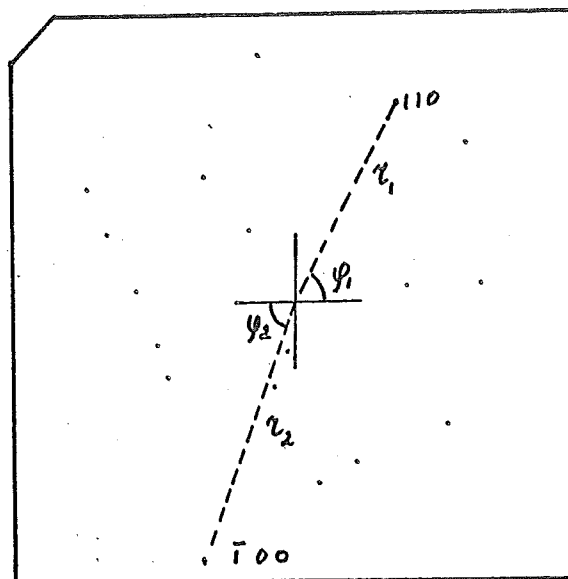


Fig. 26. Laue foto van $\alpha = 90^\circ$ als voorbeeld voor het uitwerken van de ligging van de trekas in de standaard oriëntatiedriehoek.

$$\left. \begin{array}{l} \phi_1 = 63,0^\circ \rightarrow \cos \phi_1 = 0,45 \\ r_1 = 26 \text{ mm} \rightarrow \rho_1 = 20,45 \rightarrow \sin \rho_1 = 0,35 \end{array} \right\} \rightarrow$$

$$\arcsin(\sin \rho_1 \cos \phi_1) = 80,87 \text{ (1)}$$

$$\left. \begin{array}{l} \phi_2 = 70,5 \rightarrow \cos \phi_2 = 0,33 \\ r_2 = 35,2 \text{ mm} \rightarrow \rho_2 = 24,8^\circ \rightarrow \sin \rho_2 = 0,42 \end{array} \right\} \rightarrow$$

$$\arcsin(\sin \rho_2 \cos \phi_2) = 81,9^\circ \text{ (2)}$$

$$(1) = \langle (110, \text{TA}) \rangle$$

$$(2) = \langle (\bar{1}10, \text{TA}) \rangle$$

Dit is uitgezet in figuur 27, zie volgende blz.

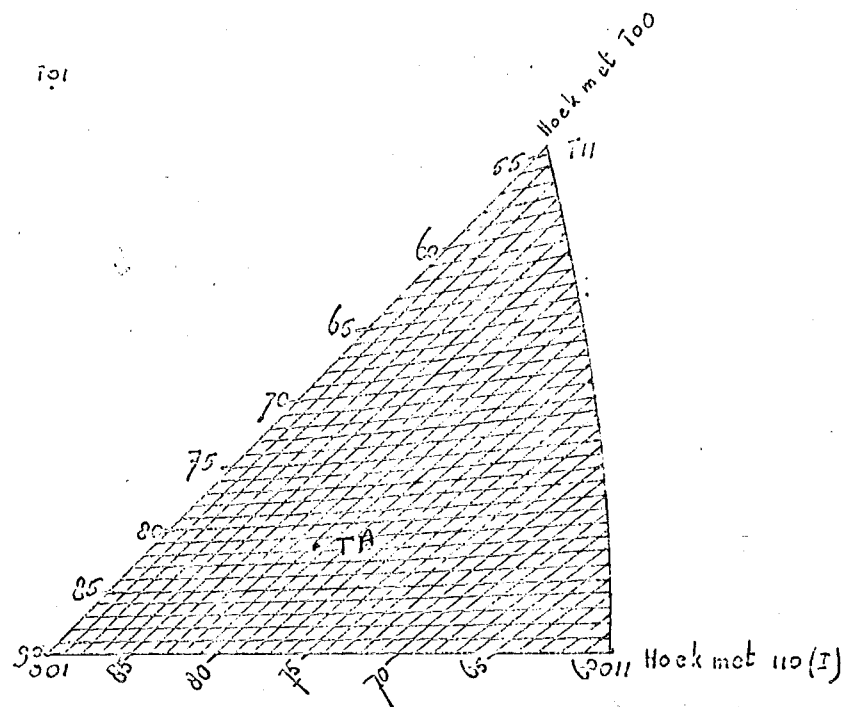


Fig. 27. TA oriëntatie van fig. 26.

IV.5. Opgedrukt rasterwerk

De kristallen D t/m G zijn voorzien van een opgedrukt rasterwerk. Geprobeerd is om uit de vervorming van dit rasterwerk gegevens te verkrijgen over de gebruikte glijsystemen. Hiervoor gelden de volgende regels:

- 1^e Als langs een vlak afschuiving plaats vindt, blijft aan het oppervlak de afstand tussen twee punten, die op de glijlijn liggen, behorend bij dit vlak, gelijk.
- 2^e Als afschuiving in de richting van een burgersvector plaats vindt, blijft de afstand tussen twee punten, die op een lijn liggen loodrecht op de projectie van de burgersvector op het oppervlak, gelijk.
- 3^e De verschuivingen aan het oppervlak hebben de richting van de projectie van de burgersvector op het oppervlak.

Bij uitwerken van deze regels blijkt dat niet in alle gevallen éénduidig een glijstelsysteem kan worden bepaald.

Bij $\alpha = 0^\circ$ vallen de A en B glijlijnen samen. De projectie van de richting van de burgersvector op het bovenvlak valt bij $\alpha = 0^\circ$ voor de burgersvectoren VI, IV en II ook samen. De glijsystemen BII, IV en VI en AVI zijn dus bij $\alpha = 0^\circ$ niet van elkaar te onderscheiden (zie figuur 28).

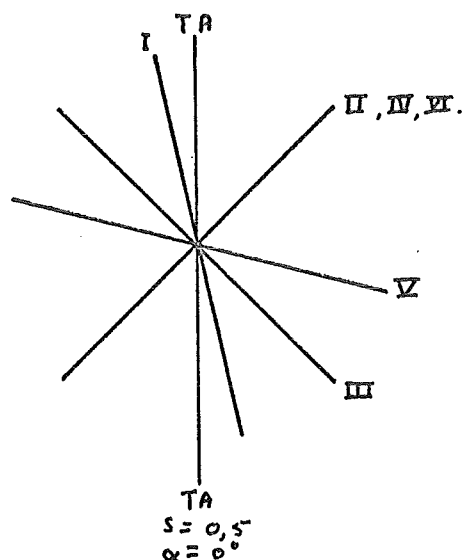


Fig. 28. Projecties van de richtingen \perp op de burgersvectoren op het bovenvlak.

Bij $\alpha = 90^\circ$ kan door een soortgelijke oorzaak geen onderscheid worden gemaakt tussen BVI en BII + BIV.

IV.6. Elektronenmicroscopie

Met behulp van de Philips elektronenmicroscop EM 300 is geprobeerd om van dislocaties de burgersvectoren en glijvlakken te bepalen en met behulp hiervan de voorkomende glijsystemen. De gebruikte houder is geweest de klaphouder. Hierbij is één draaiingsas mogelijk. Er is met behulp van het bij het vonkverspanen aangebrachte merkteken steeds voor gezorgd dat de trekas met deze draaiingsas samenvalt. De preparaten kunnen tot maximaal 60° om deze draaiingsas gedraaid worden. Meestal komt echter als bij 40° de klaphouder in het beeld. De burgersvectoren zijn bepaald door te kijken bij welke draaiingshoeken.

$$\bar{b} \cdot \bar{g} = 0$$

Hierin is \bar{b} de burgersvector en \bar{g} de reciproke roostervector van de diffracterende vlakkenschaar.

Voor het bepalen van de glijvlakken is gebruik gemaakt van drie methoden.

1^e Methode van Head en Humble (24).

Hiervoor zijn van een dislocatie minimaal twee foto's bij verschillende draaiingshoeken nodig. Voor een betrouwbaar resultaat, is het beter om drie foto's te maken. De methode is er op gebaseerd dat een dislocatie indien deze niet voor het merendeel een schroefkarakter heeft, slechts in één glijvlak ligt. Dat glijvlak moet dan op de grootcirkel liggen,

die in de stereografische projectie van het bovenzvlak van het kristal, de zone van de werkelijke dislocatielijnricting aangeeft. De dislocatielijnricting vindt men door de lijnricting op twee foto's te bepalen. De werkelijke ricting is dan het snijpunt van de grootcirkels, getrokken door de lijnrictingen geprojecteerd op de foto en de elektronenbundelrictingen. De methode is uitvoerig beschreven in (9).

- 2^e Als de dislocaties erg lang en recht zijn, zullen zij min of meer evenwijdig lopen aan de glijlijnen in onder- en bovenzvlak.
- 3^e Als men er van uitgaat, dat het folie overal even dik is, kan van een groep dislocaties die vermoedelijk hetzelfde glijvlak hebben, dit glijvlak bepaald worden. Daartoe moeten door de uiteinden van de dislocatie de denkbeeldige glijlijnen getrokken worden, die horen bij de twee mogelijke vlakken. Voor het goede glijvlak vindt men bij iedere dislocatie dezelfde afstand tussen de glijlijnen.

Bij de eerste en de derde methode zullen in het geval van schroefdislocaties beide mogelijke glijvlakken worden gevonden.

