

Mikroprozesse der plastischen Verformung von MoSi₂-Einkristallen

Susanne Guder



Vollständiger Abdruck der von der Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Gutachter:	Prof. Dr. rer. nat. U. Messerschmidt Prof. Dr. rer. nat. U. Gösele Prof. Dr. rer. nat. H. Mughrabi
Vorsitzender: Prüfungskommission:	Prof. Dr. rer. nat. habil. G. H. Michler Prof. Dr.-Ing. H. Altenbach Prof. Dr. rer. nat. habil. W. Grellmann Prof. Dr. rer. nat. P. Grau Prof. Dr.-Ing. H. Roggendorf
Dekan der Fakultät:	Prof. Dr. rer. nat. habil. W. Grecksch
Öffentliche Verteidigung:	20. März 2000 in Merseburg

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen und Formelzeichen	iii
1. Einleitung	1
1.1. <i>Abstrakt</i>	1
1.2. <i>Kristallstruktur und Gleitsysteme in MoSi₂</i>	2
2. Theoretische Grundlagen zur Untersuchung der Plastizität und zur Analyse der Mikrostruktur im TEM	5
2.1. <i>Theoretische Grundlagen der plastischen Verformung</i>	5
2.1.1. Versetzungsbewegung	5
2.1.2. Fließspannungsanomalie	8
2.2. <i>Theoretische Grundlagen zur Mikrostrukturanalyse im TEM</i>	10
2.2.1. Die Beugungsamplitude	10
2.2.2. Beugungscontrast von Gitterfehlern	11
3. Experimentelle Methoden zur Untersuchung der Plastizität und zur Analyse der Mikrostruktur im TEM	13
3.1. <i>Makroskopische Verformungsexperimente</i>	13
3.2. <i>In-situ-Experimente im Höchstspannungs-Elektronenmikroskop</i>	17
3.3. <i>Mikrostrukturanalyse im TEM</i>	19
3.3.1. Beugungscontrast von Versetzungen	20
3.3.2. Contrastprofil einer Versetzung	21
3.3.3. Beugungscontrast flächenhafter Fehler	23
3.4. <i>Probenmaterial und Präparation</i>	26
4. Experimentelle Ergebnisse	32
4.1. <i>Makroskopisches Verformungsverhalten in [201]-Druckrichtung</i>	32
4.1.1. Verformungsverhalten zwischen 300 und 500 °C	35
4.1.2. Verformungsverhalten zwischen 600 und 1000 °C	38
4.1.3. Verformungsverhalten oberhalb 1000 °C	42
4.2. <i>Makroskopisches Verformungsverhalten in anderen Druckrichtungen</i>	44
4.3. <i>Mikrostruktur nach Verformung in [201]-Druckrichtung</i>	46
4.3.1. Mikrostruktur nach Druckverformung zwischen 300 und 500 °C	47
4.3.2. Mikrostruktur nach Druckverformung zwischen 600 und 1000 °C	52

4.3.3.	Mikrostruktur nach Druckverformung oberhalb 1000 °C	54
4.4.	<i>Mikrostruktur nach Verformung in anderen Druckrichtungen</i>	56
4.5.	<i>In-situ-Dehnexperimente im HVEM</i>	57
4.5.1.	In-situ-Dehnexperimente bei 440 und 450 °C	59
4.5.2.	In-situ-Dehnexperimente zwischen 800 und 1000 °C	62
4.6.	<i>Analyse flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen</i>	68
4.6.1.	Erste Beobachtungen der flächenhaften Fehler	69
4.6.2.	Bildung flächenhafter Fehler bei In-situ-Temperversuchen	73
4.6.3.	Charakterisierung der entstandenen Fehlerflächen	75
4.6.4.	Einfluß der Linienrichtung der $\langle 111 \rangle$ -Versetzung	78
5.	Diskussion	80
5.1.	<i>Die aktiven Gleitsysteme</i>	81
5.2.	<i>Die bevorzugten Linienrichtungen der $\langle 111 \rangle$-Versetzungen</i>	82
5.2.1.	Form ausgebauchter Versetzungen im Linienspannungs-Modell	83
5.2.2.	Temperaturabhängigkeit der Vorzugsorientierungen	85
5.2.3.	Wechselwirkung von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf schneidenden $\{110\}$ -Gleitebenen	86
5.3.	<i>Charakterisierung des Tieftemperaturverhaltens</i>	88
5.3.1.	Transiente Effekte bei der Änderung der Verformungsbedingungen	88
5.3.2.	Beitrag der inneren Spannung zur Fließspannung	90
5.3.3.	Die Aktivierungsparameter für Versetzungsgleiten des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems	91
5.4.	<i>Fließspannungsanomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$-Gleitsystems</i>	96
5.4.1.	Bisherige Interpretationen anomalen Fließverhaltens verschiedener Gleitsysteme	96
5.4.2.	Das Erscheinungsbild der Anomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems	96
5.4.3.	Ein Modell zur Beschreibung der Anomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems	98
5.5.	<i>Charakterisierung der Stapelfehler auf (001)-Ebenen</i>	102
5.5.1.	(001)-Fehlerflächen in MoSi_2	102
5.5.2.	Bisherige Interpretationen	103
5.5.3.	Eigene Untersuchungen	104
5.5.4.	Bildung von (001)-Fehlerflächen durch Dissoziation von $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen	107
6.	Zusammenfassung	110
	Summary	113
	Literaturverzeichnis	117

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen und Formelzeichen

Abkürzungen

e, SR	Ende Spannungsrelaxation
e, rSR	Ende wiederholter Spannungsrelaxation
HVEM	Höchstspannungs-Elektronenmikroskop
LA	Lastabfall
LVDT	Linear Variable Displacement Transducer
MEAM	Modified Embedded Atom Method
0, rSR	Beginn wiederholter Spannungsrelaxation
0, SR	Beginn Spannungsrelaxation
PC	Personalcomputer, Computer
rSR	repeated Stress Relaxation; wiederholte Spannungsrelaxation
SISF	Superlattice Intrinsic Stacking Fault, intrinsischer Überstruktur-Stapelfehler
SR	Stress Relaxation; Spannungsrelaxation
SRC	Strain Rate Cycling; Dehnratenwechsel
T _B	Temperatur an den Probenfassungen
TEM	Transmissions-Elektronenmikroskop
T _P	Probentemperatur
UL	unloaded, entlastet

Formelzeichen

α	Phasenverschiebung und numerischer Faktor 0,5
A	Probenquerschnitt und Anisotropiefaktor
β	Definitionsbereich und Parameter
\vec{b}	Burgersvektor einer Versetzung
\vec{b}_e	Stufenkomponente von \vec{b}
b	Betrag von \vec{b}
B	Beugungsamplitude
C	Nachgiebigkeit der Probe

C_{ij}	elastische Konstante, $i, j = 1, 2, \dots, 6$
CZ	Czochralski-Methode
ΔF	Freie Aktivierungsenergie
ΔF_0	Helmholtzsche Freie Aktivierungsenergie
ΔG	Freie Aktivierungsenthalpie
ΔH	Aktivierungsenthalpie
$\Delta \sigma_{YP}$	Spannungsdifferenzen der Streckgrenzen
$\Delta \sigma_{SR}$	Spannungsdifferenzen zwischen einer ersten und der zugehörigen wiederholten Spannungsrelaxation
$\Delta \sigma_{f, \max}$	maximale Änderung der Reibungsspannung
Δv	Geschwindigkeitsänderung
\in	Element von
ε	Gesamtdehnung
$\varepsilon_{\text{plast}}$	plastische Dehnung
$\dot{\varepsilon}_0$	konstanter Vorfaktor bei der Berechnung einer plastischen Dehnrate
$\dot{\varepsilon}_{\text{plast}}$	plastische Dehnrate
E	Elastizitätsmodul und Energie
f, f_n, f_k	Atomformfaktor, Atomformfaktor des n-ten, k-ten Atoms
F	Strukturamplitude, Strukturfaktor
FZ	Zonenschmelz-Methode
\vec{F}	äußere Kraft
G	Gitteramplitude und Menge ganzer Zahlen
$\vec{g}_{(hkl)}$	reziproker Gittervektor senkrecht zu den Netzebenen (hkl)
i	imaginäre Einheit zur Darstellung komplexer Größen
I	Intensität
k	Boltzmann-Konstante $1,38066 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$
K	Energiefaktor
λ	mittlerer Gleitweg beweglicher Versetzungen
l_0	Ausgangslänge
μ, μ_0	Schubmodul und derselbe bei $T = 0 \text{ K}$
m_s	Schmidfaktor
n	Zahlenwert
v	Poissonzahl

π	mathematische Konstante 3,141 592 ...
p, q	Parameter
$\rho(\varphi)$	lokale Krümmungsradius
ρ_m	Dichte beweglicher Versetzungen
r	Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung
r_0	Kernradius einer Versetzung
R	äußerer Abschneideradius
\vec{r}_g, \vec{r}_k	Ortsvektoren
\vec{R}	Fehlervektor in der Fehlerebene
\vec{R}_F	Fehlervektor senkrecht zur Fehlerebene
$ \vec{R} $	Betrag von \vec{R}
S_{ij}	elastische Nachgiebigkeit, $i, j = 1, 2, \dots, 6$
σ	äußere Spannung
σ_f	Reibungsspannung
$\dot{\sigma}$	Relaxationsrate
\vec{s}	Abweichungsvektor
s	Betrag von \vec{s}
τ	Schubspannung
τ_C	kritische Schubspannung
τ_i	innere Schubspannung
$\tau_{i,T}$	τ_i berechnet nach Taylorverfestigung
$\tau_{i,SR}$	τ_i abgeschätzt aus extrapolierten Spannungsrelaxationen
τ^*	effektive Schubspannung
τ_0'	Spannung zur Überwindung eines Hindernisses ohne thermische Aktivierung
τ_0	Peierls-Spannung
τ'	temperaturabhängige Spannung zur Überwindung eines Hindernisses
t_g	Extinktionslänge bei Anregung des reziproken Gittervektors \vec{g}
T	Temperatur
$T(\varphi)$	Linienspannung einer Versetzung
\vec{u}	Linienrichtung einer Versetzung
φ	Orientierungswinkel einer Versetzung
\bar{v}	durchschnittliche Geschwindigkeit beweglicher Versetzungen

v_0	konstanter Vorfaktor bei der Berechnung einer durchschnittlichen Versetzungsgeschwindigkeit
V	Aktivierungsvolumen
V_S	Volumen eines Punktedefekts
V_M	Volumen eines Matrixatoms
$\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$	Ortskoordinaten
x, y, z	Betrag von $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$

1. Einleitung

1.1. Abstrakt

MoSi₂ zählt zu den Hochtemperatur-Struktur-Siliziden, die als vielversprechende Materialien angesehen werden, um die Lücke zwischen den bisher im praktischen Einsatz befindlichen Superlegierungen und den keramischen Werkstoffen zu schließen. Der Einsatz von Nickel- und Kobalt-Basis-Superlegierungen ist auf Temperaturen von ca. 1000 °C beschränkt. Um Werkstoffe oberhalb dieser Temperatur einsetzen zu können, müssen diese nicht nur oxidationsbeständig sein, sondern auch eine entsprechende Hochtemperaturfestigkeit besitzen. Die Schmelztemperatur dieser Werkstoffe sollte bei mindestens 2000 °C liegen. Hier kommen Keramiken und Silizide zum Einsatz. Wie für Superlegierungen ist das Auftreten einer anomal mit der Temperatur ansteigenden Fließspannung für MoSi₂ ein wesentlicher Aspekt für dessen Hochtemperatur-Anwendung.

Dieses Interesse an MoSi₂ als Hochtemperatur-Strukturwerkstoff macht es erforderlich, die grundlegenden mechanischen Eigenschaften zu verstehen. Daher wurden in den zurückliegenden Jahren bereits viele Untersuchungen zum plastischen Verhalten von MoSi₂ durchgeführt. Nachteilige Eigenschaften wie die geringe Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur von etwa 3 MPa m^{0,5} konnten beispielsweise in SiC-verstärkten Verbundwerkstoffen um den Faktor drei verbessert werden. Untersuchungen an einkristallinem MoSi₂ konzentrierten sich bislang auf die Analyse der Gleitsysteme und der Temperaturabhängigkeit ihrer jeweiligen Fließspannung. Detaillierte Beschreibungen der Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung und der Versetzungsstrukturen einzelner Gleitsysteme für einen großen Bereich der Verformungstemperaturen liegen bisher nicht vor. Ebenso wurde bisher das temperaturabhängige Verformungsverhalten für keines der bekannten Gleitsysteme charakterisiert.

In der vorliegenden Arbeit wird das plastische Verformungsverhalten von MoSi₂-Einkristallen untersucht. Ziel ist es, die Mikroprozesse zu bestimmen, welche die temperaturabhängige plastische Verformung kontrollieren. Die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit beschränken sich auf ein Gleitsystem, das {110}/<111>-System. Dieses System zeigt bei mittleren Temperaturen einen anomalen Festigkeitsanstieg. Die Untersuchungen sollen daher auch Hinweise auf die Mechanismen geben, welche die Fließspannungsanomalie dieses Gleitsystems beeinflussen. Mit Hilfe der noch zu beschreibenden makroskopischen Verformungsexpe-

perimente und des noch vorzustellenden Formelapparates ist es möglich, die mikroskopischen Verformungsmechanismen näher zu charakterisieren. Mikroskopische Dehnexperimente in einem Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) bieten die Möglichkeit der direkten Beobachtung von Versetzungsbewegungen und werden unterstützend zur Interpretation des makroskopischen Verformungsverhaltens herangezogen.

1.2. Kristallstruktur und Gleitsysteme in MoSi_2

MoSi_2 kristallisiert unterhalb seiner Schmelztemperatur von ca. 2030°C als sogenannter Linienvorbund des Daltonide-Typs in festem stöchiometrischen Verhältnis von $\text{Mo}:\text{Si} = 1:2$ aus. Die in einigen Fällen erwähnte hexagonale Hochtemperaturphase C40, Raumgruppe $P6_222$, von reinem MoSi_2 [1, 3] konnte in jüngeren Untersuchungen [4] nicht bestätigt werden. Das Mo-Si-Phasendiagramm ist in Abb. 1.1.a dargestellt. MoSi_2 ist eine intermetallische Verbindung mit einer geordneten tetragonal-raumzentrierten Struktur der Raumgruppe $I4/mmm$ (Strukturbericht C11_b). Die Elementarzelle ist in Abb. 1.1.b dargestellt.

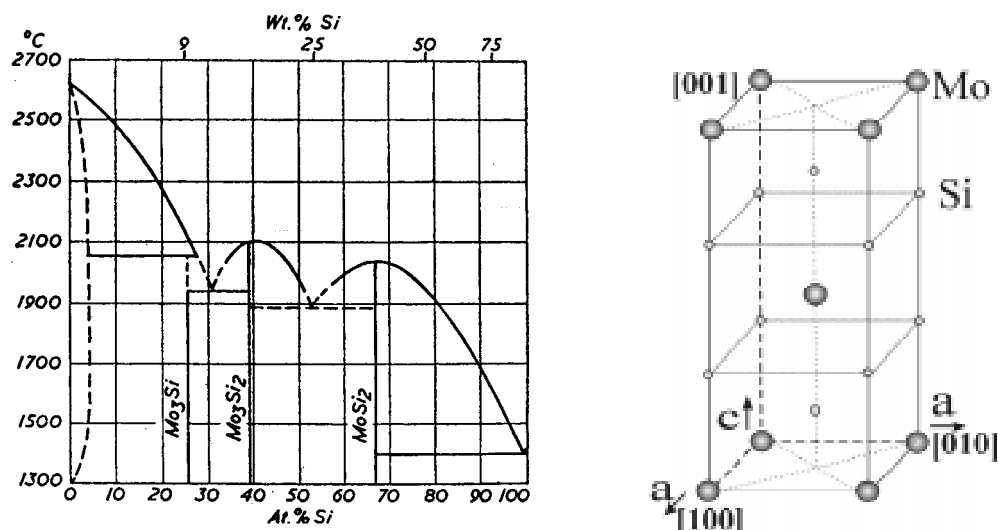


Abbildung 1.1: a) Mo-Si-Phasendiagramm nach [2]

b) Elementarzelle von MoSi_2

Ihr Aufbau kann anschaulich mit drei kubisch-raumzentrierten Elementarzellen beschrieben werden, die entlang der c -Achse übereinander gestapelt und leicht komprimiert wurden. Abgesehen von kleinen Abweichungen werden die Gitterkonstanten in [5-8] mit $a = 0,3204 \text{ nm}$ und $c = 0,7848 \text{ nm}$ angegeben. Das Achsenverhältnis c/a nimmt nahezu exakt den Wert $6^{0,5}$ an. Dies hat eine pseudo-hexagonale Symmetrie der $\{110\}$ -Ebenen und nahezu identische Beträge für die Translationsvektoren $\langle 110 \rangle$ und $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ bzw. $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ und $[001]$ zur Folge. Jedes Mo-Atom wird in einem Abstand von $0,2616 \text{ nm}$ von zehn Si-Atomen und jedes Si-Atom im selben Abstand von fünf Mo- und fünf Si-Atomen umgeben.

I.a. bilden dichtest gepackte Gitterebenen und kürzeste Translationsvektoren die Gleitebenen und Burgersvektoren vollständiger Versetzungen. Somit sind Versetzungen mit den Burgersvektoren $\langle 100 \rangle$ von 0,3024 nm Länge und $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ und $\langle 110 \rangle$ von je 0,4531 nm Länge zu erwarten. Die nächst größeren Burgersvektoren $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ und $[001]$ sind mit je 0,7848 nm Länge wesentlich länger. Versetzungen mit $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ -Burgersvektoren sind sogenannte Superversetzungen, die als Folge der geordneten Struktur in MoSi_2 auftreten können. Alle anderen Burgersvektoren repräsentieren einfache Versetzungen.

Oft werden für MoSi_2 die gemischten Notationen $\{hkl\}$ für Gleitebenen und $\langle uvw \rangle$ für Richtungen angegeben [z.B. in 9-12], um auf die kristallographische Verschiedenheit der c-Achse gegenüber der a-Achse hinzuweisen. Diese Verschiedenheit folgt jedoch aus der Raumgruppe von MoSi_2 . Daher wird in dieser Arbeit die übliche Notation für gleichwertige Ebenen $\{hkl\}$ und Richtungen $\langle uvw \rangle$ verwendet. Gleitsysteme werden durch die Gleitebene und Richtung des Burgersvektors der Versetzung in der Form $\{hkl\}/\langle uvw \rangle$ angegeben. Mit $\langle uvw \rangle$ -Versetzungen werden im folgenden vollständige Versetzungen mit einer $\langle uvw \rangle$ -Burgersvektorrichtung bezeichnet, z.B. $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen. Ist der Burgersvektorbetrag einer Versetzung von Interesse, wird dieser genau angegeben, z.B. $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen. Für MoSi_2 sind die bekannten Gleitebenen, ihre Ebenenabstände und die möglichen Burgersvektoren vollständiger Versetzungen in Tabelle 1.1 zusammengefasst.

Tabelle 1.1: Gleitebenen, ihre Ebenenabstände und mögliche Burgersvektoren vollständiger Versetzungen in MoSi_2 .

Gleitebene $\{hkl\}$	Ebenenabstand in [nm]	mögliche Burgersvektoren $\langle uvw \rangle$
$\{110\}$	0,2266	$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$, $[001]$
$\{013\}$	0,2026	$\langle 100 \rangle$, $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$
$\{100\}$	0,1602	$\langle 010 \rangle$, $[001]$
(001)	0,1308	$\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$
$\{011\}$	0,0988	$\langle 100 \rangle$, $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$

Die Tetragonalität der Struktur von MoSi_2 führt zu einem stark anisotropen plastischen Verformungsverhalten. Kompressionsversuche an MoSi_2 -Einkristallen entlang der kristallographischen $[001]$ -Richtung erfordern Fließspannungen, die etwa eine Größenordnung über denen anderer Orientierungen liegen [6, 8]. Bei 1000 °C und einer äußeren Spannung von ca. 1400 MPa wurde eine Gesamtdehnung von nur 0,3 % erreicht [6-8]. Die besonders hohe Festigkeit wird dem $\{013\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystem zugeschrieben [7]. Ursache ist vermutlich die energetisch günstige Aufspaltung der $\langle 331 \rangle$ -Versetzungen [7, 8]

$$\frac{1}{2} \langle 331 \rangle \rightarrow \frac{1}{2} \langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle. \quad (1.1.)$$

Die hierbei entstehenden $\langle 110 \rangle$ -Versetzungen sind unbeweglich. Die für die Aktivierung des $\{011\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems nötigen Schubspannungen sind unterhalb 1100 °C vermutlich noch so hoch, dass auch diese Versetzungen praktisch unbeweglich sind. Da infolge dieser Aufspaltung wieder vollständige Versetzungen entstehen, wird diese Reaktion als Dekomposition bezeichnet. Erst mit zunehmender Temperatur wird das $\{011\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem aktiv [8]. Die kritische Schubspannung des $\{013\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystems zeigt eine sehr starke Abhängigkeit von der Verformungsrichtung mit maximalen Werten für die exakte $[001]$ -Orientierung. Schon bei geringen Abweichungen von der exakten $[001]$ -Orientierung wird die plastische Verformung von anderen, einfachen Gleitsystemen getragen [6]. Nur in [10, 13] wird die Aktivierung des $\{013\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystems auch für Verformungsrichtungen fern von $[001]$ erwähnt. Es ist daher nicht notwendigerweise härter als andere Gleitsysteme, wie es anfangs von [3, 14] vermutet wurde.

Für Verformungsrichtungen entfernt von $[001]$ sind MoSi_2 -Einkristalle auch bei Raumtemperaturen, teilweise sogar bei ca. -200 °C, bis zu mehreren Prozent plastisch verformbar [10, 15]. Es wurden vier weitere Gleitsysteme nachgewiesen [10]: $\{110\}/\langle 111 \rangle$, $\{011\}/\langle 100 \rangle$, $\{010\}/\langle 100 \rangle$ und $\{023\}/\langle 100 \rangle$. Das zuletzt genannte System wurde bisher nur in [10] nachgewiesen. Es wird nur bei Verformungen oberhalb von 800 °C aktiviert. Das $\{010\}/\langle 100 \rangle$ -Gleitsystem ist zwischen 600 und 900 °C aktiv und zeigt innerhalb dieses Temperaturbereichs einen anomalen Anstieg der kritischen Schubspannung mit zunehmender Temperatur [10]. Nur die beiden erstgenannten Gleitsysteme, $\{110\}/\langle 111 \rangle$ und $\{011\}/\langle 100 \rangle$, werden in [10] im gesamten untersuchten Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 1500 °C nachgewiesen. Beide Systeme weisen zwischen ca. 500 und 1000 °C eine Anomalie der Fließspannung auf. Versetzungen des $\{011\}/\langle 100 \rangle$ -Systems zeigen unterhalb von 500 °C eine schwache Tendenz zur Ausrichtung entlang von $\langle 111 \rangle$ -Richtungen mit 70°-Charakter. Im Temperaturbereich der Fließspannungsanomalie tendiert dieses Gleitsystem zu lokalisierter Gleitung [10]. Die mit Abstand geringsten Werte für die Fließspannung im Anomaliebereich zeigt das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem [10]. Dieses System wird bei einer Vielzahl von Verformungsrichtungen aktiv. Die bisher umfangreichste Charakterisierung der Mikrostruktur insbesondere für den Temperaturbereich der Fließspannungsanomalie dieses Gleitsystems liegt von [10, 13, 15] vor. Obwohl $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ - und $\langle 110 \rangle$ -Versetzungen gleich große Burgersvektoren haben, wird letzterer nur als Produkt von Versetzungsreaktionen nachgewiesen [5, 16].

2. Theoretische Grundlagen zur Untersuchung der Plastizität und zur Analyse der Mikrostruktur im TEM

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen zur plastischen Verformung kristalliner Werkstoffe, zur Kontrastentstehung im Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) und zur Interpretation elektronenoptischer Abbildungen beschrieben.

2.1. Theoretische Grundlagen der plastischen Verformung

2.1.1. Versetzungsbewegung

Versetzungen sind lineare Kristallbaufehler, die sich unter Einwirken einer äußeren Kraft durch den Kristall bewegen können, was zu einer bleibenden, d.h. plastischen, Formänderung führt. Versetzungen werden charakterisiert durch ihre Linienrichtung \vec{u} und ihren Burgersvektor \vec{b} . Sie können in Kristallebenen gleiten, die ihren Burgersvektor enthalten. Die Gleitebene einer Stufenversetzung wird durch ihren Burgersvektor und ihre Versetzungslinie aufgespannt. Bei einer Schraubenversetzung hingegen sind diese beiden Vektoren parallel zueinander. Sie kann damit auf jeder Kristallebene gleiten, die ihre Versetzungslinie enthält. Die kristallographische Gleitrichtung einer Versetzung entspricht der Richtung ihres Burgersvektors. Gleitebene $\{hkl\}$ und Burgersvektor $\langle uvw \rangle$ der Versetzung definieren ein Gleitsystem. Eine zum Gleitsystem beliebig orientierte äußere Kraft \vec{F} bzw. Spannung σ wirkt nur mit der Komponente auf eine Versetzung, die in der Gleitebene in Gleitrichtung zeigt. Das Verhältnis der Schubspannung in der Gleitebene zur äußeren Spannung wird durch den Schmidfaktor m_s ausgedrückt

$$m_s = \frac{\tau}{\sigma} . \quad (2.1.)$$

Auf die Versetzungen wirkt somit in der Gleitebene in Gleitrichtung die Schubspannung τ

$$\tau = m_s \sigma . \quad (2.2.)$$

Die zu einer makroskopischen Verformung notwendige Schubspannung wird als kritische Schubspannung τ_c bezeichnet. Sie ist charakteristisch für das jeweils aktivierte Gleitsystem. Eine gleitende Versetzung, die an der Kristalloberfläche austritt, hinterlässt eine atomare Gleitstufe, wobei die beiden Ufer gegeneinander um \vec{b} verschoben sind. Wird die plastische Verformung durch nur ein Gleitsystem realisiert und legen alle Versetzungen einen mittleren Gleitweg λ zurück, so ist die Gesamtdehnung

$$\epsilon_{\text{plast}} = m_s \lambda b \rho_m. \quad (2.3.)$$

Dabei ist ρ_m die Dichte der Versetzungen und b der Betrag ihres Burgersvektors. Bei konstanter Dichte der beweglichen Versetzungen folgt daraus für die plastische Dehnrates

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = m_s b \rho_m \bar{v}. \quad (2.4.)$$

Hier ist \bar{v} die durchschnittliche Geschwindigkeit der beweglichen Versetzungen. Gleichung 2.4. wird auch als Orowan-Beziehung bezeichnet und stellt einen Zusammenhang zwischen makroskopischen und mikroskopischen Parametern der plastischen Verformung her. Sie vereint die Kinetik und Dynamik der Versetzungsprozesse. Kinetische Vorgänge wie die Bildung, Immobilisierung und Vernichtung (Annihilation) von Versetzungen beeinflussen die Dichte der beweglichen Versetzungen. Wechselwirkungen der Versetzungen mit dem Kristallgitter und mit anderen Defekten haben Einfluss auf die Versetzungsgeschwindigkeit.

Die kritische Schubspannung τ_c stellt die notwendige Spannung zur Überwindung von Hindernissen dar, die der Versetzungsbewegung und damit dem plastischen Fließen entgegenwirken. Die Natur und Festigkeit dieser Hindernisse können verschieden sein. Die Schubspannung zur Überwindung der Reibung in einem ansonsten ungestörten Kristall wird als Peierls-Spannung bezeichnet [17, 18]. Nach diesem Modell liegen die Versetzungen in energetisch niedrigen sogenannten Peierls-Tälern, deren Lage durch die periodische Atombesetzung der kristallinen Struktur vorgegeben sind. In geordneten Strukturen führen die unterschiedlichen Nächsten-Nachbar-Wechselwirkungen zwischen verschiedenen Atomsorten zur Ausbildung unterschiedlich „tiefer“ Peierls-Täler. Dies hat eine bevorzugte Ausrichtung der Versetzungen entlang bestimmter kristallographischer Richtungen zur Folge. Die thermisch aktivierte Versetzungsbewegung im Rahmen des Peierls-Modells wurde erstmals in [19] beschrieben. Neben dieser Gitterreibung können beispielsweise Punktdefekte oder Ausscheidungen Hindernisse darstellen. Die verschiedenartigen Wechselwirkungen von Punktdefekten mit beweglichen Versetzungen sind in [20] ausführlich beschrieben. Die Zuführung von Energie ermöglicht die Überwindung von Hindernissen, so dass die Hindernisüberwindung als thermisch aktivierter Prozess beschrieben werden kann. Die durchschnittliche Versetzungsgeschwindigkeit wird dann nach [21] mit einem Arrhenius-Ansatz

$$\bar{v} = v_0 \exp\left(\frac{-\Delta G}{kT}\right) \quad (2.5.)$$

beschrieben. Hierbei ist k die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. Die Wahrscheinlichkeit für eine erfolgreiche Überwindung eines Hindernisses bei einer bestimmten Tempera-

tur wird im Exponentialterm zum Ausdruck gebracht, wobei ΔG die Freie Aktivierungsenthalpie für das Ereignis der Hindernisüberwindung darstellt. Der Vorfaktor v_0 wird als nur geringfügig abhängig von Temperatur und Spannung angenommen. Für die makroskopische Dehnrates $\dot{\epsilon}_{\text{plast}}$ folgt nach Gleichung 2.4.

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = m_s \rho_m b v_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right). \quad (2.6.)$$

Unter der Annahme von Einfachgleitung und einer konstanten Dichte beweglicher Versetzungen kann der Vorfaktor zu $\dot{\epsilon}_0$ zusammengefasst werden. Die Freie Aktivierungsenthalpie ΔG

$$\Delta G = \Delta F - V\tau^* \quad (2.7.)$$

setzt sich aus der Freien Aktivierungsenergie ΔF und dem Arbeitsterm $V\tau^*$ [21, 22] zusammen. Der Arbeitsterm wird durch das Produkt von Aktivierungsvolumen V und effektiver Spannung τ^* gebildet. Er beschreibt die während der thermischen Aktivierung von der angreifenden Spannung geleistete Arbeit. Die effektive Spannung τ^* ergibt sich aus der Differenz der Schubspannung τ und einer inneren Spannung τ_i

$$\tau^* = \tau - \tau_i. \quad (2.8.)$$

Die innere Spannung resultiert aus den weitreichenden Wechselwirkungen der gleitenden Versetzungen mit den Spannungsfeldern anderer Versetzungen [22]. Da sie nicht thermisch aktiviert überwunden werden kann, wird sie als athermische Komponente bezeichnet. Mit Gleichung (2.7.) und (2.8.) kann Gleichung (2.6.) folgendermaßen ausgedrückt werden

$$\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta F - V(\tau - \tau_i)}{kT}\right). \quad (2.9.)$$

Das Aktivierungsvolumen wird meist in Größenordnungen von b^3 angegeben und kann für verschiedene Prozesse verschiedene Größen annehmen. Liegt ein thermisch aktivierter Prozess und eine konstante Gleitversetzungsdichte während des Messvorganges vor, so erlaubt dessen Bestimmung [21, 22]

$$V = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau^*} \right|_T = kT \left(\left. \frac{\partial \ln \frac{\dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\dot{\epsilon}_0}}{\partial \tau^*} \right) \right|_T \quad (2.10.)$$

Rückschlüsse auf den Mechanismus der Hindernisüberwindung. Weiterhin kann unter den genannten Voraussetzungen gezeigt werden [21, 22], dass sich die Aktivierungsenthalpie ΔH aus

$$\Delta H = kT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial T} \right) \Big|_{\sigma} = -kT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{plast}}}{\partial \sigma} \right) \Big|_T \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right) \Big|_{\dot{\epsilon}_{\text{plast}}} \quad (2.11.)$$

berechnen lässt unter der Annahme, dass die Aktivierungsentropie nur von der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls μ herrührt. Dann kann aus der Aktivierungsenthalpie ΔH die Freie Aktivierungsenthalpie ΔG berechnet werden [21]

$$\Delta G = \frac{\Delta H + \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT} m_s \sigma V}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \quad (2.12.)$$

Mit Hilfe der vorgestellten Formeln kann unter den oben genannten Voraussetzungen auf die Natur der thermisch aktivierten Hindernisse geschlossen werden.

2.1.2. Fließspannungsanomalie

Fließspannungsanomalien sind durch eine mit zunehmender Temperatur ansteigende Fließspannung gekennzeichnet. Je nach Stärke ihrer Ausprägung führen sie in der $\sigma(T)$ -Kurve des entsprechenden Materials zur Ausbildung eines plateauförmigen Spannungsverlaufes oder auch zu einem signifikanten Anstieg der Spannung mit zunehmender Temperatur. Fließspannungsanomalien treten in vielen intermetallischen Verbindungen mit unterschiedlichen Kristallstrukturen auf. Sie werden auch in ungeordneten Legierungen und reinen Metallen für Gleitsysteme mit einfachen Burgersvektoren nachgewiesen. Wegen seiner technischen Relevanz im Turbinenbau ist das anomale Fließverhalten in Verbindung mit Superversetzungen in Ni_3Al bisher am umfangreichsten untersucht worden [z.B. 23-36]. Es wurden verschiedene Modelle entwickelt, die das anomale Verhalten von Ni_3Al beschreiben. Die Vielfalt der Erscheinungsformen und Beschreibungen von Fließspannungsanomalien macht ihr Vorstellen im Rahmen dieser Arbeit unmöglich. Eine Übersicht der bisherigen experimentellen Ergebnisse und Beschreibungen der makroskopischen und mikroskopischen Eigenschaften der Anomalien ist in [37] gegeben. An dieser Stelle werden die in [37, 38] vorgeschlagenen drei Kategorien vorgestellt, die jeweils mehrere wichtige Erscheinungsformen von Anomalien verschiedener Materialien in sich vereinen. Innerhalb einer Kategorie sind verschiedene Modellinterpretationen möglich. Diese sind in [37] dargestellt. Es sei darauf hingewiesen, dass Fließspannungsanomalien durch die Überlagerung mehrerer Mechanismen, die verschiedenen der folgenden Kategorien zuzuordnen sind, verursacht werden können.

Die **ERSTE KATEGORIE** fasst Anomalien in Verbindung mit Superversetzungen in intermetallischen Verbindungen wie Ni_3Al zusammen. Diffusionsvorgänge und Peierls-Spannungen sollen nicht von Bedeutung sein. Die Anomalie wird mit dem Quergleiten von Schraubenversetzungen erklärt [23, 27], die auf der Quergleitebene unter Bildung einer Antiphasengrenze planar aufspalten. Die quergeglittenen Segmente werden als Kear-Wiltsdorf-Locks (KW-Locks) bezeichnet. Auf der Grundlage von Gleichung (2.4.) und (2.5.) beschreibt im sogenannten Locking-Unlocking-Modell (L-UL-Modell) [37, 39, 40] die im Vergleich zur Aktivierungsenthalpie der Versetzungsblockierung wesentlich höhere Enthalpie der Blockierungsüberwindung eine anomale Temperaturabhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit und damit die Fließspannungsanomalie. In [41] wird die Anomalie mit der Beweglichkeit der Makrokinken beschrieben, die die KW-Locks verbinden. Ihre thermisch bedingte Erschöpfung führt zu einer Abnahme der Gleitversetzungsdichte, die wiederum nach Gleichung (2.4.), (2.6.) und (2.7.) das Ansteigen der Fließspannung erklärt.

In einer **ZWEITEN KATEGORIE** werden Anomalien in Verbindung mit einfachen Versetzungen wie z.B. in rostfreiem Stahl zusammengefasst, die weder quergleiten noch durch Peierls-Spannungen beeinflusst werden. Hier werden diffusionsbestimmte Reibungskräfte für die Anomalie verantwortlich gemacht. Sie blockieren die Beweglichkeit der Versetzungen besonders effektiv, wenn Versetzungsgeschwindigkeit und die Diffusionsgeschwindigkeit gelöster Atome etwa gleich groß sind. Solche Mechanismen können z.B. die Relaxation gebildeter Antiphasengrenzen, Kletterdissoziationen oder die Wechselwirkung von gelösten Atomen mit den Versetzungskernen zur Folge haben.

In der **DRITTEN KATEGORIE** werden Anomalien zusammengefasst, die durch Reibungskräfte vom Peierls-Typ verursacht werden. Sie treten sowohl in geordneten Strukturen mit Superversetzungen als auch in reinen Metallen und ungeordneten Strukturen mit einfachen Versetzungen auf. In diesen Fällen zeigen die Versetzungen eine Orientierung entlang kristallographischer Richtungen, bevorzugt entlang der Schraubenorientierung. Der Ursprung der Versetzungsreibung liegt vermutlich in einer nicht-planaren Aufspaltung der Versetzungskerne. Durch Wechselwirkung der Versetzungskerne mit Verunreinigungen kann ein thermisch aktivierter Reibungsmechanismus auftreten [42], der im Unterschied zu diffusionsgesteuerten Reibungskräften mit Vorzugsorientierungen der Versetzungen verbunden ist.

2.2. Theoretische Grundlagen zur Mikrostrukturanalyse im TEM

Der Schwerpunkt der TEM-Untersuchungen von MoSi₂-Einkristallen war die Analyse der durch Druck- und Zugbelastung eingebrachten Verformungsstrukturen. Hierzu wurde der Beugungscontrast der konventionellen Transmissions-Elektronenmikroskopie genutzt. Die Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe ermöglicht eine zweidimensionale Abbildung des durchstrahlten Probenvolumens. Es wird im Modus des Hell- und Dunkelfeldbildes und im Modus des Beugungsbildes der abgebildeten Struktur gearbeitet. Für die Hell- und Dunkelfeldabbildungen wird zur Bildentstehung nur ein Elektronenstrahl des Beugungsbildes genutzt. Die Hellfeldabbildung nutzt den ungebeugten Strahl, die Dunkelfeldabbildung einen abgebeugten. Die Kontrastentstehung an kristallinen Objekten und die Charakterisierung von Kristallbaufehlern auf der Grundlage der kinematischen Kontrasttheorie sind ausführlich in [43-55] beschrieben. An dieser Stelle werden die wesentlichen Aspekte zur Analyse von Kristallbaufehlern dargestellt, die im Rahmen dieser Arbeit von Interesse sind.

2.2.1. Die Beugungsamplitude

Die Beugungsamplitude B beschreibt die Amplitude aller an den Atomen der TEM-Folie gestreuten Elementarwellen der einfallenden Elektronenwelle am Beobachtungsort. Für eine kristalline Struktur wird B

$$B = \sum_n f_n \exp \left[-i \left(\vec{g}_{(hkl)} + \vec{s} \right) \cdot \left(\vec{r}_g + \vec{r}_k \right) \right]. \quad (2.13.)$$

Hier ist $\vec{r}_g + \vec{r}_k$ die Summe zweier Ortsvektoren. Ersterer beschreibt die Position einer Elementarzelle der Kristallstruktur in der TEM-Probe und letzterer die Position eines einzelnen Atoms innerhalb dieser Elementarzelle. Mit dem Abweichungsvektor \vec{s} wird zusätzlich eine Abweichung von der exakten Beugungsbedingung, der Bragg-Bedingung [55], für die streuende Netzebenenschar (hkl) berücksichtigt. Die Abhängigkeit der Amplitude vom Streuwinkel und der Kernladungszahl des Streuatoms wird mit dem Atomformfaktor f beschrieben. Die Beugungsamplitude kann in zwei Terme,

$$\underbrace{\sum_x \sum_y \sum_z \exp[-i(\vec{g}_{(hkl)} + \vec{s}) \cdot \vec{r}_g]}_G \cdot \underbrace{\sum_{k=1}^n f_k \exp[-i\vec{g}_{(hkl)} \cdot \vec{r}_k]}_F \quad (2.14.)$$

die Gitteramplitude G und die Strukturamplitude F , aufgespaltet werden. Die Gitteramplitude beschreibt das Reflexionsverhalten, das durch die äußere Form des Kristalls, d.h. durch seine Abmessungen $\vec{r}_g(x, y, z)$, hervorgerufen wird. Sie ist die Grundlage für die Beschreibung und

Analyse von Kristalldefekten in Abschnitt 2.2.2. Die Strukturamplitude beschreibt das Reflexionsverhalten der inneren Struktur des Kristalls und wird nur durch die Atompositionen und Atomsorten innerhalb der Elementarzelle des Kristalls bestimmt. Sie wird auch als Strukturfaktor bezeichnet. Er ist an die exakte Erfüllung der Bragg-Bedingung gebunden, so dass der Term $[\vec{g}_{(hkl)} \cdot \vec{s}]$ vernachlässigt werden kann. Dies führt entweder zum systematischen Fehlen von oder zu Unterschieden in den Intensitäten einzelner reflektierender Ebenen. In Abhängigkeit von der Kristallstruktur ist somit eine formale Beschreibung von „verbotenen“ (ausgelöschten) und „erlaubten“ (sichtbaren) Netzebenenreflexen im Beugungsdiagramm möglich. $\vec{g}_{(hkl)}$ ist ein reziproker Gittervektor, dessen Betrag dem reziproken Wert des Abstandes $d_{(hkl)}$ der streuenden Netzebenenschar (hkl) entspricht. Er ist über die Beziehung

$$\vec{g}_{(hkl)} = \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1^* \\ a_2^* \\ a_3^* \end{pmatrix} \quad (2.15.)$$

mit den Komponenten h, k, l der reziproken Gittervektoren \vec{a}_1^* , \vec{a}_2^* , \vec{a}_3^* der Kristallstruktur verbunden. Der Strukturfaktor für MoSi₂ ist durch

$$F_{(hkl)} = f_{\text{Mo}} \left(8 \frac{1}{8} \exp[i(h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)] + \exp[i\left(h \frac{1}{2} + k \frac{1}{2} + l \frac{1}{2}\right)] \right) + f_{\text{Si}} \left(2 \exp[i\left(h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \frac{1}{3}\right)] + 8 \frac{1}{4} \exp[i\left(h \frac{1}{2} + k \frac{1}{2} + l \frac{1}{6}\right)] \right) \quad (2.16.)$$

gegeben. Die Positionen der Mo-Atome in der Elementarzelle sind für die fundamentalen Reflexe, die der Si-Atome für die Überstrukturreflexe verantwortlich. Nach Ausdruck (2.16.) führen Netzebenen (hkl), die die Bedingung $h+k+l = 2n+1$ mit ($n \in G$) erfüllen, zum systematischen Fehlen von fundamentalen Reflexen. Alle anderen Netzebenen, also $h+k+l = 2n$, führen zu fundamentalen Reflexen. Für $[f_{\text{Mo}}(\dots) - f_{\text{Si}}(\dots)]$ in Gleichung (2.16.) treten Überstrukturreflexe auf. Daher müssen die reflektierenden Netzebenen die Bedingungen $h+k+\frac{1}{3}l = 2n+1$ erfüllen. Alle anderen Netzebenen führen zu einer Verstärkung der fundamentalen Reflexe.