V. Resultaten

V.1. Algemeen

Er zijn zeven kristallen getrokken, twee met oriëntatie $\alpha = 0^\circ$, vijf met $\alpha = 90^\circ$. De gegevens van deze kristallen zijn weergegeven in tabel 3.

Tabel 3. Gegevens trekstaven

		$\alpha = 90^\circ$					$\alpha = 0^\circ$	
		A	C	D	E	G	B	F
Gegevens	Lengte	63,4	60,6	58,2	48,8	49	66,3	61,6
	Breedte	7,5	5,5	5,5	6,2	6,1	5,3	5,5
	Dikte	1,1	0,46	1,9	0,9	0,95	0,51	0,55
	Q*)	7,5	12	2,9	6,9	6,4	10	10
	Rek	1,7	5,4	4	3,5	5,5	1,5	5,2
Waarne-	Optische micr.	+	+	-	-	-	+	-
mings-	E.M.	+	+	+	+	-	+	+
technieken	Laue	-	+	+	+	+	-	+
	Rasterwerk	-	-	+	-	+	-	+

- *) Q = breedte dikte verhouding
 + = methode is gebruikt
 - = methode is niet gebruikt.

Kristal E is tijdens het losweken uit de bekken van de trekbank in het oplosmiddel van de lijm gevallen. Hierdoor is het opgedrukte rasterwerk verloren gegaan. Dit is de directe aanleiding geweest tot het maken en trekken van staaf G, die ongeveer dezelfde maten als kristal E heeft gekregen.

V.2. Optische microscopie

De kristallen A en B zijn tijdens het trekken met de optische microscoop bekeken. Kristal C is na het trekken boven de microscoop bekeken. Resultaten $\alpha = 90^\circ$:

Kristal A had op het oppervlak uitsluitend B glijlijnen. Daar dit eerste kristal nog geen gladde zijanten had, (deze techniek is pas bij staaf B ontwikkeld), zijn geen waarnemingen aan het zijvlak verricht.

Kristal C ($\alpha = 90^\circ$). Bij dit kristal zijn voornamelijk B glijlijnen waargenomen, met enkele D glijlijnen.

$\alpha = 0^\circ$: Bij staaf B ($\alpha = 0^\circ$) zijn op het bovenvlak van het kristal geen glijlijnen waargenomen. Op het zijvlak zijn AB glijlijnen gezien.

De overige kristallen zijn niet met behulp van optische microscopie bekeken. Het rasterwerk maakte dit onmogelijk. Met het blote oog waren in alle gevallen ^{met} de oriëntatie $\alpha = 90^\circ$ ~~was~~ B glijlijnen zichtbaar. Bij $\alpha = 0^\circ$ was op het kristal F niets te zien.

V.3. Elektronenmicroscopie

Aan alle kristallen, uitgezonderd G, is E.M. onderzoek verricht. De resultaten hiervan zijn weergegeven in tabel 4. De kristallen staan in deze tabel op dikte gerangschikt.

Tabel 4. Resultaten van het E.M.-onderzoek

Staaft	$\alpha = 90^\circ$		A		D		$\alpha = 0$		F	
	C	E					B			
Dikte mm	0,46	0,90	1,1		1,9		0,51		0,55	
Rek %	5,4	3,5	1,7		4,4		1,5		5,2	
Glijsystemen	aantal disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl	aantal waarn disl
I A							3	3	7	1
I C							63	12	155	18
I cross slip										
II B	59	6	108	14	140	14	92	11		
II D	58	6	34	6	26	2	2	1	3	1
II cross slip	36	3	128	12						
II C	7	1			23	3			4	1
III D					7	1	3	1		
IV B							4	1		
IV C	8	1								
V A					115	3	3	1	3	3
V D									2	1
V cross slip										16
VI A										6
VI B							73	5	111	1
Tangles	+	+			-		+		-	+

+ = waargenomen - = niet waargenomen

Opm. Bij kristal A is AV gevonden. Dit waren 3 groepen in één preparaat. Daar dit sterk geplooid bleek te zijn en het hier om lange dislocaties ging, mag niet worden uitgesloten dat de dislocaties er tijdens het prepareren zijn ingebracht.

Bij de kristallen, die meer dan 1,5% zijn gerekt zijn in alle gevallen tangles waargenomen. Tangles zijn "plukken" dislocaties, die er uitzien als een "beetje shagtabak". In deze tangles blijkt het niet mogelijk om de burgersvectoren van de afzonderlijke dislocaties te bepalen. Behalve tangles zijn ook randdipoolussen waargenomen. Fourie en Wilsdorf (36) hebben soortgelijke lussen gevonden en kennen ze een prismatisch karakter toe. Dit wil zeggen dat het glijvlak wordt bepaald door de burgersvector en de gesloten dislocatielijn, dit is een glijcylinder. Inderdaad worden bij het toepassen van Head en Humble op deze lussen de gewone glijvlakken niet gevonden. In de figuren 29 en 30 zijn voorbeelden van tangles en dipoolussen te zien.

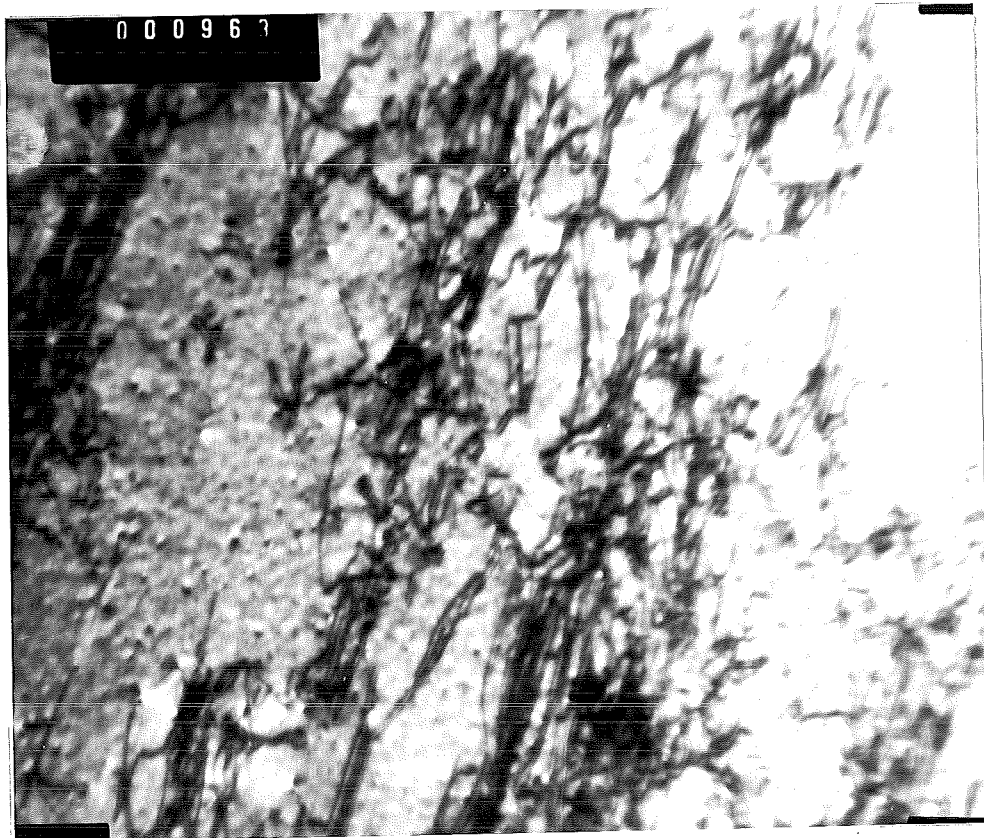


Fig. 29. Tangles $V = 40.000x$.

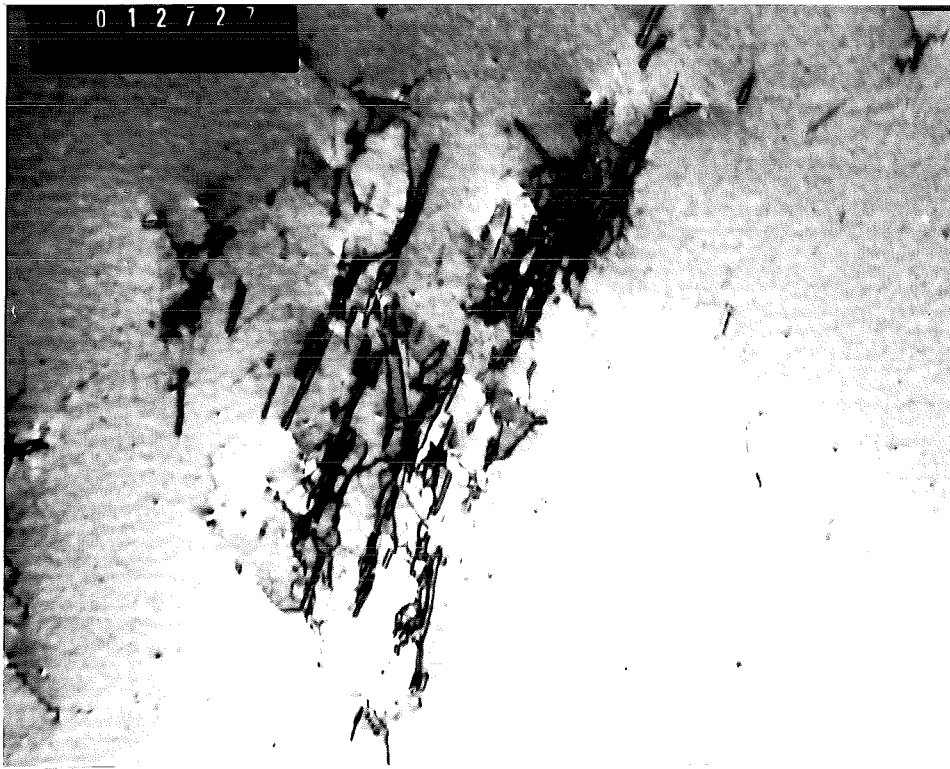


Fig. 30. Dislocatie dipoolussen. $V = 40.000x$.