2.2.2. Beugungskontrast von Gitterfehlern

Defekte in der kristallinen Struktur des zu untersuchenden Objekts, wie Versetzungen oder Grenzflächen, führen zu lokalen Abweichungen der Gitterperiodizität. Diese werden in der Gitteramplitude in Gleichung (2.14.) mit der Einführung eines Fehlervektors \vec{R} berücksichtigt. \vec{R} beschreibt eine Verschiebung der Atome aus ihren Positionen $(\vec{r}_g + \vec{r}_k)$, die sie im feh-

lerfreien Kristall einnehmen. Die Verschiebung $|\vec{R}|$ ist i.a. kleiner oder in der Größenordnung der interatomaren Abstände der Struktur. Unter Beachtung der Tatsache, dass die Gitteramplitude für kristalline Objekte nur nahe einer exakten Bragg-Bedingung einen Wert ungleich Null annimmt und unter den Annahmen des Säulenmodells [45] kann die Berechnung des Beugungscontrastes an Gitterfehlern hinreichend genau mit

$$G(\vec{R}) = \int_{V(x,y)} \exp\{-i[\vec{g} \cdot \vec{R}(x,y) + \vec{s} \cdot \vec{z}]\} d\vec{z} \quad (2.17.)$$

durchgeführt werden. Die Summation über alle Elementarzellen in Gleichung (2.14.) wird durch die Integration über das Probenvolumen V ersetzt, das den Gitterfehler enthält. Das Integrationsvolumen selbst wird im Säulenmodell als Kontinuum angesehen, so dass nicht mehr über den Ortsvektor \vec{r} , sondern über dessen Koordinate \vec{z} integriert wird. Die Koordinate \vec{z} entspricht der Folientiefe des TEM-Objekts parallel zum einfallenden Elektronenstrahl. Der resultierende und somit zu beobachtende Kontrast im TEM ergibt sich aus der Interferenz der Gitteramplituden benachbarter Säulen. Dieser Kontrast ist somit ein Phasenkontrast infolge atomarer Verschiebungen [45]. Die Defekte können anhand der Intensitätsunterschiede zwischen dem gestörten und dem ungestörten Gitterbereich beobachtet werden. Neben der Phasenverschiebung durch einen Gitterfehler wird die resultierende Phase der Gitteramplitude in Gleichung (2.17.) noch durch den von der Folientiefe \vec{z} abhängigen Anteil bestimmt. Dieser wird auch als Tiefenoszillation bezeichnet, weil

$$G(\vec{z}) = \int_{z_1}^{-z_2} \exp(-i\pi\vec{s} \cdot \vec{z}) d\vec{z} = \frac{\sin \pi\vec{s} \cdot \vec{z}}{\pi\vec{s}} \quad (2.18.)$$

gilt. Entlang der z -Koordinate durchläuft die Intensität $I(\vec{z}) \propto (G(\vec{z}))^2$ Nullstellen in Abständen von $1/s$. Die zugehörige Folientiefe wird als Extinktionslänge t_g bezeichnet. Da der Abweichungsvektor \vec{s} an die Anregung eines bestimmten Reflexes \vec{g} gebunden ist, ist t_g auch von \vec{g} abhängig. Für ein konstantes \vec{s} und eine veränderliche Foliendicke weisen benachbarte Probensäulen infolge der Tiefenoszillation unterschiedliche Intensitäten der Beugungsamplitude auf. Dies führt an flächenförmigen Defekten der Kristallstruktur zu sogenannten Keilinterferenzen bzw. zu Dickelinien an Probenbereichen unterschiedlicher Foliendicke. Der Kontrast von schräg zur Folienoberfläche verlaufenden Versetzungen kann dadurch ebenfalls beeinflusst werden. Die Analyse flächenförmiger Defekte nach der dynamischen Kontrasttheorie [47, 51] nutzt sehr kleine Abweichungen von idealen Beugungsbedingungen.

3. Experimentelle Methoden zur Untersuchung der Plastizität und zur Analyse der Mikrostruktur im TEM

Es werden die experimentellen Methoden zur Untersuchung der plastischen Verformungseigenschaften von MoSi_2 und zur Analyse der bei der Verformung gebildeten Mikrostrukturen im Transmissions-Elektronenmikroskop vorgestellt.

3.1. Makroskopische Verformungsexperimente

Die makroskopischen Verformungsexperimente wurden an einer Einspindel-Prüfmaschine mit mechanischem Antrieb vom Typ INSTRON 8562 [56-63] durchgeführt. Die Einkristallproben werden zwischen dem oberen und unteren Stempel eingesetzt und unter definierter Orientierung der Lastachse in Kompression beansprucht. Die Probe wird verformt, indem ein unterer Stempel mit Hilfe einer motorgetriebenen Spindel gegen einen festen oberen Stempel bewegt wird. Die Maschine wird digital gesteuert und erlaubt eine digitale und analoge Datenaufnahme. Die für die Verformung notwendige, von der Prüfmaschine aufgebrachte Kraft F wird mit einer Kraftmessdose aufgenommen. Eine weitere Messgröße ist die Position der Spindel. Mit Hilfe eines Wegaufnehmers wird außerdem die Dehnung x der Probe aufgenommen. Alle drei Größen können zur Steuerung eines Verformungsexperiments verwendet werden. Für die Messungen an MoSi_2 -Einkristallen wurde jedoch nur die Dehnungsregelung für definierte Verformungsgeschwindigkeiten eingesetzt. Der Ablauf eines Verformungsexperiments kann auf einem Bildschirm in einem Last-Weglängenänderungs-Diagramm verfolgt werden. Die Speicherung der Daten erfolgte im dehnungsgeregelten Modus in Dehnungsschritten von $0,2 \mu\text{m}$. Unter konstanter Dehnung, d.h. bei Spannungsrelaxations-Versuchen, wurden die Daten in Lastschritten von 2 N gespeichert. Es ist jedoch auch möglich, individuell gewählte Speicherschritte festzulegen.

Die wichtigsten Komponenten der Prüfmaschine sind in Abb. 3.1 schematisch dargestellt. Sie zeigt den oberen und unteren Stempel der Verformungseinrichtung und die Messfühler für die Weg- und Temperatureaufnahme. Ein thermisch isolierendes Stempelsystem gestattet Experimente bei hohen Temperaturen. Die Stempelrohre bestehen aus Aluminiumoxid. Für Verformungstemperaturen unterhalb von $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ erlauben die Aluminiumoxid-Teile Belastungen bis zu 3 kN . Die Stempelplatten sind aus Siliziumkarbid. Zwischen Stempelplatte und Probe wurde je eine Siliziumkarbid-Scheibe von 10 mm Durchmesser und 6 bis 8 mm Dicke gelegt. Damit werden die Stempelplatten vor Beschädigung durch das Eindrücken der Probe ge-

schützt. Die Kraftmessdose ist für eine Maximallast von 10 kN ausgelegt. Die auf die Probe einwirkende Druckspannung σ berechnet sich aus dem Quotienten von der gemessenen Last F und dem Querschnitt A der Probe. Die Dehnungseinrichtung erlaubt das Messen der Längenänderung sehr nahe an der Probe. Ein induktiver Wegaufnehmer (*Linear Variable Displacement Transducer: LVDT*) mit einem Linearitätsbereich von $\pm 1000 \mu\text{m}$ befindet sich in der unteren, wassergekühlten Stempelhalterung. Zu diesem Wegaufnehmer führen drei Messstäbe aus Aluminiumoxid. Sie befinden sich im unteren, hohlen Stempel (Abb. 3.1.a). Die zwei äußeren Messfühler sind mit den Messspulen, der mittlere mit dem Kern des LVDT verbunden. Die äußeren Messfühler werden gegen die obere Stempelplatte gedrückt. Der mittlere Messfühler wird gegen die untere Beilagscheibe gehalten. Mit Hilfe eines Wippsystems wird ein Mittelwert der Positionen der beiden äußeren Messfühler erzeugt. Auf diese Weise wird die Wegdifferenz zwischen dem oberen Stempel und der unteren Beilagscheibe gemessen und im wesentlichen die Verformung der Probe erfasst. Aufgrund der Hochtemperaturfestigkeit des Siliziumkarbids kann ein Eindringen in die obere Stempelplatte und die Verformung der Beilagscheiben vernachlässigt werden. Die Proben werden in der Regel nur um einige Zehntel Prozent verformt. Damit kann die Dehnung ε näherungsweise mit der Differenz zwischen Anfangswert x_0 und Ist-Wert x bezogen auf die Anfangslänge der Probe l_0 berechnet werden.

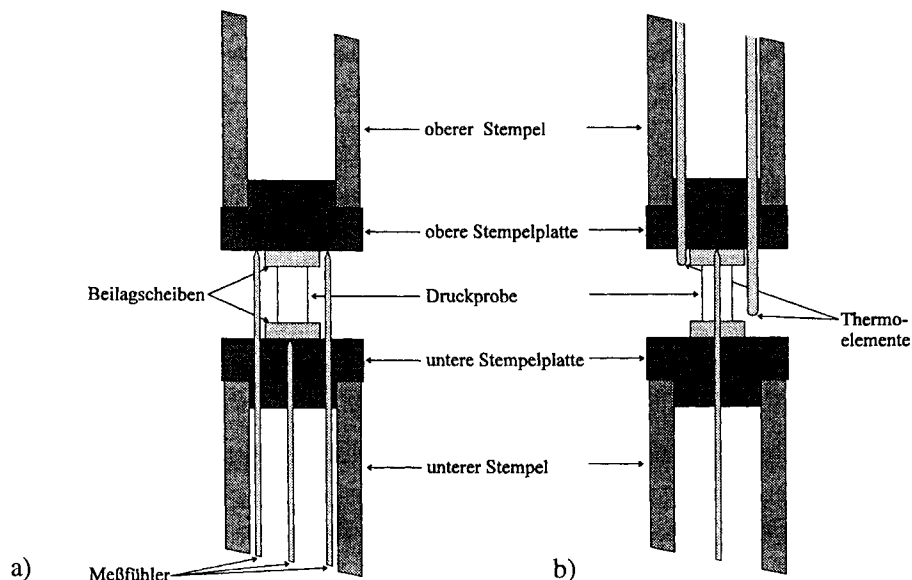


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Stempel der Verformungsmaschine mit Druckprobe in zwei Ansichten (Vorder- und Seitenansicht).
 a) Vorderansicht auf die Messfühler zur induktiven Wegaufnahme.
 b) Seitenansicht auf die zwei zusätzlichen Thermoelemente.

Die für das Verformungsexperiment notwendige Probertemperatur wird mit einem an Luftatmosphäre arbeitenden Ofen der Firma SEVERN FURNACES LIMITED [64] erzeugt. Der Ofen wird mit sechs Kanthal Super 33 Heizelementen betrieben und mit einem EURO THERM 818P Regler geregelt. Die mögliche Maximaltemperatur beträgt 1500 °C [65]. Mit Hilfe eines COLORA FK 3500 Flüssigkeits-Umwälzkühlers werden die Außenhaut des Ofens und die Stempelhalterungen wassergekühlt. Für die Heiz- bzw. Abkühlphasen sind Änderungen der Temperatur von maximal 12 K/min vorgegeben [62], um die Temperaturwechselbelastung der Stempel gering zu halten. Für die Temperaturmessung wurden nachträglich zwei Platin-Rhodium-Thermoelemente zusätzlich zu den bereits vorhandenen zwei Thermoelementen eingebaut (Abb. 3.1.b). Sie ermöglichen, die Temperatur in Probennähe zu messen. Dadurch können auch etwaige Temperaturdifferenzen entlang der Probe festgestellt werden. Diese Thermoelemente werden durch den hohlen oberen Stempel und durch zwei Bohrungen der oberen Stempelplatte geführt.

Die makroskopischen Verformungsexperimente wurden in einem Temperaturbereich von 300 bis 1200 °C durchgeführt. Zur Vermeidung von Temperaturgradienten im Probenbereich, die sich bei niedrigen Verformungstemperaturen im Probenraum der Prüfmaschine einstellen können, wurden zusätzlich zwei Keramik-Halbröhren als Temperaturschild um die Probe gestellt. Die Druckprobe wird mit möglichst hoher Passgenauigkeit zwischen den Probenendflächen und den Beilagscheiben zwischen die Stempel eingespannt. Insbesondere bei höheren Verformungstemperaturen kann es infolge der thermischen Ausdehnung der Stempel beim Aufheizen zum Verrutschen der Probe kommen. Ein Verrutschen wird vermieden, indem die Maschine während des Heizvorganges im lastgeregelten Modus betrieben und eine konstante Vorlast von ca. 20 N auf die Druckprobe aufgebracht wird. Während der Heizphase wird der Temperaturverlauf an der Probe und die Drift der Dehnungsmessung registriert. Nach Einstellung einer konstanten Temperatur und einer Drift, die kleiner als 0,02 $\mu\text{m}/\text{min}$ ist, kann das Verformungsexperiment begonnen werden. In der Regel wird das Verformungsexperiment nach einigen Zehntel Prozent Dehnung beendet, indem die Probe schnell entlastet und anschließend abgekühlt wird.

DRUCKVERSUCHE

Das Verformungsverhalten von MoSi_2 -Einkristallen wurde an makroskopischen Druckproben untersucht. Die Experimente wurden dehnungsgeregelt bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit und Temperatur durchgeführt. Die zur Verformung benötigte Spannung σ wird in Ab-

hängigkeit von der Dehnung ε aufgetragen. Die Gesamtdehnung ε der Probe setzt sich additiv aus einem elastischen Anteil und einem plastischen Anteil zusammen.

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{elast}} + \varepsilon_{\text{plast}} = \frac{CA}{l_0} \sigma + \varepsilon_{\text{plast}}. \quad (3.1.)$$

Für $\varepsilon_{\text{plast}} = 0$ ergibt sich eine lineare Abhängigkeit der Spannung σ von der elastischen Verformung der Probe. Dieser Zusammenhang wird mit dem Hooke'schen Gesetz beschrieben, bei dem der Elastizitätsmodul E durch die Nachgiebigkeit C der Probe, den Probenquerschnitt A und die Ausgangslänge l_0 der Probe ausgedrückt werden kann. Die Nachgiebigkeit C der Probe kann mit Hilfe schneller Entlastungen ermittelt werden. Für die Gesamtdehnrate $\dot{\varepsilon}$ folgt nach Gleichung (3.1.)

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{\text{elast}} + \dot{\varepsilon}_{\text{plast}} = \frac{CA}{l_0} \dot{\sigma} + \dot{\varepsilon}_{\text{plast}}. \quad (3.2.)$$

SPANNUNGSRELAXATIONS-VERSUCHE

Für einen Spannungsrelaxations-Versuch (SR: *stress relaxation*) wird das oben beschriebene Verformungsexperiment im Bereich der plastischen Verformung angehalten ($\dot{\varepsilon} = 0$), die Proben-Dehnung also konstant gehalten. Einer ersten Relaxation können weitere, sogenannte wiederholte Relaxationen (rSR: *repeated stress relaxation*) folgen. Dazu wird nach Abschluss der ersten Relaxation die Verformung mit konstanter Dehnrate fortgesetzt und nach Erreichen einer bestimmten Spannung erneut angehalten. Die wiederholte Relaxation beginnt i.a. bei einer Spannung, die der Fließspannung unmittelbar vor Beginn der ersten Relaxation entspricht. Während eines Relaxations-Versuches relaxiert die Spannung σ bei konstanter Dehnung ε , und aus Gleichung 3.2. folgt

$$\dot{\varepsilon}_{\text{plast}} = -\frac{CA}{l_0} \dot{\sigma}, \quad (3.3.)$$

d.h. die negative Relaxationsrate ($-\dot{\sigma}$) ist proportional zur plastischen Dehnrate. Die Abhängigkeit der Spannung σ von der plastischen Dehnrate $\dot{\varepsilon}_{\text{plast}}$ wird durch die Dehnratenempfindlichkeit r ausgedrückt

$$r = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}_{\text{plast}}} \right)_T. \quad (3.4.)$$

Die Dehnratenempfindlichkeit entspricht dem inversen Anstieg der Relaxationskurve. Die Dehnratenempfindlichkeit ändert sich i.a. während einer Relaxation. Die Dehnratenempfindlichkeit am Beginn einer Relaxationskurve kann dem plastischen Verformungsverhalten un-

mittelbar vor Relaxationsbeginn zugeordnet werden. Die Dehnratenempfindlichkeit dient zur Bestimmung des Aktivierungsvolumens V . Nach [66] kann der rechte Ausdruck in Gleichung (2.10.) vereinfacht werden, wenn τ_i und $\dot{\epsilon}_0$ als konstant angenommen werden und nur ein Gleitsystem die plastische Verformung trägt. Dann ergibt sich das Aktivierungsvolumen V zu

$$V = - \frac{kT}{m_s} \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right]_T = \frac{kT}{m_s r}. \quad (3.5.)$$

DEHNRATENWECHSEL-VERSUCHE

Bei Dehnratenwechsel-Versuchen (SRC: *strain rate cycling*) wird aus einem bei konstanter Dehnraten verlaufenden Druckversuch heraus die Dehnraten $\dot{\epsilon}$ ruckartig verändert und die daraus resultierende Änderung der Fließspannung $\Delta \sigma$ ermittelt [22]. Damit können nach Gleichung (3.5.) positive und negative Dehnratenempfindlichkeiten und das Aktivierungsvolumen bestimmt werden. Das Auslösen der Änderung der Verformungsgeschwindigkeit im Bereich der plastischen Verformung der Probe erfolgt manuell. Die neue Geschwindigkeit kann vorher eingegeben und gespeichert werden.

TEMPERATURWECHSEL-VERSUCHE

Die Temperaturwechsel-Versuche dienen der Bestimmung der Aktivierungsenthalpie ΔH_{exp} nach Gleichung (2.11.) zu

$$\Delta H_{\text{exp}} = \frac{kT^2}{r} \frac{\Delta \sigma}{\Delta T} \Bigg|_{\dot{\epsilon}} \quad (3.6.)$$

sowie zur Überprüfung der Temperaturabhängigkeit der Fließspannungsanomalie. Um die plastische Dehnung während eines Temperaturwechsels zu verhindern, wurde die Probe unter Lastregelung auf einen geeigneten Wert, analog der Vorlast in der Heizphase, entlastet. Es wurden nur sehr wenige Temperaturwechsel-Versuche durchgeführt. Sie beschränkten sich auf das Tieftemperatur- und Hochtemperaturrende der Fließspannungsanomalie der makroskopisch verformten MoSi₂-Einkristalle.

3.2. In-situ-Experimente im Höchstspannungs-Elektronenmikroskop

Zur Durchführung von In-situ-Dehn- und Temperexperimenten und zur Analyse der Versetzungsstrukturen makroskopisch verformter MoSi₂-Proben wurde das JEOL-Höchstspannungs-Elektronenmikroskop JEM 1000 (HVEM) am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle eingesetzt. Die Beschleunigungsspannung dieses Transmissions-Elektronenmikroskops

beträgt 1000 kV. Für das JEM 1000 wurde ein In-situ-Dehtisch entwickelt [67], der Verformungsexperimente unter Zugbeanspruchung bei sehr hohen Temperaturen erlaubt.

In Abb. 3.2 sind sowohl der Dehtisch als auch die erforderliche Mess- und Steuereinrichtung schematisch dargestellt. Der Dehtisch besitzt eine Doppel-Kipp-Einrichtung, die eine Probenkipfung von ca. $\pm 10^\circ$ ermöglicht. Die Mikrozugprobe wird zwischen den zwei Armen der Zugeinrichtung mit zwei Wolfram-Stiften befestigt. In Abb. 3.2 befindet sich die Position der Probe unmittelbar an den Enden der Hebelarme, an denen auch die Thermolemente befestigt sind. Der Antrieb der Dehnungseinrichtung erfolgt über die thermische Ausdehnung eines CrNi-Stahlrohres. Die Stromversorgung für den Antrieb führt zu einer Heizwicklung, die das Stahlrohr umschließt. Alle Mess-, Steuer- und Regelfunktionen der Dehnapparatur erfolgen digital mit Hilfe eines PC. Dabei wird die Änderung der elektrischen Heizleistung manuell geregelt. Mit Hilfe von vier Halbleiter-Dehnmessstreifen in einer Vollbrücke wird die an der Probe anliegende Kraft gemessen. Der Dehtisch ist für eine maximale Last von 15 N ausgelegt. Die Enden der Arme des Probenhalters werden durch zwei getrennte Elektronenstoßheizer erhitzt, wobei die Temperaturen an beiden Probenfassungen mit Hilfe von Ther-

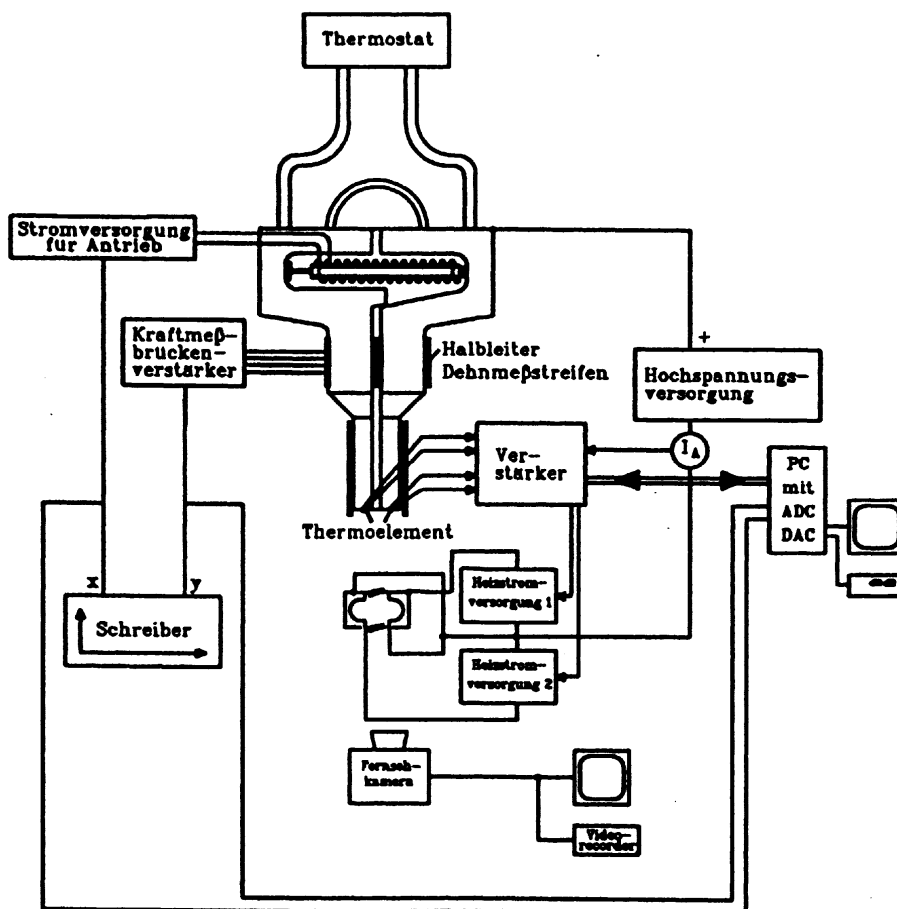


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung des Hochtemperatur-in-situ-Dehtisches und der dazugehörigen Mess- und Steuereinrichtung.

moementen gemessen werden. Die Temperatur der Probenfassungen wird über den Heizstrom der Kathoden der Elektronenstoßheizer geregelt. Die erzeugte Wärme wird über eine Wasserkühlung abgeführt, die von einem Thermostat versorgt wird. Pyrometrische Messungen an einer Wolfram-Testprobe dienen als Grundlage zur Bestimmung der Korrelation zwischen der Temperatur an den Probenfassungen T_B und der wahren Probertemperatur T_P . Alle im folgenden genannten Probertemperaturen während eines In-situ-Dehnexperimentes meinen ausschließlich korrigierte Werte T_P . Während des Ablaufes eines Verformungsexperimentes werden Daten über die Kraft, die Temperatur, Zeit und den Erregerstrom der Dehnungsantriebes gespeichert. Über die manuelle Änderung der Heizleistung, die die Ausdehnung des CrNi-Stahlrohres bewirkt, können in der Mikrozugprobe Zustände ansteigender, konstanter und abfallender Spannungen realisiert werden. Die Mikrostruktur der untersuchten Probe und insbesondere das dynamische Verhalten von Versetzungen werden fotografisch und mit Hilfe von Videoaufzeichnungen dokumentiert.

Zur Untersuchung der thermischen Bildung von flächenhaften Fehlern in MoSi_2 wurden In-situ-Temperexperimente im HVEM durchgeführt. Dazu wurde ein Heiztisch verwendet, der eine Probenerwärmung auf maximal 800 °C und eine Probenkipfung um maximal $\pm 30\text{ °}$ erlaubt. In den Probenhalter können TEM-Folien mit einer maximalen Ausdehnung von 3 mm eingebaut werden. Eine Heizwendel umschließt den Probenhalter und erhitzt diesen und den Raum unmittelbar um die TEM-Folie. Für die Einstellung einer konstanten Probertemperatur muss eine Zeit von ca. 10 min veranschlagt werden. Die Probertemperatur ist nahezu linear mit dem Heizstrom korreliert. Anhand einer Eichkurve kann jedem Heizstrom die entsprechende Probertemperatur zugeordnet werden. Während eines solchen Heizexperimentes wird die Probertemperatur schrittweise erhöht. Bei jeder Temperatur wurde die TEM-Folie auf mögliche Stapelfehler geprüft. In der Regel begannen die Heizexperimente bei einer Temperatur von ca. 250 °C , die in Schritten von ca. 60 K bis zur Temperatur der Stapelfehlerbildung oder auf maximal 670 °C erhöht wurde. Alle im folgenden genannten Temperaturen aus Temperversuchen sind entsprechend der Eichkurve geschätzte Werte.

3.3. Mikrostrukturanalyse im TEM

Die notwendigen Grundlagen und die praktische Vorgehensweise zur Charakterisierung von Versetzungen werden im folgenden dargestellt. Im Verlauf der Untersuchungen an MoSi_2 im Höchstspannungs-Elektronenmikroskop wurde das Auftreten von flächenhaften Fehlern beobachtet. Die geordnete Struktur von MoSi_2 erlaubt die Bildung von Stapelfehlern und Anti-

phasengrenzen. Daher werden ebenfalls die Grundregeln zur Analyse von Stapelfehlern und Antiphasengrenzen eingeführt.

3.3.1. Beugungskontrast von Versetzungen

Wie in Abschnitt 2.2.2. eingeführt, werden Gitterfehler durch einen Verschiebungsvektor \vec{R} beschrieben. Das Verzerrungsfeld einer Schraubenversetzung kann sehr einfach beschrieben werden mit

$$\vec{R} = \frac{\vec{b} \alpha}{2\pi}. \quad (3.7.)$$

Der Anteil einer Schraubenversetzung am Beugungskontrast wird dann beschrieben mit

$$G(\vec{R}) = \int_v \exp\left(-i \vec{g} \frac{\vec{b} \alpha}{2\pi}\right) d\vec{r}. \quad (3.8.)$$

Der Abbildungsvektor \vec{g} ist entsprechend Gleichung (2.15.) definiert. Beschreibt \vec{b} den Burgersvektor einer vollständigen Versetzung, so sind prinzipiell die Fälle $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ und $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ zu unterscheiden. Im letzteren Fall kann $\vec{g} \cdot \vec{b}$ nur ganzzahlig werden. Stehen abbildender Reflex \vec{g} und Burgersvektor \vec{b} senkrecht aufeinander, so wird

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (3.9.)$$

und es gilt auch $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$. Der Kontrast der Versetzung ist für diesen Fall völlig ausgelöscht. Bei Erfüllung des sogenannten Auslöschungskriteriums (3.9.) wird die Elektronenwelle von den Netzebenen (hkl) reflektiert, die kaum Verzerrungen aufweisen bzw. deren Verzerrungen parallel zum einfallenden Elektronenstrahl liegen. Diese Verzerrungen werden daher nicht abgebildet und die Versetzungen sind nicht sichtbar. Aus dieser Tatsache leitet sich die grundlegende Verfahrensweise zur Analyse von Versetzungen im TEM ab [z.B. 55]. Verzerrungskomponenten, die durch Stufenversetzungen hervorgerufen werden, führen trotz Erfüllung des Auslöschungskriteriums zu einem sogenannten Restkontrast. Dieser verhindert die vollständige Auslöschung. Um diesen Restkontrast zu berücksichtigen, kann für eine Stufenversetzung das Auslöschungskriterium erweitert werden zu

$$\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} = 0, \quad (3.10.)$$

worin \vec{u} die Linienrichtung der Versetzung ist. Die Linienrichtung von Versetzungen wurde aus mehreren elektronenoptischen Abbildungen, die Versetzungen unter verschiedenen Ein-

strahlrichtungen zeigen, mittels stereographischer Projektion [68] nach der in [55] beschriebenen Methode bestimmt. Die Bestimmung wird um so genauer, je größer die Winkel zwischen den verschiedenen Einstrahlrichtungen sind. Für Versetzungen mit gemischtem Charakter kann es streng genommen keine Auslöschung geben, da hier gleichzeitig die Bedingungen (3.9.) und (3.10.) und außerdem für das Stufensegment \vec{b}_e der Versetzung noch

$$\vec{g} \cdot \vec{b}_e = 0 \quad (3.11.)$$

erfüllt sein müssten [55]. In der Praxis wird daher von einer „effektiven“ Auslöschung gesprochen, wenn Bedingung (3.9.) erfüllt ist, Bedingung (3.10.) und (3.11.) jedoch nicht. Der hierbei auftretende Restkontrast kann i.a. vom Kontrast bei $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ unterschieden werden. Außerdem sei an dieser Stelle noch darauf hingewiesen, dass elastisch anisotropes Verhalten ebenfalls den Versetzungskontrast beeinflusst. Jedoch ist es auch in diesen Fällen bei der Analyse von Burgersvektoren ausreichend, die effektive Auslöschung für mindestens zwei Reflexe $\vec{g}_{(hkl)}$ nachzuweisen. Somit kann der Burgersvektor einer Versetzung bestimmt werden, wenn für mindestens zwei Reflexe $\vec{g}_{(hkl)}$ je ein Zweistrahlfall eingestellt werden kann, für den die Versetzung ausgelöscht ist. Der Burgersvektor verläuft dann parallel zu

$$\vec{b} \parallel \vec{g}_{(h_1k_1l_1)} \times \vec{g}_{(h_2k_2l_2)} \cdot \quad (3.12.)$$

3.3.2. Kontrastprofil einer Versetzung

Ist das Produkt $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ und damit ganzzahlig, bestimmt der Wert $n = \vec{g} \cdot \vec{b}$ die Kontrastbreite der abgebildeten Versetzung. Das Intensitätsprofil des Kontrastes einer Schraubenversetzung ist für verschiedene Werte von $\vec{g} \cdot \vec{b} = n$ in Abb. 3.3 dargestellt. Die Abszisse fasst hierbei die Parameter x und \vec{s} zu $\beta = 2\pi s x$ zusammen, wobei \vec{s} konstant sein soll. Die Größe x beschreibt den senkrecht zum Elektronenstrahl verlaufenden Abstand zwischen der Versetzung und der Probensäule, für die die Gitteramplitude bestimmt werden soll. Bei dieser Darstellung sind die kleineren Streufaktoren f für größer werdende Werte von n nicht berücksichtigt. Die Intensitätsprofile machen zweierlei deutlich. Zum einen begleitet der Kontrast einer Versetzung asymmetrisch ihren Kern, der durch $\beta = 0$ verläuft. Zum zweiten zeigt Abb. 3.3 für die Werte $n = 3$ bzw. 4 je zwei Intensitätsmaxima. In diesen Fällen werden zwei Kontrastlinien abgebildet. Die Kontrastbreite (Abszisse) und die unterschiedlichen abgebildeten Intensitäten erlauben es in den meisten praktischen Fällen, zwischen diesem Doppelkontrast und der wirklichen Existenz von zwei Versetzungen zu unterscheiden. Dieser Doppelkontrast erlaubt es,

den Betrag des Burgersvektors einer Versetzung zu bestimmen, wenn zuvor seine Richtung entsprechend Gleichung (3.12.) ermittelt wurde.

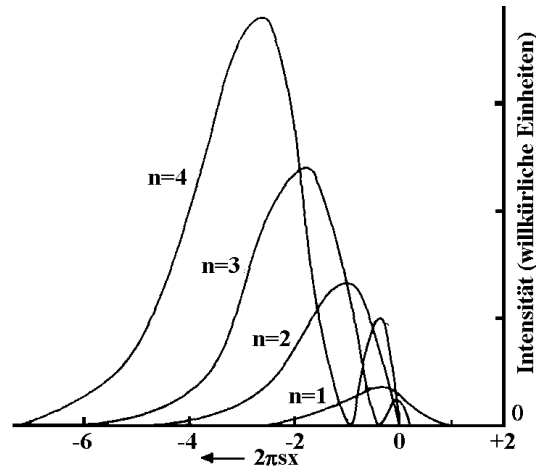


Abbildung 3.3: Intensitätsprofile des Abbildes einer Schraubenversetzung als Funktion von $\beta = 2\pi s x$ für verschiedene Werte von n nach [45]. Der Kern der Versetzung befindet sich in $\beta = 0$.

Die Intensitätsprofile in Abb. 3.3 gelten für ein Produkt $\vec{g} \cdot \vec{b} > 0$. Wird für die Abbildung der Versetzung der entgegengesetzte Reflex ($-\vec{g}$) verwendet, so liegen die Intensitätsmaxima aufgrund der Asymmetrie des Kontrastes auf der gegenüberliegenden Seite des Versetzungskerns. Für zwei parallel verlaufende Versetzungen, die das gleiche Auslöschungsverhalten zeigen, kann mit Hilfe der Asymmetrie des Versetzungskontrastes die Orientierung der beiden Burgersvektoren zueinander bestimmt werden. Zeigen beide Burgersvektoren in die gleiche Richtung, so ist für beide Versetzungen das Produkt $\vec{g} \cdot \vec{b} = n$ ebenfalls stets gleich und der relative Abstand der Intensitätsmaxima bleibt für entgegengesetzte Reflexe $\pm \vec{g}$ stets gleich. Solche Anordnungen heißen Versetzungspaare. Die betreffenden Versetzungen liegen auf einer gemeinsamen oder parallelen Netzebene. Sind hingegen die Burgersvektoren zweier paralleler Versetzungen entgegengesetzt zueinander orientiert, so bedeutet dies für $\pm \vec{g}$ eine Veränderung des relativen Abstandes der abgebildeten Kontrastlinien zueinander. Solche Versetzungsanordnung wird als Versetzungsdipol bezeichnet. Die betreffenden Versetzungen liegen auf parallelen Netzebenen.

3.3.3. Beugungskontrast flächenhafter Fehler

Die Bewegung von Versetzungen mit unvollständigem Burgersvektor ist mit der Bildung flächenhafter Fehler im Kristall verbunden. Ein unvollständiger Burgersvektor ist kein Translationsvektor des entsprechenden Kristallgitters. In kristallinen Objekten führen diese flächenhaften Fehler zur Ausbildung von Grenzflächen, die eine fehlerhafte Stapelfolge der Netzebenen des betreffenden Kristalls zu Folge haben. Die mathematische Beschreibung des Beugungskontrastes von Grenzflächen geht von einer Translation zweier Kristallbereiche gegeneinander aus [54], wobei der dazugehörige Verschiebungsvektor \vec{R} kein vollständiger Gittervektor ist. In Analogie zur bisher gewählten Bezeichnung einer Gitterstörung charakterisiert der Verschiebungsvektor \vec{R} die entstandene Grenzfläche. \vec{R} kann keine beliebigen Werte annehmen, sondern ist von der Kristallstruktur abhängig. Er liegt in der Grenzfläche, ist über der gesamten Grenzfläche konstant und nur dort existent. In einer ungeordneten kristallinen Struktur verursacht ein unvollständiger Gittervektor \vec{R} einen Stapelfehler. Liegt eine geordnete Struktur vor, und ist \vec{R} ein Gittervektor der entsprechenden ungeordneten, nicht jedoch der geordneten Struktur, so kommt es zur Bildung einer Antiphasengrenze. Sogenannte Überstruktur-Stapelfehler entstehen in geordneten Strukturen, wenn der Verschiebungsvektor \vec{R} weder ein Translationsvektor im geordneten noch im ungeordneten Gitter ist. Außerdem besteht in geordneten Strukturen die Möglichkeit zur Bildung komplexer Fehler. Dies ist der Fall, wenn die entsprechende Grenzfläche gleichzeitig Stapelfehler und Antiphasengrenze darstellt [69].

Ausgangspunkt für die Beschreibung des Beugungskontrastes flächenhafter Fehler nach dem Modell der Säulennäherung ist

$$G(\vec{R}) = \int_{z_1}^z \exp(-i\vec{s} \cdot \vec{z}) d\vec{z} + \int_z^{z_2} \exp(-i2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}) \cdot \exp(-i\vec{s} \cdot \vec{z}) d\vec{z}. \quad (3.13.)$$

Gleichung (3.13.) enthält neben dem Phasensprung $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}$ die bereits in Abschnitt 2.2.2. beschriebene Tiefenoszillation $\vec{s} \cdot \vec{z}$. Der Anteil der Grenzfläche an der Gitteramplitude kann als Phasensprung bezeichnet werden, da \vec{R} abrupt bei einer definierten Folientiefe \vec{z} auftritt. Die z-Koordinate der Grenzfläche kann sich kontinuierlich entlang der gesamten Grenzfläche ändern. Als Konsequenz entsteht ein Streifenkontrast, dessen Streifen parallel zur Schnittlinie der Grenzfläche mit der Folienoberfläche verlaufen.

Der Streifenkontrast ist das charakteristische Erscheinungsbild flächenhafter Fehler, die schräg in einer TEM-Folie liegen. Als Konsequenz aus Gleichung (3.13.) ergibt sich für parallel zur Oberfläche der TEM-Folie liegende Fehler ein Fehlen der Tiefenoszillation. Unter diesen Bedingungen zeigt die Fläche einen gleichförmigen Kontrast, der sich nicht notwendigerweise von dem des umgebenden fehlerfreien Kristalls unterscheiden muss. Von schräg zur Folienoberfläche liegenden Fehlern wird \vec{R} durch die Auslöschung des Streifenkontrastes bestimmt. Dafür muss der Phasensprung in Gleichung (3.13.) verschwinden. Diese Voraussetzung wird erfüllt, wenn der Phasensprung $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$ ganzzahlige Werte annimmt. Das Auslöschungskriterium für flächenhafte Fehler lautet daher

$$2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} = 0, 1, 2, \dots, n, (n \in G). \quad (3.14.)$$

Nach seiner Definition liegt der Verschiebungsvektor \vec{R} in der Ebene der Grenzfläche. Die Gitterstörung in der Grenzfläche ist mit einer Gitterstörung senkrecht zur Grenzfläche verbunden. Letztere kann ebenfalls mit einem Fehlervektor beschrieben werden. Dieser wird i.a. mit \vec{R}_F bezeichnet. Beide Gitterstörungen repräsentieren dieselbe Grenzfläche. Der Beugungskontrast muss daher für \vec{R} und \vec{R}_F identisch sein. Die Gitteramplitude (3.13.) ergibt für \vec{R} und \vec{R}_F genau dann das gleiche Ergebnis, wenn beide Gitterstörungen über einen vollständigen Gittervektor miteinander verknüpft sind. Ein vollständiger Gittervektor leistet zur Gitteramplitude den gleichen Beitrag wie ein fehlerfreier Kristall und beeinflusst daher den resultierenden Kontrast der Grenzfläche nicht. Das Auslöschungskriterium (3.14.) kann daher auf \vec{R} und \vec{R}_F gleichermaßen angewendet werden. Der Burgersvektor einer vollständigen Versetzung stellt beispielsweise einen vollständigen Gittervektor dar. Die beschriebenen Gitterstörungen können somit über einen vollständigen Burgersvektor verknüpft werden [49]

$$\vec{R} = \vec{b} + \vec{R}_F. \quad (3.15.)$$

In kristallinen Objekten kann diese Störung der Stapelfolge mit dem Hinzufügen oder Entfernen einer bestimmten Anzahl von Gitterebenen beschrieben werden. Das Hinzufügen von Netzebene beschreibt eine extrinsische Fehlerfläche. Es gilt dann $\vec{R}_F < 0$. Das Entfernen von Netzebenen führt zu einer intrinsischen Fehlerfläche und es gilt $\vec{R}_F > 0$.

Neben der Auslöschung des Streifenkontrastes bietet der Beugungskontrast weitere Möglichkeiten zur Analyse flächenhafter Fehler. Die für eine Grenzfläche charakteristischen Oszillati-

onen der Intensitäten von durchgehender und abgebeugter Elektronenwelle führen zu unterschiedlichen Streifenmustern, deren Natur analytisch in [51, 52] beschrieben wird. Für den Streifenkontrast von Stapelfehlern und Antiphasengrenzen ergeben sich charakteristische Merkmale bei der Abbildung im Hell- und Dunkelfeld, die es ermöglichen, beide Grenzflächen voneinander zu unterscheiden [50, 52, 54]. Diese werden im folgenden zusammengefasst. Zunächst wird auf die notwendigen Bedingungen für die Abbildung und Analyse flächenhafter Fehler im TEM hingewiesen.

Für eine Analyse der Grenzflächen werden diese im Hell- und Dunkelfeld mit dem gleichen Reflex abgebildet. Die Hell- und Dunkelfeldabbildungen werden unter dynamischen Bedingungen [47, 48, 51], d.h. mit einem Abweichungsvektor $s \approx 0$ durchgeführt. Das Objekt wird zum Elektronenstrahl derart gekippt, dass jeweils nur eine Netzebenenschar Strahlen intensiv reflektiert. Im Beugungsbild darf neben dem durchgehenden Strahl nur der Reflex eines abgebeugten Strahls hohe Intensität zeigen. In diesem Fall sind nach der dynamischen Kontrasttheorie [47, 51] die Intensitäten der abgebeugten Elektronenwellen nicht mehr vernachlässigbar gegenüber der Intensität der transmittierten Welle. Unter diesen Bedingungen wird der Streifenkontrast im Hell- und Dunkelfeld sehr gut abgebildet. Am HVEM werden unkorrigierte Dunkelfeldaufnahmen gemacht, d.h. der abgebeugte Strahl wird nicht durch Ablenkspulen auf die optische Achse der magnetischen Linsen gekippt.

STAPELFEHLER

Die Hellfeldabbildung eines Stapelfehlers ergibt in bezug auf die Folienmitte einen symmetrischen Streifenkontrast. An der Folienober- und -unterseite zeigt ein Stapelfehler im Hellfeld also den gleichen Kontraststreifen. Das Vorzeichen des Phasensprungs α bestimmt, ob der jeweils erste Streifen an Ober- und Unterseite hell oder dunkel ist. Im Hellfeld ergibt sich für einen Wert von $\sin \alpha > 0$ je ein heller Streifen, für $\sin \alpha < 0$ je ein dunkler Streifen. Die Dunkelfeldaufnahme ergibt für den gleichen abbildenden Reflex einen asymmetrischen Streifenkontrast. Hier zeigen die jeweils ersten Streifen an Folienober- und -unterseite einen pseudo-komplementären Kontrast. An der Folienoberseite ist in der Hell- und Dunkelfeldaufnahme der gleiche Kontraststreifen zu erkennen. Eine Veränderung der Foliendicke wirkt sich auf die Anzahl der Streifen aus. Bei einem Stapelfehler entstehen mit zunehmender Foliendicke neue Kontraststreifen in der Mitte der Fehlerfläche. Dies gilt für Hell- und Dunkelfeldabbildung gleichermaßen. Der Stapelfehler ist durch einen Verschiebungsvektor \vec{R} der ungeordneten

Struktur charakterisiert. Er kann daher nicht mit Überstrukturreflexen abgebildet werden. Der Streifenkontrast ist dann ausgelöscht.

ANTIPHASENGRENZEN

Der Phasensprung $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$ in der Beugungsamplitude (3.13.) nimmt für eine Antiphasengrenze den Wert $\alpha = \pi$ an. Der Streifenkontrast einer Antiphasengrenze ist sichtbar, wenn für den abbildenden Reflex der Phasensprung diese Bedingung erfüllt. Der Intensitätsverlauf von durchgehendem und abgelenktem Elektronenstrahl führt bei einer Antiphasengrenze sowohl im Hellfeld als auch im Dunkelfeld zu einem symmetrischen Streifenkontrast. Der Kontrast im Dunkelfeld verhält sich komplementär zum Kontrast im Hellfeld. Der zentrale Streifen, d.h. derjenige in der Folienmitte, ist im Hellfeld ein heller und im Dunkelfeld ein dunkler. Mit zunehmender Foliendicke entstehen neue Kontraststreifen eher an der Folienober- und -unterseite und nicht in der Folienmitte. Eine Antiphasengrenze kann nur mit Überstrukturreflexen sichtbar gemacht werden. Die Abbildung der Grenzfläche mit fundamentalen Reflexen führt zur Auslöschung des Streifenkontrastes.

3.4. Probenmaterial und Präparation

Für die Untersuchungen standen folgende MoSi₂-Einkristalle zur Verfügung: ein nach der Czochralski-Methode (CZ) gezüchteter MoSi₂-Einkristall und vier MoSi₂-Einkristall-Plättchen, die in einem ASGAL FZ-SS35W Zonenschmelzofen (FZ) unter Argon-Schutzgasatmosphäre gezüchtet worden waren. Der zylinderförmige (CZ)-Einkristall hatte einen nahezu kreisrunden Querschnitt mit einem Durchmesser von ca. 1 cm und eine Höhe von ebenfalls 1 cm (Abb. 3.4.c). Die Orientierungsbestimmung mit Hilfe des Laueverfahrens ergab eine nahezu parallel zur [1 $\bar{1}$ 0]-Richtung verlaufende Zylinderachse. Die vier (FZ)-Plättchen hatten eine Größe von ca. 2 cm² und waren zwischen 0,8 und 1,1 mm dick. Mit Hilfe des Laueverfahrens wurde jeweils die Kristallrichtung senkrecht zur Plättchenoberfläche und die Orientierungen in der Plättchenebene bestimmt. Jeweils zwei Plättchen wiesen identische Formen und Orientierungen auf (Abb. 3.4.a, b). Die Flächennormalen waren parallel zur [010]-Richtung bzw. [1 $\bar{1}$ 0]-Richtung. Eines der [1 $\bar{1}$ 0]-Plättchen zerbrach bei der Orientierungsbestimmung und konnte nicht für die geplanten Untersuchungen genutzt werden.

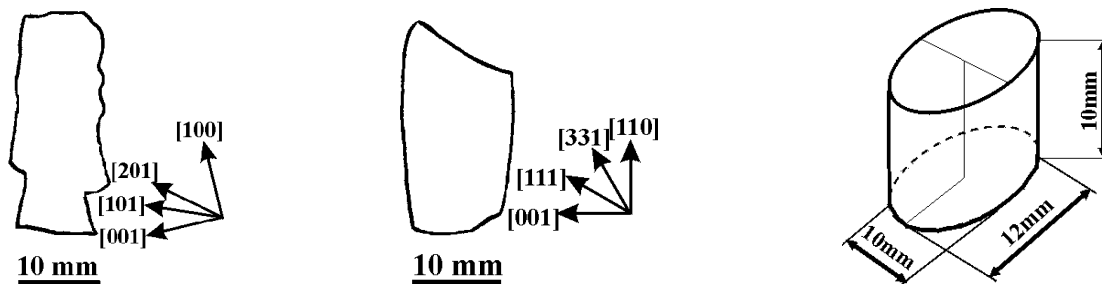


Abbildung 3.4: *MoSi₂-Einkristalle. Ausgangsmaterial, teilweise mit der Angabe von Orientierungen.*
 a) 1 - 1,1 mm dicke (FZ)-Einkristall-Plättchen mit einer Oberfläche parallel zu (010).
 b) 0,8 - 0,9 mm dicke (FZ)-Einkristall-Plättchen mit einer Oberfläche parallel zu $[1\bar{1}0]$.
 c) (CZ)-Einkristall. Die senkrechte und die größere Querschnittsachse verlaufen nahe einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung.

Die Züchtungsrate für (FZ)-Einkristalle liegt üblicherweise bei 10 mm h^{-1} [10, 70]. In analog hergestellten MoSi₂-Einkristallen wurde in [10] die Konzentrationen an interstitiellen und substitutionellen Verunreinigungen bestimmt. Nach diesen Untersuchungen liegen in den vorliegenden (FZ)-Einkristallen metallische Verunreinigungen vor, hauptsächlich Fe- und W-Atome, die eine Konzentration von 300 Gew.-ppm nicht überschreiten. Interstitielle Verunreinigungen, C-, O- und H-Atome, ergeben zusammen eine Höchstkonzentration von 31 Gew.-ppm. Somit können die Fremdatomkonzentrationen bei 350 bis maximal 700 at-ppm liegen. Die (FZ)-Einkristalle können daher als sehr reine Einkristalle angesehen werden. Für die beabsichtigte Untersuchung der plastischen Eigenschaften von monolithischem MoSi₂ ist dies von großem Vorteil. Signifikante Fremdeinflüsse auf das mikroskopische und makroskopische Verformungsverhalten können weitestgehend ausgeschlossen werden. Die Züchtungsrate des (CZ)-Einkristalls und dessen Konzentration an Verunreinigungen sind nicht bekannt. Jedoch sind gewöhnlich die Raten bei dieser Züchtungsmethode um ein Vielfaches höher [71-73]. Ein Hinweis auf Fremdatomkonzentrationen findet sich in [74]. Hier wird die Gesamtverunreinigung mit ca. 330 at-ppm angegeben. Problematisch bei der Züchtung von (CZ)-Einkristallen ist die Steuerung der stöchiometrischen Zusammensetzung [75]. Der niedrige Silizium-Partialdruck am Schmelzpunkt von MoSi₂ ($10^{-1} \text{ Torr} = 13,33 \text{ Pa}$) führt zur Verdampfung von Silizium. Typisch für (CZ)-Einkristalle ist die Bildung einer Ausscheidungsphase infolge des unterstöchiometrischen Verhältnisses zwischen Si- und Mo-Atomen [7, 72, 74]. Bei dieser Ausscheidungsphase handelt es sich um das ebenfalls tetragonale Mo₅Si₃. Die Orientierungsbeziehung zwischen der MoSi₂-Matrix und den plattenförmigen Mo₅Si₃-Ausscheidungen ist in [74] analysiert worden.

Die vorhandenen Probenmengen boten wenig Spielraum bei der Wahl der kristallographischen Verformungsrichtung. Um den begrenzten Kräften Rechnung zu tragen, die in der

Hochtemperatur-in-situ-Dehneinrichtung für das HVEM auf die Zugprobe aufgebracht werden können, wurden die Lastachsen so gewählt, dass sich für ein Gleitsystem mit verhältnismäßig geringer kritischer Schubspannung ein möglichst hoher Schmidfaktor ergibt. Außerdem soll dieses Gleitsystem eine anomale Temperaturabhängigkeit der Fließspannung besitzen. Die Lastachsen müssen möglichst in der Plättchenebene liegen. Es ist vorteilhaft, wenn sich ebenfalls günstige Schmidfaktoren für mögliche Quergleitebenen oder für ein weiteres Gleitsystem ergeben. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit von Versetzungsreaktionen und Versetzungsmultiplikationen sowie deren Beobachtung im HVEM. In der Tabelle 3.1 sind die Schmidfaktoren für verschiedene Orientierungen der Lastachse für die bekannten Gleitsysteme in MoSi_2 aufgeführt. Gleitsysteme, die nach [3, 7, 10,76] eine Fließspannungsanomalie aufweisen, sind mit „*“ gekennzeichnet. Der Netzebenenabstand d der verschiedenen Gleitebenen und der Betrag des jeweiligen Burgersvektors b werden ebenfalls angegeben.

Tabelle 3.1: Schmidfaktoren für verschiedene Gleitsysteme und Lastachsen.

Gleitsystem	d [nm]	b [nm]	[001]	[302]	[201]	[1801]	[100]	[110]	[331]
$\{110\}/\langle 111 \rangle^*$	0,226	0,4531	0	0,34	0,4	0,33	0,25	0	0,37
$\{110\}/\langle 331 \rangle$	0,226	0,7848	0	0,27	0,35	0,47	0,43	0	0,22
$\{013\}/\langle 100 \rangle$	0,202	0,3204	0	0,34	0,38	0,10	0	0,32	0,47
$\{013\}/\langle 331 \rangle^*$	0,202	0,7848	0,39	0,493	0,46	0,39	0,39	0,39	0,39
$\{010\}/\langle 100 \rangle^*$	0,160	0,3204	0	0	0	0	0	0,5	0,37
$\{011\}/\langle 100 \rangle^*$	0,099	0,3204	0	0,17	0,18	0,05	0	0,46	0,46
$\{011\}/\langle 111 \rangle$	0,099	0,4531	0,33	0,30	0,39	0,40	0,33	0,33	0,33

*: Gleitsysteme mit Fließspannungsanomalie

Bei der Präparation der Mikrozugproben aus den (FZ)-Einkristall-Plättchen stand eine günstige Orientierung für die Aktivierung des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems im Vordergrund, da dieses Gleitsystem die mit Abstand geringsten kritischen Schubspannungen auch im Bereich der Fließspannungsanomalie aufweist [10]. Für zwei (FZ)-Einkristalle (Abb. 3.4.a) wurde eine [201]-Orientierung der Lastachse gewählt. Das $\{013\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystem hat zwar einen höheren Schmidfaktor als das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem, dennoch sollte letzteres aufgrund der wesentlich kleineren kritischen Schubspannung begünstigt sein. Die entsprechenden Einkristall-Plättchen sind zudem dick genug, um Proben für makroskopische Verformungsexperimente zu präparieren. Daher wurden sie überwiegend für die Präparation von Mikrozug- und Druckproben mit einer [201]-Lastachse verwendet. Im Verlauf der Untersuchungen hat sich eine Präparation von Mikrozugproben aus bereits verformten Druckproben als sehr vorteilhaft für die In-situ-Dehnversuche erwiesen. Darauf wird an geeigneter Stelle eingegangen. Der Zuschnitt der Proben wurde so gewählt, dass aus den verbliebenen Reststücken weitere Proben anderer Orientierung präpariert werden konnten. So wurden noch zwei Druckproben mit

einer Lastachse [1801] und jeweils aus den schmalen unteren Probenbereichen Druckproben mit einer [302]-Längsachse präpariert. Die Präparation von [331]-orientierten Mikrozugproben aus dem (FZ)-Einkristall analog Abb. 3.4.b verlief erfolglos. Es war nicht möglich, das sehr spröde Material ohne Rissbildung auf die erforderliche Probendicke von 100 μm abzdünnen. Der (CZ)-Einkristall (Abb. 3.4.c) wurde für die Herstellung von [110]-Druckproben verwendet. Diese Orientierung begünstigt eine von $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen getragene plastische Verformung. Wie der Tabelle 3.1 zu entnehmen ist, ergeben sich bei einer Belastung der MoSi_2 -Einkristalle in [110]-Orientierung für zwei Gleitsysteme günstige Schmidfaktoren, die zudem einen Temperaturbereich mit anomalem Fließverhalten aufweisen.

Für die makroskopischen Verformungsexperimente wurden kurze und lange Druckproben präpariert. Die kurzen Druckproben hatten eine Länge von ca. 5 mm und einen Querschnitt von etwa $(2 \times 1) \text{ mm}^2$. Der überwiegende Teil der makroskopischen Druckproben besaß eine Länge von ca. 10 mm und einen Querschnitt von 2 mm^2 . Sie wurden nach der Druckverformung für die Herstellung von Mikrozugproben für die In-situ-Experimente verwendet. Aus den (FZ)-Einkristallen wurden [201]-Druckproben mit (010)- und $(10\bar{2})$ -Seitenflächen hergestellt. Die [302]-Druckproben hatten (010)- und $(20\bar{3})$ -Seitenflächen. Die Seitenflächen der [1801]-Druckproben sind (010)- und $(180\bar{1})$ -Flächen. Aus dem (CZ)-Einkristall wurden ebenfalls lange und kurze [110]-Druckproben mit (001)- und $(1\bar{1}0)$ -Seitenflächen präpariert.

Die Proben wurden mit einer Fadensäge mit Wolfram-Faden unter Verwendung einer Borkarbid-Suspension oder mit einer Funkenerosionsmaschine zugeschnitten. Die Seitenflächen und die Probenendflächen wurden poliert und planparallel geläppt. Die Seitenflächen wurden in einem ersten Schritt auf Korund-Papier poliert. Dem schloss sich das Polieren mit einer Diamant-Suspension auf Papier an. Die Diamantkörnung der Suspension wurde schrittweise von 3 auf $0,3 \mu\text{m}$ reduziert. Das abschließende Läppen der Seitenflächen erfolgte mit einer Aluminiumoxid-Wasser-Mischung. Die Körnung der Aluminiumoxid-Partikel betrug $0,3 \mu\text{m}$. Die Probenendflächen wurden zunächst auf 1200-er Korund-Papier planparallel poliert. Abschließend erfolgte das Läppen auf einer Graugussplatte mit Borkarbid in einer Wasser-Glyzerin-Mischung. Es wurde Borkarbid mit einer $2 \mu\text{m}$ -Körnung verwendet.

Die Handhabung von MoSi_2 für die Präparation von TEM-Folien hat sich wegen der großen Sprödigkeit bei Raumtemperatur als außerordentlich schwierig erwiesen. Die Probenausbeute

fiel daher relativ gering aus. Mikrozugproben für die In-situ-Dehnung wurden aus unverformten Einkristallen und aus langen Druckproben präpariert. In Abb. 3.5 ist die typische Form einer Mikrozugprobe und ihre Abmessungen abgebildet. Die Druckproben wurden zuerst mit einer Fadensäge auf eine Länge von 8 mm gekürzt. Dann wurde das Material in ca. 300 μm dicke Scheiben geschnitten. Es hat sich gezeigt, dass die Scheiben nicht mit einer Fadensäge geschnitten werden können. Das Material erwies sich als so spröde, dass Risse und das Ausbrechen von Probenteilen die Proben zerstörten. Daher wurde dazu übergegangen, die Proben mittels Funkenerosion in etwa 300 μm starke Scheiben zu schneiden. Dünnere Scheiben konnten auch mit der Funkenerosion nicht präpariert werden. Hier kam es ebenfalls zur Bildung von Rissen und zur Zerstörung der Proben. Zur Fixierung der Proben im In-situ-Dehtisch müssen zwei 0,6 mm große Löcher in einem Abstand von 5,1 mm in die Proben eingebracht werden (Abb. 3.5). Dies geschah mittels Funkenerosion. Die 300 μm starken Scheiben wurden danach vorsichtig auf eine Dicke von 100 μm auf Korund-Papier geschliffen. Damit wird sichergestellt, dass der Wärmeeinflussbereich der Funkenerosion abgetragen wird. Um die Proben bei diesem Arbeitsschritt nicht zu zerstören, wurde Korund-Papier mit einer 400-er Körnung und feiner verwendet werden. Anschließend wurden die Oberflächen mit einer Diamant-Suspension geläppt. Dieser Arbeitsschritt wurde bereits für Druckproben beschrieben.

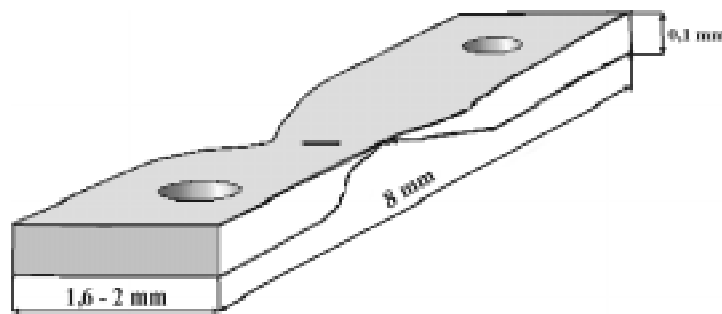


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung einer Mikrozugprobe für die In-situ-Dehnversuche im HVEM.

Aus (FZ)-Druckproben wurden Mikrozugproben mit einer [010]-Foliennormale und aus (CZ)-Druckproben mit einer [001]-Foliennormale präpariert. Die Präparation der Mikrozugproben wurde an einem GATAN-Muldenschleifgerät fortgesetzt. In der Probenmitte wurde das Material durch Schleifen einer Mulde weiter abgedünnt und anschließend poliert. Das Schleifen erfolgte durch ein rotierendes Kupfer-Schleifrädchen mit horizontaler Rotationsachse. Hier wurde wiederum eine 3 μm -Diamant-Suspension verwendet. Die Probe wurde auf eine ebenfalls rotierende Unterlage mit vertikaler Rotationsachse geklebt. Der Probenhalter kann neben der Rotation noch eine Translationsbewegung ausführen. Dieser zusätzliche Vorschub ermög-

licht das Dünnen eines großen Probenbereiches einschließlich der Probenränder. Dies ist für die geplante Mikroverformung im HVEM von großer Bedeutung, da so die Probe über ihren gesamten Querschnitt gedünnt werden kann. Zum Polieren der Muldenoberfläche wurde wieder eine 0,3 μm -Aluminiumoxid-Suspension benutzt. Nach diesem Vorgang beträgt die Restdicke im Bereich der Mulde etwa 15 bis 20 μm .

Die elektronenoptische Transparenz wird mit dem weiteren Abdünnen der Probe in einer GATAN-Duomill-Ionenabdünnanlage erzielt. Für das Abdünnen von MoSi_2 -Einkristallen haben sich Beschleunigungsspannungen von 6 kV und ein Anodenstrom von 0,8 bis 1 mA bewährt. Jüngste Untersuchungen in [77] bestätigen, dass bei diesen Parametern Artefakte in MoSi_2 durch das Ionenabdünnen weitestgehend vermieden werden. Darauf wird noch in Abschnitt 4. eingegangen. Die beschleunigten Ar-Ionen treffen unter einem Winkel von 12° auf die Probenoberfläche. Bei diesen Parametern liegen die Abdünnzeiten bis zur Perforation der TEM-Folie bei etwa 15 Stunden. Eine Reduzierung der Beschleunigungsspannung und des Anodenstroms reduziert die Abtragrate sehr stark, so dass die Abdünnzeiten stark anwachsen. Diese Parameter führen zu einer verstärkten Bildung von Artefakten.

Mikrozugproben, die im Verlauf eines Dehnversuches im HVEM nicht zerstört wurden, konnten direkt für die Analyse der Mikrostruktur herangezogen werden. In den meisten Fällen endete ein In-situ-Dehnexperiment jedoch mit dem Bruch der Probe. Die Bruchstücke wurden in der Ionenabdünnanlage nachgedünnt. Dies erfolgte bei wesentlich geringeren Beschleunigungsspannungen (< 3 kV) und geringerem Anodenstrom ($\approx 0,3$ bis $0,5$ mA).

Für die In-situ-Temperexperimente und für die Analyse der Mikrostruktur nach einer Druckverformung wurden konventionelle TEM-Folien, d.h. Proben mit einem Durchmesser von 3 mm, präpariert. Die (FZ)-Folien besitzen eine [010]-Foliennormale, die (CZ)-Folien eine [001]-Foliennormale. Außerdem wurden Querschnittproben, d.h. Folien mit einer Normale parallel zur Lastachse, und Folien parallel zu den an den Druckprobenoberflächen sichtbaren Gleitspuren präpariert. Die Präparationsschritte sind mit denen der Mikrozugproben identisch. Auf eine Abdünnung der Probenrandbereiche kann jedoch verzichtet werden.

4. Experimentelle Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Experimente an makroskopisch und in In-situ-Dehnexperimenten verformten MoSi₂-Einkristallen vorgestellt. An makroskopischen Druckproben wurden Verformungsexperimente bei verschiedenen Temperaturen und verschiedenen Orientierungen der Druckachse durchgeführt. Während der Druckverformung wurden Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche durchgeführt. Mikrozugproben verschiedener Orientierungen der Zugachse wurden in In-situ-Dehnexperimenten im HVEM bei verschiedenen Temperaturen verformt. Die Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Untersuchungen stellen die entstandenen Verformungsstrukturen vor.

Der überwiegende Teil der makroskopischen und mikroskopischen Verformungsexperimente ist an (FZ)-Einkristallproben mit einer [201]-Lastachse durchgeführt worden. Sie bilden daher auch den Hauptteil der Ergebnisse dieser Arbeit über das Verformungsverhalten von MoSi₂. Dies gilt gleichermaßen für die Ergebnisse der Analyse der Verformungsstrukturen. Einige Experimente an (FZ)-Proben wurden auch mit einer anderen Orientierung der Lastachse durchgeführt. Deren Ergebnisse werden ebenfalls zusammen mit den entstandenen Verformungsstrukturen vorgestellt. Die Verformung von [110]-orientierten (CZ)-Proben wurde in den meisten Fällen von Rissbildung begleitet. In einigen Fällen wurden die Proben durch Bruch zerstört. Eine Auswertung der Verformungskurven wurde daher nicht vorgenommen. Die Präparation von TEM-Folien war infolge der Rissbildung in vielen Fällen unmöglich.

4.1. Makroskopisches Verformungsverhalten in [201]-Druckrichtung

MoSi₂-Einkristalle wurden entlang ihrer kristallographischen [201]-Achse bei Temperaturen zwischen 300 und 1200 °C mit einer Grunddehnungsrate von 10⁻⁵ s⁻¹ unter Druckbeanspruchung verformt. Abb. 4.1 zeigt die typischen Verformungskurven, die während dieser Druckverformungen aufgenommen wurden. Das temperaturabhängige Verformungsverhalten lässt sich in drei Temperaturintervalle unterteilen. Unterhalb von 500 °C und oberhalb von 1000 °C sinkt die Fließspannung mit steigender Temperatur. Die Verformungskurven sind glatt und weisen im Anschluss an den elastischen Bereich eine ausgeprägte Streckgrenze auf. In einem mittleren Temperaturintervall zwischen 500 und 1000 °C ist das Verformungsverhalten durch eine mit der Temperatur anomal ansteigende Fließspannung gekennzeichnet. Hierbei ist ein signifikanter Anstieg der Fließspannung von ca. 75 MPa bei 500 °C auf ca. 260 MPa bei 990 °C zu beobachten. Die Verformungskurven zeigen in diesem Temperaturintervall einen insta-

bilen Verlauf der Fließspannung. Diese Instabilitäten äußern sich bei 500 und 600 °C in kleinen Schwankungen der Fließspannung. Zwischen 750 und 940 °C tritt ruckartiges Fließen auf. Die Höhe der Lastabfälle steigt mit der Verformungstemperatur bzw. der Fließspannung.

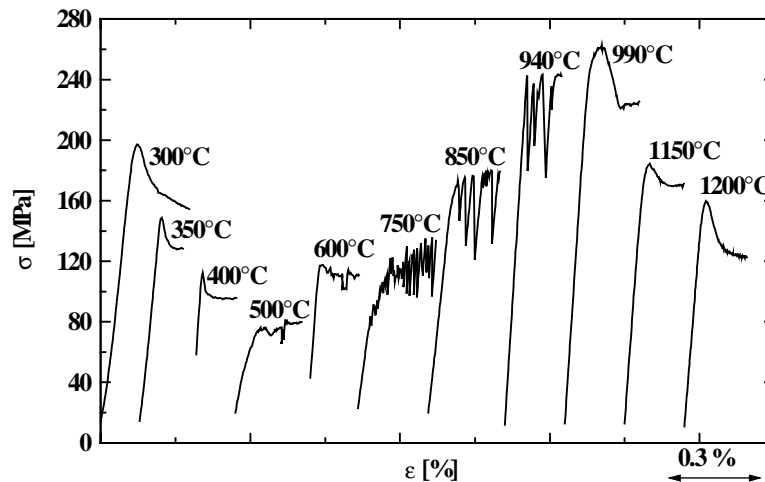


Abbildung 4.1: Verformungskurven von MoSi_2 -Einkristallen nach Druckverformung zwischen 300 und 1200 °C entlang der Druckachse [201] bei einer Dehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} .

Nach den Druckexperimenten wurden die Seitenflächen der Proben lichtmikroskopisch in einem Stereomikroskop untersucht. Auf den (010)-Seitenflächen verlaufen Gleitspuren unter einem Winkel von ca. 50 ° zur Druckachse in [001]-Richtung und auf den $(10\bar{2})$ -Seitenflächen unter einem Winkel von je 38 ° zur Lastachse in [221]- und $[\bar{2}\bar{2}\bar{1}]$ -Richtung. Diese Gleitspuren können {110}-Ebenen zugeordnet werden. Im gesamten Temperaturbereich wird demnach die plastische Verformung durch Versetzungsgleiten auf {110}-Ebenen realisiert. Nach der Druckverformung bei 300 °C zeigen die Seitenflächen in Abb. 4.2.a feine, scharf gezeichnete Gleitspuren von {110}-Ebenen, die gleichmäßig über das gesamte Probenvolumen verteilt sind. Nach einer plastischen Verformung bei 300 und 350 °C sind zusätzlich zu den {110}-Gleitbändern weitere Gleitbänder auf den Seitenflächen der Druckproben nachzuweisen. Diese Bänder verlaufen auf den (010)-Seitenflächen senkrecht zu denen der {110}-Ebenen und auf den $(10\bar{2})$ -Seitenflächen senkrecht zur Druckachse. Diese Gleitspuren treten im Vergleich zu den {110}-Spuren nur sehr selten auf und zeigen keine gleichmäßige Verteilung auf der Probenoberfläche. Sie hinterlassen auf den Seitenflächen keine durchgehenden Spuren. Es ist somit nicht zweifelsfrei festzustellen, ob diese Spuren das Versetzungsgleiten auf nur einem Gleitebenentyp repräsentieren. Wird eine Zusammengehörigkeit ausgeschlos-

sen, so käme eine Vielzahl von Gleitsystemen in Frage. Die entsprechenden Gleitebenen sind in Abb. 4.2.b angegeben. Die sehr geringe Häufigkeit dieser Gleitspuren spricht jedoch nicht für eine Aktivierung mehrerer Gleitsysteme. Daher scheint die Annahme gerechtfertigt, dass diese kurzen Gleitspuren durch ein und dasselbe Gleitsystem hervorgerufen werden. In diesem Fall sind diese Gleitbänder die Folge des Versetzungsgleitens auf (001)-Ebenen. Mit steigender Verformungstemperatur kommt es zu einer Lokalisierung der plastischen Deformation. Diese Lokalisierung äußert sich in größeren {110}-Gleitbändern und deren inhomogener Verteilung über das Probenvolumen. Der Bereich der Fließspannungsanomalie zwischen 600 und 1000 °C kann ausschließlich dem Abgleiten von {110}-Ebenen zugeordnet werden. In Abb. 4.2.c sind {110}-Gleitbänder nach einer Druckverformung bei 750 °C abgebildet. Die Oxidation von Silizium der Einkristallproben mit dem Luftsauerstoff führt bei Verformungstemperaturen oberhalb 1000 °C zur Bildung einer SiO₂-Oxidationsschicht, welche die lichtmikroskopisch Untersuchung der Probenoberflächen einschränkt. Für diesen Temperaturbereich können Gleitspuren nur auf den (010)-Seitenflächen nachgewiesen werden. Abb. 4.2.d zeigt die Gleitspuren einer bei 1200 °C verformten Druckprobe. Nach einer Druckverformung oberhalb von 1000 °C sind die {110}-Gleitspuren sehr homogen über das gesamte Probenvolumen verteilt. Sie hinterlassen auf den (010)-Seitenflächen wellige, diffuse Gleitbänder. In diesem Temperaturintervall kann ein zweites System schwacher und gleichmäßig verteilter Gleitspuren nachgewiesen werden. Es kann wie in Abb. 4.2.b der Gleitung auf (001)-Ebenen zugeordnet werden.

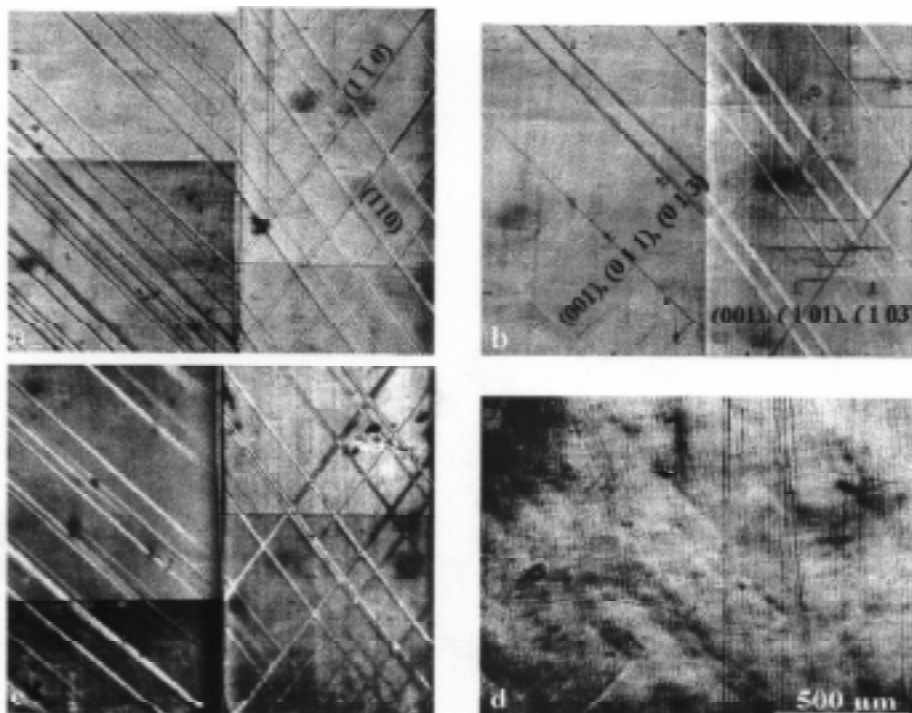


Abbildung 4.2: Gleitspuren auf den Seitenflächen von [201]-orientierten Druckproben nach plastischer Verformung bei a) 300 °C, b) 350 °C, c) 750 °C und d) 1200 °C.

4.1.1. Verformungsverhalten zwischen 300 und 500 °C

Abb. 4.3 enthält ausgewählte Verformungskurven des unteren Temperaturintervalls, die einen größeren Dehnungsbereich wiedergeben. Die Fließspannung sinkt mit zunehmender Temperatur. Sie erreicht bei ca. 500 °C ihren kleinsten Wert von etwa 75 MPa. Zwischen 300 und 400 °C ist der Übergang von der elastischen zur plastischen Verformung durch eine ausgeprägte Streckgrenze gekennzeichnet. Nach dem Erreichen der Streckgrenze ist die plastische Verformung von einer kontinuierlichen Abnahme der Fließspannung begleitet. Diese Spannungsabnahme verringert sich mit zunehmender Gesamtdehnung, so dass sich bei höheren Verformungsgraden ein stationärer Zustand einzustellen scheint. Mit zunehmender Verformungstemperatur ist nach Erreichen der Streckgrenze ein Übergang zum stationären Fließen zu beobachten. Die während einer Druckverformung durchgeführten Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche sind in Abb. 4.3 mit SR und SRC bezeichnet. Die Kurven zeigen jeweils einen Streckgrenzeneffekt nach einem solchen Versuch. Im folgenden werden die Ergebnisse der SR- und SRC-Versuche vorgestellt.

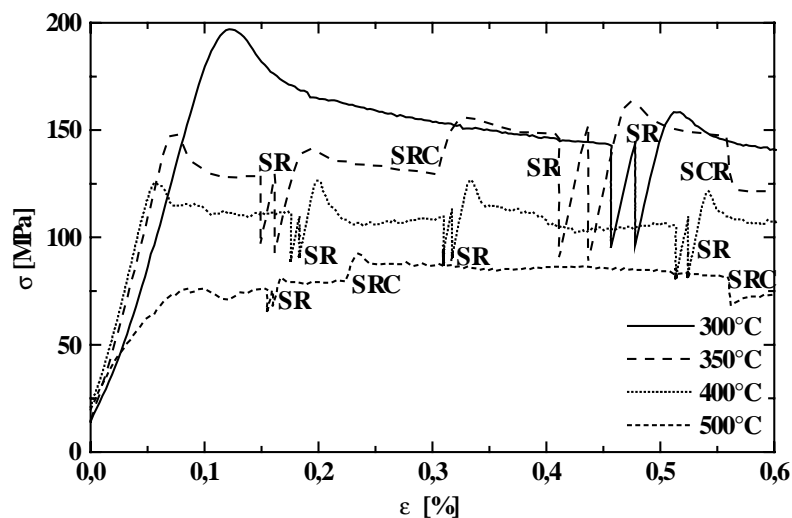


Abbildung 4.3: Verformungskurven von MoSi_2 -Einkristallen nach Druckverformung zwischen 300 und 500 °C entlang der Druckachse [201] bei einer Grunddehnungsrate von 10^{-5} s^{-1} . SR und SRC kennzeichnen Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche.

Spannungsrelaxationskurven von Versuchen bei Temperaturen von 300 bis 500 °C sind in Abb. 4.4 dargestellt. Die jeweils ersten Relaxationen sind mit vollen Symbolen, die wiederholten Relaxationen für die jeweilige Temperatur durch das entsprechende offene Symbol gekennzeichnet. Die wiederholten Relaxationen beginnen bei einer Spannung, die etwa der

Fließspannung unmittelbar vor der ersten Relaxation entspricht. In den Relaxationskurven wird die negative Relaxationsrate als $\ln(-\dot{\sigma})$, die nach Gleichung (3.3.) proportional zur plastischen Dehnratesensitivität ist, über der aktuellen Spannung σ aufgetragen. Die Dehnratesensitivität ergibt sich nach Gleichung (3.4.) aus dem inversen Wert des Anstiegs der abgebildeten Relaxationskurven. Die Relaxationskurven in Abb. 4.4 zeigen eine „normale“, d.h. konkave Krümmung. Entlang einer Relaxationskurve entspricht dies einer mit zunehmender Spannung bzw. Dehnratesensitivität. Mit zunehmender Verformungstemperatur sinkt die Fließspannung und verschiebt somit die Relaxationskurven zu niedrigeren Spannungen. Für 400 und 500 °C verlaufen die Kurven steiler als für 300 und 350 °C. Dementsprechend nimmt die Dehnratesensitivität bei diesen Temperaturen kleinere Werte an. In den Verformungskurven drückt sich dies in einer Tendenz zu Spannungsinstabilitäten aus. Die entsprechenden Verformungskurven in Abb. 4.3 zeigen Schwankungen der Fließspannung.

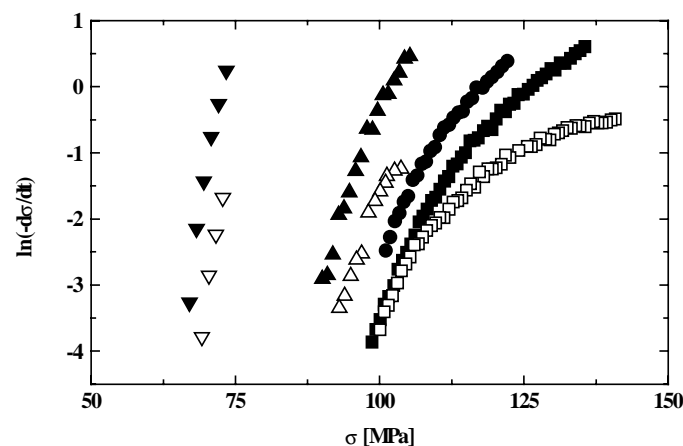


Abbildung 4.4: Relaxationskurven für unterschiedliche Temperaturen bei einer plastischen Dehnung von ca. 0,15% (● 350 °C, ▼ 500 °C), 0,18% (▲ 400 °C) und 0,45% (■ 300 °C).