V.4. Laue-fotografie

De resultaten van het volgen van de oriëntatieveranderingen vande trekas zijn weergegeven in figuur 31a t/m d.

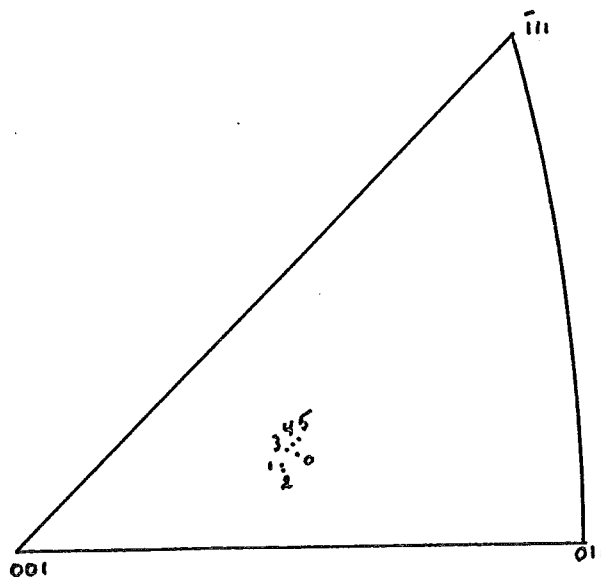


Fig. 31a. Oriëntatieverandering staaf C $\alpha = 90^{\circ}$.

De trekas gaat aanvankelijk naar beneden, daarna naar II.

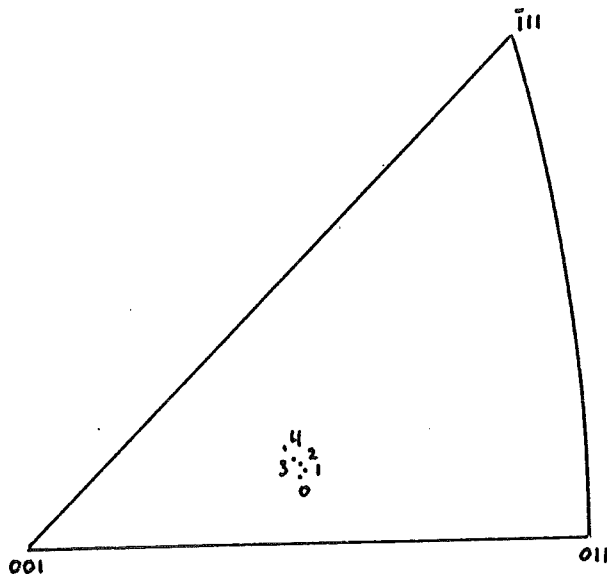


Fig. 31b. Oriëntatieverandering staaf D $\alpha = 90^\circ$.
De trekas gaat naar VI.

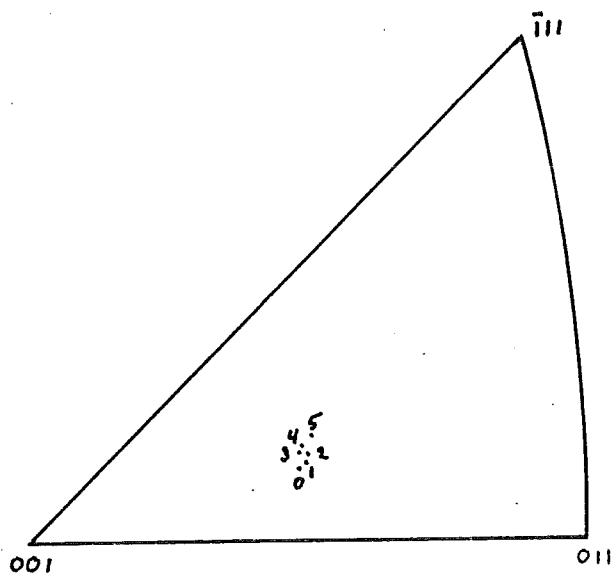


Fig. 31c. Oriëntatieverandering staaf E $\alpha = 90^\circ$.
De trekas gaat eerst naar II, daarna naar VI en dan weer naar II.

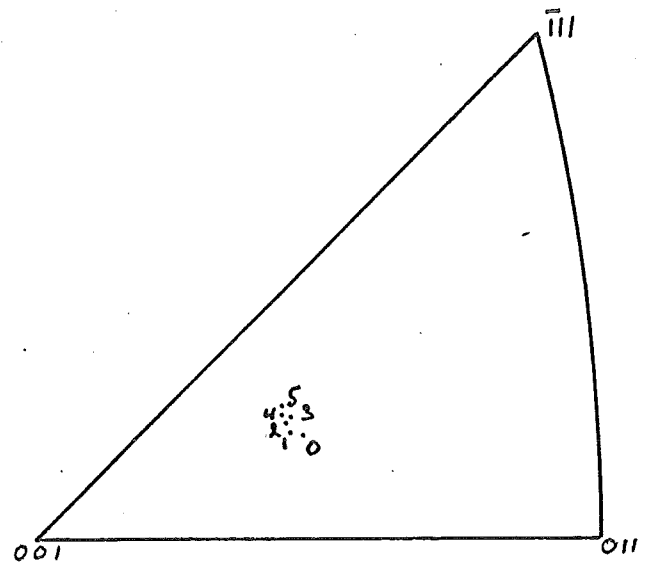


Fig. 31d. Oriëntatieverandering staaf G $\alpha = 90^\circ$.
De trekas gaat kronkelend naar VI.

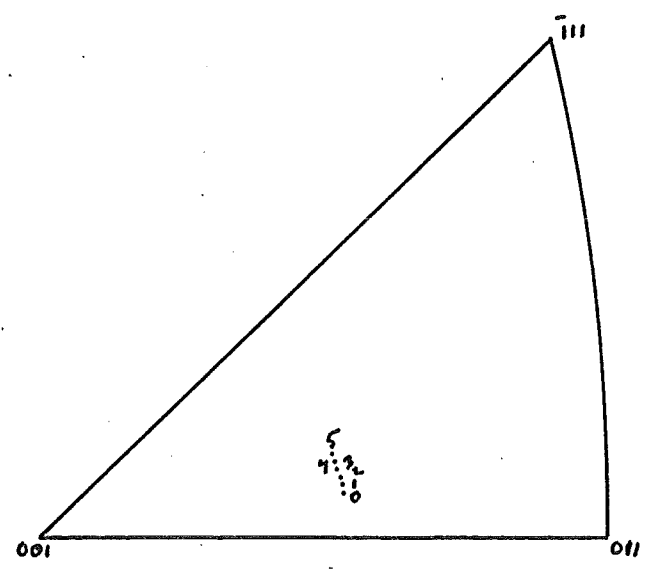


Fig. 31e. Oriëntatieverandering staaf F $\alpha = 0^\circ$.
De trekas gaat naar VI.

Het eerst naar benedengaan van de trekas van kristal C (figuur 31a) is mogelijk een gevolg van het feit, dat dit kristal vlak voor het trekken een tikje heeft gekregen, terwijl het in de trekbank zat ingespannen, waardoor het niet geheel recht is geweest.

De plaatsbepaling van de trekas is op $\frac{1}{4}^\circ$ nauwkeurig, de polen die de plaats van TA weergeven liggen op $\frac{1}{2}^\circ$ uit elkaar.

Uit de oriëntatieveranderingen is ook bepaald, wat de rekpercentages zijn geweest, bij aanname van één glijsysteem nl. B VI.

De resultaten hiervan staan in tabel 5.

Tabel 6. Rekpercentages gemeten uit de bekkenverplaatsing en uit Laue foto's.

Kristal	E gemeten %	E Laue %
$\alpha = 90^{\circ}\text{C}$	5,4	2,7, 1,7 *
D	3,9	4,5
E	3,5	3,8, 1,8 †
G	5,5	5,7
$\alpha = 0^{\circ}\text{F}$	5,2	5,4

* 2,7 indien alleen VI is opgetreden

1,7 indien alleen II is opgetreden

† 3,8 indien alleen VI is opgetreden

1,8 indien alleen II is opgetreden.

Uit deze tabel blijkt dat er bij kristal C geen goede overeenkomst is, tussen de rek gemeten uit de verplaatsing van de bekken van de trekbank en die bepaald uit de Laue foto's. Het is dus mogelijk dat deze bepaling geen goede informatie geeft. In het vervolg is er echter van uitgegaan, dat het kristal tussen pool 0 en 3 (zie figuur 31a) gestrekt is en dat de gegevens uit figuur 31a vanaf pool 3 juist zijn.

V.5. Bepaling glijsystemen met opgedrukt raster

$\alpha = 90^{\circ}$. In kristal D en G zijn mogelijk BVI of BII en BIV in gelijke mate.