Bei 300 °C ergeben wiederholte Relaxationen gegenüber der ersten Relaxation einen deutlich flacheren Kurvenverlauf mit niedrigeren Dehnratesensitivitäten. Dies ist gleichbedeutend mit einer sehr hohen Dehnratesensitivität am Relaxationsbeginn. Die Unterschiede zwischen erster und wiederholter Relaxation äußern sich während der anschließenden Druckverformung in einem ausgeprägten Streckgrenzeneffekt (Abb. 4.3). Wie die entsprechenden Kurven für 400 und 500 °C zeigen, wird der Unterschied zwischen der ersten und der wiederholten Relaxation mit zunehmender Verformungstemperatur geringer. Der Streckgrenzeneffekt bei der nachfolgenden Wiederbelastung ist mit zunehmender Temperatur weniger ausgeprägt. Diese Zusammenhänge werden in Abschnitt 5.3.1. diskutiert.

Dehnratenwechsel-Versuche sind für drei verschiedene Temperaturen in Abb. 4.5 dargestellt. Ausgehend von einer Grunddehnrates von 10^{-5} s^{-1} wurde die Verformungsrate spontan erhöht und nach wenigen Zehntel Prozent plastischer Dehnung wieder auf die Grunddehnrates erniedrigt. Der Wechsel erfolgte bei 300 und 400 °C auf eine Rate von $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und bei 350 °C auf $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Bei 350 °C wurden während der Verformung mit der höheren Dehnrates zusätzlich zwei Relaxationen durchgeführt. Der Verlauf der Fließspannung unmittelbar vor dem jeweiligen Dehnrateswechsel wurde mit einer einfachen Exponentialfunktion genähert. Die Näherungen sind in Abb. 4.5 durch die gestrichelten Linien wiedergegeben. Für alle drei Verformungstemperaturen ist die Erhöhung der Dehnrates mit einer Zunahme der Fließspannung verbunden. Mit dem Wechsel der Dehnrates wird ein Streckgrenzeneffekt beobachtet. Die Spannungsdifferenzen nach der Erhöhung der Dehnrates liegen für 300 °C bei 8 MPa und für 400 °C bei 2 MPa. Nach den Spannungsrelaxationen SR 1 und SR 2 bei 350 °C tritt ebenfalls ein Streckgrenzeneffekt auf. Die Abnahme des Streckgrenzeneffektes mit zunehmender Verformungstemperatur stimmt überein mit den Beobachtungen aus den Spannungsrelaxations-Versuchen.

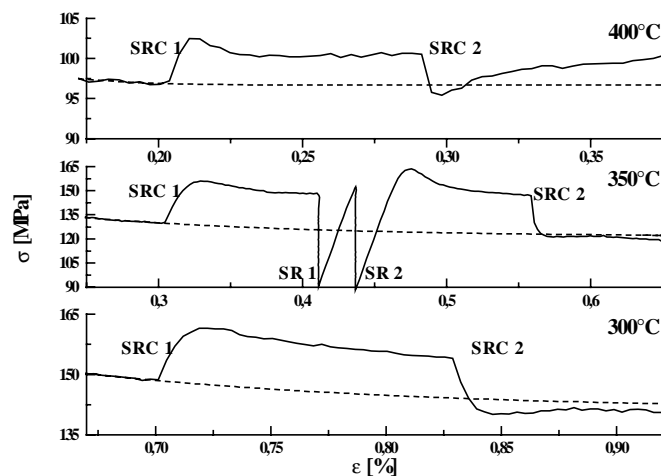


Abbildung 4.5: Dehnrateswechsel-Versuche (SRC) bei verschiedenen Temperaturen. Zusätzlich sind Spannungsrelaxationen SR bei erhöhter Dehnrates gekennzeichnet.

Aus SR- und SRC-Versuchen wurden die Dehnratesempfindlichkeiten der Fließspannung ermittelt. Die Ergebnisse sind für den Temperaturbereich von 300 bis 500 °C in Abb. 4.6 zusammengefasst. Die Dehnratesempfindlichkeit wurde jeweils am Beginn einer Relaxationskurve bestimmt. Sie charakterisiert deshalb das Verformungsverhalten unmittelbar vor der Relaxation. Aus allen Dehnrateswechseln wurde das Spannungsinkrement zwischen der extrapolierten Kurve und der oberen bzw. unteren Streckgrenze nach einem Wechsel abgelesen.

Für alle Temperaturen zeigen SR- und SRC-Versuche jeweils eine gute Übereinstimmung in den ermittelten Dehnratenempfindlichkeiten. Mit zunehmender Verformungstemperatur ergibt sich eine Abnahme der Dehnratenempfindlichkeit. Sie sinkt von etwa 20 MPa bei 300 °C auf weniger als 5 MPa bei 500 °C ab. Bei 300 bis 400 °C sind die Werte der Dehnratenempfindlichkeit aus den wiederholten Relaxationen um ein Vielfaches größer als die der ersten Relaxationen. Bei 500 °C ergeben erste und wiederholte Relaxationen und Dehnratenwechsel nahezu identische Werte für die Dehnratenempfindlichkeit.

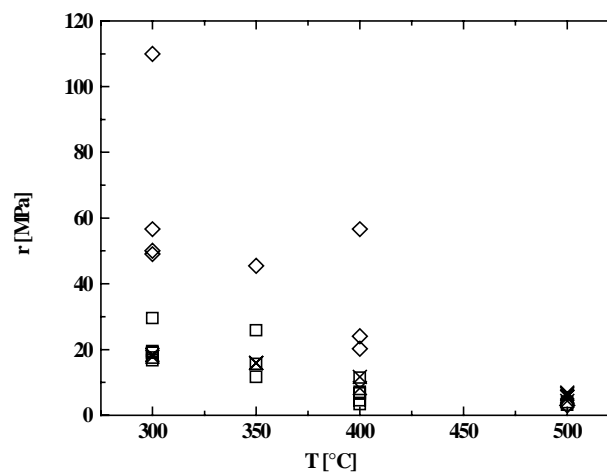


Abbildung 4.6: Dehnratenempfindlichkeit r aus ersten (\square) und wiederholten (\diamond) Spannungsrelaxationen und Dehnratenwechseln (\times) in Abhängigkeit von der Temperatur.

4.1.2. Verformungsverhalten zwischen 600 und 1000 °C

In einem mittleren Temperaturbereich steigt die Fließspannung anomal zwischen 600 und ca. 1000 °C mit zunehmender Temperatur an. In Abb. 4.7 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven des mittleren Temperaturbereiches dargestellt. Die maximale Fließspannung von ca. 260 MPa wird bei 990 °C beobachtet. Bei 600 °C wurde die Druckprobe nach Spannungsrelaxationen mehrfach für ca. 15 min. unter Lastkontrolle auf eine niedrige Spannung entlastet (UL) und danach mit einer jeweils höheren Dehnrates neu belastet. Die Fließspannung zeigt bei 600 °C Schwankungen, wie sie auch für die Verformung bei 400 und 500 °C beobachtet werden. Zwischen 750 und 850 °C zeigen die elastischen Verformungsabschnitte einen geringeren Anstieg als bei den übrigen Temperaturen. Der sich anschließende plastische Bereich zeigt ruckartiges Fließen (*serrated yielding*). Die Lastabfälle werden auf einem Spannungsniveau ausgelöst, das für die jeweilige Temperatur und Dehnrates charakteristisch ist und als Fließspannung angesehen werden kann. Die Größe der plötzlichen Lastabfälle steigt dabei mit der jeweiligen

der jeweiligen Fließspannung an. Sie liegen für 750 °C zwischen 25 und 30 MPa und für 940 °C bei etwa 90 MPa. Bei 940 °C erfolgt die plastische Verformung nicht mehr nur ausschließlich ruckartig, sondern abschnittsweise glatt bei gleichbleibender Fließspannung. Während der Verformung bei 990 °C tritt wieder ein Streckgrenzeneffekt auf. Dieser erfordert eine größere plastische Dehnung als es bei tiefen Temperaturen beobachtet wird. Dieser Streckgrenze schließt sich ein Bereich nahezu konstanter Fließspannung an. Die gesamte Verformungskurve zeigt jedoch kleine Schwankungen der Fließspannung, wie sie auch während der Verformung bei tieferen Temperaturen, beispielsweise bei 400 °C, beobachtet werden.

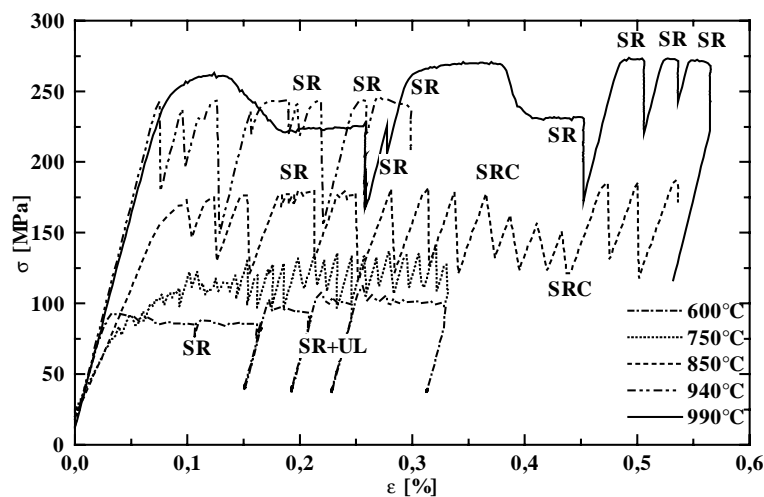
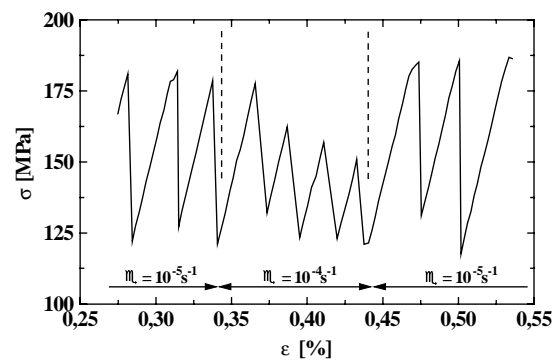
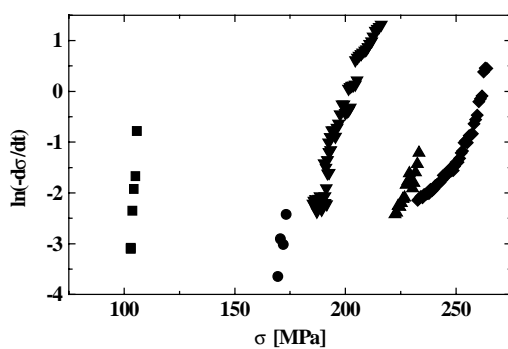


Abbildung 4.7: Verformungskurven von MoSi_2 -Einkristallen nach Druckverformung zwischen 600 und 1000 °C entlang der Druckachse [201] bei einer Grunddehnrate von 10^{-5} s^{-1} . SR und SRC kennzeichnen Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche, UL kennzeichnet Entlastungen der Druckprobe.

Die Ergebnisse der Spannungsrelaxationen im mittleren Temperaturbereich sind an ausgewählten Relaxationskurven in Abb. 4.8.a dargestellt. Bei diesen Verformungstemperaturen war es nicht möglich, auswertbare Daten aus wiederholten Relaxationen zu gewinnen. Die ruckartige plastische Verformung führt teilweise zu keiner messbaren Spannungsrelaxation. Daher stehen nur wenige Messpunkte für 850 °C und keine Messpunkte für die Relaxationsversuche bei 750 °C zu Verfügung. Die Relaxationsversuche ergeben nur auswertbare Messpunkte, wenn die Relaxation vor einem plötzlichen Lastabfall beginnt. Für 990 °C sind zwei Relaxationskurven abgebildet. Die entsprechenden Relaxationen beginnen bei der oberen (◆) und der unteren Fließspannung (▼). Die dazugehörigen Spannungsplateaus sind in der Verformungskurve von Abb. 4.7 abgebildet. Zwischen 600 und 850 °C verlaufen die Relaxations-

kurven sehr steil mit normaler Krümmung und die Spannung relaxiert nur um einen kleinen Betrag. Die Dehnratenempfindlichkeit ist dementsprechend sehr klein und steigt nur gering mit zunehmender Verformungsrate an. Bei 940 und 990 °C relaxiert die Spannung um größere Beträge. Die Relaxationskurve bei 940 °C zeigt eine inverse, d.h. konvexe Krümmung. Für 990 °C ist die von der oberen Fließspannung beginnende Relaxationskurve (◆) vollständig invers gekrümmt. Die von der unteren Fließspannung beginnende Kurve (▼) verläuft am Relaxationsbeginn mit inverser Krümmung und geht dann in eine normale Krümmung über. Wie in Abschnitt 5.4. gezeigt wird, entspricht dies einer Tendenz zu einer instabilen plastischen Verformung. Auf dem Spannungsniveau der oberen Fließspannung verläuft daher die plastische Verformung bei 990 °C instabil, mit dem Übergang zur niedrigeren stationären Fließspannung wird sie stabiler.



a) **Abbildung 4.8.a:** Relaxationskurven für unterschiedliche Temperaturen bei einer plastischen Dehnung von ca. 1,75% (■ 600 °C), 0,8% (● 850 °C), 1,7% (▲ 940 °C), 1,25% (▼ untere Fließspannung 990 °C) und 1,48% (◆ obere Fließspannung 990 °C).
 b) **Abbildung 4.8.b:** Dehnratenwechsel-Versuche bei 850 °C.

Abb. 4.8.b zeigt einen Dehnratenwechsel-Versuch für eine Druckverformung bei 850 °C. Bei dieser Temperatur tritt ruckartiges Fließen auf. Die Erhöhung der Dehnraten während der plastischen Verformung hat einen Abfall der Spannungsspitzen zur Folge. Die Reduzierung der Dehnraten führt zu einem Anstieg der maximalen Verformungsspannung. Für die Grunddehnraten von 10^{-5} s^{-1} erreichen diese Maximalspannungen einen nahezu gleichbleibenden Wert von etwa 180 MPa. Dies ist im kleinen Dehnungsintervall der erhöhten Dehnraten nicht der Fall. Der Kurvenverlauf in Abb. 4.8.b erlaubt deshalb die qualitative Aussage, dass die Dehnratenempfindlichkeit negative Werte annimmt. Werden zur quantitativen Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit r die maximalen Spannungen vor einem Lastabfall als Fließspannung definiert, und werden die Fließspannungen unmittelbar vor und nach dem Dehnratenwechsel zur

Berechnung der Dehnratenempfindlichkeiten herangezogen, so ergeben sich für r nach dem ersten Wechsel ein Wert von $-0,5$ MPa und für den zweiten Wechsel ein Wert von -15 MPa.

Soweit möglich, wurden aus den Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuchen die Dehnratenempfindlichkeiten für den Temperaturbereich des anomalen Fließverhaltens bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abb. 4.9 zusammengefasst. Bei 600 °C liegen die Werte der Dehnratenempfindlichkeit r aus SR-Versuchen bei 2 bis 5 MPa, bei 750 °C konnte r nicht bestimmt werden. Bei 850 °C zeigen die SR-Versuche immer noch Werte wie bei 600 °C, während die SRC-Versuche zu negativen Werten führen. Oberhalb von 940 °C steigen die Werte stark an. Für 990 °C wurden Werte zwischen 6 und 20 MPa bestimmt.

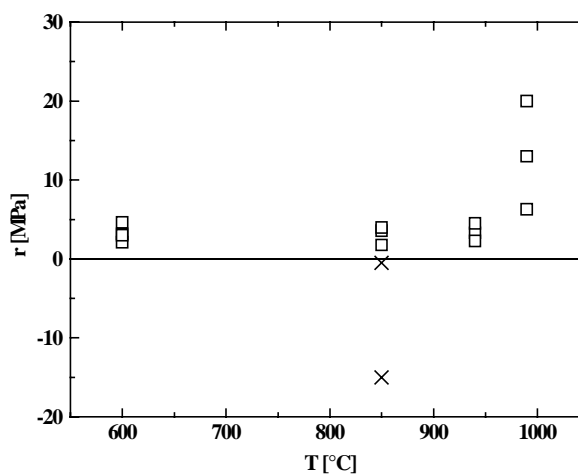


Abbildung 4.9: Dehnratenempfindlichkeit r aus Spannungsrelaxationen (□) und Dehnratenwechseln (×) in Abhängigkeit von der Temperatur.

Abb. 4.10 zeigt die gesamte Verformungskurve eines Versuchs, bei dem bei 500 und 850 °C verformt wurde. Die Verformung erfolgt bei 500 °C unterhalb und bei 850 °C innerhalb des Bereiches der Fließspannungsanomalie. Sie wurde bei 500 °C begonnen und nach mehreren Spannungsrelaxationen und Dehnratenwechseln bei 850 °C fortgesetzt. Während der Verformung bei 850 °C wurden ebenfalls Relaxationen und Dehnratenwechsel durchgeführt. Nach einer Probenabkühlung auf 500 °C wurden erneut Relaxations-Versuche und Dehnratenwechsel durchgeführt. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve dieses Versuches macht deutlich, dass der anomale Anstieg der Fließspannung und das sehr unterschiedliche Fließverhalten allein von der Temperatur abhängt und reversibel erfolgt.

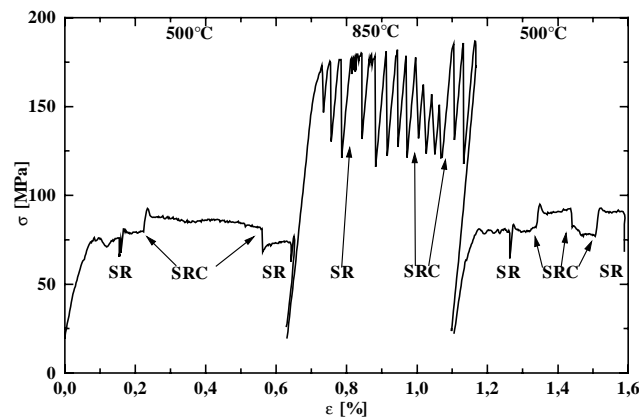


Abbildung 4.10: Temperaturwechsel-Versuche bei 500 °C und 850 °C. Spannungsrelaxationen und Dehnratenwechsel sind mit SR und SRC gekennzeichnet.

4.1.3. Verformungsverhalten oberhalb 1000 °C

Nach einem Maximum der Fließspannung bei ca. 1000 °C sinkt diese mit zunehmender Temperatur. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abb. 4.11 dargestellt. Die Verformungsspannungen nehmen oberhalb 1000 °C Werte an, die über denen bei 500 °C liegen (Abb. 4.3). Analog der Verformung bei tiefen Temperaturen schließt sich dem elastischen Bereich eine ausgeprägte Streckgrenze an. Danach geht die Verformung in einen stationären Fließzustand über. Die Verformungskurven sind glatt. Spannungsrelaxations-Versuche sind mit SR gekennzeichnet. Dehnratenwechsel-Versuche wurden nicht durchgeführt.

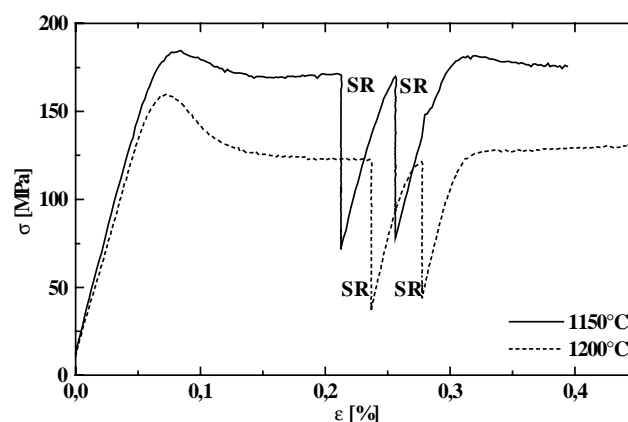


Abbildung 4.11: Verformungskurven von MoSi_2 -Einkristallen bei 1150 und 1200 °C entlang der Druckachse [201] bei einer Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} . Spannungsrelaxations-Versuche sind mit SR gekennzeichnet.

Ausgewählte Relaxationskurven sind in Abb. 4.12 dargestellt. Der Streckgrenzeneffekt nach den Spannungsrelaxations-Versuchen ist nur noch schwach ausgeprägt. Entsprechend verlaufen die Kurven der ersten (SR) und die der wiederholten (rSR) Relaxationen nahezu deckungsgleich. Die ersten Relaxationen werden durch volle Symbole, die wiederholten Relaxationen durch offene Symbole dargestellt. Die Spannungen relaxieren sehr stark. Die Relaxationskurven zeigen eine normale Krümmung. Die Relaxationskurven weisen bei 1150 °C am Beginn der Relaxation Abschnitte mit verschiedenen Anstiegen auf. Zu Beginn der Relaxation verläuft die Kurve sehr steil, die Dehnratenempfindlichkeit ist demzufolge sehr klein. Mit dem Wechsel zur normal gekrümmten Relaxationskurve nimmt die Dehnratenempfindlichkeit größere Werte an und sinkt dann wieder normal mit abfallender Spannung. Die unterschiedlichen Krümmungen der Relaxationskurven sind auf eine Überlagerung von stabiler und instabiler plastischer Verformung zurückzuführen. Prinzipiell kann die Steuerung der Verformungsmaschine solche Effekte hervorrufen. Diese treten besonders unmittelbar am Beginn einer Relaxation auf, wenn im dehnungsgeregelten Modus von einer konstanten Dehnrates auf die Rate Null übergegangen wird. Sämtliche Relaxationen wurden daraufhin geprüft und Kurvenabschnitte mit Regelschwankungen entfernt. Daher müssen die beobachteten Effekte bei 990 und 1150 °C überwiegend materialspezifischer Natur sein.

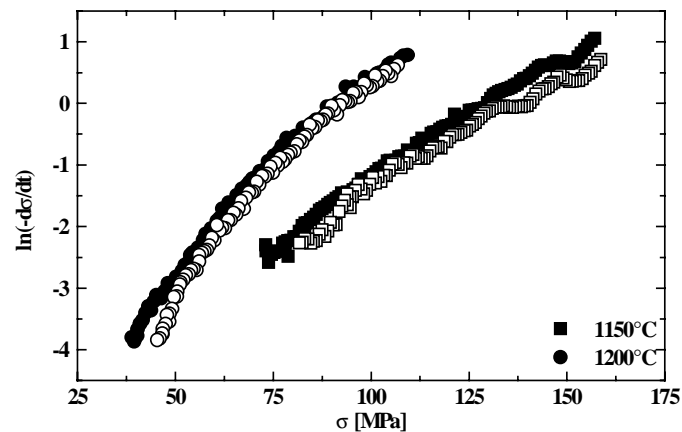


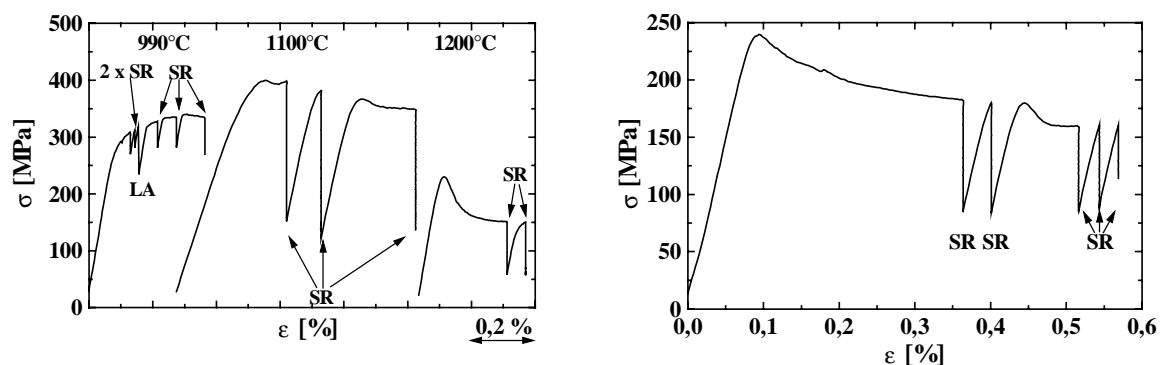
Abbildung 4.12: Relaxationskurven für 1150 °C (■) und 1200 °C (●) bei einer plastischen Dehnung von ca. 0,2%.

Die Dehnratenempfindlichkeiten wurden aus SR- und rSR-Versuchen bestimmt. Für 1150 °C wurden Dehnratenempfindlichkeiten ermittelt, die am Relaxationsbeginn ca. 15 MPa betragen und im zweiten Teil der Relaxation Werte von ca. 25 MPa annehmen. Für 1200 °C liegen die Dehnratenempfindlichkeiten aus SR-Versuchen zwischen 20 und 30 MPa und aus rSR-Versuchen zwischen 30 und 40 MPa.

4.2. Makroskopisches Verformungsverhalten in anderen Druckrichtungen

Neben den [201]-orientierten Druckproben wurden aus den (FZ)-Einkristallen noch je zwei Druckproben mit einer [302]- und einer [1801]-Orientierung der Lastachse präpariert. Die makroskopische Verformung dieser Proben hatte das Einbringen einer homogen verteilten Versetzungsstruktur zum Ziel, da aus diesen Proben Mikrozugproben geringer Sprödigkeit für In-situ-Dehnversuche im HVEM hergestellt werden sollten. Die Druckversuche wurden deshalb bei hohen Temperaturen bis zu einer bleibenden Dehnung von wenigen Zehntel Prozent durchgeführt. Aufgrund der geringen Anzahl der Proben konnten die makroskopischen Untersuchungen nur in sehr begrenztem Umfang durchgeführt werden.

Die Verformung in [302]- und [1801]-Druckrichtung erfolgte mit einer Grunddehnrage von 10^{-5} s^{-1} in einem Temperaturintervall von 990 und 1200 °C. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abb. 4.13 dargestellt. Dieses Temperaturintervall schließt das Hochtemperaturrende einer Fließspannungsanomalie ein, denn für die [302]-Druckrichtung nimmt die Fließspannung zwischen 990 und 1100 °C mit der Temperatur zu. Eine maximale Fließspannung von ca. 340 MPa wird bei 1100 °C erreicht. Während der Verformung bei 990 °C trat ein spontaner Lastabfall LA auf. Bei 1200 °C ist die Verformungsspannung für beide Druckrichtungen wesentlich niedriger und die Verformungskurven zeigen im plastischen Verformungsbereich permanente Entfestigung.



a)

b)

Abbildung 4.13: Verformungskurven von MoSi_2 -Einkristallen zwischen 990 und 1200 °C bei einer Dehnrage von 10^{-5} s^{-1} . a) entlang der Druckachse [302], b) entlang der Druckachse [1801].

Für beide Orientierungen zeigen die lichtmikroskopischen Untersuchungen der Seitenflächen der Druckproben feine, markante Gleitspuren von {110}-Ebenen. Die Gleitspuren sind homogen über das gesamte Probenvolumen verteilt. Nach der Druckverformung bei 990 °C entlang [302] ist ein grobes {110}-Gleitband auf der Oberfläche nachzuweisen. Dieses grobe Band

kann dem Lastabfall LA in Abb. 4.13.a zugeschrieben werden. Wird die makroskopische Längenänderung der Probe infolge des Lastabfalls unter Berücksichtigung der Breite des Gleitbandes auf eine lokale Verformung in diesem Gleitband zurückgeführt, so entspricht dieser Lastabfall einer lokale Abgleitrate der {110}-Ebenen von etwa 10^{-2} s^{-1} . Die lokale Verformungsrate liegt somit etwa drei Größenordnungen über der makroskopisch aufgetragenen Verformungsrate.

Das Verhalten der Druckproben in Spannungsrelaxations-Versuchen wird an dieser Stelle nicht ausführlich beschrieben, da es in Übereinstimmung mit dem bereits vorgestellten Verhalten von [201]-orientierten Proben ist. Die Relaxationskurven für 990 °C sind vollständig invers gekrümmt. Die Dehnratenempfindlichkeiten betragen etwa 5 MPa. Die Kurven für 1100 und 1200 °C zeigen einen S-förmigen Verlauf mit kleinen Werten der Dehnratenempfindlichkeiten am Relaxationsbeginn von 16 MPa und großen Werten von 20 bis 40 MPa nach dem Übergang der steilen Relaxationsabschnitte in die flachen, normal gekrümmten Abschnitte.

Die makroskopische Verformung von MoSi_2 entlang der [201]-, [302]- und [1801]-Druckrichtung führt unter den betrachteten Verformungsbedingungen zum Versetzungsgleiten auf {110}-Ebenen. Entlang der [201]-Druckrichtung kann das Verformungsverhalten in drei Temperaturbereiche unterteilt werden. Unterhalb von 500 °C und oberhalb von 1000 °C nimmt hier die zur plastischen Verformung erforderliche Fließspannung mit zunehmender Temperatur ab. In diesen Temperaturbereichen sind Veränderungen der Verformungsbedingungen mit Streckgrenzeneffekten verbunden. In Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuchen wurde die Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung bestimmt. Sie nimmt für eine Verformungstemperatur von 300 °C Werte von ca. 20 MPa an und fällt bis auf 5 MPa bei 500 °C ab. Oberhalb von 1000 °C erreicht die Dehnratenempfindlichkeit Werte zwischen 20 und 30 MPa. In einem mittleren Temperaturbereich zwischen 500 und 1000 °C steigt die Fließspannung mit zunehmender Temperatur um einen Faktor von ca. 3,5 an. MoSi_2 zeigt in [201]-Verformungsrichtung eine sehr stark ausgeprägte Fließspannungsanomalie. Der plastische Verformungsbereich wird durch ruckartiges Fließen (*serrated yielding*) bestimmt. Die Dehnratenempfindlichkeit nimmt in diesem Temperaturbereich sehr kleine Werte zwischen 2 und 6 MPa an. In Dehnratenwechseln konnten negative Dehnratenempfindlichkeiten von -0,5 und -15 MPa bestimmt werden.

4.3. Mikrostruktur nach Verformung in [201]-Druckrichtung

Für die Analyse der Mikrostruktur im JEM 1000 wurde ein Weitwinkelgoniometer eingesetzt, das eine Probenkipfung um zwei Achsen von ca. $\pm 45^\circ$ erlaubt. Der Probenhalter des Weitwinkelgoniometers ermöglicht das Fixieren von TEM-Proben beliebiger Form, wenn deren größte Abmessung eine Länge von 8 mm nicht überschreitet.

In diesem Abschnitt werden die Verformungsstrukturen vorgestellt, die bei den makroskopischen Druckexperimenten in MoSi₂-Einkristallen erzeugt wurden. Die Mehrheit der Druckversuche ist in [201]-Verformungsrichtung durchgeführt worden. Die Ergebnisse der Mikrostrukturanalyse konzentrieren sich daher auf diese Verformungsstrukturen. Sie werden in drei Abschnitten vorgestellt. Diese Gliederung orientiert sich an den drei charakteristischen Temperaturbereichen im makroskopischen Verformungsverhalten (Abschnitt 4.1.). Die Mikrostrukturen der entlang anderer Druckachsen verformten Proben werden ebenfalls vorgestellt.

Die plastische Verformung findet maßgeblich in lokalisierten Gleitbändern statt. In diesen Gleitbändern wurde die Versetzungsdichte bestimmt. In TEM-Folien, die aus Druckproben nach einer Verformung bei 300, 350 und 1200 °C präpariert wurden, sind etwa gleiche Versetzungsdichten in den Gleitbändern von 1 bis $4 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ ermittelt worden. Für Verformung im Bereich der Fließspannungsanomalie sind die Versetzungsdichten in den Gleitbändern nach In-situ-Dehnexperimenten bestimmt worden. Diese Ergebnisse werden in Abschnitt 4.5. beschrieben. Die typischen Foliendicken lagen zwischen 0,5 und 1,5 μm .

Die folgenden Abbildungen zeigen in einigen Fällen eine Dekoration der Versetzungen mit kleinen kreisförmigen Kontrasten. Dabei handelt es sich um Artefakte, die während der Ionendünung der TEM-Folien eingebracht wurden. Sie zeigen einen „Kaffeebohnen“-Kontrast mit einer kontrastlosen Symmetrielinie. Diese verläuft immer senkrecht zum abbildenden Reflex. Daher handelt es sich um sphärische Ausscheidungen. Diese heilen bei einer Probenerwärmung auf ca. 250 °C aus.

4.3.1 Mikrostruktur nach Druckverformung zwischen 300 und 500 °C

Die makroskopische Verformung zwischen 300 und 500 °C führt zu einer homogenen Verteilung lichtoptisch sichtbarer, markanter Gleitbänder über das gesamte Probenvolumen. Mikroskopisch können nahezu versetzungsfreie Probenbereiche und solche mit hoher Versetzungsdichte unterschieden werden. Die letzteren entsprechen den lichtmikroskopischen Gleitbändern. In den meisten Fällen lassen sich einzelne Versetzungen in den Bändern elektronenmikroskopisch auflösen. Im folgenden werden die typischen Versetzungsstrukturen nach einer Druckverformung in [201]-Richtung zwischen 300 und 500 °C vorgestellt.

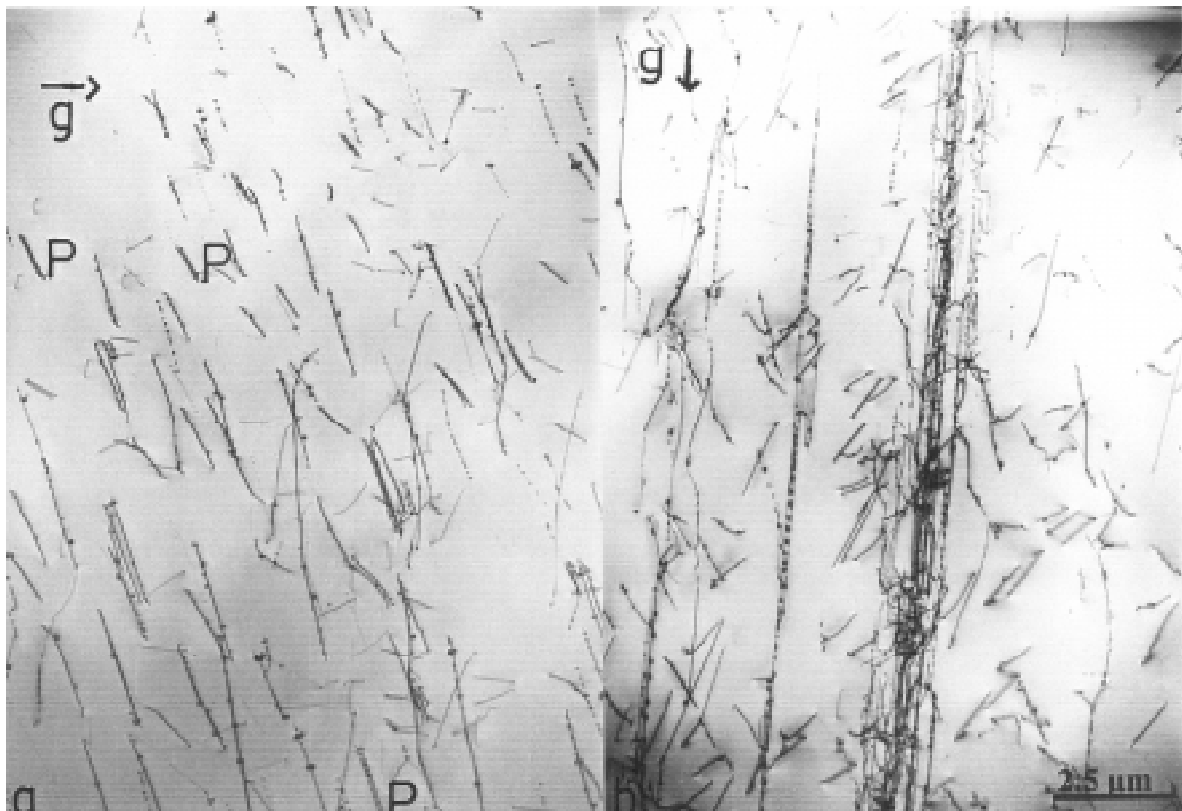


Abbildung 4.14: Versetzungsstruktur nach Druckverformung bei 300 °C um 0,37 % in [201]-Richtung.
 a) $\vec{g} = (200)$, $BD \approx [010]$, b) $\vec{g} = (01\bar{3})$, $BD \approx [013]$.

In Abb. 4.14 ist ein Ausschnitt der typischen Versetzungsstruktur innerhalb eines Gleitbandes nach einer Druckverformung bei 300 °C dargestellt. Abbildender Reflex \vec{g} und die Einstrahlrichtung des Elektronenstrahls BD sind angegeben. Charakteristisch ist die geradlinige Ausrichtung der Versetzungen. Gebogene Versetzungen oder Versetzungssegmente sind nur sehr selten zu finden. Neben einzelnen Versetzungen werden häufig Anordnungen paralleler Versetzungen (mit P in Abb. 4.14.a markiert) beobachtet. Innerhalb der Gleitbänder sind sehr oft Bündel von Versetzungen nachzuweisen, die sich über mehrere Mikrometer entlang der kristallographischen c-Achse erstrecken (Abb. 4.14.b).

In Abb. 4.15 ist ein Ausschnitt eines Gleitbandes unter verschiedenen Einstrahlbedingungen wiedergegeben. Es können zwei Typen von Versetzungen nachgewiesen werden. Sie werden mit A und B bezeichnet. Die Versetzungen vom Typ A haben einen $\frac{1}{2} [11\bar{1}]$ -Burgersvektor, die B-Versetzungen einen $[100]$ -Burgersvektor. Beide Typen können in Abb. 4.15.d deutlich unterschieden werden. Hier sind nur die $[100]$ -Versetzungen gekennzeichnet. Alle übrigen Versetzungen sind vom Typ A. Die Analyse der Burgersvektoren erfolgte nach den Auslöschungsregeln, wie sie im Abschnitt 3.3.1. vorgestellt wurden.

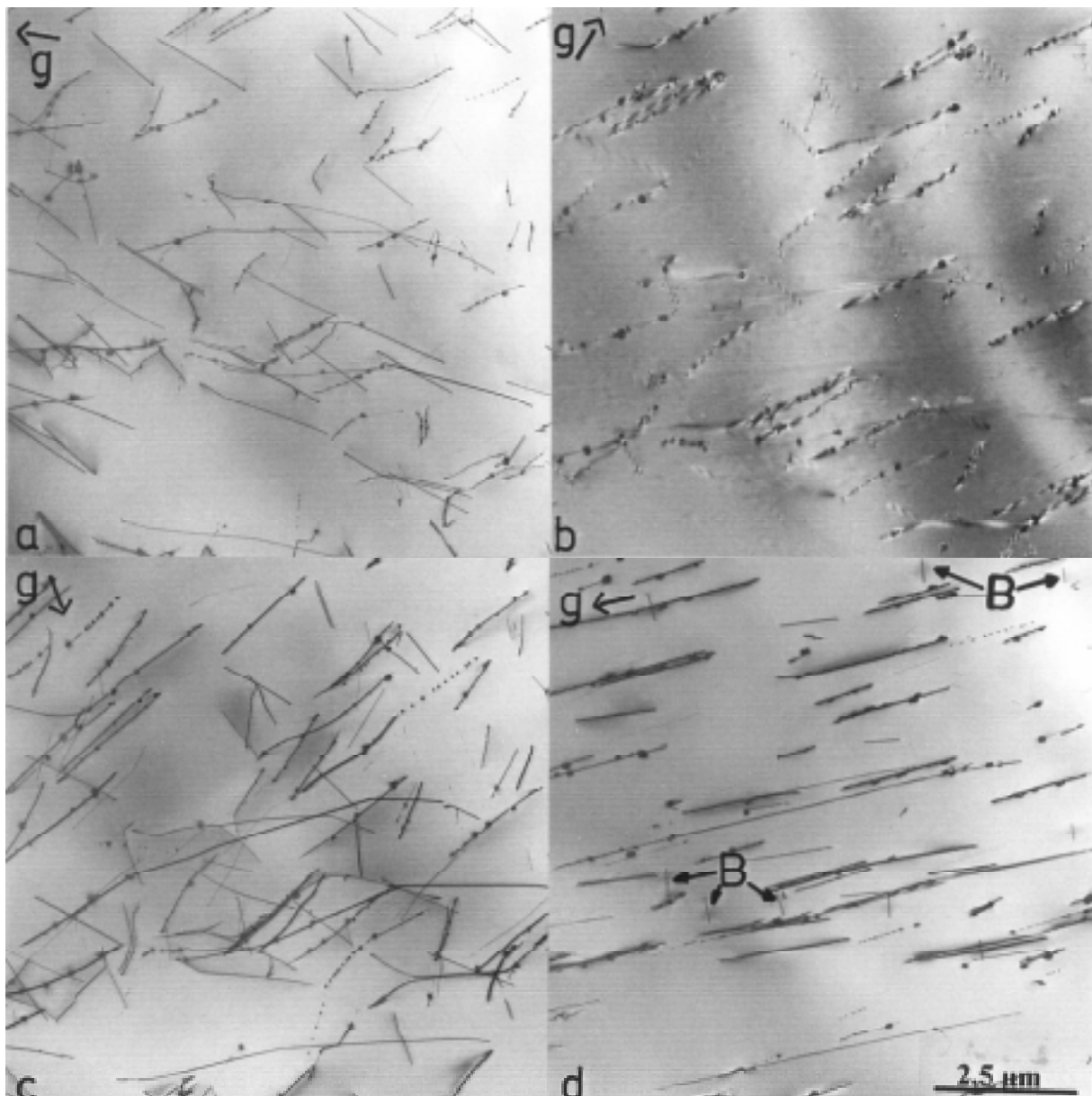


Abbildung 4.15: Analyse der Versetzungsstruktur nach Druckverformung bei 300°C um 0,37 %.

a) $\vec{g} = (01\bar{3})$, $BD \approx [031]$, b) $\vec{g} = (101)$, $BD \approx [010]$, c) $\vec{g} = (110)$, $BD \approx [\bar{1}10]$,

d) $\vec{g} = (004)$, $BD \approx [110]$.

In Abb. 4.15.d ergibt sich für alle Versetzungen des Typs A die gleiche projizierte Linienrichtung. Diese entspricht der $[001]$ -Richtung. Die Gleitebene der Versetzungen liegt daher paral-

lief zum Elektronenstrahl. Alle A-Versetzungen liegen auf $(1\bar{1}0)$ -Ebenen, da der reziproke Gittervektor dieser Ebenen senkrecht zu den abgebildeten A-Versetzungen verläuft. Der Burgersvektor von $[11\bar{1}]$ ergibt sich aufgrund der Auslöschung in Abb. 4.15.b. Der Betrag des Burgersvektors kann aus dem fehlenden Doppelkontrast in Abb. 4.15.a bestimmt werden. Die Bewegung von Versetzungen mit unvollständigem Burgersvektor wäre mit der Bildung von Fehlerflächen verbunden. Solche Flächen sind nicht nachzuweisen. Der Betrag des Burgersvektors ergibt sich somit zu $\frac{1}{2}[11\bar{1}]$. A-Versetzungen repräsentieren damit das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem.

In Abb. 4.15.c ist die Einstrahlrichtung senkrecht zur $(1\bar{1}0)$ -Gleitebene der A-Versetzungen gewählt. Sie werden daher in ihrer wahren Form abgebildet. Unter Berücksichtigung der Rotation des Beugungsbildes gegenüber der Abbildung können aus dem zugehörigen Beugungsbild die reziproken Gittervektoren in Abb. 4.15.c übertragen und so die Linienrichtungen der Versetzungen bestimmt werden. Demnach verlaufen die A-Versetzungen vorzugsweise parallel zu den $[33\bar{1}]$ -, $[001]$ -, $[111]$ - und $[331]$ -Richtungen. In ihrem Charakter sind die $\frac{1}{2}[11\bar{1}]$ -Versetzungen daher 30° -, 60° - und reine Stufenversetzungen. Nur sehr selten sind nach einer Druckverformung bei Temperaturen zwischen 300 und 500°C Versetzungen mit Schraubencharakter oder einer $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung nachzuweisen.

$[100]$ -Versetzungen (Typ B) sind nur für $(01\bar{3})$ - und (002) -Reflexe (Abb. 4.15.a, d) ausgelöscht. Für letzteren Reflex zeigen die Versetzungen des Typs B einen schwachen Restkontrast. Unter den Einstrahlbedingungen von Abb. 4.15.b zeigen sie einen punktförmigen Kontrast. Ihre Linienrichtung verläuft daher parallel zu $[010]$. $[100]$ -Versetzungen sind weniger häufig als $\frac{1}{2}[11\bar{1}]$ -Versetzungen. $[100]$ -Versetzungen treten immer einzeln und als reine Stufenversetzungen auf. Sie konnten nicht in Versetzungsknoten mit $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen nachgewiesen werden. Daher kann ausgeschlossen werden, dass sie ein Reaktionsprodukt von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen oder das Folgeprodukt von Aufspaltungen sind. $[100]$ -Stufenversetzungen können auf der Basisfläche von MoSi_2 gleiten und gehören demnach zum $(001)/\langle 100 \rangle$ -Gleitsystem.

Außerdem treten in Abb. 4.15.b schwache Restkontraste scheinbar ausgelöschter Versetzungen auf. Für keinen der verwendeten Reflexe konnten jedoch Versetzungen sichtbar gemacht

werden. Diese Kontraste können als Gleitspuren interpretiert werden, die entstehen, wenn während der Präparation oberflächennahe Versetzungen die TEM-Folie verlassen.

Oftmals treten Anordnungen paralleler Versetzungen wie in Abb. 4.16 auf. Die Burgersvektoranalyse zeigt, dass es sich dabei um $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen mit identischem Auslöschungsverhalten handelt. In der Abbildung ist ein Detail einer Versetzungsanordnung nach Druckverformung bei 300 °C sowohl mit einem \bar{g} -Reflex als auch mit dem entsprechenden $- \bar{g}$ -Reflex abgebildet. Die Pfeile markieren jeweils zwei parallel verlaufende Versetzungen. Der Abstand der abgebildeten Versetzungslinien hängt vom Vorzeichen des abbildenden Reflexes ab. Wie in Abschnitt 3.3.2. beschrieben, handelt es sich daher um Versetzungsdipole. Die Versetzungen liegen auf parallelen Ebenen. Bei einem hinreichend kleinen Abstand der Versetzungen kann der Kontrast beider Versetzungen zu einer Linie zusammenfallen.

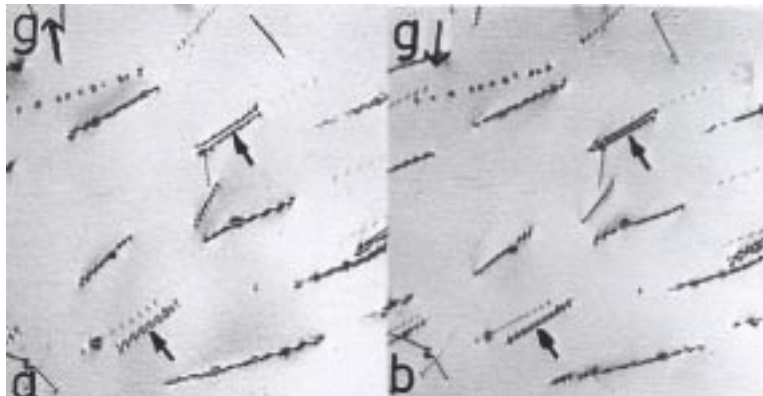


Abbildung 4.16: Ausschnittvergrößerung von Abbildung 4.15.
a) $\bar{g} = (200)$, b) $\bar{g} = (\bar{2}00)$, für beide ist $BD \approx [031]$.

Die Versetzungsbündel, die sich über mehrere Mikrometer entlang der $[001]$ -Richtung erstrecken (Abb. 4.14.b) werden durch $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf sich schneidenden $\{110\}$ -Ebenen gebildet. Dies zeigt Abb. 4.17. Hier ist ein Detail einer solchen Anordnung unter verschiedenen Einstrahlrichtungen abgebildet. Einzelne Versetzungssegmente sind mit A, B, C, D und E gekennzeichnet. In Tabelle 4.1 sind die Burgersvektoren, Linienrichtungen und die daraus resultierenden Charaktere der einzelnen Versetzungssegmente zusammengefasst.

Tabelle 4.1: Burgersvektoren und Linienrichtungen der Versetzungssegmente in Abb.4.17.

	Segment A	Segment B	Segment C	Segment D	Segment E
\vec{b}	$\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$	$\frac{1}{2} [111]$?	$\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$	$\frac{1}{2} [111]$
\vec{u}	$[1 \bar{1} 0]$	$[110]$	$[001]$	$\approx [1 \bar{1} 0]$	$[221]$
$\angle (\vec{b}, \vec{u})$	60°	60°	?	60°	20°

?: Burgersvektoranalyse nicht eindeutig.

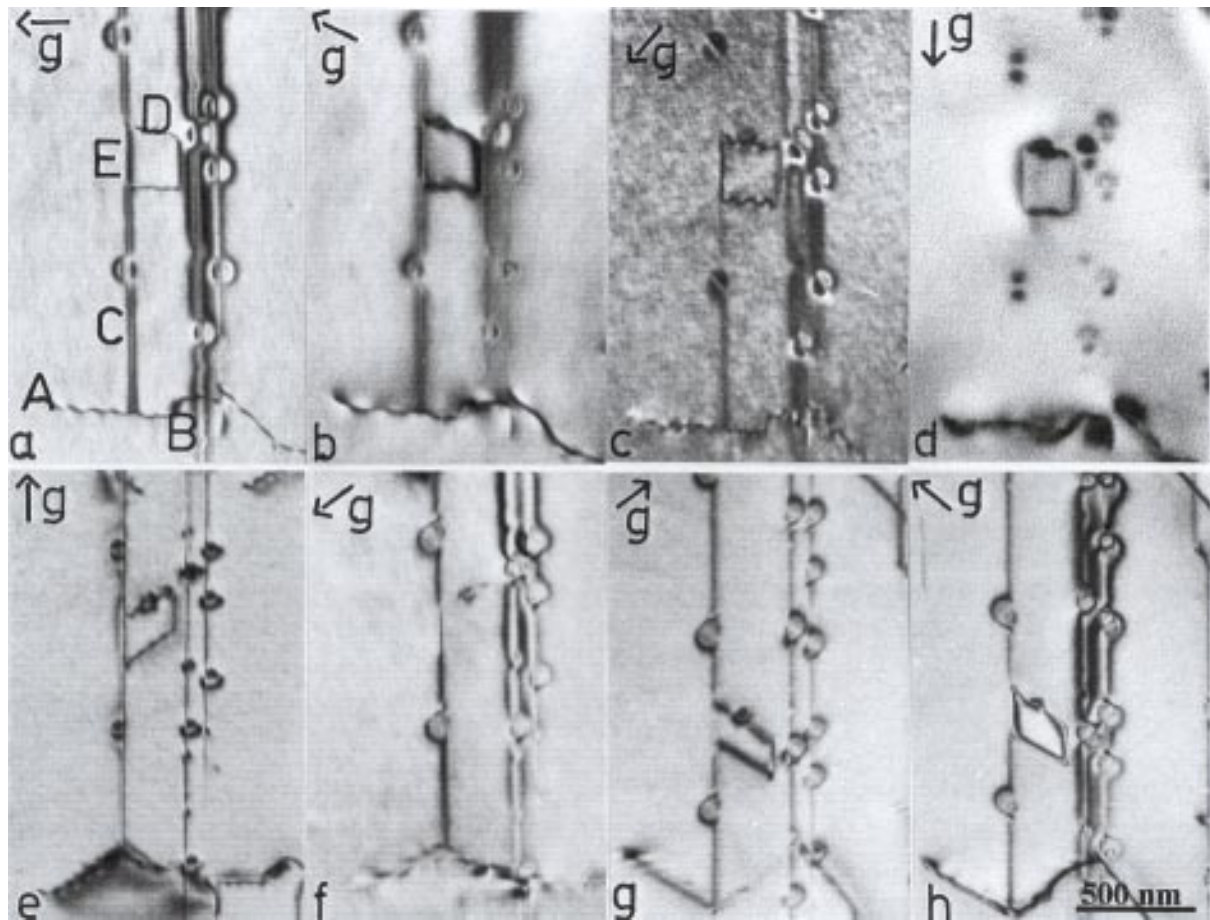


Abbildung 4.17: [001]-paralleles Versetzungssegment unter verschiedenen Zweistrahlbedingungen.

a) $\bar{g} = (\bar{2} 0 0)$, b) $\bar{g} = (\bar{1} 0 \bar{1})$, c) $\bar{g} = (\bar{1} 0 3)$, d) $\bar{g} = (0 0 8)$, für alle $BD \approx [010]$; e) $\bar{g} = (0 1 3)$,
 f) $\bar{g} = (\bar{2} 1 3)$, beide $BD \approx [03\bar{1}]$; g) $\bar{g} = (2 1 \bar{3})$, h) $\bar{g} = (\bar{2} 1 \bar{3})$, beide $BD \approx [031]$.

Die Segmente A und D bzw. B und E haben jeweils den gleichen Burgersvektor. Daher entsprechen A und D sowie B und E jeweils derselben Versetzung. Demzufolge wird die [001]-parallele Versetzungsanordnung von einer $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ - und einer $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzung gebildet. Beide Versetzungen liegen auf sich schneidenden $\{110\}$ -Ebenen. Je nach den Vorzeichen der Burgersvektoren sollte das gemeinsame C-Segment als Reaktionsprodukt einen Burgersvektor parallel zu $[010]$ oder $[101]$ annehmen. Das Kontrastverhalten von C kann jedoch nicht mit einer Reaktion zwischen einer $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ - und einer $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzung interpretiert werden. Eine eindeutige Auslöschung von C konnte nur für (002)-Reflexe und deren Vielfache erzielt werden (Abb. 4.17.d). Dieses Kontrastverhalten schließt einen $[101]$ -Burgersvektor aus. Ein $[010]$ -Burgersvektor kann jedoch nicht durch Auslöschung mit einem (200)- oder $(\bar{1}0\bar{1})$ -Reflex bestätigt werden (Abb. 4.17.a, b). Die Auslöschung des C-Segmentes für einen (008)-Reflex kann auch durch einen Burgersvektor vom $\langle 110 \rangle$ -Typ hervorgerufen werden. Ein $\langle 110 \rangle$ -Burgersvektor ist jedoch kein Reaktionsprodukt der beteiligten $\langle 111 \rangle$ -Versetzen. Die unterschiedlich starken Linienbreiten der [001]-parallelen Versetzungsabschnitte in Abb.

4.17.a und 4.17.f deuten auf parallel verlaufenden $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen, die nicht miteinander unter Bildung einer gemeinsamen Versetzung reagieren. In diesen Teilbildern zeigt das [001]-parallele Segment in Höhe der rechteckförmigen Versetzungsanordnung einen schmalen Linienkontrast. Hier ist die parallele Anordnung der Versetzungen durch eine Makrokinke der $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung (Segment D) unterbrochen. Ober- und unterhalb der rechteckförmigen Versetzungsanordnung ist der Linienkontrast breiter. Im C-Segment nehmen beide Versetzungen daher einen 30° -Charakter an. Es sei an dieser Stelle noch auf die sehr kleinen Krümmungsradien beim Wechsel der Linienrichtungen der $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung hingewiesen. [001]-parallele Anordnungen von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen werden auch zwischen mehr als zwei Versetzungen beobachtet. Mit steigender Zahl der beteiligten Versetzungen wird jedoch die Analyse der einzelnen Burgersvektoren schwieriger. In diesen Fällen können nur die Versetzungssegmente bestimmt werden, die in ihrer Linienrichtung von [001] abweichen.

4.3.2. Mikrostruktur nach Druckverformung zwischen 600 und 1000 °C

Anhand der Gleitspuranalyse der Seitenflächen verformter Druckproben wurde bereits in Abschnitt 4.1. festgestellt, dass die plastische Verformung im mittleren Temperaturbereich durch eine zunehmende Lokalisierung des Versetzungsgleitens auf {110}-Ebenen getragen wird. Dadurch bleiben große Bereiche der Druckproben nahezu unverformt. Diese stark inhomogene Verteilung der plastischen Verformung erschwert eine Analyse der Versetzungsstruktur, da sie die auswertbaren Probenbereiche stark einschränkt.

Abb. 4.18 zeigt einen Ausschnitt aus einem Gleitband nach Druckverformung bei 500 und 850 °C. Mit Ausnahme der mit A gekennzeichneten Versetzung wird dieses Band von Versetzungen mit einem Burgersvektor von $\frac{1}{2} [111]$ gebildet. Die Burgersvektoranalyse bestätigt dies durch die Auslöschung der Versetzungen für einen $(10\bar{1})$ -, $(\bar{2}11)$ - und $(\bar{2}\bar{1}3)$ -Reflex. Aus Kippexperimenten folgt, dass diese Versetzungen auf $(\bar{1}10)$ -Ebenen liegen. Die $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzungen zeigen eine strenge Ausrichtung entlang kristallographischer Orientierungen. Am häufigsten treten Linienrichtungen parallel zur [110]-Richtung auf. Diese Orientierung entspricht einem 60° -Charakter der Versetzungen. Daneben werden Vorzugsorientierungen parallel zur $[11\bar{1}]$ - und $[33\bar{1}]$ -Richtung festgestellt. Diese entsprechen einem 60° - bzw. 90° -Charakter der Versetzungen. Nur selten werden $[331]$ - und $[111]$ -orientierte Versetzungen, d.h. solche mit 30° - und Schraubencharakter, beobachtet.

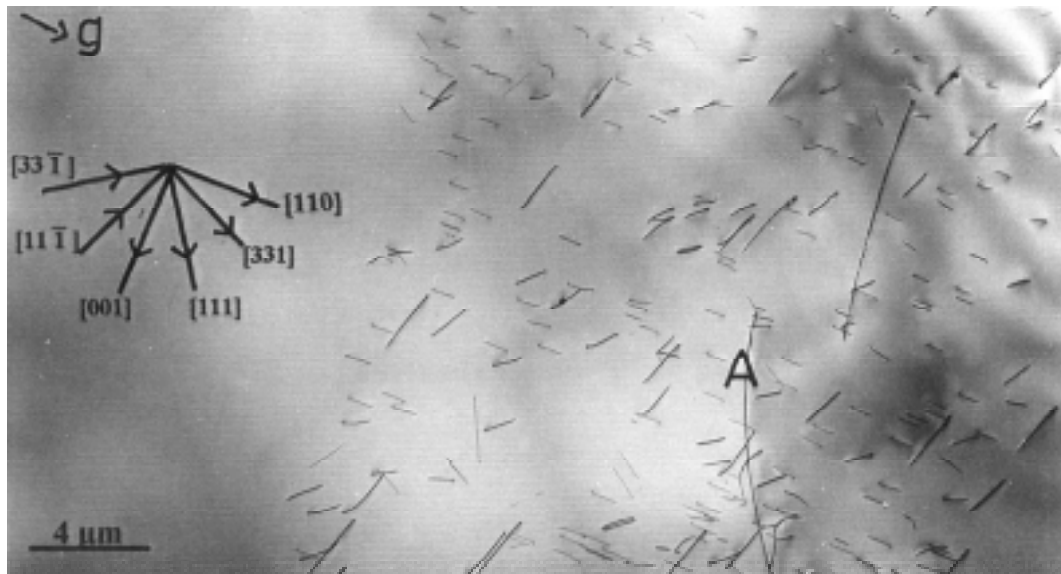


Abbildung 4.18: Versetzungsstruktur in $[201]$ -Druckproben nach Verformung bei 500 und 850 °C und $\epsilon_{\text{plast}} = 1,5\%$, $\vec{g} = (200)$, $BD \approx [010]$.

Versetzung A in Abb. 4.18 hat einen $[100]$ -Burgersvektor. Abb. 4.18 zeigt nur ein kurzes Segment dieser Versetzung. Sie liegt in der Ebene der TEM-Folie, d.h. in der (010) -Ebene. Da die parallel zur $[201]$ -Kristallrichtung aufgebrachte Druckspannung keine Komponente auf der (010) -Ebene hat, ist es unwahrscheinlich, dass diese Versetzung im Druckversuch aktiviert wurde. Es handelt sich hierbei vermutlich um eine während der Kristallzüchtung eingewachsene Versetzung.

Im Vergleich zur Mikrostruktur nach Druckverformung zwischen 300 und 500 °C lässt sich zwischen 600 und 1000 °C eine Änderung der Vorzugsorientierung der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen beobachten. Zusätzlich zu den im vorigen Abschnitt analysierten Linienrichtungen sind nach einer Druckverformung bei 750 und 850 °C auch $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtungen zu beobachten. Mit zunehmender Temperatur bestimmen $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen mit einer Ausrichtung parallel zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung das mikrostrukturelle Bild nach der Verformung. Der Winkel zwischen Burgersvektor und Linienrichtung beträgt 60°. Die anderen Orientierungen werden mit zunehmender Temperatur weniger häufig beobachtet. Dies bestätigen die Analysen der Versetzungsstrukturen, die nach einer Druckverformung bei 750 °C erzeugt wurden. Davon ausgenommen sind die zuvor analysierten $[001]$ -parallelen Versetzungsanordnungen mehrerer $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen, die auch bei Temperaturen zwischen 600 und 1000 °C nachgewiesen werden.

4.3.3. Mikrostruktur nach Druckverformung oberhalb 1000 °C

Abb. 4.19 zeigt die typische Mikrostruktur, die sich nach der Druckverformung in einem Temperaturintervall zwischen 940 und 1200 °C einstellt. Die TEM-Probe wurde parallel zu den Gleitspuren von (110)-Ebenen aus der Druckprobe präpariert. Die Versetzungsstruktur ist aufgelockert. Es sind zwei Typen von Versetzungen nachweisbar. Sie sind in Abb. 4.19 mit A und B gekennzeichnet.

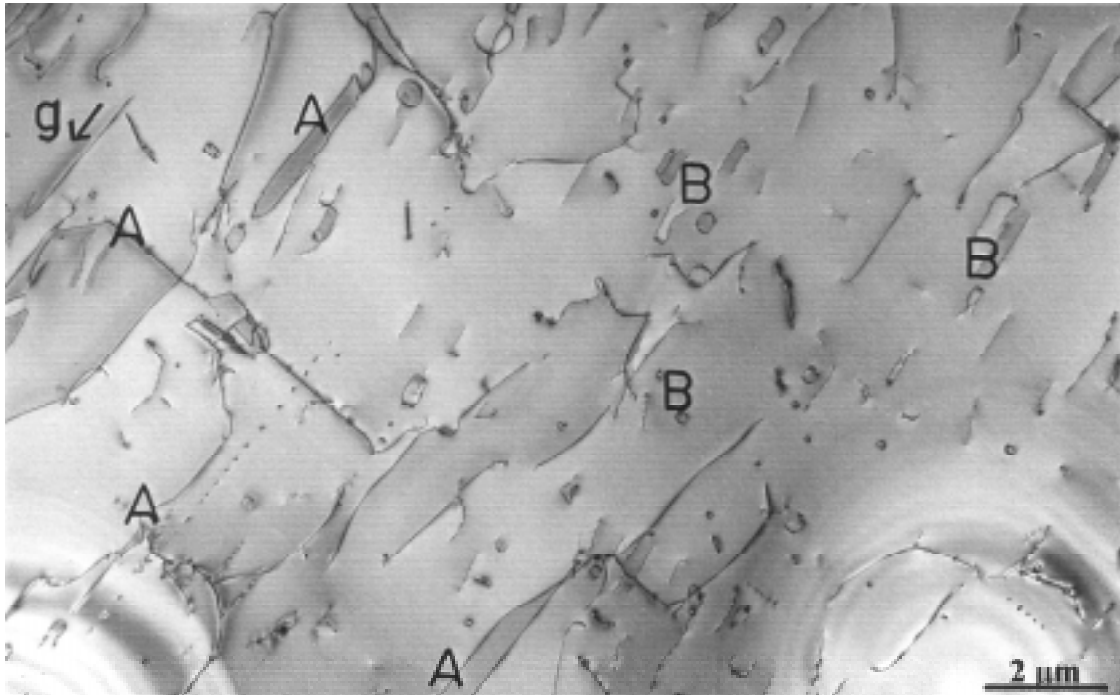


Abbildung 4.19: Versetzungsstruktur in [201]-Druckproben, verformt bei 940, 990, 1150 und 1200 °C um insgesamt ca. 1,7 %, $\bar{g} = (\bar{1} 10)$, $BD \approx [110]$.

Die langgestreckten, leicht gebogenen Versetzungen A verlaufen parallel zu den kristallographischen $[\bar{1} 10]$ - und $[001]$ -Richtungen. Anhand des Auslöschungsverhaltens ergibt sich für die $[\bar{1} 10]$ -parallelen Versetzungen ein Burgersvektor von $\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$. Sie liegen in der TEM-Folienebene (110). Das Kontrastverhalten der parallel zur $[001]$ -Richtung verlaufenden Versetzungen kann wie in Abb. 4.17 interpretiert werden. Es handelt sich also ebenfalls um $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen.

Die Versetzungen vom Typ B haben einen $[100]$ -Burgersvektor. Sie sind als einzelne Versetzungen und als Versetzungsringe und -schleifen in Abb. 4.19 erkennbar. Sehr kleine Versetzungsringe sind nahezu kreisrund und haben einen Durchmesser von ca. 150 nm. Mit zunehmender Größe geht die kreisrunde in eine langgestreckte Form über. Liegen Versetzungsringe nicht vollständig in der TEM-Folie, so werden Schleifen oder einzelne Versetzungen beobachtet.

tet. Die entsprechenden Vorzugsorientierungen der Versetzungsringe wurden durch Kippexperimente ermittelt. Demnach bilden sie Frank'sche Versetzungsringe auf (100)-Ebenen.

Dies zeigt Abb. 4.20. Hier ist ein Detail der Versetzungsstruktur aus Abb. 4.19 mit [100]-Versetzungen unter verschiedenen Einstrahlbedingungen wiedergegeben. Die obere Bildreihe, Abb. 4.20.a-c, zeigt eine Kippserie um die $[\bar{1}10]$ -Kristallachse, die untere Bildreihe, Abb. 4.20.d-f, zeigt eine Kippserie um die [001]-Kristallachse.

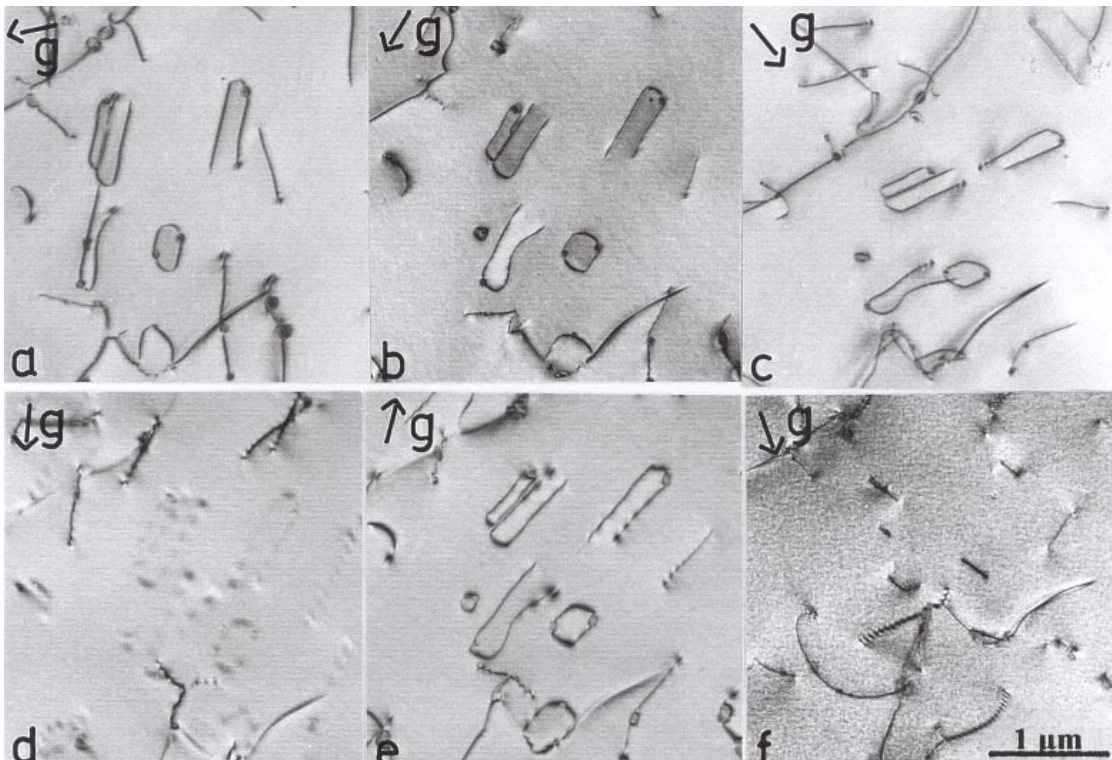


Abbildung 4.20: Detail einer Versetzungsstruktur mit [100]-Versetzungen aus Abb. 4.19.

- a) $\vec{g} = (\bar{2}1\bar{3})$, $BD \approx [33\bar{1}]$, b) $\vec{g} = (\bar{1}10)$, $BD \approx [110]$, c) $\vec{g} = (\bar{1}03)$, $BD \approx [331]$,
d) $\vec{g} = (011)$, $BD \approx [100]$, e) $\vec{g} = (\bar{1}\bar{2}\bar{3})$, $BD \approx [210]$, f) $\vec{g} = (\bar{1}03)$, $BD \approx [010]$.

Die Vorzugsorientierungen der [100]-Versetzungsringe sind die [001]- und [010]-Richtung. Die langen Segmente verlaufen parallel zur [010]-Richtung, die kürzeren parallel zur [001]-Richtung. Die Abstände zwischen den [010]-Segmenten eines Ringes betragen zwischen 200 und 300 nm. Aus den Linienrichtungen folgt, dass die Versetzungsringe auf (100)-Ebenen liegen. Dies wird anhand der unteren Kippserie in Abb. 4.20 deutlich. In Abb. 4.20.d liegt die Ebene der [100]-Versetzungen senkrecht zum Elektronenstrahl. Hier werden die Versetzungen in ihrer wahren Form abgebildet. Mit Annäherung an den [010]-Pol (Abb. 4.20.d-f) verkürzen sich die [010]-parallelen Versetzungssegmente, während die Länge der [001]-parallelen Segmente unverändert bleibt. In Abb. 4.20.f liegt die Ringebene „edge on“, d.h. parallel zum Elektronenstrahl. Der reziproke Gittervektor der (200)-Ebenen verläuft senkrecht zu den kurzen

[001]-parallelen Versetzungssegmenten. Diese Ringe und Schleifen besitzen überall Stufencharakter. Der Burgersvektor steht senkrecht auf der Ringebene.

Bei einer Verformungstemperatur von 1200 °C dominieren [100]-Versetzungen wie sie in Abb. 4.20 vorgestellt wurden. Sie sind homogen im untersuchten Probenvolumen verteilt. Zusätzlich zu den zuvor beschriebenen Linienrichtungen werden an Versetzungsschleifen [201]- und $[20\bar{1}]$ -Richtungen nachgewiesen. Demnach wären die Gleitebenen $(10\bar{2})$ und (102) . Diese enthalten jedoch nicht den analysierten Burgersvektor [100]. Bei Verformungstemperaturen oberhalb 1000 °C nimmt die Häufigkeit der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen stark ab. Statt dessen dominieren [100]-Versetzungen. Die Versetzungsstrukturen in Abb. 4.19 und 4.20 sind die Folge einer Druckverformung bei Temperaturen unter- und oberhalb 1000 °C. Daher werden sowohl $\langle 111 \rangle$ - als auch $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen nachgewiesen.

4.4. Mikrostruktur nach Verformung in anderen Druckrichtungen

In $[1801]$ -Verformungsrichtung wurden Proben ausschließlich bei 1200 °C verformt. Entlang der $[302]$ -Richtung wurden Proben bei Temperaturen zwischen 990 bis 1200 °C verformt. Die Analyse der Mikrostrukturen zeigen für beide Orientierungen eine homogene Verteilung von Versetzungen. Ein Beispiel für die jeweiligen Mikrostrukturen ist in Abb. 4.21 abgebildet. Abb. 4.21.a zeigt einen Ausschnitt der Mikrostruktur in einer $[1801]$ -Probe. Das mikrostrukturelle Bild wird von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf $\{110\}$ -Ebenen bestimmt. Diese $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen zeigen eine bevorzugte Ausrichtung entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Diese Vorzugsorientierung ist im gleichen Temperaturbereich auch in $[201]$ -orientierten Proben nach-

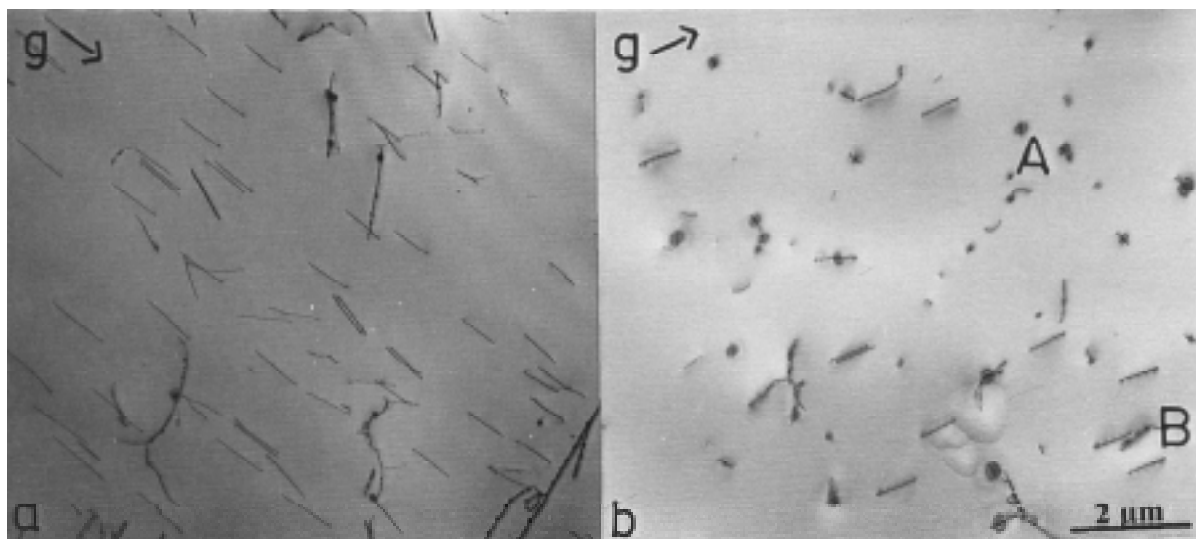


Abbildung 4.21: Versetzungsstruktur nach Druckverformung um $\epsilon_{\text{plast}} = 0,6\%$ mit $\vec{g} = (\bar{2} 00)$, $BD \approx [010]$ bei a) 1200 °C entlang $[1801]$, b) 990 und 1200 °C entlang $[302]$.

zuweisen. Abb. 4.21.b zeigt einen Ausschnitt der Mikrostruktur einer bei 990 und 1200 °C verformten [302]-Druckprobe. Die Mikrostruktur wird bestimmt durch Versetzungen mit einem [100]-Burgersvektor (A) und einer [010]-Linienrichtung, wie sie im vorigen Abschnitt in [201]-orientierten Proben nachgewiesen wurden. $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen (B) mit einer $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung sind in [302]-Proben ebenfalls nachzuweisen. Die hier beschriebenen Versetzungsstrukturen weichen also nicht wesentlich von denen bei Verformungen entlang [201] entstandenen Strukturen ab.

4.5. In-situ-Dehnexperimente im HVEM

In-situ-Dehnexperimente wurden an Mikrozugproben mit verschiedener Orientierung der Zugachse in einem Temperaturbereich von ca. 400 bis 1000 °C durchgeführt. Es wurden unverformte, und wie in den Abschnitten 4.1. und 4.2. beschrieben, vorverformte Einkristallproben für die Dehnexperimente genutzt. Eine Bewegung von Versetzungen konnte sehr häufig dann festgestellt werden, wenn die Einkristallproben zuvor in Druckexperimenten verformt wurden. Während eines In-situ-Dehnexperimentes kann eine Probe zunehmender, konstanter und abnehmender Zugbelastung ausgesetzt werden. Unverformte Proben verhielten sich in allen Dehnversuchen spröde und wurden ohne merkliche plastische Verformung zerstört. In einigen Fällen konnten Verformungsstrukturen unmittelbar an den Ufern der Risse, die zur Zerstörung der Probe führten, nachgewiesen werden. Die In-situ-Dehnexperimente endeten in den meisten Fällen mit dem Bruch der Mikrozugproben.

(FZ)-Proben mit einer [201]-Orientierung der Lastachse wurden bei Temperaturen von 440 °C, 450 °C und zwischen 800 und 1000 °C im HVEM verformt. Bei Dehnversuchen im letztgenannten Temperaturbereich war es möglich, die Bewegung von Versetzungen mit Videoaufzeichnungen zu dokumentieren. Von Dehnexperimenten bei 440 und 450 °C liegen keine Videoaufzeichnungen vor. Die Veränderungen der Mikrostruktur sind in diesen Fällen fotografisch festgehalten. Ein In-situ-Dehnexperiment an einer vorverformten [1801]-orientierten Zugprobe bei 790 °C endete mit einem Sprödbbruch der Probe ohne merkliche plastische Verformung. Anhand der Mikrostrukturanalyse wurde die Bildung flächenhafter Fehler nachgewiesen. Die Analyse dieser Fehler ist in Abschnitt 4.6. beschrieben.

Mehrere unverformte, [110]-orientierte (CZ)-Proben wurden einer Zugbeanspruchung zwischen 550 und 1140 °C ausgesetzt. Während und nach diesen Dehnversuchen wurden keine

mikrostrukturellen Veränderungen nachgewiesen. Dieser Abschnitt beschränkt sich daher auf die Ergebnisse der In-situ-Dehnexperimente an [201]-orientierten (FZ)-Mikrozugproben.

Im Verlauf der Dehnexperimente wurde im HVEM bei Temperaturen oberhalb 1000 °C eine Degradation der Probenoberfläche festgestellt. Diese Partikel sind in Abb. 4.22 für zwei verschiedene Probertemperaturen dargestellt. Ihre Häufigkeit nimmt mit der Zeit und mit zunehmender Temperatur zu. An einigen der bei höherer Temperatur beobachteten Partikel wurde in einem Raster-Elektronenmikroskop (REM) mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenstrahlung (EDX) eine Elementanalyse durchgeführt. Neben den Elementen Molybdän und Silizium wurden die Elemente Kohlenstoff und Sauerstoff in geringen Mengen nachgewiesen. Eine Analyse der chemischen Zusammensetzung und der Struktur dieser Partikel wurde nicht durchgeführt. Die Abbildung von Versetzungen und somit auch die Beobachtung ihrer Bewegung wird mit zunehmender Degradation sehr stark beeinträchtigt. Aus diesem Grund wurde in weiteren Dehnexperimenten die Probertemperatur auf maximal 1000 °C begrenzt. Unterhalb dieser Temperatur tritt kaum eine Beeinträchtigung der Versetzungsabbildung auf. Die Beobachtung von Versetzungen während eines Dehnexperimentes ist dann für mehrere Stunden möglich.

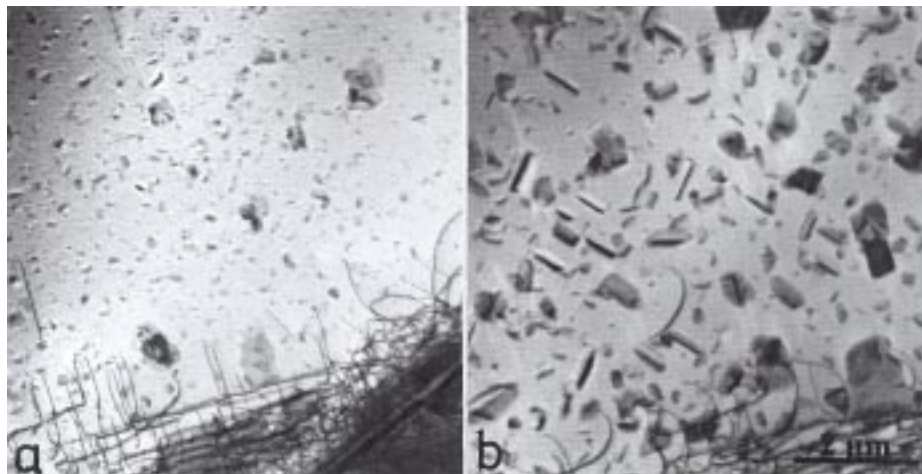


Abbildung 4.22: Degradation der Folienoberfläche eines MoSi_2 -Einkristalls während der In-situ-Dehnung im HVEM.
a) bei 1070 °C und b) bei 1170 °C.