$\alpha = 0^{\circ}$. In kristal F is geen onderscheid te maken tussen BII IV, VI en AVI.

Uit het raster volgt één van deze systemen, of een combinatie hiervan.

V.6. Samenvatting resultaten

In tabel 6 zijn alle resultaten samengevat.

Tabel 6. Samenvatting resultaten

	$\alpha = 90^{\circ}$				$\alpha = 0^{\circ}$		
kristal	C	E	G	A	D	B	F
Q	12	6,9	6,4	7,5	2,9	10	10
dikte	0,46	0,9	0,95	1,1	1,9	0,51	0,52
optisch	B(D)	-	-	B	-	A/B	-
raster	-	-	BVI, (IV+I)	-	BVI,	-	BVI, IV, II
Laue	II	VI	VI(II)	-	VI	-	VI
E.M.	B/DII	BII(DII)	-	BII(DII)	BII(BVI)	CI	CI

De tussen haakjes geplaatste systemen zijn minder belangrijk, maar wel duidelijk aanwezig.

VI. Bespreking van de resultaten

VI.1. Algemeen

In tabel 6 is te zien, dat de resultaten van de elektronenmicroscopie en die van de andere methoden van onderzoek niet altijd met elkaar in overeenstemming zijn. Bij $\alpha = 0^\circ$ levert het E.M.-onderzoek CI op; uit de Laue methode en het deformereren van het rasterwerk volgt als meest waarschijnlijke AVI of BVI. Bij $\alpha = 90^\circ$ wordt ook in een aantal gevallen verschil gevonden. Met de E.M. is BII, DII gevonden, met de andere methoden (B)II, BVI of BII + BIV. Daar op het Laboratorium voor Metaalkunde tot dusverre het onderzoek naar afwijkingen van de wet van Schmid grotendeels met elektronenmicroscopie is gebeurd, wordt in het volgende eerst het resultaat hiervan behandeld, en daarna pas de resultaten van de andere onderzoeksmethoden hiermee vergeleken. Hiermee wordt echter niet bedoeld dat deze resultaten minder belangrijk zouden zijn.

VI.2a Resultaten elektronenmicroscopie

In tabel 4 is te zien, dat bij de rekpercentages onder de 2% geen tangles zijn waargenomen. In deze tangles, die bij hogere rekpercentages wel zijn gevonden, is het niet goed mogelijk om burgersvectoren en afzonderlijke glijvlakken te bepalen. De dislocatielussen, waarvan in $\sqrt{3}$ sprake is geweest maakten vaak ook deel uit van de tangles. Vooral in deze gevallen was het moeilijk om iets over de glijvlakken en burgersvectoren te zeggen. In de gevallen dat het grootste deel van een tangle dezelfde burgersvector bezat is geprobeerd het glijvlak te bepalen. Indien dit mogelijk bleek te zijn, zijn deze dislocaties bij de andere afzonderlijk waargenomen dislocaties in tabel 4 opgeteld. In die gevallen waarin geen glijvlak kon worden bepaald is het mogelijk dat hier het primaire systeem aanwezig is geweest. Daarnaast kan ook sprake zijn geweest, vooral in die tangles, die dipoolussen bevatten, van niet mobiele dislocaties of van andere glijvlakken.

VI.2b Vergelijken van de E.M. resultaten met de voorspellingen van Schmid en anderen

In tabel 7 en 8 worden de voorspellingen die uit de wet van Schmid en uit de regels van de andere auteurs volgen vergeleken met de waarnemingen uit dit onderzoek. Het criterium van Minari et al. is eigenlijk geen selectieregel, maar volgt uit hun vermenigvuldigingsmechanisme aan het oppervlak. Als dit mechanisme dislocaties produceert, die tot in de bulk van het materiaal door-

Uit de tabellen 7 en 8 kan worden afgelezen, dat de gevonden glijsystemen voldoen aan de regel van Kolkman, en aan die van Young en Sherill. Kolkman zegt dat \bar{b} in het aan het grote oppervlak meest evenwijdige glijvlak moet liggen. Hieraan voldoen de gevonden burgersvectoren. Young en Sherill zeggen dat de burgersvector zoveel mogelijk parallel aan het grote oppervlak moet liggen. Gevonden worden burgersvectoren, die uit deze regel volgen als 2^e keus.

Kolkman voorspelt echter drie burgersvectoren, die niet alle worden gevonden. Voor Young & Sherill geldt dat VI, volgens hen het meest waarschijnlijk bij $\alpha = 0^\circ$, waarvoor hetzelfde geldt bij $\alpha = 90^\circ$, niet wordt gevonden.

De andere selectieregels voldoen alle nog minder goed.

Franken (9) heeft bij zijn onderzoek aan aluminium het percentage afwijkende glijsystemen uitgezet tegen Q , de breedte-dikte verhouding. De grafiek van figuur 33 geeft zijn resultaten weer voor $\alpha = 0^\circ$ met daarin de resultaten van kristal B en F uit dit onderzoek.

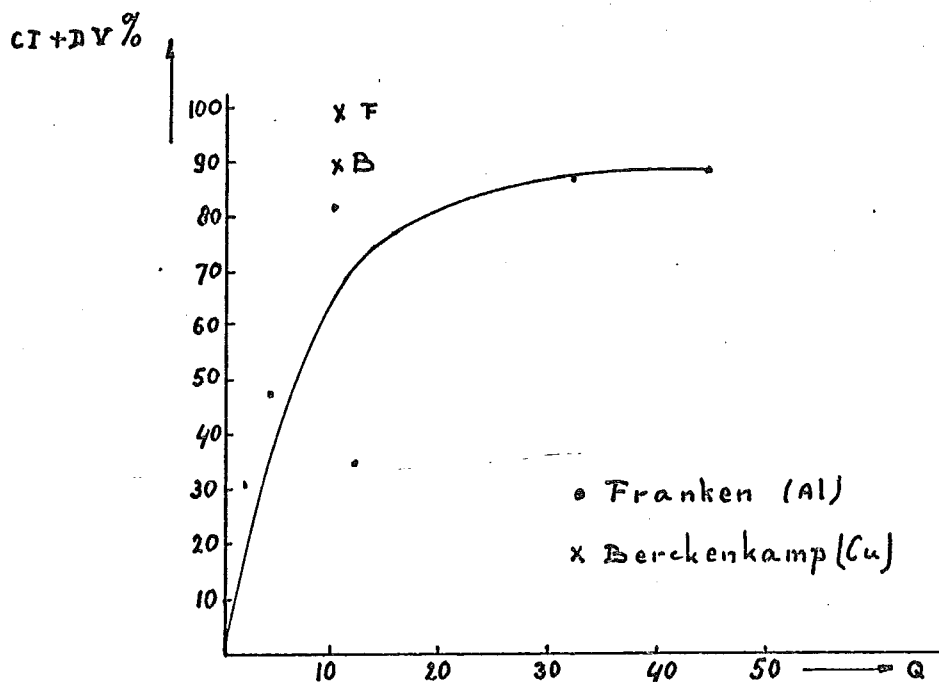


Fig. 33. Percentage afwijkende glijsystemen uitgezet tegen Q , voor $\alpha = 0^\circ$.

In figuur 34 zijn de resultaten van dit onderzoek voor $\alpha = 90^\circ$ op dezelfde manier uitgezet.

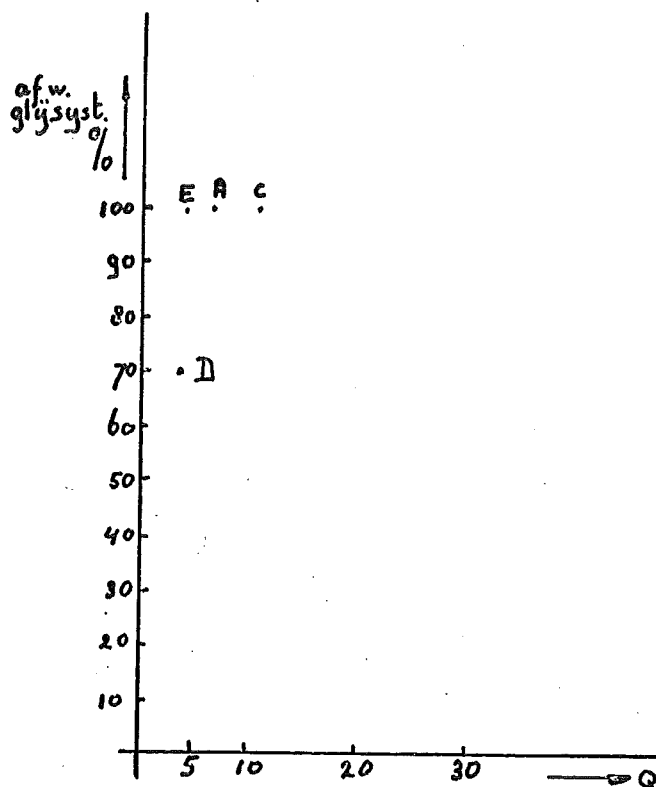


Fig. 34. Percentage afwijkende glijsystemen uitgezet tegen Q voor $\alpha = 90^\circ$.

Voor een vergelijking met Franken zijn er voor $\alpha = 0^\circ$ te weinig meetpunten, voor $\alpha = 90^\circ$ kan worden gezegd dat voor $Q < 5$ er kennelijk net als bij Franken een aanzienlijke vermindering in het percentage afwijkingen is. Het voorbehoud moet weer worden gemaakt, dat BVI bij de kristallen C t/m F in de tangles aanwezig kan zijn geweest.

VI.3. Bespreking van de resultaten van de optische microscopie, het volgen van de oriëntatieverandering van de trekas en de rasterwerkbepalingen

VI.3.1 Inleiding

Over deze bepalingen moet worden opgemerkt, dat zij uitsluitend informatie geven over de deformatie dicht bij het oppervlak. Als in het geval van de Laue kamera gedefinieerd wordt, dat het laagje, waaruit b.v. G% van de gereflecteerde röntgenstraling afkomstig is, de effectieve penetratiediepte x is, dan geldt hiervoor (25):

$$x = \ln \left(\frac{1}{1 - G/100} \right) \cdot \sin(2\theta - 90^\circ) \cdot \mu_0^{-1} \cdot (1 + \sin 2\theta - 90^\circ)^{-1}$$

Hierin moet G worden uitgedrukt in procenten. θ is de Bragghoek, μ_0 is de absorbtiecoëfficiënt.

Wordt voor θ bij de terugstraalopnamen gemiddeld 70° genomen en wordt voor μ_0 ingevuld 445 cm^{-1} (Mo $K\alpha$ straling bij koper), dan kan figuur 35 worden gemaakt, waarin de fractie teruggekaatste straling tegen de eff. penetratiediepte x is uitgezet.

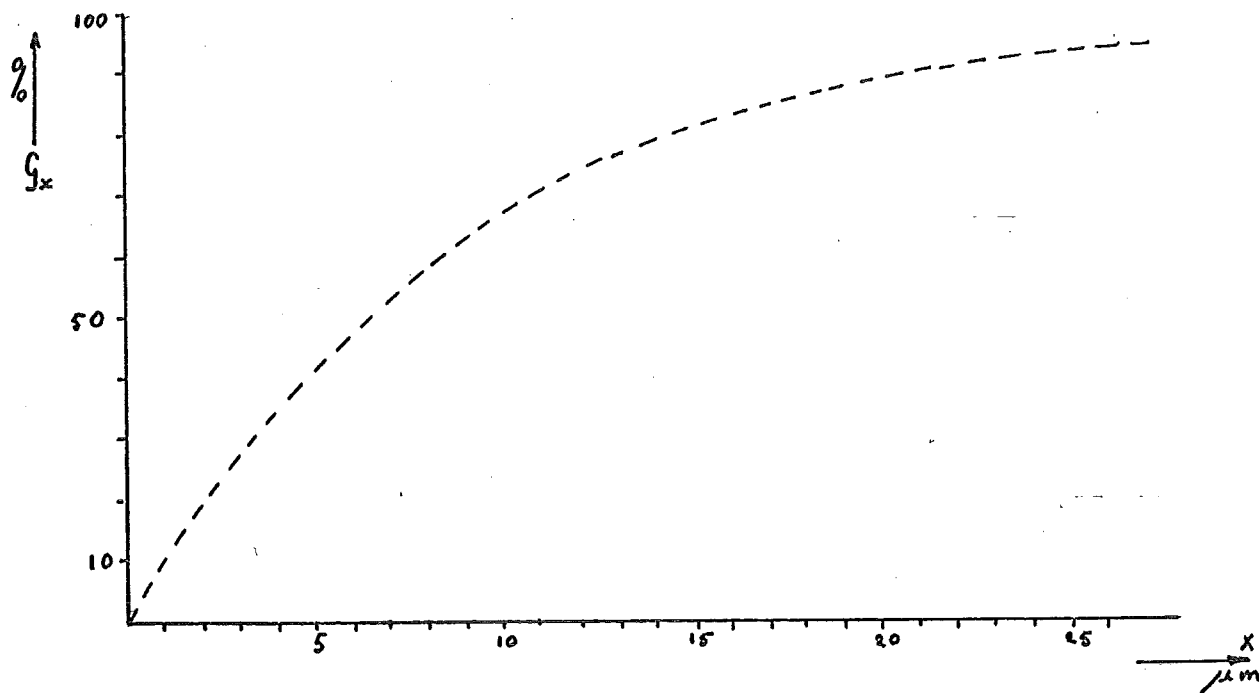


Fig. 35. Penetratiediepte x als functie van de fractie teruggekaatste straling.

Uit deze grafiek blijkt duidelijk dat de meeste informatie uit een laagje van ongeveer $20 \mu\text{m}$ komt en de helft van deze informatie uit een laagje van $\approx 5 \mu\text{m}$. Het opgedrukte rasterwerk geeft uiteraard ook alleen informatie uit de oppervlakklaag evenals de lichtmicroscopie.

VI.3.2 Optische microscopie

$\alpha = 90^\circ$: Hier zijn voornamelijk B glijlijnen gevonden. Als dit met de voorspellingen uit tabel 8 wordt vergeleken, dan blijkt, dat Kolkman, Minari, Wu & Smoluchowsky, en Schmid alle B glijlijnen voorspellen, ofwel als mogelijkheid open laten indien geen voorspelling over een vlak maar wel over een burgersvector wordt gedaan.

$\alpha = 0^\circ$: Uitgezonderd Wu en Smoluchowski voorspellen de meeste onderzoekers BVI. De gevonden glijlijnen zijn niet in strijd met deze voorspellingen.

VI.3.3 Oriëntatieverandering van de trekas

Voor $\alpha = 90^\circ$ blijkt er een verband te zijn met de door Franken gevonden grafiek (zie figuur 33). Hiertoe moeten we het percentage DV + CI dat Franken uitzet tegen Q "vertalen" in percentage afwijkende glijsystemen. Bij staaf C ($\alpha = 90^\circ$, $Q = 12$) gaat de trekas naar II (zie opm. op pag.37) bij staaf D naar VI en bij E en G "schommelt" de trekas hier tussen in. Voor $\alpha = 0^\circ$, staaf F, lijkt het verband ver te zoeken. De trekas gaat naar VI, terwijl volgens figuur 33 de systemen I en/of V actief moeten zijn.

Als de voorspellingen van de tabellen 7 en 8 worden vergeleken met de resultaten van de oriëntatieverandering van de trekas, dan is die van Wu en Smoluchowski hiermee in tegenspraak wat betreft $\alpha = 0$. Voor zover de conclusie mag worden getrokken, dat bij $\alpha = 90^\circ$ de trekas naar II gaat, komt dit overeen met de voorspellingen van Minari et al. en Kolkman.

VI.3.4 Rasterwerkbepalingen

Voor zover hieruit conclusies kunnen worden getrokken, is bij $\alpha = 0^\circ$ van de gevonden mogelijkheden BVI alleen in tegenspraak met Wu en Smoluchowski, AVI, voldoet aan Minari et al en aan Kolkman, BII en BIV voldoet enigszins aan Wu en Smoluchowski, maar is wel de minst waarschijnlijke van hun voorspellingen. Bij $\alpha = 90^\circ$ wordt BVI alleen door Schmid voorspeld. Young en Sherill geven als "2^e keus" mogelijkheid BII + BIV. Dan moeten beide systemen echter wel in exact gelijke hoeveelheden actief geweest zijn.

VI.4. Verschil tussen de E.M. waarnemingen en de Laue en rasterwerkbepalingen

Het is mogelijk het verschil tussen de E.M.-uitkomsten en de resultaten van de andere methoden van onderzoek te verklaren door aan te nemen, dat er in de bulk van de kristallen andere processen een rol spelen, dan aan het oppervlak.

Mc Kinnon (26) vond aan het oppervlak van aluminium kristallen slechts één glijstelsel, terwijl in de bulk drie glijstelsels bleken op te treden. Wasilewsky (27) wijst op een soortgelijk effect bij het k.r.g. materiaal niobium. Luft en Kaun (28) zeggen na een onderzoek aan molybdeen, dat uit hun resultaten blijkt, dat de gebruikelijke analyse van glijlijnen aan het oppervlak waarschijnlijk geen betrouwbare informatie geeft over de actieve glijvlakken van de dislocaties in de bulk.

Het blijkt, dat dicht aan het oppervlak mechanismen een rol kunnen spelen die het naar VI toe bewegen van de trekas bij $\alpha = 0^\circ$, zoals in dit onderzoek gevonden, kunnen verklaren.

Voor $\alpha = 90^\circ$ is er geen "pasklare" oplossing, maar het naar VI toe bewegen van de trekas gebeurt ook niet zo duidelijk. Behalve kristal C zijn alle kristallen waarvan de oriëntatieverandering is gevolgd met de Laue-methode ook voorzien van een rasterwerk. Het is mogelijk dat hiermee ondanks het zo voorzichtig mogelijk hanteren van de kristallen toch al teveel dislocaties in het oppervlak geïntroduceerd zijn om nog afwijkingen van de wet van Schmid aan het oppervlak mogelijk te maken.

Dit zou dan kunnen verklaren dat bij $\alpha = 0^\circ$ duidelijk VI wordt gevonden. Het mechanisme van Minari et al. wordt versterkt door het effect van de beschadiging van het oppervlak. Bij $\alpha = 90^\circ$ zou de oppervlakbeschadiging het mechanisme van Minari et al. indien dit optreedt vertroetelen.