Die Proben mit einer [201]-Zugachse konnten erfolgreich bei Temperaturen von ca. 450 °C bzw. 800 bis 1000 °C verformt werden. Bei allen Temperaturen wurden $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen bewegt. Die Verformungsstrukturen wurden in Probenbereichen mit typischen Foliendicken von ca. 0,5 bis 1,5 μm beobachtet. Die Aktivierung von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen ist in Übereinstimmung mit den Resultaten der makroskopischen Verformung und der Mikrostrukturanalyse

in den Abschnitten 4.1. und 4.3. Anhand der Ergebnisse der makroskopischen Verformung folgt, dass MoSi_2 in diesen Temperaturbereichen ein sehr unterschiedliches Verformungsverhalten zeigt. Während um 450 °C eine normale Temperaturabhängigkeit der Fließspannung auftritt, ist das plastische Verhalten zwischen 800 und 1000 °C mit einem anomalen Anstieg der Fließspannung mit steigender Temperatur verbunden. Im folgenden werden die Ergebnisse der In-situ-Dehnexperimente in diesen beiden Temperaturbereichen vorgestellt.

4.5.1. In-situ-Dehnexperimente bei 440 und 450 °C

Für diese In-situ-Dehnexperimente wurden Mikrozugproben aus vorverformten $[201]$ -Druckproben gefertigt. Die Druckverformungen wurden bei 300 und 400 °C vorgenommen. Die entsprechenden plastischen Dehnungen lagen bei $0,38$ bzw. $0,75\%$. Die Oberfläche der Zugproben ist parallel zu (010) . Es liegen keine Videoaufzeichnungen dieser Dehnexperimente im HVEM vor, da sich die Versetzungen sehr ruckartig bewegten. Die mikrostrukturellen Veränderungen wurden fotografisch festgehalten.

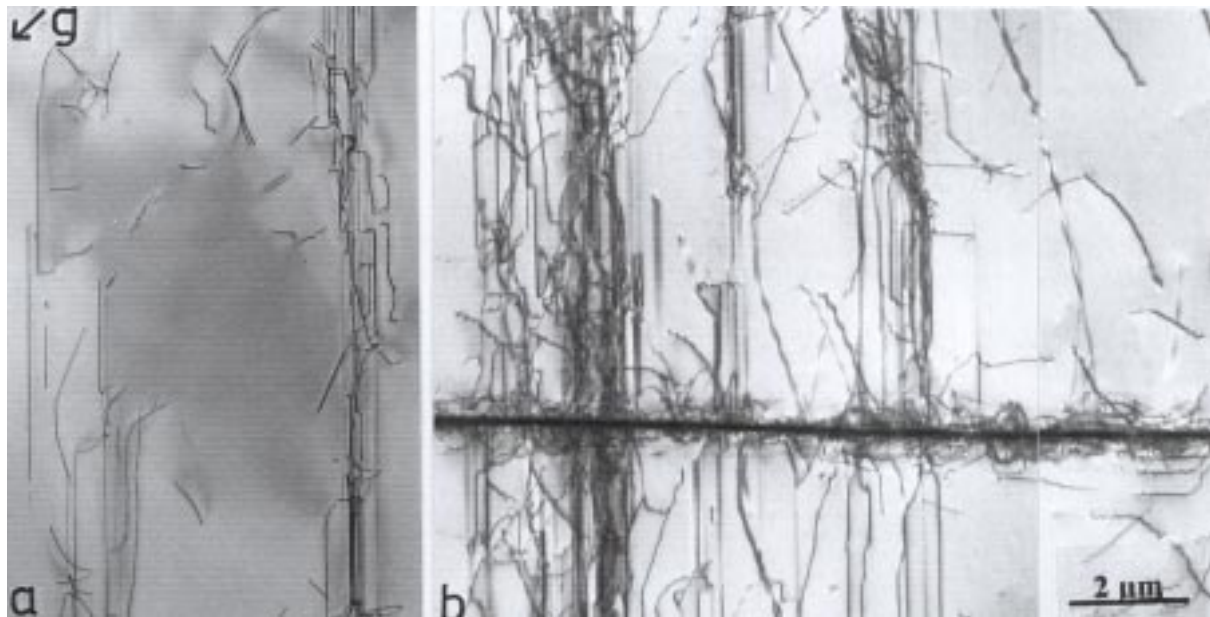


Abbildung 4.23: Verformungsgebiete in einer $[201]$ -orientierten Mikrozugprobe, die während eines In-situ-Dehnexperiments bei 450 °C entstanden; $\vec{g} = (\bar{1}01)$, $BD \approx [010]$ für a) und b).

In Abb. 4.23.a und b sind Gleitbänder abgebildet, die während eines In-situ-Dehnexperiments bei 450 °C entstanden. Diese werden von $\frac{1}{2}[\bar{1}11]$ - und/oder $\frac{1}{2}[11\bar{1}]$ -Versetzungen gebildet. Die Versetzungen ordnen sich überwiegend in Gruppen parallel zur $[001]$ -Richtung an und zeigen auch eine bevorzugte Ausrichtung entlang der $[1\bar{1}1]$ - und/oder $[111]$ -Linienrichtungen. Entlang der $[100]$ -Richtung erstreckt sich in Abb. 4.23.b am unteren Bildrand ein schmales Band, das vermutlich von Mo_5Si_3 -Ausscheidungen gebildet wird. Diese Interpretation der Verformungsgebiete soll kurz erläutert werden.

Als abbildender Reflex ist für beide Aufnahmen in Abb. 4.23 der $(\bar{1}01)$ -Reflex gewählt worden. Die Einstrahlrichtung ist in beiden Fällen parallel zur $[010]$ -Foliennormalen. Die sichtbaren Versetzungen können daher nur einen Burgersvektor parallel zu $[\bar{1}11]$ und/oder $[11\bar{1}]$ besitzen. Neben der $[001]$ -Linienrichtung zeigen die Projektionen der Versetzungen einen Verlauf parallel zu $[101]$ (Abb. 4.23.b). Für $\frac{1}{2}[\bar{1}11]$ -Versetzungen in (110) -Gleitebenen kommt daher nur die $[1\bar{1}1]$ -Linienrichtung, für $\frac{1}{2}[11\bar{1}]$ -Versetzungen in $(1\bar{1}0)$ -Gleitebenen nur die $[111]$ -Linienrichtung in Frage. Nur sehr selten sind Versetzungen mit einer abgebildeten Linienrichtung parallel zu $[100]$ wie in der unteren rechten Bildecke von Abb. 4.23.b nachzuweisen. Dies entspricht einer $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung in der $\{110\}$ -Gleitebene der Versetzungen. In allen drei Fällen besitzen die $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen einen 60° -Charakter. Die $[001]$ -parallelen Versetzungen haben einen 30° -Charakter. Eine Bestätigung für das Gleiten auf $\{110\}$ -Ebenen folgt aus der Tatsache, dass sich für die genannten Linienrichtungen der jeweiligen Versetzungen, d.h. $[111]$, $[1\bar{1}1]$ und $\langle 110 \rangle$, eine nahezu konstante Probendicke im abgebildeten Verformungsbereich ergibt.

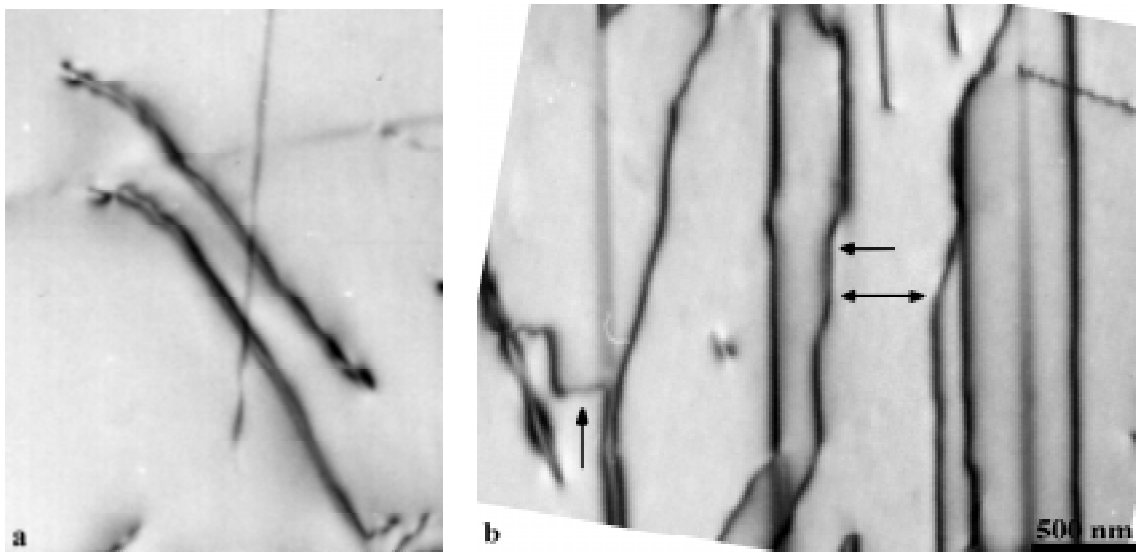


Abbildung 4.24: Detail einer Verformungsstruktur, die während eines In-situ-Dehnexperiments bei 450°C entstand. a) $\langle 111 \rangle$ -Dipole, b) Kinkenbildung entlang $[001]$ -paralleler Versetzungen.

Aus dem Verformungsgebiet in Abb. 4.23.b sind zwei Details vergrößert in Abb. 4.24 dargestellt. In Abb. 4.24.a ist ein Beispiel für die zuvor beschriebenen Versetzungen dargestellt, deren Projektionen parallel zu $[101]$ verlaufen. Die überwiegende Anzahl dieser Versetzungen zeigen Dipolcharakter. In Abb. 4.24.b ist ein Ausschnitt der $[001]$ -parallelen Versetzungen dargestellt. Entlang dieser Versetzungslinien ist die Bildung großer Kinken zu erkennen. Einige sind durch Pfeile markiert. Die Dipolanordnungen können durch Wechselwirkungen von Versetzungen auf parallelen Gleitebenen entstanden sein.

Die Analysen der Verformungsstrukturen nach In-situ-Dehnexperimenten an [201]-orientierten Zugproben haben gezeigt, dass bei Verformungstemperaturen um 450 °C die Mikrostruktur von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen bestimmt wird. Die Versetzungen zeigen eine bevorzugte [001]-Linienrichtung. Die Bevorzugung dieser Linienrichtungen kann verschiedene Ursachen haben. Dies wird in Abschnitt 5.2. diskutiert.

In Post-mortem-Analysen der Mikrostrukturen von In-situ-Zugproben wurden vereinzelt flächenhafte Fehler auf den (001)-Ebenen von MoSi_2 nachgewiesen. Diese flächenhaften Fehler weisen eine Ausdehnung von mehreren Mikrometern auf. Abb. 4.25 zeigt ein Beispiel. Die entsprechende Einkristallprobe wurde bei 300 °C unter Druck und im HVEM bei ca. 450 °C unter Zug belastet. Die Bildung dieser Fehler erfolgte vermutlich während des In-situ-Dehnexperiments. Sie wurde jedoch nicht direkt beobachtet. Ebenso kann nicht ausgeschlossen werden, dass diese flächenhafte Fehler eine Folge der vorherigen Druckverformungen sind. In den Fehlerflächen liegen $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen, die eine Linienrichtung von $\langle 110 \rangle$ besitzen. Dies deutet darauf hin, dass die Bewegung der Versetzungen durch diese flächenhaften Fehler blockiert wurde. Die Analyse der flächenhaften Fehler wird in Abschnitt 4.6. vorgestellt.

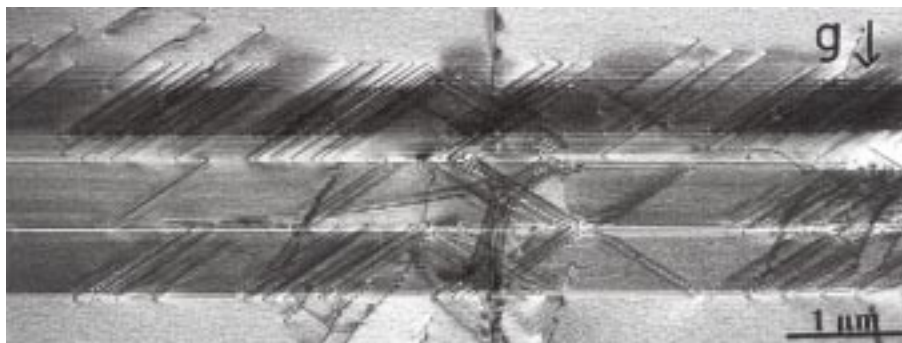


Abbildung 4.25: Flächenhafte Fehler auf (001)-Ebenen in MoSi_2 , abgebildet mit $\vec{g} = (013)$ und $BD \approx [03\bar{1}]$. In den Fehlerflächen liegen $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen.

4.5.2. In-situ-Dehnexperimente zwischen 800 und 1000 °C

Die Mikrozugproben für die In-situ-Dehnexperimente zwischen 800 und 1000 °C wurden aus unverformten und vorverformten MoSi₂-Einkristallen gefertigt. Die Oberfläche aller Zugproben verlief parallel zu (010). Die unverformten, [201]-orientierten Zugproben sind ohne merkliche plastische Verformung im Verlauf der Dehnexperimente bei 800 °C durch Bruch zerstört wurden. In einem Fall wurden jedoch nach einem Dehnversuch an der Rissoberfläche Verformungsstrukturen nachgewiesen.

In Abb. 4.26 sind zwei Verformungsgebiete abgebildet, die während eines In-situ-Dehnexperiments bei 800 °C entstanden sind. Die Einstrahlrichtung ist in beiden Abbildungen parallel zu [010]. In Abb. 4.26.a sind zwei Gleitbänder abgebildet. Die Versetzungen wurden jeweils unmittelbar aus dem Gebiet der Rissufer in das Probenvolumen emittiert. Die Versetzungen eines Gleitbandes wurden vermutlich von einer Versetzungsquelle emittiert und liegen auf der gleichen oder auf benachbarten Gitterebenen. Dies folgt aus der Tatsache, dass die Durchstoßpunkte der einzelnen Versetzungen eines Bandes auf der Folienober- und -unterseite jeweils durch eine gerade Linie miteinander verbunden werden können. Diese Linie entspricht der Gleitspur, die die Versetzungen mit ihrer Bewegung auf der Oberfläche der Zugprobe hinterlassen. Beide Gleitbänder in Abb. 4.26.a. zeigen eine Gleitspur parallel zu [001]. Als Gleitebenen kommen daher nur {110}-Ebenen in Frage. Damit ergeben sich für die abgebildeten Versetzungen Linienrichtungen von $[\bar{3}31]$ oder $[33\bar{1}]$ und solche nahe $\langle 110 \rangle$. Es war nicht



Abbildung 4.26: Verformungsstrukturen entlang des Rissverlaufes nach dem Bruch einer [201]-orientierten Mikrozugprobe in einem In-situ-Dehnexperiment bei 800 °C. a) {110}-Gleitbänder, b) [001]-parallele Versetzungen mit Kinken.

möglich, den Burgersvektor dieser Versetzungen zu analysieren. Es kann aber davon ausgegangen werden, dass während des Dehnversuches $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen aktiviert wurden. Unter dieser Voraussetzung entsprechen die Versetzungsstrukturen in Abb. 4.26.b. denen, die zuvor in Abb. 4.23 beschrieben wurden. Die Versetzungen in Abb. 4.26 zeigen neben den bevorzugten Linienrichtungen in Abb. 4.26.a auch eine bevorzugte Ausrichtung entlang der [001]-Richtung. Entlang dieser Versetzungslinien haben sich Kinken ausgebildet (Abb. 4.26.b). Dies ist ebenfalls in Übereinstimmung mit den bei tiefen Temperaturen gezeigten Versetzungsstrukturen (Abb. 4.24.b).

Neben diesen Verformungsstrukturen an den Rissufern sind in dieser Zugprobe einzelne flächenhafte Fehler auf (001)-Ebenen nachzuweisen. Ihre Bildung während des Dehnexperimentes wurde nicht unmittelbar beobachtet. Da die entsprechende Probe nicht unter Druck verformt wurde, und diese Fehler in unverformten Einkristallen nicht nachweisbar sind, ist es wahrscheinlich, dass sie eine Folge des Dehnversuches bei 800 °C sind. Sie erstrecken sich über mehrere Mikrometer. Die Analyse dieser Fehler wird in Abschnitt 4.6. vorgestellt.

Der Bruch der Mikrozugproben hat zur Folge, dass insbesondere die sehr dünnen Bereiche ausbrechen. Damit geht auch die Information der Mikrostruktur dieser Bereiche verloren. Ein nachträgliches Dünnen der Proben mittels Ionenabdünnung ist nicht möglich, da hierbei besonders das Probenmaterial an den Rissufern angetragen wird. Die in diesem Abschnitt vorgestellten Versetzungsanordnungen stammen aus den verbliebenen, dickeren Probenbereichen. Die Foliendicke beträgt hier mehr als 1,5 μm . Eine umfassende Analyse von Versetzungen und flächenhaften Fehlern unter Einbeziehung von Kippexperimenten war bei diesen Foliendicken nicht möglich.

Im folgenden werden Versetzungsstrukturen vorgestellt, deren Bildung und Bewegung im Verlauf von In-situ-Dehnexperimenten bei Temperaturen zwischen 900 und 1000 °C beobachtet wurden. Die Proben wurden aus [201]-Druckproben präpariert, die bei 1200 °C um ca. 0,45 % plastisch verformt wurden. Während der Versuche wurde die Bewegung von Versetzungen mit Videoaufzeichnungen und fotografisch festgehalten. Die Verformungsstrukturen wurden in Post-mortem-Untersuchungen am HVEM detailliert analysiert.

Der Verlauf eines In-situ-Dehnexperiments bei 1000 °C ist als Kraft-Zeit-Diagramm in Abb. 4.27 dargestellt. Dieser Dehnversuch dauerte mehrere Stunden. Der Kurvenverlauf zeigt Abschnitte, in denen die Probe unterschiedlichen Beanspruchungen ausgesetzt wurde. Es sind Abschnitte mit ansteigender Zugbeanspruchung als auch solche mit nahezu konstanter und abfallender Probenbelastung dargestellt. Die Kraft-Zeit-Kurve zeigt insbesondere am Beginn des Versuches mehrere Lastabfälle LA. Diese Lastabfälle sind eine Reaktion des Probenmaterials auf die Zugbeanspruchung. In ihrer Folge waren einige Gleitbänder in der Zugprobe nachweisbar. In diesen Bändern wurden Versetzungsdichten von $4,7 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ nachgewiesen. Der Burgersvektor der Versetzungen in diesen Gleitbändern ist ausschließlich vom Typ $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$. Da die Versetzungen während der Lastabfälle erzeugt wurden, müssen sie sich mit sehr hoher Geschwindigkeit bewegt und vervielfacht haben. Während der nachfolgenden kontinuierlichen Verformung wurde eine aktive, lokalisierte Versetzungsquelle beobachtet.

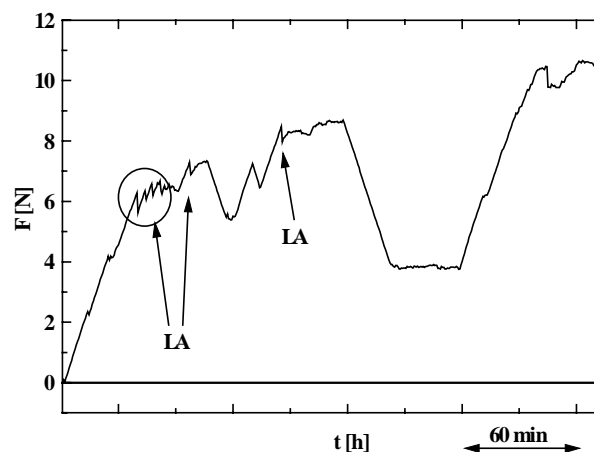


Abbildung 4.27: Kraft-Zeit-Diagramm eines In-situ-Dehnexperiments mit einer [201]-orientierten Mikrozugprobe bei 1000 °C. Lastabfälle während des Experiments sind mit LA gekennzeichnet.

Eine Videosequenz mit zeitlich aufeinanderfolgenden Zuständen dieser Quelle ist in Abb. 4.28 dargestellt. Sie emittiert Versetzungen mit einem Burgersvektor von $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$. Die Quelle Q1 besteht aus einem Segment L in der primären (110)-Gleitebene. Dieses Segment besitzt eine $[1\bar{1}0]$ -Linienrichtung. Ein zweites Segment C liegt vermutlich auf einer anderen Gleitebene und besitzt daher nur eine geringe Beweglichkeit. Der bewegliche Versetzungsarm von Q1 ist durch Pfeile markiert. Dieses Segment baucht sich unter der extern aufgebracht Last in seiner Gleitebene aus und emittiert neue Versetzungen auf parallelen Ebenen. Dabei bevorzugt der mobile Versetzungsarm Stufen- und Schraubenorientierung wie es in Abb. 4.28 (7 s)

markiert ist. Nachdem der mobile Arm die Folienoberflächen erreicht, bewegt sich die abgelöste Versetzung schnell von der Quelle Q1 fort. Die zur linken Seite emittierte Versetzung bewegt sich sehr schnell, während die zur rechten Seite emittierte Versetzung mit anderen Versetzungen wechselwirkt und sich daher langsam bewegt.

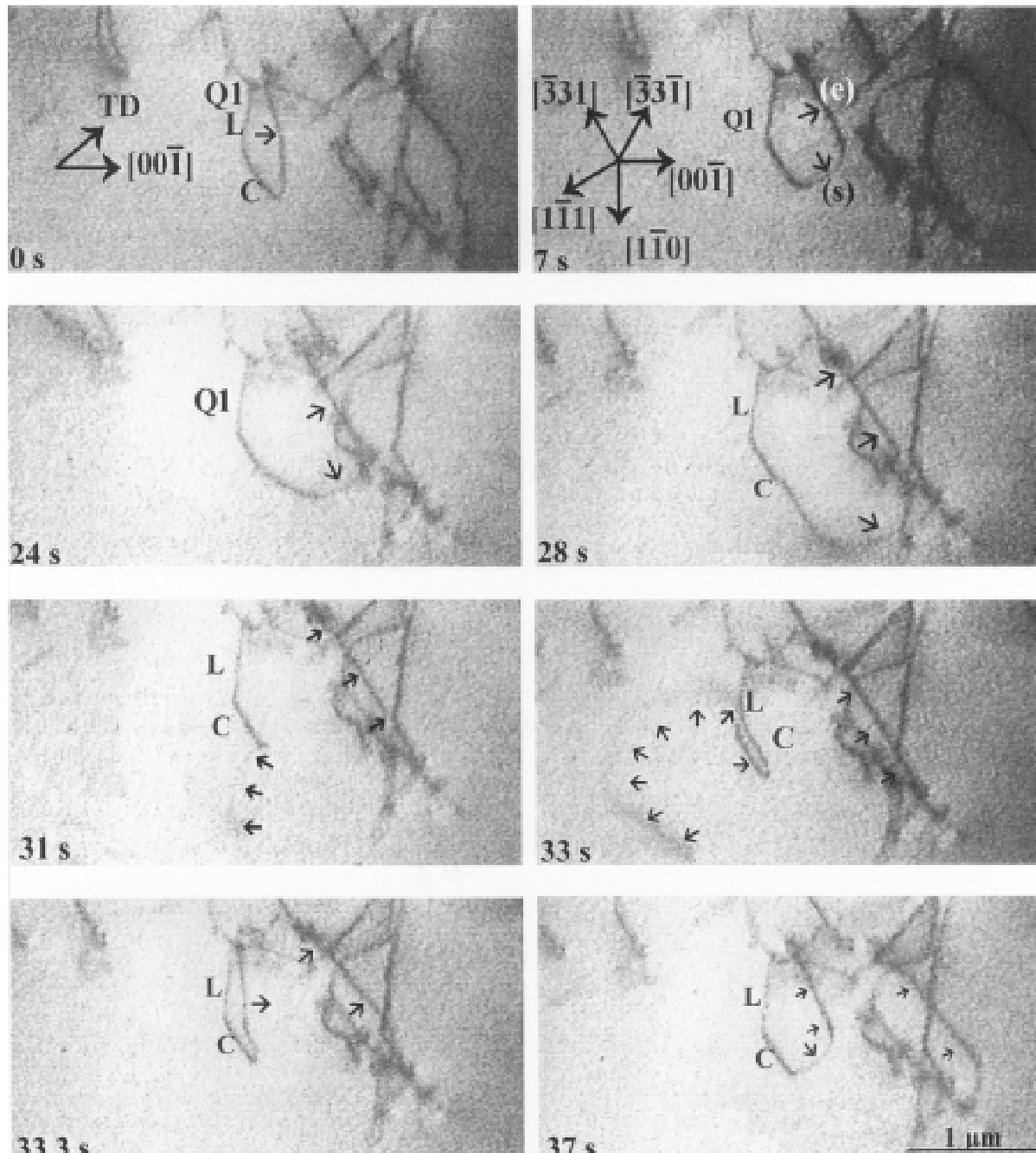


Abbildung 4.28: Videosequenz einer lokalisierten, einseitig festen Versetzungsquelle Q1, die $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzungen auf parallele (110)-Ebenen emittiert. Die Sequenz stammt aus einem In-situ-Dehnexperiment entlang [201] bei 1000 °C und einer Einstrahlrichtung [010]. Die Pfeile markieren den mobilen Arm der Quelle, (e) und (s) die Stufen- und Schraubensegmente des mobilen Arms. Die kristallographischen Richtungen in den (110)-Ebenen sind angegeben.

Dies wird aus dem Vergleich der Versetzungspositionen in Abb. 4.28 bei 33 s und 33,3 s deutlich. Die nach links laufende Versetzung wird zum Zeitpunkt 33,3 s bereits nicht mehr im dargestellten Bildausschnitt abgebildet, während die nach rechts laufende Versetzung ihre Position gegenüber 33 s kaum verändert hat. Die Versetzungsquelle emittiert Versetzungen in die gleiche oder in benachbarte Gleitebenen. Dies führt zu einer planaren Gleitung und zur Ausbildung sehr schmaler Gleitbänder. Q1 kann als lokalisierte Quelle bezeichnet werden, da sie sich während der weiteren Verformung nicht von ihrer dargestellten Position wegbewegt. Bei Erreichen einer bestimmten kritischen Spannung emittiert die Versetzungsquelle eine hohe Anzahl von Versetzungen. Während der Erstbelastung dieser Quelle waren mehr als 8 N Zugkraft zur Erzeugung von Versetzungen nötig. Im weiteren Versuchsverlauf wurden bei abnehmender Zugkraft unterhalb von 4 N ebenfalls aktive Quellen beobachtet. Nach einer ersten Aktivierung der Quellen bei hohen Spannungen können demnach auch bei geringeren Spannungen Versetzungen gebildet und bewegt werden.

In Abb. 4.29 ist eine weitere Videosequenz abgebildet, die die Bewegung von Versetzungen wiedergibt. Der Burgersvektor der Versetzungen ist wiederum $\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$. In den Teilbildern bewegen sich die Versetzungen A1 bis A4 von rechts nach links. Die Versetzungen ordnen sich bevorzugt entlang den $[1 \bar{1} 0]$ - und $[\bar{3} 3 1]$ -Richtungen in ihrer Gleitebene an. Damit haben sie 60° - und Stufencharakter. Nach der Erzeugung können sich die Versetzungen sehr leicht auf ihren Gleitebenen bewegen. Erfahren sie keine Behinderungen, so können sie sich mit hoher Geschwindigkeit bewegen. Sie gleiten viskos. Eine ruckartige Bewegung von Versetzungen wurde nicht beobachtet. Die Behinderung der Versetzungsbewegung durch die Wechselwirkung mit anderen Versetzungen ist am Beispiel der Versetzung A3 in Abb. 4.29 bei 31 s und 58 s zu erkennen. Durch die Wechselwirkung mit Versetzung A4 wird A3 an einer schnellen Bewegung gehindert. Dagegen bewegt sich A4 über den gesamten dargestellten Zeitraum sehr langsam und viskos. Jedoch wird diese Versetzung nicht durch andere behindert. Das langsame und viskose Gleiten von Versetzungen tritt also gleichzeitig neben hohen Versetzungsgeschwindigkeiten auf. Bei hohen Geschwindigkeiten nehmen die Versetzungen bevorzugt einen 60° -Charakter an. Während des viskosen Gleitens behalten die Versetzungen die genannten Linienrichtungen bei.

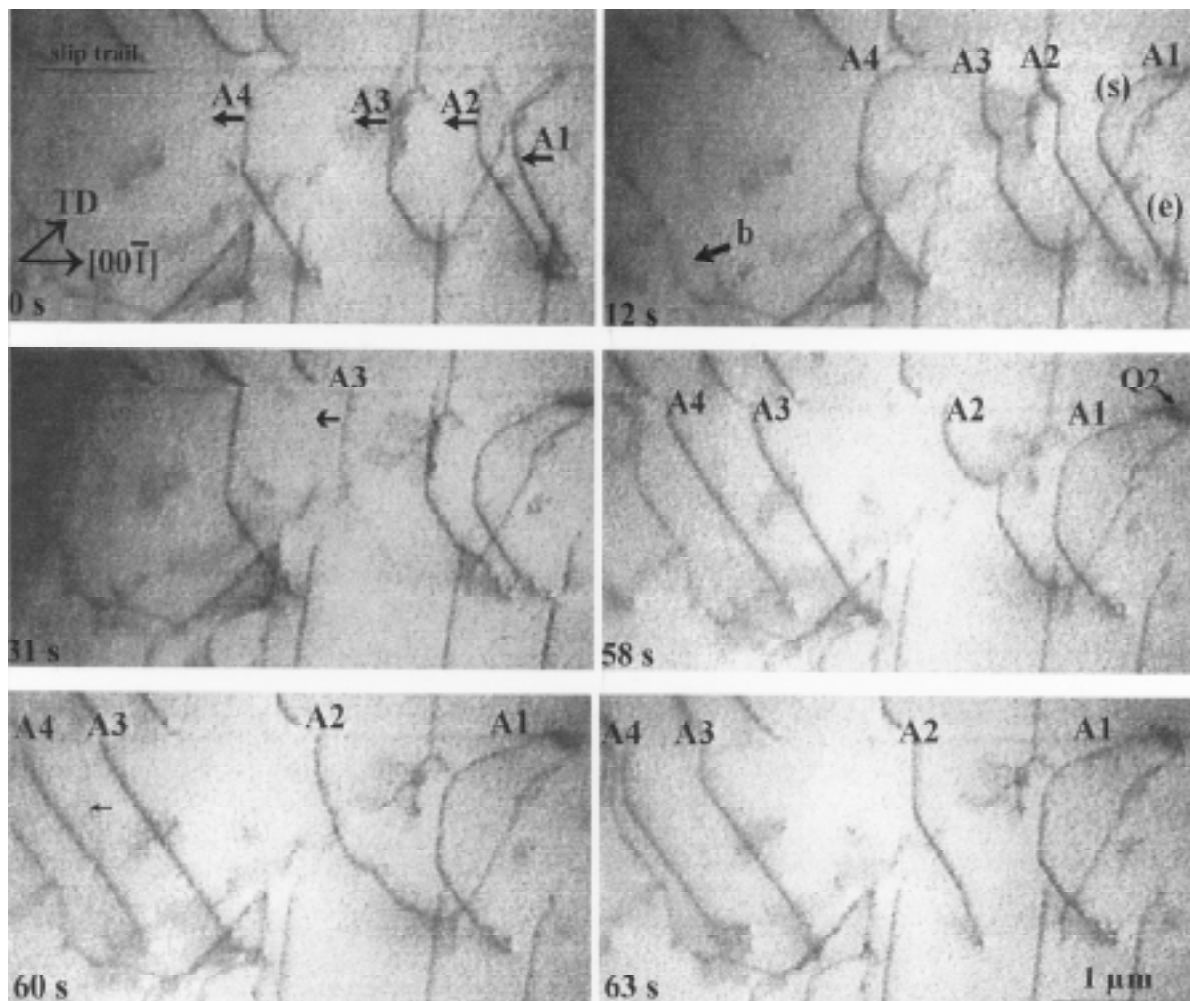


Abbildung 4.29: Videosequenz beweglicher Versetzungen mit einem $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Burgersvektor b auf benachbarten (110)-Ebenen. Die Versetzungen sind mit A1 bis A4 gekennzeichnet. Die Gleitspuren (slip trails) und die Zugachse (TD) sind markiert. Sequenz aus einem In-situ-Dehnexperiment entlang [201] bei 1000 °C und einer Einstrahlrichtung von [010].

Neben der Bewegung einzelner Versetzungen wurde die Bildung von [001]-parallelen Versetzungsanordnungen beobachtet, wie sie bereits für die Mikrostruktur nach Druckversuchen nachgewiesen wurden. In vielen Fällen wurde beobachtet, dass diese parallelen Anordnungen nur vorübergehend bestehen und sich die beteiligten $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen wieder aus dieser lösen und einzeln weiterbewegen können.

Am Beginn aller Dehnversuche zwischen 900 und 1000 °C wurde die Bildung flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen festgestellt. Sie besitzen eine Ausdehnung von mehreren Mikrometern auf der Basisfläche. Für den oben beschriebenen Dehnversuch bei 1000 °C traten diese Fehler zeitgleich mit den ersten Lastabfällen auf. Es ist daher möglich, die Bildung dieser flächenhaften Fehler mit den Lastabfällen in Verbindung zu bringen. Dies konnten weitere Dehnversuche jedoch nicht bestätigen. Die Beobachtungen während des In-situ-Dehnex-

periments bei 1000 °C sind charakteristisch für das Temperaturintervall von 900 bis 1000 °C. Weitere Dehnversuche bei ca. 900 und 920 °C bestätigten dies. Demnach kann das dynamische Verhalten der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen in diesem Temperaturbereich folgendermaßen beschrieben werden. Die Versetzungen werden in lokalisierten Quellen gebildet, sie ordnen sich entlang der $\langle 110 \rangle$ - und Stufenorientierung an. Bei einer bestimmten Spannung koexistieren eine instabile Versetzungsbewegung mit hoher Geschwindigkeit und eine viskose Bewegung mit niedriger Geschwindigkeit. Innere Spannungen zwischen den Versetzungen beeinflussen ebenfalls die Bewegung der Versetzungen.

Nach In-situ-Dehnexperimenten bei 440 und 450 °C wurden bei der nachfolgenden Mikrostrukturanalyse der Proben ebenfalls flächenhafte Fehler von mehreren Mikrometern Länge auf (001)-Ebenen nachgewiesen. Während diese nach den Versuchen bei 440 und 450 °C nur vereinzelt in den Zugproben beobachtet wurden, treten nach dem Dehnversuch bei 1000 °C sehr viele dieser Fehlerflächen auf.

4.6. Analyse flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen

In Abschnitt 4.5. wurde darauf hingewiesen, dass während der In-situ-Dehnexperimente im HVEM flächenhafte Fehler auf der Basisfläche einkristalliner MoSi_2 -Proben auftreten. In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Analyse dieser flächenhaften Fehler vorgestellt. Es werden zunächst die flächenhaften Fehler beschrieben, die im Verlauf von In-situ-Dehnexperimenten nachgewiesen wurden. Dem schließen sich die Ergebnisse aus In-situ-Temperversuchen mit TEM-Folien aus verformten und unverformten MoSi_2 -Proben an. Die jeweiligen Probenbehandlungen der im folgenden beschriebenen In-situ-Dehn- und In-Situ-Temperversuche sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst. Sie beinhaltet die jeweilige Temperatur der Druckvorverformung T_{DR} und die maximale Temperatur $T_{\text{IN-SITU}}$ des In-situ-Dehn- bzw. In-Situ-Temperversuchs. Die Versuchsart wird durch Z (Zugversuch) und T (Temperversuch) gekennzeichnet. Außerdem sind die Orientierungen der Proben in Druck- und Zugversuchen und die Kristallzüchtungsart (FZ oder CZ) angegeben. In der nachfolgenden Analyse der flächenhaften Fehler wird mittels des Probennamens auf die entsprechende Probenbehandlung verwiesen.

Tabelle 4.2: Übersicht der Probenbehandlungen zur Untersuchung der Bildung von flächenhaften Fehlern auf (001)-Ebenen.

T _{DR} [°C]	max. T _{IN-SITU} [°C]	Versuchsart Z / T	Verformungs- richtung	FZ / CZ	Probenname
400	440	Z ?	[201]	FZ	A
300	450	Z ?	[201]	FZ	B
1200	790	Z	[1801]	FZ	C
---	800	Z	[201]	FZ	D
1200	1000	Z	[201]	FZ	E
990, 1200	550	T	[302]	FZ	F
500, 850	630	T	[201]	FZ	G
---	650	T	unverformt	FZ	H
600, 790, 1200	650	T	[110]	CZ	I
300, 400, 600	670	T	[201]	FZ	J

?: Die Bildung der Fehler infolge des In-situ-Dehnexperiments konnte nicht zweifelsfrei festgestellt werden.

4.6.1. Erste Beobachtungen der flächenhaften Fehler

Die Bildung flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen wurde erstmals während und nach In-situ-Dehnexperimenten der Proben C, D und E beobachtet. Die Bildung von flächenhaften Fehlern in den Proben A und B kann nicht zweifelsfrei der Zugverformung während der In-situ-Dehnexperimente zugeordnet werden. Mit Ausnahme der Proben D, H und I wurden alle TEM-Proben aus makroskopischen Druckproben gefertigt, in die durch die Druckverformung hauptsächlich $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen eingebracht wurden. Die entsprechenden Mikrostrukturen wurden bereits in den Abschnitten 4.3. und 4.4. charakterisiert.

Abb. 4.30 zeigt die während der In-situ-Dehnexperimente in den Proben C und E entstandenen Fehler. In Probe C wurden sie bei einer Temperatur von 790 °C vor dem Beginn der Belastung festgestellt (Abb. 4.30.a). In Probe E wurden diese Fehler bei 1000 °C und anliegender Zugkraft beobachtet (Abb. 4.30.b). Die Mikrozugproben wurden jeweils im anschließenden Dehnversuch weiterverformt. Während der Versuche wurden weder der Prozess der Fehlerbildung noch deren Größenänderung beobachtet. In Abb. 4.30 haben beide TEM-Folien eine Foliennormale parallel zur [010]-Richtung. Die (001)-Ebenen liegen parallel zum einfallenden Elektronenstrahl. Die flächenhaften Fehler sind daher als Linienkontrast senkrecht zur [001]-Richtung abgebildet. Die Ausdehnung der Fehler in Abb. 4.30.a und b ist sehr unterschiedlich. In Probe C sind sie ca. 500 nm lang. In Probe E werden Ausdehnungen von 10 µm und mehr gemessen. Diese großen Unterschiede in den Abständen der berandenden Partialversetzungen deuten auf einen Gleitvorgang in der (001)-Ebene hin. Beide Angaben können jedoch nur eine

grobe Orientierung zur Größe der Fehlerflächen bieten, da die Ausdehnungen einzelner Fehlerflächen in einer Probe mitunter auch sehr unterschiedlich sind.

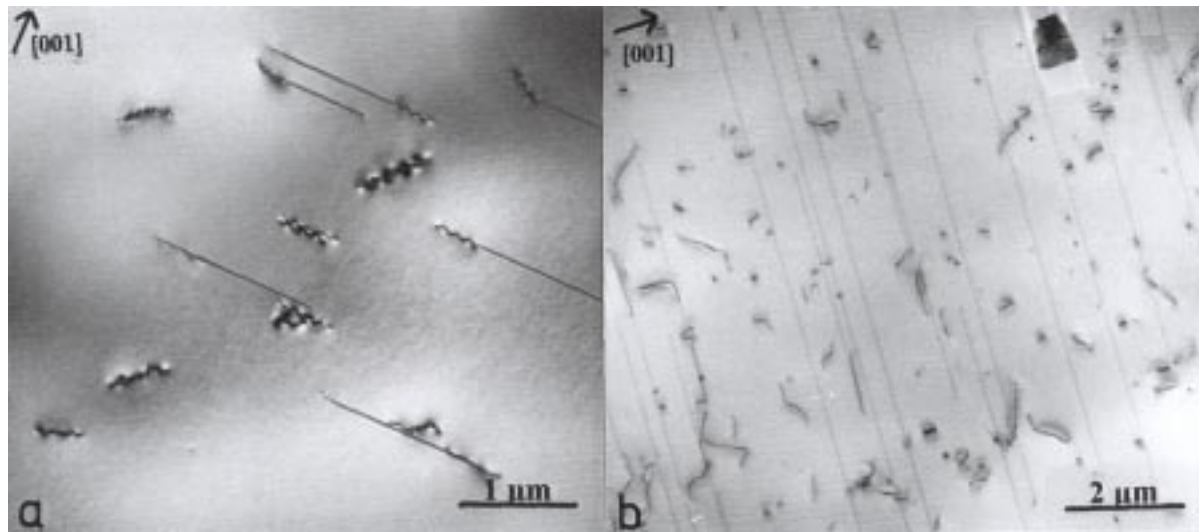


Abbildung 4.30: Bildung flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen während der In-situ-Dehnung von MoSi_2 .
a) Probe C vor der Belastung bei 790 °C; b) Probe E unter Zugbelastung bei 1000 °C.

In Post-mortem-Analysen wurden die flächenhaften Fehler charakterisiert. Abb. 4.31 zeigt (001)-Fehlerflächen unter verschiedenen Abbildungsbedingungen, die während des zuvor genannten In-situ-Dehnversuches bei 1000 °C in Probe E entstanden. Durch ein Kippen der Probe um die [100]-Achse werden die (001)-Ebenen und somit auch der für flächenhafte Fehler typische Streifenkontrast sichtbar (Abb. 4.31.b, c). Abb. 4.31.a zeigt die senkrecht in der TEM-Folie liegenden Fehler als Linien. Abb. 4.31.b und c zeigen eine Hellfeldabbildung und

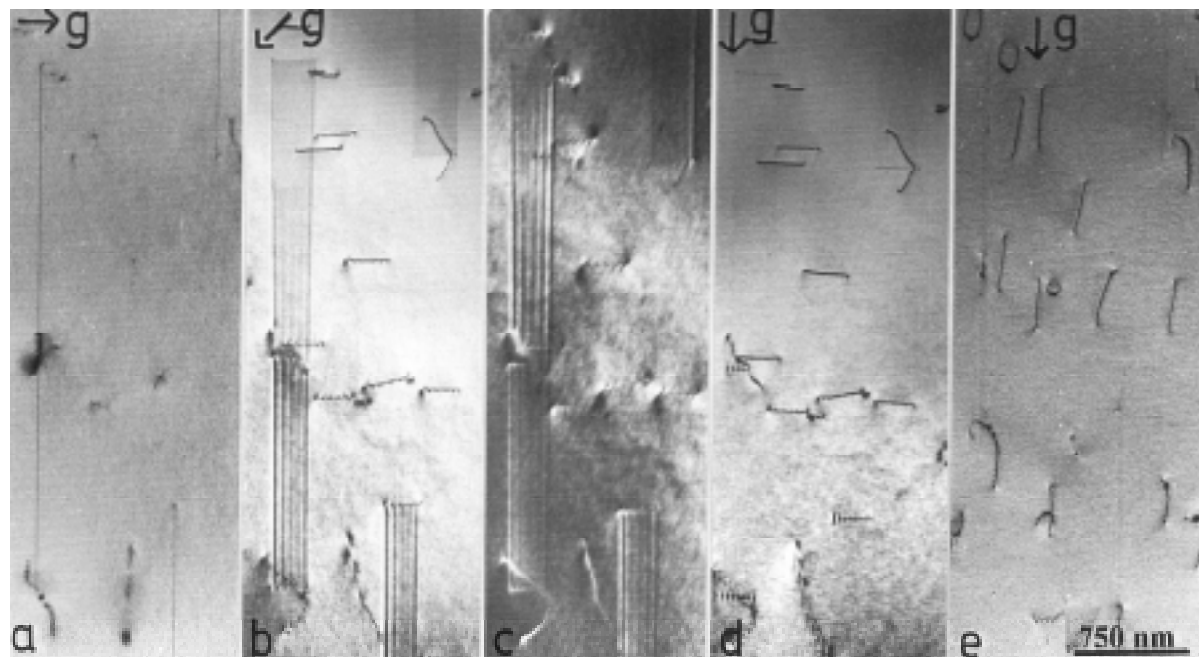


Abbildung 4.31: Kontrastverhalten der flächenhaften Fehler auf (001)-Ebenen in Probe E.
a) $\vec{g} = (00\bar{2})$, $BD \approx [010]$, b) $\vec{g} = (213)$, $BD \approx [03\bar{1}]$, c) $\vec{g} = (213)$ unkorrigierte Dunkelfeldaufnahme, $BD \approx [03\bar{1}]$, d) $\vec{g} = (200)$, $BD \approx [03\bar{1}]$, e) $\vec{g} = (\bar{1}\bar{1}0)$, $BD \approx [\bar{1}10]$.

eine unkorrigierte Dunkelfeldabbildung mit dem gleichen Reflex. Im Hellfeld zeigen die flächenhaften Fehler einen symmetrischen Streifenkontrast. In Abb. 4.31.b ist dies jeweils ein heller Streifen unmittelbar unterhalb der Folienoberfläche. Für den abbildenden Reflex nimmt $\sin \alpha$ daher einen positiven Wert an, wobei α der Phasensprung in der Grenzfläche des Fehlers ist. Die Dunkelfeldabbildung in Abb. 4.31.c zeigt einen asymmetrischen Streifenkontrast. Dieser endet an der Folienoberseite mit einem hellen Kontraststreifen und an der Folienunterseite mit einem dunklen Kontraststreifen. Der symmetrische Streifenkontrast im Hellfeld und der asymmetrische Streifenkontrast im Dunkelfeld sind kennzeichnend für einen einfachen intrinsischen Stapelfehler. Abb. 4.31.a und die Auslöschung des Streifenkontrastes in Abb. 4.31.d und e ergeben einen parallel zur $[001]$ -Richtung verlaufenden Fehlervektor \vec{R}_F .

Ein Beispiel für die Analyse der Partialversetzungen, die die Stapelfehler beranden, ist in Abb. 4.32 gezeigt. Die Stapelfehler A und B entstanden in Probe C. Die Partialversetzungen sind mit (A1, A2) und (B1, B2) bezeichnet. Alle Versetzungen zeigen eine gestreckte Form und verlaufen etwa parallel zu $[110]$ (A1, A2, B1) bzw. $[\bar{1}30]$ (B2). Das abgebildete Auslöschungsverhalten der Partialversetzungen ist in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Die Sichtbarkeit wird mit „+“, die Auslöschung mit „-“ gekennzeichnet. Für A1 und B2 ergibt sich ein Burgersvektor parallel zu $[001]$. Für A2 und B1 ist die Analyse nicht eindeutig.

Tabelle 4.3: Auslöschungsverhalten der Partialversetzungen A1, A2, B1, B2 und des Stapelfehlerkontrastes SF in Abb. 4.32.

\vec{g}	$(0\bar{1}\bar{3})$	(213)	$(\bar{2}13)$	(200)	$(\bar{1}10)$	(110)	(002)
A1	+	+	+	-	-	-	?
A2	+	+	?	+	-	+	?
B1	+	+	?	+	-	+	?
B2	+	+	+	-	-	-	?
SF	+	+	+	-	-	-	-

? : keine zweifelsfreie Interpretation des Kontrastverhaltens möglich

Alle vier Partialversetzungen sind mit dem $(\bar{1}10)$ -Reflex ausgelöscht (Abb. 4.32.e). Mögliche Burgersvektoren verlaufen demnach parallel zu $[11\bar{1}]$, $[33\bar{1}]$, $[110]$ und $[001]$. Da alle vier Partialversetzungen in Abb. 4.32.a und b sichtbar sind, entfallen $[33\bar{1}]$ und $[11\bar{1}]$ als mögliche Burgersvektoren. Neben der Auslöschung in Abb. 4.32.e sind A1 und B2 zudem noch mit den Reflexen (110) und (200) ausgelöscht (Abb. 4.32.d, f, h). Dieses Kontrastverhalten kann nur durch einen $[001]$ -Burgersvektor hervorgerufen werden. Die anderen Partialversetzungen,

A2 und B1, sind mit den Reflexen (110) und (200) sichtbar. Die Stapelfehler werden demnach nicht von zwei [001]-Burgersvektoren eingeschlossen. Nach dem bisher beschriebenen Auslöschungsverhalten bleiben als mögliche Burgersvektorrichtungen [111], [331] und [110].

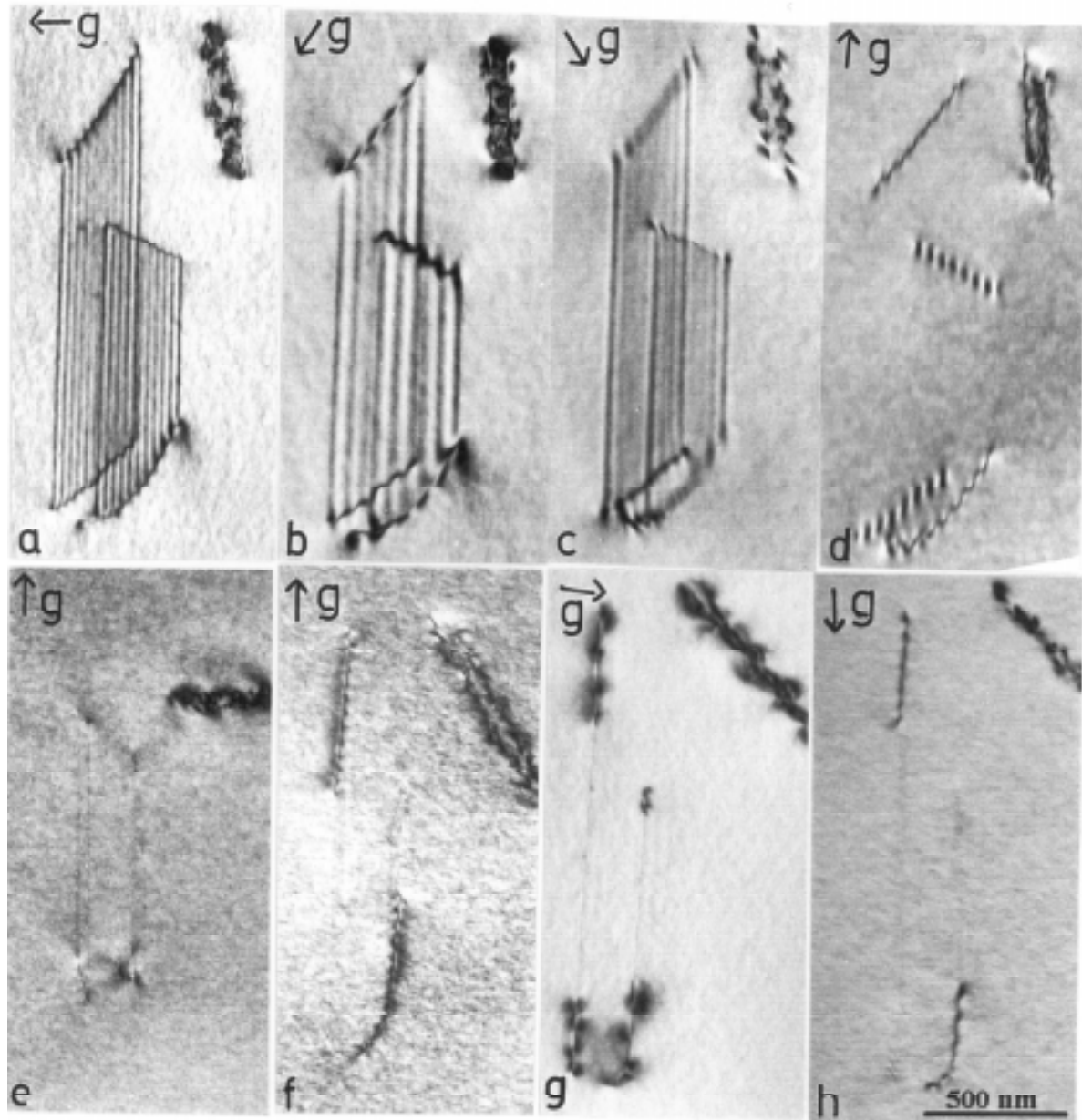


Abbildung 4.32: Burgersvektoranalyse der Partialversetzungen in Probe C. a) $\bar{g}=(0\bar{1}\bar{3})$, b) $\bar{g}=(213)$, c) $\bar{g}=(\bar{2}13)$, d) $\bar{g}=(200)$, für alle ist $BD \approx [03\bar{1}]$; e) $\bar{g}=(\bar{1}10)$, $BD \approx [110]$, f) $\bar{g}=(110)$, $BD \approx [\bar{1}10]$; g) $\bar{g}=(00\bar{2})$, h) $\bar{g}=(\bar{2}00)$, für beide ist $BD \approx [010]$.

Die zweifelsfreie Zuordnung eines Burgersvektors für die Partialversetzungen A2 und B1 anhand weiterer Zweistrahlabbildungen, von denen zwei in Abb. 4.32.c und g abgebildet sind, war nicht möglich. Im Falle einer Auslöschung des Linienkontrastes von A2 und B1 in Abb. 4.32.c wären die entsprechenden Burgersvektoren parallel zu [331]. Werden A2 und B1 in Abb. 4.32.c jedoch als sichtbare Partialversetzungen interpretiert, so können die Burgersvek-

toren nur parallel zu [110] oder [111] sein. Die verschiedenen Möglichkeiten werden im Abschnitt 5.5. diskutiert.

4.6.2. Bildung flächenhafter Fehler bei In-situ-Temperversuchen

Die bisher vorgestellten Ergebnisse haben gezeigt, dass Stapelfehler auf (001)-Ebenen ohne Einwirken äußerer Kräfte bei Temperaturen unter 800 °C entstehen können. Unter dem Einfluss externer Zugbelastung können die berandenden Partialversetzungen eines Stapelfehlers einen sehr großen Abstand annehmen. Dies gilt gleichermaßen für Verformungen bei relativ niedrigen (Abschnitt 4.5.1.) und relativ hohen Temperaturen. Diese Tatsache deutet auf die Gleitfähigkeit von mindestens einer der beiden Partialversetzungen auf der Basisfläche hin. Die Burgersvektoranalyse der Partialversetzungen in Abb. 4.32 ist unvollständig. Es kann aber mit Sicherheit festgestellt werden, dass die berandenden Partialversetzungen eines Stapelfehlers verschieden sind. Jeweils ein Burgersvektor steht senkrecht auf der Fläche der Stapelfehler. Die Burgersvektoranalyse lässt die Möglichkeit zu, dass die Bildung eines Stapelfehlers mit der Bildung einer auf der Basisfläche gleitfähigen Versetzung verbunden ist. In diesem Fall muss der entsprechende Burgersvektor in der Fehlerebene liegen. Die Dissoziation einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzenungen entsprechend

$$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle \rightarrow \frac{1}{2} \langle 001 \rangle + \frac{1}{2} \langle 110 \rangle \quad (4.1.)$$

oder

$$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle \rightarrow \frac{1}{3} [001] + \frac{1}{6} \langle 331 \rangle \quad (4.2.)$$

kann die Ursache für die Bildung der (001)-Stapelfehler sein und einige der möglichen Partialversetzungen erklären. Jedoch konnte die Bildung der Stapelfehler nicht direkt beobachtet werden. Um die Frage nach deren Ursprung zu klären, wurden TEM-Folien für In-situ-Temperversuche im HVEM präpariert. Für die Temperversuche wurde ein Heiztisch verwendet, der eine Probenerwärmung auf maximal 800 °C zulässt.

Zunächst wurden Temperversuche an unverformten MoSi_2 -Einkristallen (Probe H) durchgeführt. Die entsprechenden TEM-Folien wurden schrittweise auf maximal 650 °C erwärmt. In den versetzungsfreien Proben können nach dem Tempern keine flächenhaften Defekte nachgewiesen werden. Eine Kondensation von strukturellen und/oder thermischen Leerstellen in einem ansonsten fehlerfreien Kristall kann daher für die Bildung der Stapelfehler nicht verantwortlich gemacht werden. In einem nächsten Schritt wurden TEM-Proben aus bereits verformten MoSi_2 -Einkristallen für die Temperversuche benutzt. Diese TEM-Proben wurden aus Druckproben mit unterschiedlichen Orientierungen der Druckachsen präpariert. Es wurde

Probenmaterial verwendet, das entweder überwiegend $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen oder $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen enthält.

Probe I enthält aufgrund der vorangegangenen Druckverformung hauptsächlich $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen. Die entsprechenden TEM-Proben wurden auf maximal 650 °C erwärmt. Die Bildung von Stapelfehlern auf (001)-Ebenen durch eine Dissoziation von $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen oder eine Kondensation von Leerstellen an $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen wurde nicht nachgewiesen.

Aufgrund der jeweils vorangegangenen Druckverformungen enthalten die Proben F, G und J hauptsächlich $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen. In allen TEM-Folien wurden nach Abschluss der In-situ-Temperversuche Stapelfehler auf (001)-Ebenen nachgewiesen. Die Bildung der Stapelfehler wurde bei Temperaturen von 550 , 630 und 670 °C festgestellt.

Abb. 4.33 zeigt eine Probenstelle der Probe G mit $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzungen vor, während und nach dem Tempern. Die Pfeile markieren die Positionen, an denen sich Stapelfehler auf (001)-Ebenen bei 630 °C gebildet haben. Die Flächen der Stapelfehler werden jeweils von zwei Versetzungen begrenzt, wobei sich jeweils eine am Ort einer zuvor undissoziierten $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzung befindet. Während in Abb. 4.32 einzelne Stapelfehler abgebildet sind, zeigt Abb. 4.33, dass sich entlang einer Versetzungslinie mehrere Stapelfehler ausbilden können. Die Auswertung mehrerer Temperversuche hat ergeben, dass entlang einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzung

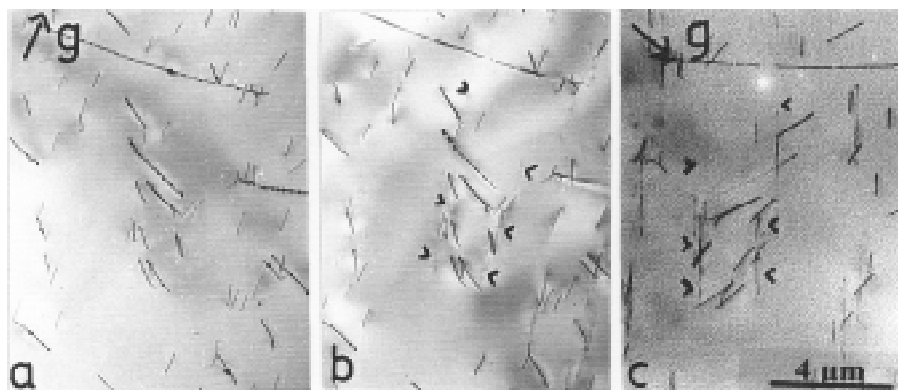


Abbildung 4.33: In-situ-Temperversuch an Probe G. Die Probenstelle zeigt $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzungen. a) vor dem Tempern bei Raumtemperatur, $\bar{g} = [200]$, b) während des Tempers bei 630 °C , $\bar{g} = [200]$, c) post-mortem, bei Raumtemperatur, $\bar{g} = [\bar{1} 03]$, für alle $BD \approx [010]$. Die Folienober- und -unterseite in c) ist gegenüber a) und b) vertauscht.

genau dann mehrere Stapelfehler entstehen, wenn deren Linienrichtung von $\langle 110 \rangle$ abweicht. In Abb. 4.33 haben die $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzen eine Linienrichtung von $[11 \bar{1}]$ oder $[33 \bar{1}]$. Die gleiche Probe enthält auch $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzen mit einer $[\bar{1} 10]$ -Linienrichtung. In diesen Fällen wurde entlang der gesamten Versetzungslinie die Bildung eines einzelnen Stapelfehlers beobachtet. Diese Ergebnisse zeigen, dass die Bildung der Stapelfehler auf einer Dissoziation von $\langle 111 \rangle$ -Versetzen beruhen.

4.6.3. Charakterisierung der entstandenen Fehlerflächen

Im In-situ-Temperversuch mit TEM-Folien der Probe F wurde die Bildung von Stapelfehlern durch eine Dissoziation von $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzen bei 550 °C beobachtet. In Abb. 4.34 ist das Kontrastverhalten der Stapelfehler unter verschiedenen Zweistrahlabbildungen dargestellt. Für alle Aufnahmen wurde ein Abweichungsvektor von $(\bar{s} \approx 0)$ gewählt, um den Kontrast der Fehlerfläche gut abzubilden [55]. Die bereits in den Abb. 4.31 und 4.32 gezeigte Auslöschung des Streifenkontrastes mit den Reflexen (200), (110) und $(\bar{1} 10)$ bestätigt lediglich einen Fehlervektor \vec{R}_F parallel zur [001]-Richtung. Damit kann jedoch nicht der Betrag von $\vec{R}_F = \frac{1}{n}[001]$, mit $(n \in G)$, ermittelt werden, da für die genannten Reflexe das Skalarprodukt $\vec{g} \cdot \vec{R}_F = 0$ ergibt. Der Betrag des Fehlervektors kann unter Mithilfe von Reflexen ermittelt werden, die nicht in der Fehlerfläche liegen. In diesen Fällen ist der Streifenkontrast ausgelöscht, wenn $\vec{g} \cdot \vec{R}_F$ ganzzahlige Werte annimmt. Aufgrund der Struktur von MoSi_2 kann \vec{R}_F nur folgende Werte annehmen: $\frac{1}{6}[001]$, $\frac{1}{3}[001]$ oder $\frac{1}{2}[001]$. Die abbildenden Reflexe in Abb. 4.34.a-c sind derart gewählt, dass $\vec{g} \cdot \vec{R}_F$ in dieser Reihenfolge die Werte $\frac{3}{n}$, $\frac{6}{n}$ und $\frac{9}{n}$

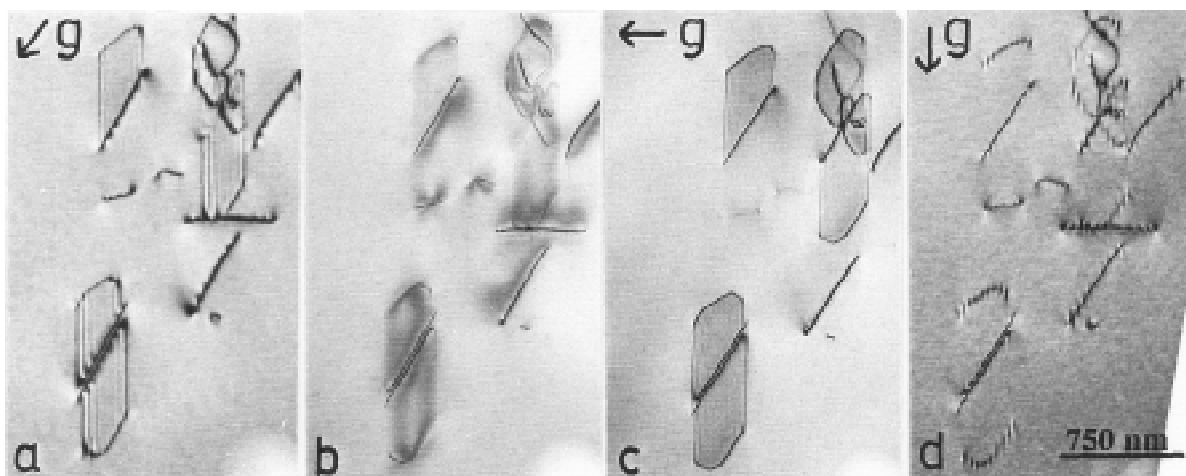


Abbildung 4.34: Fehlerflächenkontrast unter verschiedenen Zweistrahlabbildungen. a) $\vec{g} = (\bar{2} \bar{1} \bar{3})$, b) $\vec{g} = 2 \times (\bar{2} \bar{1} \bar{3})$, c) $\vec{g} = 3 \times (0 \bar{1} \bar{3})$, d) $\vec{g} = (\bar{2} 0 0)$, für alle ist $BD \approx [0 \bar{3} 1]$.

annimmt. Das Kontrastverhalten der Stapelfehlerfläche und die Werte von $\bar{g} \cdot \bar{R}_F$ in Abb. 4.34 sind für die in Frage kommenden Fehlervektoren in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

Tabelle 4.4: Werte von $\bar{g} \cdot \bar{R}_F$ für verschiedene Fehlervektoren \bar{R}_F und abbildende Reflexe \bar{g} .

\bar{g}	\bar{R}_F	$\frac{1}{6} [001]$	$\frac{1}{3} [001]$	$\frac{1}{2} [001]$	Sichtbarkeit des Streifenkontrasts
$(\bar{2}\bar{1}\bar{3})$		$-\frac{1}{2}$	-1	$-\frac{3}{2}$	sichtbar
$2 \times (\bar{2}\bar{1}\bar{3})$		-1	-2	-3	nahezu ausgelöscht
$3 \times (0\bar{1}\bar{3})$		$-\frac{3}{2}$	-3	$-\frac{9}{2}$	sichtbar
$(\bar{2}00)$		0	0	0	ausgelöscht

In Abb. 4.34.a und c ist der Streifenkontrast sichtbar. Die Auslöschung für einen $(\bar{2}00)$ -Reflex ist bereits in Abb. 4.31 und 4.32 gezeigt worden. Abb. 4.34.b wird ebenfalls als Auslöschung des Streifenkontrasts interpretiert. Der Kontrast der Streifen ist nur noch sehr schwach ausgeprägt. Die Ursache dafür können wie in [70] beschrieben kleine Abweichungen vom exakten Wert des Fehlervektors \bar{R}_F sein. Anhand dieser Kontrastanalyse kann der Fehlervektor \bar{R}_F nur von der Größe $\frac{1}{2}[001]$ oder $\frac{1}{6}[001]$ sein.

An der gleichen Probenstelle wurden die Burgersvektoren der Partialversetzungen bestimmt. Ergänzend zu Abb. 4.34 ist diese Probenstelle in Abb. 4.35 noch unter anderen Zweistrahlbedingungen abgebildet. Um den Kontrast der Versetzungslinien gut abzubilden, wurde ein Abweichungsvektor ($\bar{s} > 0$) gewählt. Die Stapelfehler sind mit A, B und C und die jeweiligen Partialversetzungen mit (A1, A2), (B1, B2) und (C1, C2) bezeichnet. Die Kontraste der Stapelfehler A und B überlagern sich im Bereich ihrer Partialversetzungen A2 und B1 und beeinflussen sowohl den Linienkontrast beider Partialversetzungen als auch den der Fehlerflächen. Der Linienkontrast wurde in diesem Fall an den Enden der Versetzungslinien an der Ober- und Unterseite der TEM-Folie bestimmt. Die Analyse ergibt für A1, B2 und C2 einen Burgersvektor parallel zu $[001]$ und für A2, B1 und C1 parallel zu $\langle 110 \rangle$. Sie zeigen einen sehr starken Restkontrast mit einem $(00\bar{8})$ -Reflex. Dies spricht für eine Dissoziation von $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ -Versetzungen nach Gleichung (4.1.). In Kippexperimenten wurden die Linienrichtungen $[110]$ $[130]$ und $[\bar{1}30]$ der Partialversetzungen bestimmt. Die Projektionen dieser Rich-

tungen sind in Abb. 4.35.a eingetragen. Das Kontrastverhalten der Partialversetzungen ist in Tabelle 4.5 zusammengefasst. Die Sichtbarkeit wird mit „+“, die Auslöschung mit „-“ gekennzeichnet.

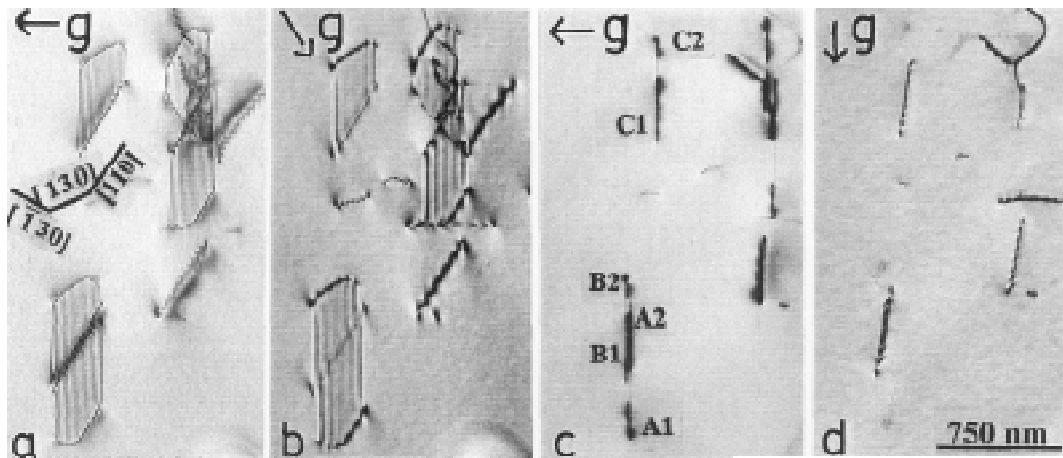


Abbildung 4.35: Burgersvektoranalyse der Partialversetzungen unter verschiedenen Zweistrahlabbildungen. a) $\bar{g} = (0\bar{1}\bar{3})$, b) $\bar{g} = (\bar{2}13)$, für beide ist $BD \approx [03\bar{1}]$; c) $\bar{g} = (00\bar{8})$, d) $\bar{g} = (200)$, für beide ist $BD \approx [010]$.

Tabelle 4.5: Auslöschungsverhalten der Partialversetzungen in Abb. 4.34. und 4.35.

\bar{g}	A1	A2	B1	B2	C1	C2
$(\bar{2}\bar{1}\bar{3})$	+	+	+	+	+	+
$(0\bar{1}\bar{3})$	+	+	+	+	+	+
$(\bar{2}13)$	+	+	+	+	+	+
$(00\bar{8})$	+	-	-	+	-	+
$(\bar{2}00)$	-	+	+	-	+	-

Die Sichtbarkeit sämtlicher Partialversetzungen mit dem $(\bar{2}\bar{1}\bar{3})$ -, $(\bar{2}13)$ - und $(0\bar{1}\bar{3})$ -Reflex schließt einen Burgersvektor parallel zu einer $\langle 331 \rangle$ -Richtung aus. Demnach wird die Dissoziation einer $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzung nicht durch die Gleichung (4.2.) beschrieben. Das Auslöschungsverhalten der Versetzungen A1, B2 und C2 entspricht dem eines $[001]$ -Burgersvektors, das der Versetzungen A2, B1 und C1 dem eines $\langle 110 \rangle$ -Burgersvektors. A2, B1 und C1 sind mit einem $(0\bar{1}\bar{3})$ -Reflex sichtbar.

4.6.4. Einfluss der Linienrichtung der $\langle 111 \rangle$ -Versetzung

In Abb. 4.33 wurde gezeigt, dass entlang einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzung mehrere (001)-Stapelfehler abspalten können, wenn die Linienrichtung der Versetzung von einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung abweicht. Abb. 4.36 zeigt einen Probenbereich aus Probe J, der $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung mit $[\bar{3}31]$ - und $[\bar{1}11]$ -Linienrichtungen enthält. Die TEM-Folie wurde schrittweise bis auf 670 °C erwärmt. Die Aufspaltungen der Versetzungen wurden jedoch erst in einer Post-mortem-Analyse festgestellt. Die geringe Größe der Stapelfehler und ihre geringere Häufigkeit sind verantwortlich dafür, dass während des Temperns keine Veränderungen an den Versetzungen beobachtet wurden. In Abb. 4.36.a sind die projizierten Linienrichtungen der $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung in ihrer ursprünglichen (110)-Gleitebene eingetragen. Entlang einer Versetzungslinie spalten sich Partialversetzungen mit einem Burgersvektor parallel zu $[001]$ unter Bildung des Stapelfehlers ab. Diese Partialversetzungen zeigen ebenfalls eine bevorzugte Orientierung entlang der $[110]$ - und $[\bar{1}10]$ -Richtungen. In Abb. 4.36.b ist ein Ausschnitt von Abb. 4.36.a vergrößert dargestellt. In der Ebene des Stapelfehlers nehmen alle berandenden Versetzungssegmente $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtungen an. Die Stapelfehler haben eine rechteckförmige Gestalt. Die kürzeren Segmente parallel zur $[110]$ -Richtung sind zwischen 300 und 380 nm lang. Die längeren Segmente verlaufen parallel zur $[\bar{1}10]$ -Richtung. Ihre Ausdehnungen erreichen meist die doppelte Länge des jeweils kürzeren Segments. Der Verlauf des abgespaltenen Versetzungssegmentes eines Stapelfehlers deutet auf einen helixförmigen Verlauf. Ein Abstand der Partialversetzungen nach einem solchen Umlauf kann im HVEM nicht nachgewiesen werden. In der rechten Bildhälfte von Abb. 4.36.a ist eine $\langle 111 \rangle$ -Versetzung abgebil-

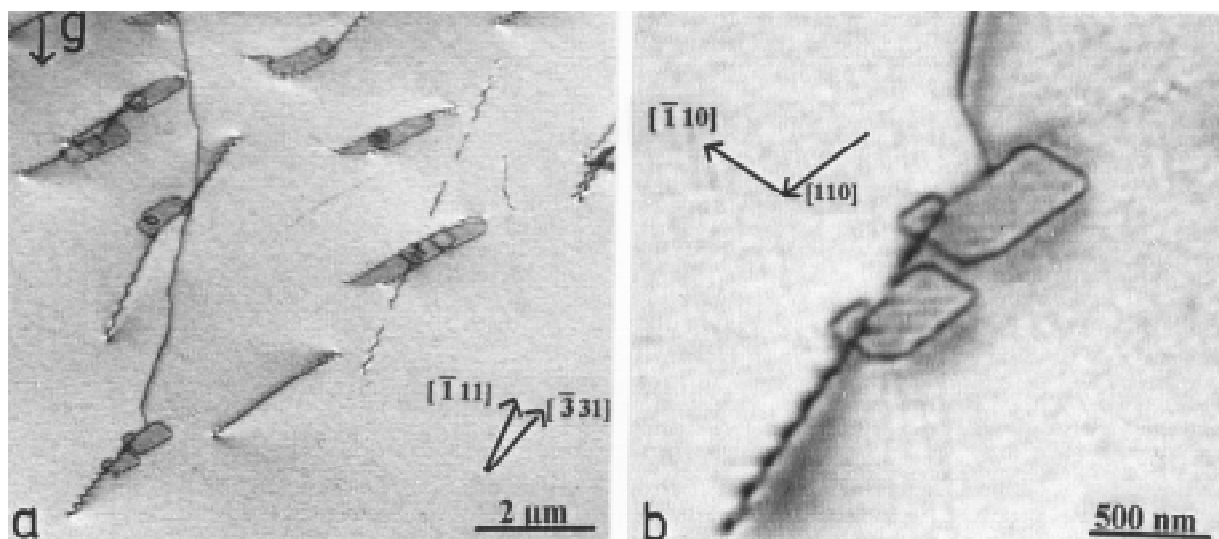


Abbildung 4.36: Bildung von Stapelfehlern an $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung nach einer Erwärmung der Probe J auf 670°C. a) $\vec{g} = (0\bar{1}\bar{3})$, $BD \approx [03\bar{1}]$, post-mortem; b) Ausschnittvergrößerung von a).

det, deren Linienrichtung nahe der $[\bar{1}10]$ -Richtung verläuft. Hier sind entlang der gesamten Versetzungslinie auf eng benachbarten (001)-Ebenen drei Stapelfehler entstanden. Der Abstand zwischen diesen Ebenen kann ebenfalls im HVEM nicht aufgelöst werden.

Durch In-situ-Temperversuchen wurde nachgewiesen, dass die Stapelfehler auf der (001)-Basisfläche von MoSi_2 aufgrund einer Dissoziation von $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen entstehen. Die Dissoziation erfolgt vermutlich nach Gleichung (4.1.). Dafür sprechen die analysierten Burgersvektoren der Partialversetzungen und der Fehlerflächenvektor \bar{R}_F . Eine umfangreiche und vollständige Burgersvektoranalyse war jedoch nicht möglich. Die Ursache dafür ist die Begrenzung des Kippwinkels im Weitwinkelgoniometer auf $\pm 45^\circ$. Es ist nicht in allen untersuchten Fällen möglich gewesen, die erforderlichen Einstrahlrichtungen und Abbildungsvektoren für eine eindeutige Analyse einzustellen. Weder in In-situ-Dehnexperimenten noch in In-situ-Temperversuchen wurde die Bildung der Stapelfehler und deren Größenänderung direkt beobachtet. Es ist daher wahrscheinlich, dass sich die Stapelfehler spontan gebildet haben. Dieser Vorgang ist thermisch aktiviert und möglicherweise durch Diffusionsvorgänge unterstützt. Unter Einwirkung von äußeren Kräften weisen die Partialversetzungen eines Stapelfehlers große Distanzen von $10 \mu\text{m}$ und mehr auf. Dies kann nicht mit diffusionsgesteuerten Prozessen erklärt werden. Vielmehr scheint es plausibel, dass als Folge der thermisch bedingten Dissoziation eine auf der (001)-Ebene gleitfähige Partialversetzung entsteht. Die Ergebnisse werden in Abschnitt 5.5. diskutiert.

5. Diskussion

In diesem Abschnitt werden die in Abschnitt 4 vorgestellten experimentellen Ergebnisse der makroskopischen Verformung, der In-situ-Dehnexperimente und der In-situ-Temperversuche an MoSi_2 -Einkristallen diskutiert.

In der [201]-Verformungsrichtung können drei Temperaturbereiche unterschieden werden. Unterhalb 600 °C wird ein typischer Tieftemperaturanstieg der Fließspannung mit abnehmender Temperatur beobachtet. Hier kann die plastische Verformung wie in Abschnitt 2.1. vorgestellt, durch thermisch aktivierte Versetzungsbewegung interpretiert werden. Dies soll in Abschnitt 5.3. geschehen. In einem mittleren Temperaturintervall von 500 bis ca. 1000 °C tritt eine sehr stark ausgeprägte Anomalie in der Temperaturabhängigkeit der Fließspannung auf. Die Fließspannung steigt zwischen 500 und ca. 1000 °C um einen Faktor von etwa $3,5$ an. Im Temperaturbereich dieser Fließspannungsanomalie verläuft die plastische Verformung ruckartig. Dieses Verformungsverhalten soll anhand der bisher bekannten Mechanismen zur Beschreibung und Erklärung von Fließspannungsanomalien in Abschnitt 5.4. diskutiert werden. Die Verformung oberhalb von 1000 °C wird vermutlich durch Mechanismen der Hochtemperaturverformung bestimmt. Dieser Temperaturabschnitt wird im Rahmen dieser Arbeit nicht diskutiert.

Es ist erstmals gelungen, MoSi_2 in In-situ-Dehnexperimenten in einem HVEM zu verformen. Die Einkristalle wurden bei 440 , 450 und zwischen 800 und 1000 °C entlang der [201]-Richtung verformt. Während dieser Dehnexperimente wurde das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem aktiviert. Im Temperaturbereich der Fließspannungsanomalie wurde erstmals die Versetzungsdynamik beobachtet und mit Videoaufzeichnungen dokumentiert. Die In-situ-Dehnexperimente sollen helfen, das makroskopische Verformungsverhalten von MoSi_2 zu interpretieren. Im Verlauf der In-situ-Dehnexperimente und der In-situ-Temperversuche wurde die spontane Bildung von Stapelfehlern auf (001)-Ebenen beobachtet, die in Abschnitt 5.4. diskutiert wird.

Vor einer Interpretation der Mikroprozesse der plastischen Verformung von MoSi_2 und der Bildung von (001)-Stapelfehlern sollen die Gemeinsamkeiten der makroskopischen Verformungsparameter entlang der [201]-, [302]- und $[\underline{1}801]$ -Druckachsen und der analysierten Mikrostrukturen erörtert werden.

5.1. Die aktiven Gleitsysteme

An [201]-orientierten Druckproben wurden Verformungsexperimente zwischen 300 und 1200 °C durchgeführt. Bei dieser Orientierung ist im gesamten Temperaturbereich das primäre $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem aktiv. Oberhalb von 1000 °C treten zusätzlich [100]-Versetzungen auf. Diese liegen auf (102)-, $(10\bar{2})$ - und (010)-Ebenen. Nach Druckverformung in einer [302]- und $[\underline{1801}]$ -Verformungsrichtung tritt zwischen 990 und 1200 °C ebenfalls das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem auf. Durch die Mikrostrukturanalyse werden zusätzlich [100]-Versetzungen beobachtet. Für diese Versetzungen war die Zuordnung einer Gleitebene nicht möglich. Da [100]-Versetzungen bei allen untersuchten Verformungsrichtungen bei Temperaturen um 1000 °C und darüber auftreten, beeinflussen sie vermutlich die Hochtemperaturplastizität. Das Auftreten von [100]-Versetzungen nach Verformung bei Temperaturen oberhalb von 1000 °C wurde auch in [3, 6, 8, 16] festgestellt. Die Ergebnisse der makroskopischen Verformungen und der Mikrostrukturanalyse der [302]- und $[\underline{1801}]$ -orientierten Druckproben stimmen mit denjenigen an [201]-orientierten MoSi₂-Einkristallen im gleichen Temperaturbereich überein. Die entsprechenden Ergebnisse werden daher nicht einzeln diskutiert.