VI.5. Voorstellen van een selectieregel voor de bulk van de kristallen

IN VI.4 is de mogelijkheid geïntroduceerd, dat aan het oppervlak en in de bulk verschillende mechanismen een rol spelen. Een groot aantal onderzoekers heeft geprobeerd om met één mechanisme alle afwijkingen van de wet van Schmid te verklaren. Kimura en Matsui (30) wijzen er echter op dat bij de anomale afschuiving van molybdeen waarschijnlijk twee mechanismen optreden. Dit is misschien ook bij k.v.g. metalen het geval. Aan het oppervlak zou dan een mechanisme als dat van Minari een rol kunnen spelen, terwijl in de bulk een ander proces plaats vindt.

Voor de bulk van de kristallen wordt de volgende selectieregel als uitbreiding op de regel van Kolkman voorgesteld:

Het gekozen systeem kan als volgt worden bepaald:

- 1^e De burgersvector is de snijlijn van de twee glijvlakken, die het meest evenwijdig aan het grote oppervlak liggen.
- 2^e Van deze twee glijvlakken wordt het kleinste gekozen.

Voor $\alpha = 90^\circ$ wordt op deze manier BII gevonden, en voor $\alpha = 0^\circ$ CI en DV. Voor de experimenten uit dit onderzoek gaat dit redelijk op. DII wordt echter bij $\alpha = 90^\circ$ ook regelmatig gevonden, en bij $\alpha = 0^\circ$ wordt DV met evenveel waarschijnlijkheid voorspeld als CI, maar niet gevonden. Franken (9) en van Voort (8) vinden wel DV bij hun experimenten aan $\alpha = 0$ kristallen.

VI.6. Dimensies van het kristal en de mogelijke gevolgen daarvan

Kolkman heeft er op gewezen dat de maten van het kristal verantwoordelijk kunnen zijn, voor de afwijkingen van de wet van Schmid.

In een kristal moeten voor vervorming dislocaties worden gecreëerd. In een glijvlak zal een dislocatiebron onder invloed van een kracht dislocaties gaan uitzenden. Volgens Steeds en Hazzledine (31) is het aantal dislocaties op de verschillende glijvlakken bij grote cilindrische koper kristallen na deformatie ruwweg evenredig met de grootte van de schuifspanningen in die vlakken. De kans dat er een dislocatiebron is, is voor een groot vlak waarschijnlijk groter, dan voor een klein vlak. In figuur 37 is de doorsnede van

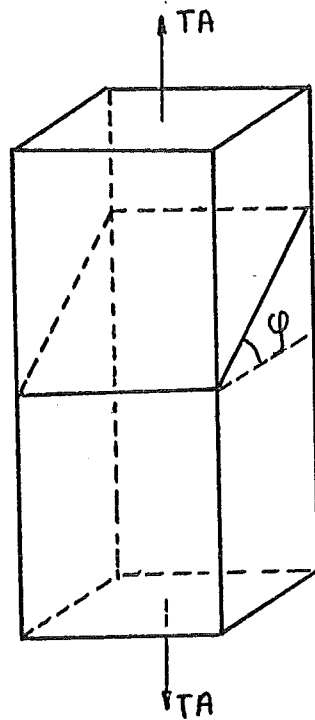


Fig. 37. Kristal met willekeurig glijvlak, dat hoek ϕ met de normaal op het grote oppervlak maakt.

een willekeurig glijvlak met een kristal getekend. Het oppervlak van het glijvlak neemt toe met $1/\cos \phi$. De schuifspanning in dit vlak neemt toe met $\sin 2\phi$ (maximum bij 45°). De kans k op een dislocatiebron is dus waarschijnlijk

$$k \sim \frac{\sin 2\phi}{\cos \phi} \sim 2 \sin \phi$$

Deze functie gaat voor $\phi \rightarrow 90^\circ$ naar een maximum, met een oneigenlijk punt voor $\phi = 90^\circ$, want dan is er geen schuifspanning meer. De kans dus, dat er in een bijna aan het grote oppervlak van het kristal evenwijdige glijvlak een dislocatiebron is, is het grootst. Hieruit volgt, dat ook als de

schuifspanning in een vlak laag is, er in dit vlak toch wel dislocaties kunnen ontstaan, al zullen dit er niet veel zijn.

Dislocatiebronnen vormen meestal dislocatielussen. Dit is bijvoorbeeld bij een Frank-Readbron het geval. Als in een glijvlak een dislocatielus gevormd is, zal deze zich onder invloed van de in dit vlak heersende schuifspanning gaan uitbreiden. Bij thermische activering geeft Friedel (zie § III.3) als nodige kracht

$$\sigma_c \approx \frac{\mu b}{2\pi D}$$

De kritische schuifspanning van koper is volgens Diehl (34) $\approx 0,1 \text{ kg/mm}^2$. Hieruit volgt $D_c \approx 20 \text{ }\mu\text{m}$. Volgens opgave van Kolkman is de dislocatiedichtheid van de gebruikte kristallen ongeveer 10^6 cm/cm^3 . Hieruit volgt dat de gemiddelde lengte van de dislocaties in het Frank netwerk ongeveer $10 \text{ }\mu\text{m}$ is. Als een van de dislocaties van het Frank netwerk gunstig ligt voor het ontstaan van een Frank-Readbron, volgt met de formule die Friedel hiervoor geeft (zie § II.3).

$$\sigma \approx \frac{2\mu b}{l}$$

dat σ ongeveer $3,5 \cdot 10^{-2} \text{ kg/mm}^2$ is. Deze kracht ligt nog onder de elasticiteitsgrens.

Ontstaat nu in het primaire vlak in het elastische gebied een dislocatielus, dan zal deze onder invloed van de schuifspanning gaan groeien. Volgens Sadananda en Marcinkowski zal bij een bepaalde grootte cross slip optreden en de dislocatielus gaat in een soort van trapvorm in het kristal liggen. In het "kielzog" van een dislocatielus zullen volgens Gilman en Johnston (§ II.3) roosterfouten zijn ontstaan, waaruit nieuwe dislocatielussen kunnen groeien. Gilman en Johnston zeggen dat de kans op deze roosterfouten evenredig is met het door de dislocatie doorlopen oppervlak. Per afgelegde afstand wordt door een lange dislocatie meer oppervlak doorlopen, dan door een korte. Als dan volgens Sadananda en Marcinkowski de randgedeelten van een lus door cross slip van de schroefgedeelten min of meer vast liggen, zal de meeste kans op dislocatievermenigvuldiging optreden, als de schroefsegmenten lang zijn, dat wil zeggen als t evenwijdig aan het oppervlak ligt.

In het bovenstaande is gesproken over het ontstaan van roosterfouten in het "kielzog" van een dislocatie. Gilman en Johnston vinden dit bij Li F. Dit behoeft echter niet hetzelfde dislocatievermenigvuldigingsmechanisme te zijn,

als hier is opgetreden. Ook voor het "multiple cross glide" mechanisme (28) is er de meeste ruimte, als een lange schroefdislocatie evenwijdig aan het grote oppervlak ligt.

Wordt uitgegaan van deze lange aan het oppervlak evenwijdige schroefdislocaties, dan kunnen deze de grootste afstand afleggen, als zij in een glijvlak liggen, evenwijdig aan het grote oppervlak, en hierdoor een zo groot mogelijk oppervlak doorlopen. In dit geval echter, is er geen schuifspanning. Het optimum wordt dan waarschijnlijk gevormd door een vlak dat een hoek van 45° met TA en met dit grote oppervlak maakt.

In het geval $\alpha = 0^\circ$ waar $\bar{b} = VI$, wel evenwijdig loopt aan het oppervlak, maar het glijvlak B loodrecht op het oppervlak staat, kunnen de schroefsegmenten van de dislocatielus onder invloed van de aangelegde spanningen maar een klein oppervlak doorlopen, voor zij het kristal uitlopen. Een dislocatielus, die bij $\alpha = 0^\circ$ in C of D ligt en waarvan de schroeven ongeveer evenwijdig liggen met het grote oppervlak, kan veel meer oppervlak doorlopen. We vinden zo CI en DV. Volgens Sadananda en Marcinkowski zullen de dislocatielussen in een trapvorm in het kristal gaan liggen. Het vlak, behorend bij de richting van \bar{b} , dat de grootste schuifspanning ondervindt, zal door deze trapvorm van de dislocatie benaderd worden. Voor I is dit benaderde vlak kleiner dan voor V. Ook de schuifspanning in dit vlak is voor I kleiner dan voor V. Hieruit zou volgen dat DV het gunstigst is.

Bij $\alpha = 90^\circ$ maakt het glijvlak B een hoek van 45° met de trekas en met het grote oppervlak. Schroefdislocaties II en IV liggen meer evenwijdig aan het grote oppervlak dan VI. II kan cross slippen naar B, IV naar C. De vlakken die bij II en IV horen, de grootste schuifspanning hebben en door de trapvormige dislocatielus benaderd kunnen worden, zijn even groot, en maken dezelfde hoek met de trekas. Hieruit zou volgen, dat II en IV even gunstig zouden zijn. Er is één verschil tussen beide vlakken. In figuur 38 is het zij-aanzicht van het B vlak en het D vlak getekend. De richting van $\bar{b} = II$ staat loodrecht op het papier. II' is het benaderingsvlak. Om dit benaderingsvlak te kunnen volgen, moet een dislocatielus cross slippen volgens het geschetste pad. In fig. 39 is hetzelfde getekend voor IV.

Zoals uit de figuren valt af te lezen, moet bij IV cross slip over de "stompe hoek" plaatsvinden, bij II over de "scherpe hoek". Sadananda en Marcinkowski hebben hun berekening gedaan voor het geval de slip- en cross slip vlakken loodrecht op elkaar staan. Dit is bij k.v.g. metalen niet het geval. Uit de tekeningen blijkt dat een lus met $\bar{b} = II$ een grotere weg af moet leggen, om het benaderingsvlak te kunnen volgen dan IV. Als de grootte van de

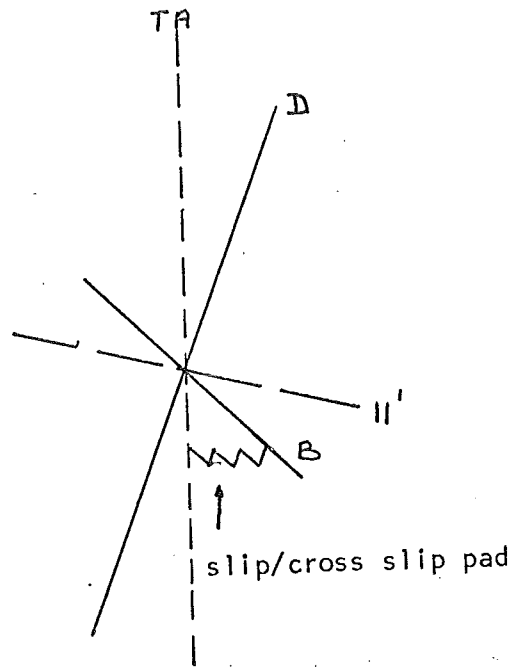


Fig. 38. Zij-aanzicht vlakken B en D.

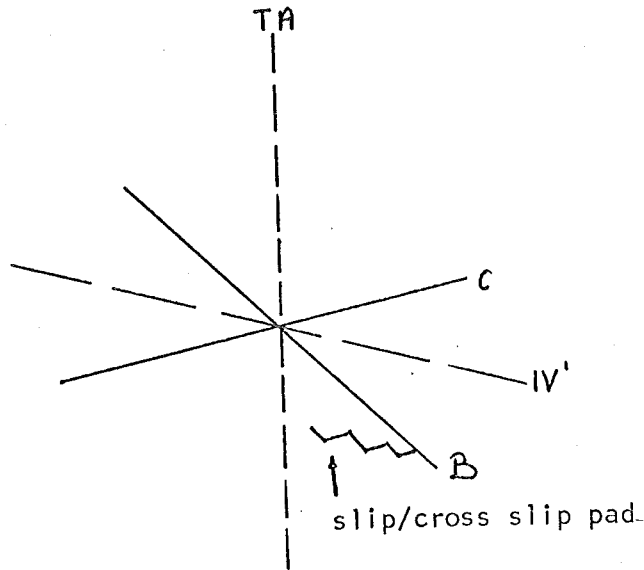


Fig. 39. Zij-aanzicht vlakken B en C.

afgelegde weg dus een criterium is, is II de burgersvector die gekozen wordt. B is dan het vlak, dat het vlak II' het dichtst benaderd, dus BII' zal het meest worden gevonden.

In de figuren 40 en 41 is ditzelfde getekend voor I en V.

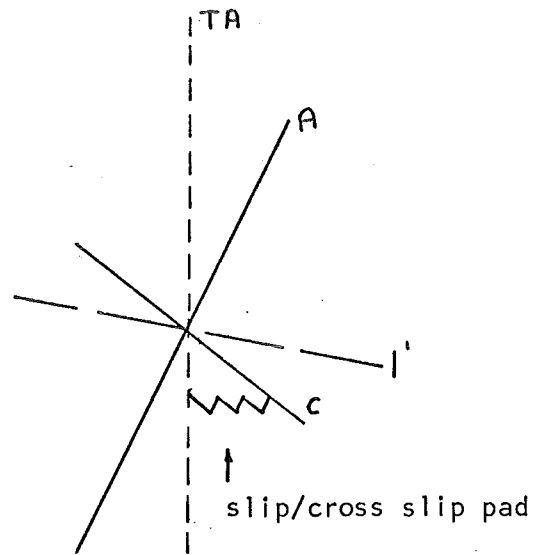


Fig. 40. Zij-aanzicht A en C vlakken.

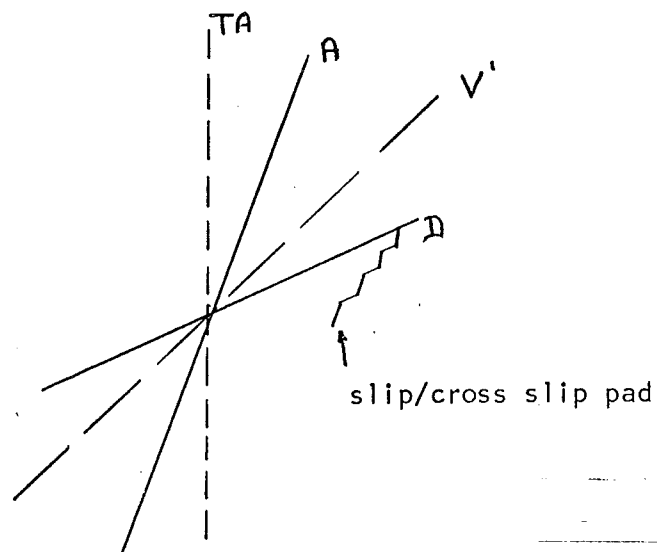


Fig. 41. Zij-aanzicht D en A vlakken.

Het blijkt dat voor V de cross slip over de stompe hoek moet plaatsvinden. Een conclusie kan nu zijn dat cross slip over de scherpe hoek gunstiger is. Sadananda en Marcinkowski zeggen dat de cross slip energetisch gunstig is, omdat onder andere de schroefsegmenten van de lus meer in elkaars invloedssfeer komen te liggen. Dit argument zal bij cross slip over de scherpe hoek het zwaarste wegen. Er wordt dan afgezien van de invloed van andere spanningen, zoals bijvoorbeeld door spiegelbeeldkrachten ontstaan.

De dislocaties kunnen hier of ontstaan in de grote vlakken, waar de kans op een bron het grootste is (zie begin § VI.3) en door cross slip naar een gunstiger belast vlak overgaan, of zij ontstaan in de gunstig belaste vlakken, waarvan er meer zijn, maar waar de kans op een bron per vlak kleiner is. In het laatste geval, geeft cross slip naar de grote vlakken de meeste kans op dislocatievermenigvuldiging.

Voor de hier gegeven mechanismen is cross slip essentieel. Sadananda en Marcinkowski hebben berekend, dat bij voldoende grootte van een dislocatielus hier slechts weinig energie voor nodig is. Minari, Capella en Pichaud wijzen er op, dat hoewel Friedel (32) zegt dat voor cross slip bij k.v.g. metalen grote spanningen nodig zijn, zij al bij zeer lage spanningen cross slip vinden. Zij verwijzen naar Hirsch (33), die zegt dat een lange gedissocieerde jog cross slip mogelijk maakt, eensdeels omdat de partiëlen dicht bij elkaar liggen, anderdeels omdat een gedeelte van de jog altijd in het cross slip vlak ligt. Hierdoor kan ook als (zoals bij koper) de dislocaties in partiëlen gesplitst zijn toch cross slip plaatsvinden.

De combinatie van glijsystemen met zo groot mogelijk oppervlak, gecombineerd met zo groot mogelijke schuifspanning maakt het essentieel dat dislocatie-segmenten met schroefkarakter, die ongeveer evenwijdig aan het grote oppervlak van het kristal lopen cross slippen en bewegen. Een aanwijzing hierover vinden we in de waargenomen randdipolen. Fourie en Wilsdorf (36) zeggen dat een schroefdislocatie door een vacature verankerd kan worden. Het belangrijkste gedeelte loopt door, en laat randdislocaties achter, die op verschillende vlakken liggen (zie figuur 42).

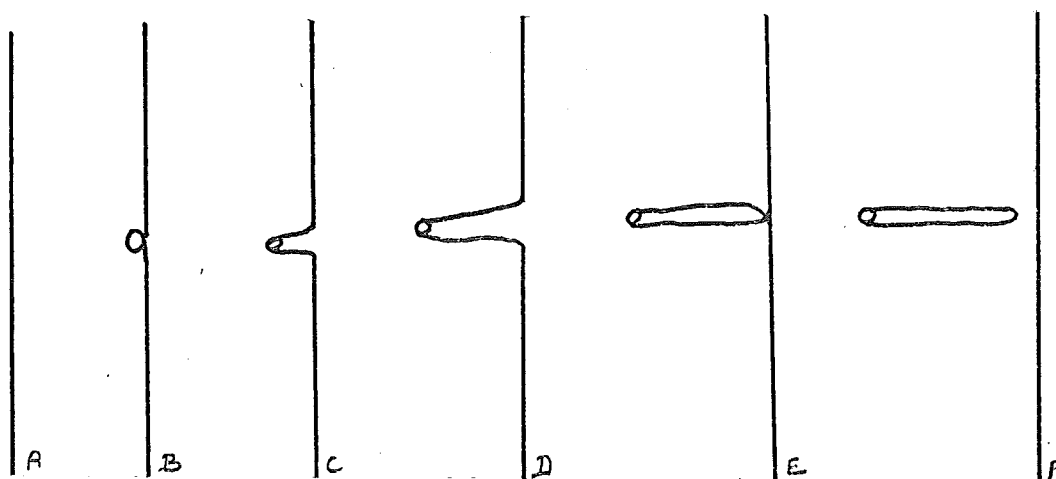


Fig. 42. Vorming van randdipool door schroefdislocaties.

Andere verankeringen van schroefdislocaties zijn ook mogelijk, zoals een jog, die bijvoorbeeld door een vacature kan ontstaan, of een "kronkel" in de dislocatie, die kan ontstaan door dubbele cross slip (figuur 43).



Fig. 43. Schroefdislocatie verankerd door "kronkel".

De aldus ontstane dipoolussen zijn niet geheel prismatisch en niet geheel glijdend, maar combineren beide eigenschappen.

Het veelvuldig vinden van deze dipolen wijst er op, dat schroefdislocaties een belangrijke rol spelen bij de vervorming van deze kristallen.

VII. Conclusies en aanbevelingen

VII.1. Conclusies

- 1^e Er zijn afwijkingen van de wet van Schmid gevonden.
- 2^e De afwijkingen zijn afhankelijk van de oriëntatie van het oppervlak.
- 3^e Bij waarnemingen aan het oppervlak met behulp van Laue en optische methoden worden andere glijsystemen gevonden, dan in de bulk van het kristal. Waarschijnlijk speelt in een aantal gevallen aan het oppervlak een ander proces een rol dan in de bulk van het materiaal.
- 4^e De uitgebreide selectieregel van Kolkman voldoet het beste als criterium voor bulkkristallen.
- 5^e Uitgaande van gemakkelijke cross slip kan met beschouwingen over de maten van het kristal en de invloed daarvan dit criterium aannemelijk worden gemaakt.

VII.2. Aanbevelingen

- 1^e Het oppervlak moet bij voortgezet onderzoek beter worden onderzocht. Dit kan door E.M.-preparaten te maken, waarin één van beide oppervlakken is bewaard gebleven. Een andere methode zou röntgentopografie zijn.
- 2^e Er moet worden nagegaan of de oriëntatie van de trekas over de doorsnede van het kristal verandert. Dit kan bijvoorbeeld door de trekstaaf na de trekproef laagsgewijs af te etsen, en dan telkens een Laue foto te maken.

VIII. Summary

Single crystals of copper were deformed under tension along $[\bar{2} 9 20]$ at room temperature to a few percent strain. The aim was to study the effects of different surface orientations and different width-thickness ratios on the activation of slip systems. Copper single crystals of purity 99,999% were used. Using a chemical cloth polishing technique crystals were shaped into bars of $80 \times 5 \times (0,5 \text{ to } 2,0)$ mm. The orientation of the crystals was such that the primary burgersvector made an angle of 45 degrees with the tension axis and was parallel to the plane of the crystal, or parallel to the plane of the tension axis and the normal to the plane of the crystal.

The tensile tests were done in an apparatus constructed by Franken (9).

To study the deformation electron microscopy, optical techniques and Laue backreflection methods were used.

Experiments with seven crystals have been done. The slip systems deduced from electron microscopy are not in agreement with those deduced from the other methods. This was especially the case, when the burgersvector of the primary system was parallel to the plane of the crystal. The optical and Laue methods indicated the primary system (predicted by Schmid's law) while other systems were found with the electron microscope. This was less obvious in those cases where the primary vector was parallel to the plane of the tension axis and the normal to the plane of the crystal. This led to the conclusion, that the slip systems in the bulk and near the surface are probably different.

The results were compared with the rules of Wu and Smoluchowski (3), Young and Sherill (10), Vesely (4), Lohne (5), Kolkman (6), Franken (9) and Minari, Pichaud and Capella (11). Kolkman's rule gives the best agreement with results regarding electron microscopy, Minari et al. regarding the other methods.

With regard to the bulk of the crystals, an extension of Kolkman's rule has been proposed.

The burgersvector which is defined by the secant of the two slip planes most parallel to the largest surface is chosen. Of those two planes, the one which is smallest, is chosen.

Attempts were made to explain this rule by taking into account the effect of the dimensions of the crystals on the dislocation multiplication.

Literatuurlijst

1. R. Breek Afstudeerverslag juni 1964.
2. E. Schmid en W. Boas Kristallplastizität, Springer, Berlin 1936.
3. T. Wu en R. Smoluchowski Physical Review 78, 468 (1950).
4. D. Vesely Physica Status Solidi 29, 675 (1968).
5. O. Lohne Physica Status Solidi (a) 25, 709, 1974.
6. H.J. Kolkman Scripta Metallurgica 8, 45 (1974).
7. J.J. Stapel Afstudeerverslag oktober 1972.
8. J. van Voorst Afstudeerverslag april 1974
9. W.A.G. Franken Afstudeerverslag juni 1976.
10. F.W. Young en F.A. Sherill Journal of Applied Physics 43, 7, 2949 (1972).
11. F. Minari, B. Pichaud en L. Capella Philosophical Magazine 31, 275, (1975).
12. K. Sadananda en M.J. Marcinkowski Crystal Lattice Defects 6, 161, (1975).
13. J.J. Gilman en W.G. Johnston Dislocations and Mechanical Properties of Crystals eds. J.C. Fisher et al p. 116 (1956) Wiley, New York.
14. J. Friedel On the Elastic Limit of Crystals, Chapter 12 of Electron Microscopy and Strength of Crystals, eds. Thomas & Washburn (1963), Wiley, New York.
15. L. Johnson en M.F. Ashby Acta Metallurgica 16, 219 (1968).
16. F.W. Young en F.R. Wilson Review of Scientific Instruments 32, 559 (1961).
17. J.S. Ahearn, J.P. Monaghan, J.W. Mitchel Review of Scientific Instruments 41, 1853 (1970).
18. H.F.C. Berckenkamp 1^e tussenverslag, september 1976.

19. H.F.C Berckenkamp 3^e tussenverslag, januari 1977.
20. W.J. Mc.G. Tegart The Electrolytic and Chemical Polishing of Metals, blz. 100, Pergamon Press, London.
21. H.J. Kolkman Brief aan O. Lohne (1974).
22. R.W.R. Honeycombe The Plastic Deformation of Metals, p. 21 Arnold Ltd. (1968).
23. H.J. Kolkman Verslagen 77.01.25 & 77.01.31 (1977).
24. A.K. Head, P. Humble,
L.M. Clarenbrough, A.J. Morton
and C.T. Forwood Defects in Crystalline Solids, vol. 7,
blz. 62, North Holland Publ. Comp. (1973).
25. B.D. Cullity Elements of X-ray diffraction, pag. 270,
271, Addison-Wesley (1967).
26. N.A. Mc.Kinnon Philosophical Magazine 46, 1150 (1955).
27. R.J. Wasilewsky, R. Hutchings
and M.H. Loretto Philosophical Magazine 29, 521 (1974).
28. A. Luft en L. Kaun Physica Status Solidi 18, 109 (1973).
29. B. Pichaud en F. Minari Philosophical Magazine 34, 1121 (1976).
30. H. Saka, K. Noda, F. Imura,
H. Matsui en H. Kimura Philosophical Magazine 34, 33 (1976).
31. J.W. Steeds en P.M. Hazzledine Dis. Faraday Inc. 38, 103 (1974).
32. J. Friedel Dislocations p. 162, Pergamon Press (1964).
33. P.B. Hirsch Philosophical Magazine 7, 67 (1962).
34. J. Diehl Zeitschrift für Metallkunde 47, 331 (1956).
35. J. Friedel Les Dislocations, Gauthier, Paris 1956.
36. J.T. Fourie en H.G.F. Wilsdorf Journal of Applied Physics 31, 2219 (1960).
37. J.L. Amorós, M.J. Buerger,
M. Canut de Amorós The Laue Method pag. 194, Academic Press,
New York.
38. D. Hull Introduction to dislocations 2nd ed.
pag. 187, Pergamon Press, 1962.

Lijst van gebruikte symbolen

A,B,C,D	(111) glijvlakken
\bar{b}	burgersvector
c	constante
D	diameter dislocatielus, afstand
EM	electronenmicroscop
F	kracht
\bar{g}	reciproke roostervector diffracterende vlakkenschaar
G	percentage gereflecteerde röntgenstraling
k	constante, kans
k.r.g.	kubisch ruimtelijk gecentreerd
k.v.g.	kubisch vlakken gecentreerd
l	weglengthe, dislocatielengte
N	normaal
O	oppervlak
P	correctiefactor voor weglengthe volgens Wu en Smoluchowski
Q	breedte/dikte verhouding
R	straal, afstand
r	afstand
S	Schmidfactor
S'	Wufactor
S = 0,5	trekasrichting $[\bar{2} 9 20]$
sm	soortelijke massa
TA	trekas
V	Veselyfactor
x	effectieve penetratiediepte voor röntgenstraling
α	hoek tussen bovenvlak en het vlak door \bar{b} en N van het primaire vlak
β	hoek tussen \bar{b} en Nbovenvlak
ϵ	rek
λ	hoek tussen \bar{b} en TA
μ	glijdingsmodulus
μ_0	absorbtiecoëfficiënt
ϕ	hoek tussen TA en richting stip in Laue foto
ρ	dislocatiedichtheid
ρ	$\frac{1}{2}$ hoek tussen invallende bundel in Laue foto en gereflecteerde bundel.