Für die $(110)/[1\bar{1}1]$ - und $(1\bar{1}0)/[111]$ -Gleitsysteme ergeben sich für die Verformungsrichtungen [201], [302] und $[\underline{1801}]$ maximale Schmidfaktoren von 0,40, 0,34 und 0,33. Sie sind zusammen mit den Schmidfaktoren weiterer Gleitsysteme in Tabelle 3.1 aufgeführt. Obwohl für andere Gleitsysteme höhere Schmidfaktoren auftreten, wird die plastische Verformung bei diesen Verformungsrichtungen durch das Gleiten von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf $\{110\}$ -Ebenen bestimmt. Ein Grund dafür ist die im Vergleich zu anderen Gleitsystemen im gesamten untersuchten Temperaturbereich niedrige kritische Schubspannung dieses Systems [10]. In Abb. 5.1 sind die auf $\frac{1}{2}[1\bar{1}1]$ - und $\frac{1}{2}[111]$ -Versetzungen wirkenden maximalen Schubspannungen sämtlicher Druckversuche bei einer Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur aufgetragen. Zusätzlich sind Literaturwerte für die kritischen Schubspannungen des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem aufgetragen, die in [10] aus Druckversuchen bei einer Dehnrates von 10^{-4} s^{-1} entlang der $[\underline{1501}]$ -Verformungsrichtung an dem gleichen Kristallmaterial ermittelt wurden. Die eigenen experimentellen Daten für die unterschiedlichen Verformungsrichtungen zeigen zwischen 990 und 1200 °C eine relativ gute Übereinstimmung der Schubspannungen. Dies deutet darauf hin, dass das Gleiten von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf $\{110\}$ -Ebenen die plastische Verformung bei allen Orientierungen der Druckachse dominiert. Die Daten aus den Druckversuchen entlang [201] und [302] geben übereinstimmend das

Hochtemperaturende der Fließspannungsanomalie wieder. Für das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem ist daher im gesamten Temperaturbereich das Schmid'sche Schubspannungsgesetz gültig. Diese Aussage trifft auch für den Bereich der Anomalie zu. Für 1200 °C ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung sämtlicher experimentell ermittelter Schubspannungen. Im Bereich der Tieftemperatur- und der Hochtemperaturverformung liegen die Schubspannungen aus [10] erwartungsgemäß bei höheren Werten. Der Tieftemperaturanstieg der Spannung ist jedoch in [10] ausgeprägter. Die Verschiebung der Kurve aus [10] zu höheren Temperaturen und Schubspannungen kann mit der höheren Verformungsrate in [10] erklärt werden.

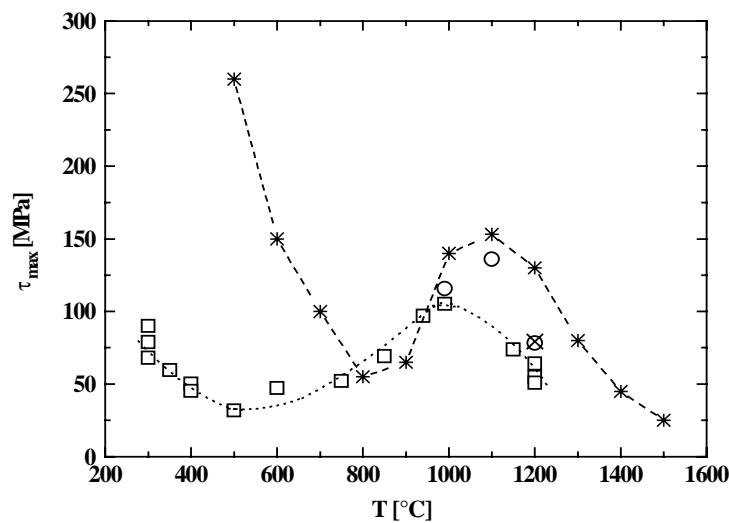


Abbildung 5.1: Maximale Schubspannungen für das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem ermittelt aus Druckversuchen entlang [201] (\square), [302] (\circ), [1801] (\times) bei einer Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} und aus Druckversuchen bei einer Dehnrates von 10^{-4} s^{-1} ($*$) aus [10].

5.2. Die bevorzugten Linienrichtungen der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen

Nach einer plastischen Verformung der MoSi_2 -Einkristalle zeigen die $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen eine bevorzugte Ausrichtung entlang bestimmter kristallographischer Richtungen in ihren Gleitebenen. Diese Vorzugsorientierungen treten im gesamten Temperaturbereich der Verformung auf. Ebenso charakteristisch ist, dass die relativ geraden Segmente durch kurze Versetzungssegmente mit kleinen Krümmungsradien verbunden sind (Abb. 4.14 und 4.17). Diese kleinen Krümmungsradien wurden sowohl an beweglichen Versetzungen während der In-situ-Verformung als auch an ruhenden Versetzungen in Post-mortem-Analysen von Verformungsstrukturen nach Druckversuchen nachgewiesen. Geradlinige Versetzungen und eine bevorzugte Ausrichtung entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen bei mittleren Verformungstemperaturen werden z. B. in [5, 8-10, 12] erwähnt, jedoch kaum diskutiert. Eine bevorzugte Ausrichtung von Ver-

setzungen kann die Folge ausgeprägter Peierls-Täler entlang kristallographischer Richtungen sein. Im Falle hoher Peierls-Energien, die bei der Gleitbewegung einer Versetzung überwunden werden müssen, kann sich der Übergang von einer Linienrichtung in eine andere in einem sehr kurzen Versetzungssegment vollziehen und somit zu sehr kleinen Krümmungsradien des gebogenen Segments führen. Ebenso kann jedoch auch die elastische Anisotropie von MoSi₂ Einfluss auf die Linienenergie von Versetzungen und damit auf ihre Gestalt nehmen. Dies wird im folgenden anhand der Berechnung der anisotropen Linienspannung einer Versetzung nach dem Linienspannungs-Modell [78-80] diskutiert.

5.2.1. Form ausgebauchter Versetzungen im Linienspannungs-Modell

Ein Maß für die elastische Anisotropie wird üblicherweise aus dem Verhältnis der elastischen Konstanten C_{44} , C_{11} und C_{12} nach folgender Formel [78, 79] berechnet

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}, \quad (5.1.)$$

und als Anisotropieverhältnis oder Anisotropiefaktor bezeichnet. In einem elastisch isotropen Medium nimmt A den Wert 1 an. Mit den in [81] genannten Werten für die elastischen Konstanten von MoSi₂ nimmt der Anisotropiefaktor den Wert 1,306 an. In einer jüngeren Quelle [82] wird A mit 1,401 angegeben. Dieser Unterschied ist auf kleine Abweichungen der jeweils benutzten Werte für die elastischen Konstanten zurückzuführen. Beide Werte zeigen aber, dass die elastische Anisotropie von MoSi₂ nicht sehr stark ausgeprägt ist. Es kann daher vermutet werden, dass sie keinen bestimmenden Einfluss auf die Linienenergie der $\langle 111 \rangle$ -Versetzen ausübt und nicht zu einer Bevorzugung bestimmter Linienrichtungen führt. Ist die Linienenergie einer Versetzung unabhängig von ihrer Orientierung, also dem Winkel φ zwischen dem Burgersvektor und der Linienrichtung, so nimmt das betrachtete Segment einer Versetzung die Form eines Kreisbogens an. In elastisch isotropen Medien berücksichtigt der Faktor K die Orientierungsabhängigkeit der Linienenergie

$$K = \frac{\mu}{2(1-\nu)} [(2-\nu) - \nu \cos 2\varphi]. \quad (5.2.)$$

K wird als Energiefaktor bezeichnet und ist vom Schubmodul μ , der Poissonzahl ν und vom Orientierungswinkel φ abhängig. Der Schubmodul wurde aus der Orientierungsabhängigkeit der Nachgiebigkeitskonstanten S_{66} in [81] für eine $\langle 111 \rangle$ -Versetzung auf ihrer $\{110\}$ -Gleitebene über die Beziehung

$$\mu_{\langle 111 \rangle} = \frac{1}{S_{66}} \Big|_{\{110\}} \quad (5.3.)$$

zu $\mu_{\langle 111 \rangle} = 190,66$ GPa ermittelt. Da die Temperaturabhängigkeit der elastischen Konstanten C_{ij} bzw. der Nachgiebigkeiten S_{ij} nicht bekannt ist, werden den Berechnungen die für Raumtemperatur gültigen Werte von C_{ij} bzw. S_{ij} zugrunde gelegt. Die Poissonzahl ν ist in [81] mit 0,15 angegeben. Die vom Energiefaktor K und damit von φ abhängige Linienspannung T einer Versetzung ist nach [79] durch

$$T(\varphi) = E(\varphi) + \frac{\partial^2 E(\varphi)}{\partial \varphi^2} \quad (5.4.)$$

gegeben, worin nach [20]

$$E(\varphi) = \frac{K(\varphi)}{2\pi} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \quad (5.5.)$$

die Linienergie einer Versetzung in einem elastisch isotropen Medium ist. R kennzeichnet einen äußeren Abschneideradius, der Kernradius r_0 ist von der Größe des Burgersvektors b der Versetzung. Nach dem Linienspannungs-Modell [78-80] ist der lokale Krümmungsradius $\rho(\varphi)$ eines ausgebauchten Segments durch

$$\rho(\varphi) = \frac{T(\varphi)}{b \tau^*} \quad (5.6.)$$

bestimmt, wobei b der Burgersvektor der Versetzung und τ^* die an der Versetzung angreifende effektive Spannung sind. Wird die Linienspannung für den gesamten Winkelbereich eines Gleitsystems berechnet, so kann die Form eines mit der anliegenden Spannung im Gleichgewicht stehenden Versetzungsring angegeben werden.

Für MoSi_2 ist in Abb. 5.2 ein $\langle 111 \rangle$ -Versetzungsrings in seiner $\{110\}$ -Gleitebene dargestellt, der nach dem Linienspannungs-Modell unter Berücksichtigung der elastischen Anisotropie numerisch mit den elastischen Konstanten $C_{11} = 417$ GPa, $C_{33} = 514,5$ GPa, $C_{44} = 204,2$ GPa, $C_{66} = 193,6$ GPa, $C_{12} = 104,2$ GPa und $C_{13} = 83,8$ GPa aus [81] berechnet wurde. Der Ring der $\langle 111 \rangle$ -Versetzung ähnelt in seiner Form einer Ellipse. Diese Form ist vergleichbar mit einer Berechnung für elastisch isotrope Medien mit Gleichung (5.4.) in [79]. Die entsprechende kleine Poissonzahl von MoSi_2 hat zur Folge, dass es kaum eine Bevorzugung der Schraubenorientierung gibt. Die elastische Anisotropie von MoSi_2 kann also nicht für die Bevorzugung bestimmter Linienrichtungen der $\langle 111 \rangle$ -Versetzung verantwortlich gemacht werden. Insbesondere führt sie nicht zu einer bevorzugten Ausrichtung in Schraubenorientierung, die auch experimentell nicht beobachtet wurde.

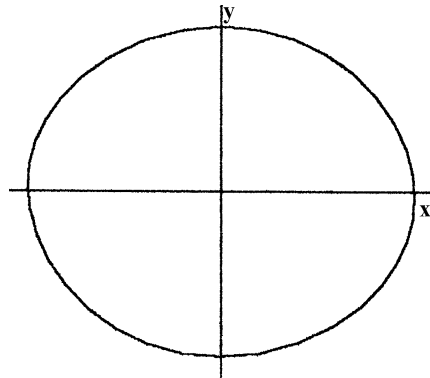


Abbildung 5.2: Versetzungsring numerisch nach dem anisotropen Linienspannungs-Modell berechnet für eine $\langle 111 \rangle$ -Versetzung auf ihrer $\{110\}$ -Gleitebene. Der Burgersvektor verläuft parallel zur x -Achse.

5.2.2. Temperaturabhängigkeit der Vorzugsorientierungen

In MoSi_2 werden nach einer Verformung im Tieftemperaturbereich, also zwischen 300 und 500 °C, hauptsächlich $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen mit 30 °- bzw. 60 °-Charakter entlang der $\langle 331 \rangle$ - bzw. $\langle 111 \rangle$ -Richtungen nachgewiesen (Abb. 4.15). Die fehlende Präsenz von Schraubenversetzungen bedeutet, dass hier keine hohe Peierls-Spannung vorliegt. Das Fehlen der Schraubenorientierung behindert ein mögliches Quergleiten auf $\{101\}$ -Ebenen. Nach Verformung oberhalb von 1000 °C zeigen die $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen ausschließlich stufennahe Orientierungen, d.h. $\langle 110 \rangle$ -Richtungen (60 °-Charakter) und reine Stufenversetzungen in $\langle 331 \rangle$ -Richtungen (Abb. 4.29). Diese unterschiedlichen Linienrichtungen sind in allen MoSi_2 -Proben, die entweder unterhalb von 600 °C oder oberhalb 1000 °C verformt wurden, nachzuweisen. Die oben genannten bevorzugten Linienrichtungen treten also in einem bestimmten Temperaturbereich der Verformung auf.

Der Verformungsbereich zwischen 600 und 1000 °C entspricht einem Übergangsbereich hin zu 60 °- und 90 °-Versetzungen mit $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 331 \rangle$ -Richtungen. Die stark inhomogene plastische Verformung der Druckproben erlaubt keine genauere Untersuchung des Wechsels der Vorzugsorientierungen in diesem Temperaturbereich. Hier können jedoch die Ergebnisse der In-situ-Dehnexperimente zwischen 800 und 1000 °C herangezogen werden. Sowohl während der Verformung im HVEM als auch in der Post-mortem-Analyse dominieren 60 °- und Stufenversetzungen mit $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 331 \rangle$ -Richtungen die Verformungsstrukturen.

Dieser Übergangsbereich stimmt mit dem Bereich der Fließspannungsanomalie überein. Es kann daher vermutet werden, dass der oder die Mechanismen, die das anomale Fließverhalten

von MoSi_2 zwischen 600 und 1000 °C beeinflussen, auch für die bei hohen Temperaturen bevorzugten Linienrichtungen verantwortlich sind. Hohe Peierls-Spannungen erklären die Vorzugsorientierungen von Versetzungen bei tiefen und ihren Übergang zu einer isotropen Versetzungs-Substruktur mit zunehmender Temperatur. Sie können jedoch nicht die Bevorzugung anderer Richtungen bei hohen Temperaturen erklären. Der Peierls-Mechanismus ist daher nicht für das Auftreten der $\langle 110 \rangle$ - und Stufenorientierung der $\langle 111 \rangle$ -Versetzung bei hohen Temperaturen verantwortlich. Vielmehr scheint es wahrscheinlich, dass ein thermisch aktivierter Mechanismus in MoSi_2 die $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen in diese Vorzugsrichtung zwingt. Dieser Mechanismus kann bei hohen Temperaturen in ähnlicher Weise Einfluss auf die Beweglichkeit der Versetzungen ausüben wie der Peierls-Mechanismus bei tiefen Temperaturen. Das soll in Abschnitt 5.4. weiter diskutiert werden.

5.2.3. Wechselwirkung von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf schneidenden $\{110\}$ -Gleitebenen

Die bei allen Verformungstemperaturen auftretenden Versetzungsanordnungen in $[001]$ -Linienrichtung sind in allen untersuchten Fällen die Folge der Wechselwirkung von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auf sich schneidenden $\{110\}$ -Gleitebenen. Das Auslöschungsverhalten dieser Versetzungsanordnungen ist in Abb. 4.17 untersucht worden. Den $[001]$ -parallelen Versetzungssegmenten kann kein Burgersvektor eines möglichen Reaktionsprodukts der beteiligten $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen zugeordnet werden. Vielmehr deutet das Kontrastverhalten in Abb. 4.17 auf zwei parallel verlaufende Versetzungslinien in $[001]$ -Richtung. Während der In-situ-Verformung wurde beobachtet, dass bewegliche $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen entlang der $[001]$ -Schnittlinie ihrer $\{110\}$ -Gleitebenen parallel verlaufende Versetzungssegmente bilden können. Diese Segmente werden in der weiteren Bewegung der Versetzungen länger. Sie können sich auch wieder in einzeln bewegliche Versetzungen auflösen. Diese Beobachtungen können nur damit erklärt werden, dass die $[001]$ -parallelen Versetzungssegmente kein gemeinsames Reaktionsprodukt der miteinander wechselwirkenden $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen sind.

Im folgenden wird geprüft, ob unterschiedliche Linienenergien der wechselwirkenden $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen und der möglichen Reaktionsprodukte die Ursache für dieses Verhalten sind. Dies soll anhand der in Abb. 4.17 bestimmten $\frac{1}{2} [111]$ - und $\frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ -Versetzung geschehen.

Die Linienenergie E einer Versetzung in einem elastisch isotropen Medium wird nach Gleichung (5.5.) berechnet. Der äußere Abschneideradius R wird mit $R \approx 100b$ festgelegt. Je nach

dem Vorzeichen der Burgersvektoren $\vec{b}_A = \frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$ und $\vec{b}_B = \frac{1}{2} [111]$ kann als Folge einer Versetzungsreaktion

$$\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1] + \frac{1}{2} [111] \rightarrow [101] \quad (5.7.a)$$

$$\frac{1}{2} [\bar{1} 1 \bar{1}] + \frac{1}{2} [111] \rightarrow [010] \quad (5.7.b)$$

ein Burgersvektor [101] bzw. [010] resultieren. Die Linienenergien für die verschiedenen Interpretationsmöglichkeiten sind in Tabelle 5.1 aufgeführt. Die numerisch nach dem anisotropen Linienspannungs-Modell berechneten Werte E_{aniso} sind ebenfalls angeführt. Sie weichen nur geringfügig von den Energien im elastisch isotropen Medium ab.

Tabelle 5.1: *Linienenergien für [001]-parallele Versetzungsanordnungen.*

	zwei parallele Versetzungen	Reaktionsprodukt 1	Reaktionsprodukt 2
Burgersvektor	$\frac{1}{2} [1 \bar{1} 1] + \frac{1}{2} [111]$	[101]	[010]
Winkel φ [°]	je 30°	22,2°	90°
E [N]	$2,99 \times 10^{-8}$	$5,15 \times 10^{-8}$	$8,44 \times 10^{-9}$
E_{aniso} [N]	$3,09 \times 10^{-8}$	$5,38 \times 10^{-8}$	$7,82 \times 10^{-9}$

Demnach ist die Bildung einer [010]-Versetzung energetisch am günstigsten und sollte immer dann auftreten, wenn das Reaktionsprodukt der betrachteten $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen einer [010]-Versetzung entspricht. Die Linienenergie zweier nicht miteinander reagierender $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen mit den Burgersvektoren $\vec{b}_A = \frac{1}{2} [1 \bar{1} 1]$ und $\vec{b}_B = \frac{1}{2} [111]$ ist niedriger als die des möglichen Reaktionsprodukts [101]. Deshalb sollten diese Versetzungen nicht miteinander reagieren. In keiner der untersuchten Anordnungen wurde jedoch eine [010]-Versetzung nachgewiesen. Die elastische Linienenergie kann also nicht für die Ausbildung [001]-paralleler Segmente zweier $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen verantwortlich gemacht werden. Vermutlich behindert die Kernstruktur der Versetzungen die Bildung des energetisch günstigen Reaktionsproduktes. In [8-10, 13] wird die Aufspaltung von Versetzungen mit einem $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Burgersvektor in ihrer {110}-Gleitebene in zwei Partialversetzungen mit jeweils einem $\frac{1}{4} \langle 111 \rangle$ -Burgersvektor und der Bildung einer Fehlerfläche zwischen beiden Partialversetzungen nachgewiesen. Für eine Versetzungsreaktion nach Gleichung (5.7.a) oder (5.7.b) müsste diese Aufspaltung lokal überwunden werden. Die [001]-parallelen Versetzungsanordnungen können daher eine Folge der fehlenden Einschnürung von in ihren Gleitebenen aufgespaltenen $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen sein.

5.3. Charakterisierung des Tieftemperaturverhaltens

In diesem Abschnitt wird das Verformungsverhalten von MoSi₂ mit einer [201]-Verformungsrichtung bei Temperaturen zwischen 300 und 500 °C diskutiert werden. Es ist durch einen Tieftemperaturanstieg der Fließspannung gekennzeichnet. Die theoretischen Grundlagen der normalen Temperaturabhängigkeit der Fließspannung wurden in Abschnitt 2.1.1. beschrieben.

5.3.1. Transiente Effekte bei der Änderung der Verformungsbedingungen

Zur Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung wurden Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche durchgeführt. Als Folge der sich ändernden Dehnraten kommt es in den MoSi₂-Druckproben zu Änderungen der Mikrostruktur. Diese äußern sich zum einen in den Abweichungen zwischen den jeweils ersten (SR) und den zugehörigen wiederholten Relaxationen (rSR) in Abb. 4.4. Die abgebildeten rSR-Kurven verlaufen im Vergleich zu den zugehörigen SR-Kurve flacher und sind zu niedrigeren Dehnraten verschoben. Zum Erreichen der gleichen Dehnraten müssen höhere Spannungen aufgebracht werden. Mit zunehmender Temperatur und sinkender Fließspannung werden die Unterschiede zwischen den SR- und rSR-Kurven geringer. Zum anderen zeigen Dehnratenwechsel Streckgrenzeneffekte, die auch nach der Wiederbelastung nach Spannungsrelaxationen auftreten. Die Streckgrenzeneffekte können verschiedene Ursachen haben. Wenn die Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung nicht klein ist, machen sich z.B. Änderungen der Gleitversetzungsdichte als Streckgrenzeneffekte bemerkbar. Ebenso können Streckgrenzeneffekte auftreten, wenn die Beweglichkeit von Punktdefekten die Versetzungsgeschwindigkeit beeinflussen kann. Diese Effekte sind jedoch stark von der Temperatur und der Dehnratenrate abhängig. Bei dem betrachteten Temperaturbereich für MoSi₂ kann davon ausgegangen werden, dass Diffusionsvorgänge langsam verlaufen. Daher kann angenommen werden, dass sich während eines Spannungsrelaxations-Versuches die Gleitversetzungsdichte verkleinert. Die bei gleicher Relaxationsspannung niedrigere Relaxationsrate in einem wiederholten Relaxationsversuch ($-\dot{\sigma}_{0,rSR}$) wird dann der Erniedrigung der Gleitversetzungsdichte zugeschrieben. Entsprechend den Gleichungen (2.4.) und (3.3.) gelten daher für die Relaxationsraten am Beginn einer ersten ($-\dot{\sigma}_{0,SR}$) und einer wiederholten Relaxation ($-\dot{\sigma}_{0,rSR}$) folgende Zusammenhänge

$$-\dot{\sigma}_{0,SR} \sim \dot{\epsilon}_{SR} \sim \rho_{0,SR} v_{0,SR} \quad (5.8.a)$$

$$-\dot{\sigma}_{0,rSR} \sim \dot{\epsilon}_{rSR} \sim \rho_{0,rSR} v_{0,rSR} \quad (5.8.b)$$

Unter der Bedingung gleicher Fließspannungen am Beginn der ersten und zugehörigen wiederholten Relaxation, also $\sigma_{0,SR} = \sigma_{0,rSR}$, muss auch für die Versetzungsgeschwindigkeiten $v_{0,SR} = v_{0,rSR}$ gelten. Damit wird

$$\frac{\dot{\sigma}_{0,rSR}}{\dot{\sigma}_{0,SR}} = \frac{\rho_{0,rSR}}{\rho_{0,SR}}. \quad (5.9.)$$

Wird berücksichtigt, dass zum Durchlaufen der Streckgrenze ein im Vergleich zur Wiederbelastung vor einer wiederholten Relaxation großes Dehnungsintervall zur Herstellung der vorherigen Gleitversetzungsdichte notwendig ist, kann weiterhin angenommen werden, dass die Gleitversetzungsdichte zu Beginn der wiederholten Relaxation $\rho_{0,rSR}$ gleich der Versetzungsdichte am Ende der ersten Relaxation $\rho_{e,SR}$ ist; d.h. $\rho_{0,rSR} = \rho_{e,SR}$. Damit ist die Relaxationsrate am Relaxationsende um den durch Gleichung (5.9.) beschriebenen Anteil zu klein. Dies führt zu einer nicht zu vernachlässigenden Erniedrigung der Dehnratenempfindlichkeit am Relaxationsende. Da die Dehnratenempfindlichkeiten zur Bestimmung des Aktivierungsvolumens nach Gleichung (3.5.) herangezogen werden, sollen für die Berechnung des Aktivierungsvolumens in Abschnitt 5.3.3. nur die Anfangsbereiche der Relaxationskurven berücksichtigt werden.

In Abb. 5.3 sind die Spannungsdifferenzen zwischen einer ersten und der zugehörigen wiederholten Relaxation $\Delta\sigma_{SR}$ über den Spannungsdifferenzen $\Delta\sigma_{YP}$ der Streckgrenzen während der nachfolgenden Wiederbelastung dargestellt. In Abb. 4.4 beginnen alle rSR-Kurven im

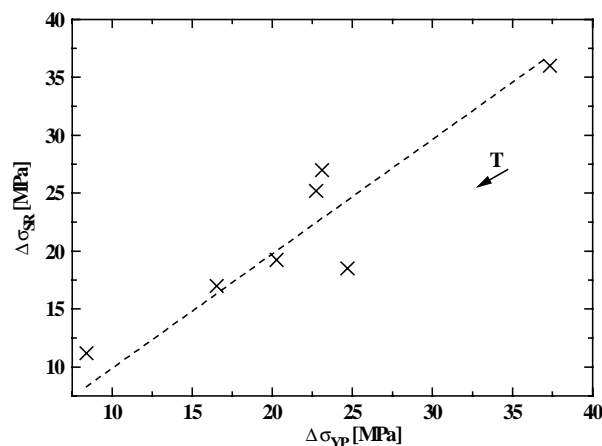


Abbildung 5.3: Spannungsdifferenzen aus Relaxationen $\Delta\sigma_{SR}$ und Streckgrenzen $\Delta\sigma_{YP}$ für Verformungstemperaturen zwischen 300 und 400 °C. Die Richtung der ansteigenden Temperatur ist durch einen Pfeil gekennzeichnet. Die gestrichelte Linie zeigt die lineare Regression der Messwerte.

Vergleich zu den jeweiligen SR-Kurven bei niedrigeren Werten von $\ln(-\dot{\sigma})$. Die Spannungsdifferenz $\Delta\sigma_{SR}$ am Beginn der Relaxation wird durch lineare Extrapolation der wiederholten Relaxationskurven auf die Dehnrates vor der ersten Relaxation gewonnen. Die Spannungsdifferenzen $\Delta\sigma_{SR}$ und $\Delta\sigma_{YP}$ zeigen einen linearen Zusammenhang, der durch die gestrichelte Linie in Abb. 5.3 wiedergegeben wird. Für den Anstieg der Ausgleichsgeraden in Abb. 5.3 wird ein Wert von 0,9 bestimmt. Dieser Anstieg liegt sehr nahe am Wert 1, der sich ergibt, wenn die mikrostrukturellen Veränderungen durch einen Streckgrenzeneffekt komplementär zu den vorangegangenen Veränderungen während einer Relaxation sind. Die mikrostrukturelle Änderung ist daher vorübergehend. Dafür spricht auch der Verlauf der Verformungskurven nach Dehnratenwechsel-Versuchen in Abb. 4.5. Hier ist der Verlauf der Fließspannung unmittelbar vor einem Dehnratenwechselversuch durch eine exponentielle Näherungsfunktion dargestellt. Nach einem Wechsel der Verformungsrate zu einem höheren Wert und dem nachfolgenden Wechsel zurück zur ursprünglichen Rate gibt die Näherung den Verlauf der tatsächlichen Fließspannung sehr gut wieder. Diese Übereinstimmung kann mit der Einstellung der ursprünglichen Mikrostruktur erklärt werden. Mit zunehmender Temperatur werden die $\Delta\sigma_{SR}$ - und $\Delta\sigma_{YP}$ -Werte und damit auch die Änderungen der Gleitversetzungsdichte kleiner.

5.3.2. Beitrag der inneren Spannung zur Fließspannung

Wie in Abschnitt 2 dargestellt, kann die Fließspannung τ in einen von der Dehnrates und der Verformungstemperatur abhängigen Anteil τ^* und in einen von den weitreichenden Wechselwirkungen der Versetzungen herrührenden Anteil τ_i aufgeteilt werden. Diese Anteile werden als effektive Spannung τ^* und als weitreichende innere Spannung τ_i bezeichnet. Für die Interpretation der makroskopischen Verformungseigenschaften ist die Kenntnis des Größenverhältnisses beider Anteile von Bedeutung.

Es soll im folgenden eine grobe Abschätzung der inneren Spannung τ_i unter Verwendung der gemessenen Versetzungsdichten ρ nach [83]

$$\tau_i = \alpha \mu b \rho^{1/2} \quad (5.10.)$$

vorgenommen werden. Zur Abschätzung werden folgende Werte für die Konstanten $b = 0,453$ nm und $\mu = 190,66$ GPa nach Gleichung (5.3.) aus [81] benutzt. Der numerische Faktor α kann in Abhängigkeit von den Versetzungsanordnungen Werte zwischen 0,1 und 1 annehmen. Hier wurde ein häufig auftretender Wert von $\alpha = 0,5$ benutzt. Die Versetzungsdichten wurden an einer sehr homogen verformten Probe, die bei 300 °C bis 0,38 % und in einem stark ver-

formten Bereich eines Gleitbandes einer Probe, die bei 350 °C bis 0,6 % verformt wurde, bestimmt. Der Fehler, der bei der Bestimmung der inneren Spannung durch die Verwendung dieser Versetzungsdichten gemacht wird, ist aufgrund der wenigen zur Verfügung stehenden Proben nicht abzuschätzen. Aus dem Verlauf der Relaxationskurven lässt sich ebenfalls τ_i abschätzen, wenn angenommen wird, dass sich der beobachtete Kurvenverlauf in Abb. 4.4 bis zu einer um ca. drei Größenordnungen kleineren Relaxationsrate fortsetzen lässt. Die Festlegung dieser Grenze ist willkürlich, sollte aber die Größenverhältnisse zwischen τ_i und τ^* wiedergeben. Zu dieser Abschätzung wurden die Enden der Relaxationskurven mit Hilfe eines Polynoms extrapoliert und die Spannung τ_i bei einer wie oben beschriebenen kleinen Relaxationsrate abgelesen. Die so abgeschätzten Werte $\tau_{i,SR}$ sind zusammen mit den aus der Versetzungsdichte bestimmten Werten $\tau_{i,T}$ in Tabelle 5.2 zusammengefasst.

Tabelle 5.2: Bestimmung der inneren Spannung τ_i .

	300 °C	350 °C	400 °C	500 °C
$\tau_{i,SR}$ [MPa]	35	35	33	25
$\tau_{i,T}$ [MPa]	45	50	/	/
ρ [m^{-2}]	$1,06 \times 10^{12}$	$3,89 \times 10^{12}$	/	/

Die nach Gleichung (5.12.) berechneten Werte $\tau_{i,T}$ liegen jeweils über denen, die aus Spannungsrelaxations-Versuchen bestimmt wurden. Für 350 °C ist dies auf die Bestimmung der Versetzungsdichte innerhalb eines Gleitbandes zurückzuführen. Bei einer homogenen Verformung durch Einfachgleitung, wie sie für 300 °C angenommen werden kann, würde τ_i daher kleiner sein. Andererseits stellen die aus Spannungsrelaxations-Versuchen bestimmten Werte $\tau_{i,SR}$ eine obere Grenze für τ_i dar. Daher wird ein Wert von ca. 30 MPa als brauchbarer Näherung für die innere Spannung angesehen. Die maximalen Schubspannungen aus Verformungsversuchen entlang der [201]-Verformungsrichtung bei 300 °C liegen zwischen 70 und 90 MPa. Das entspricht einem Anteil der inneren Spannung an der Fließspannung von etwa 30 bis 40 %.

5.3.3. Die Aktivierungsparameter für Versetzungsgleiten des {110}/<111>-Gleitsystems

DAS AKTIVIERUNGSVOLUMEN V

Wie in Abschnitt 2 dargestellt wurde, kann die Temperatur- und Spannungsabhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit mit Hilfe eines Arrhenius-Ausdrucks in Gleichung 2.6. und 2.8. beschrieben werden. Die wichtigsten Parameter, die Aktivierungsparameter, sind die freie Aktivierungsenthalpie ΔG und das Aktivierungsvolumen V, das nach Gleichung (2.10.) die

Abhängigkeit von ΔG von der Spannung τ^* beschreibt. Aus den Werten von ΔG und V lässt sich abschätzen, welcher Reibungsmechanismus auf die Gleitversetzungen wirkt, wenn die Werte in einem ausreichend großen Intervall in Abhängigkeit von der effektiven Spannung bestimmt werden. In den vorangegangenen Abschnitten wurde diskutiert, wie die innere Spannung τ_i abgeschätzt werden kann, und welche Werte der Dehnratenempfindlichkeit zur Bestimmung des Aktivierungsvolumen herangezogen werden sollten.

In Relaxationsversuchen kann die Dehnratenempfindlichkeit in einem großen Intervall der Verformungsgeschwindigkeit als reziproker Wert des Anstiegs entlang der Relaxationskurven ermittelt werden. Bei einem normalen Verlauf der Relaxationskurve beschreiben die abnehmenden Werte der Dehnratenempfindlichkeit entlang der Relaxationskurve die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens $V(\tau)$. Wegen der oben diskutierten Änderungen der Gleitversetzungsdichte während einer Relaxation werden für diese Auswertungen jedoch nur die Anfangsbereiche der Relaxationskurven herangezogen. Wenn die beobachtete Temperaturabhängigkeit der Fließspannung durch einen einzelnen thermisch aktivierten Verformungsprozess bestimmt wird, so kann bei der angenommenen konstanten Gleitversetzungsdichte und bei Kenntnis der inneren Spannung, die ebenfalls als konstant angenommen wird, das Aktivierungsvolumen als Funktion von der effektiven Spannung τ^* dargestellt werden. Die Abhängigkeit des Aktivierungsvolumens V von $\tau^* = \tau - \tau_i$, bestimmt aus den Dehnratenempfindlichkeiten im Anfangsbereich der Relaxationskurven, ist in Abb. 5.4 zu sehen. Sämtliche Daten verschiedener Relaxationen liegen auf einer gemeinsamen Kurve. Diese Übereinstimmung kann mit einem einzigen thermisch aktivierten Verformungsprozess im betrachteten

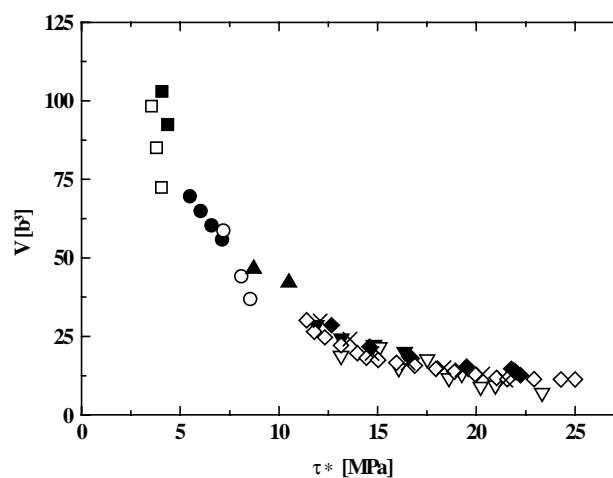


Abbildung 5.4: Aktivierungsvolumen V in Abhängigkeit von der effektiven Schubspannung τ^* .

Temperaturbereich interpretiert werden. Das Aktivierungsvolumen nimmt in diesem Temperaturbereich Werte zwischen 10 und 100 b^3 an. Nach [22] kann erwartet werden, dass Gitterreibung der die Versetzungsbeweglichkeit bestimmende Prozess ist, wenn V kleiner als etwa 20 b^3 ist. Bei hohen Spannungen ist dies erfüllt. Die größeren Aktivierungsvolumina bei höheren Temperaturen können nach [22] eher mit Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen und Punktdefekten interpretiert werden. Hierfür kommen die Verunreinigungen in Betracht, deren Konzentration für (FZ)- MoSi_2 -Einkristalle in Abschnitt 3.4. mit mindestens 350 ppm angegeben wurde. Mit steigender Temperatur ist jedoch auch eine beginnende Beeinflussung der Versetzungsbeweglichkeit durch die Mechanismen zu erwarten, die das anomale Fließverhalten oberhalb von 500 °C kontrollieren. Die Fläche unter der Kurve in Abb. 5.4 entspricht einem Wert von 0,37 eV. Es soll im folgenden versucht werden, ob für hohe Spannungen die Abhängigkeit des Aktivierungsvolumens von τ^* durch ein Potenzgesetz mit Parametern angenähert werden kann, die für den Peierls-Mechanismus erwartet werden.

DIE FREIE AKTIVIERUNGSENTHALPIE ΔG

Die Freie Aktivierungsenthalpie ΔG für einen einzelnen thermisch aktivierten Verformungsprozess kann z. B. nach [84] durch die Potentialfunktion

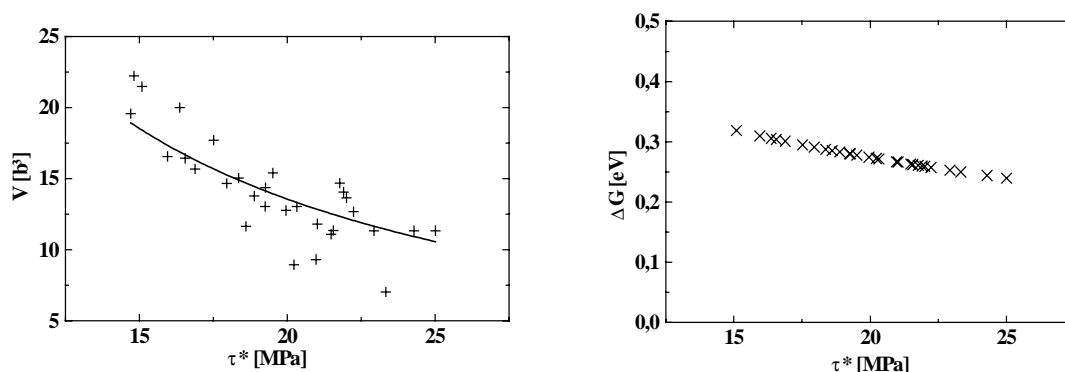
$$\Delta G = \Delta F_0 \frac{\mu(T)}{\mu_0} \left\{ 1 - \left[\frac{\tau'(T)}{\tau'_0} \right]^p \right\}^q \quad (5.11.)$$

beschrieben werden. Hierbei ist ΔF_0 die Helmholtzsche Freie Aktivierungsenergie zur Überwindung eines Hindernisses durch thermische Aktivierung bei einer Spannung Null. Zur Überwindung eines Hindernisses ohne thermische Aktivierung, also bei $T = 0$ K, ist eine Spannung τ'_0 nötig. Unter Berücksichtigung des temperaturabhängigen Schubmoduls ist τ'_0 im Falle des Peierls-Mechanismus die Peierls-Spannung bei 0 K. Bei Temperaturen oberhalb des absoluten Nullpunktes, also bei $T \neq 0$ K, ist zur Überwindung eines Hindernisses eine temperaturabhängige Spannung $\tau'(T)$ nötig. $\mu(T)/\mu_0$ beschreibt das Verhältnis des Schubmoduls μ bei der Temperatur T zum Schubmodul μ_0 bei $T = 0$ K. Ist die Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls bekannt, so können die experimentellen Fließspannungen τ in Gleichung (5.11.) normiert werden. Für MoSi_2 ist die Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls bisher nicht untersucht worden und kann daher nicht berücksichtigt werden. Dies sollte in dem engen Temperaturbereich, der etwa einem Viertel bis einem Drittel der Schmelztemperatur von MoSi_2 entspricht, zulässig sein. Die Werte der Exponenten p und q werden durch den jeweils

vorliegenden Verformungsmechanismus bestimmt. Wird Gleichung (5.11.) nach τ differenziert, so folgt nach Gleichung (2.10.) eine Formel für das Aktivierungsvolumens V

$$V = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right|_T = \frac{pq \Delta F_0}{\tau_0^p} \cdot \tau^{(p-1)} \cdot \left[1 - \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^p \right]^{(q-1)} \quad (5.12.)$$

In Abb. 5.5.a sind die experimentellen Werte des Aktivierungsvolumens im Bereich hoher Spannungen und ihre Beschreibung durch eine Potentialfunktion entsprechend Gleichung (5.12.) aufgetragen. Die Parameter der Potentialfunktion p , q , ΔF_0 und τ_0 wurden mit einem nicht-linearen Regressionsverfahren den experimentellen Daten angepasst.



a)

Abbildung 5.5.a: Potentialfunktion (Linie) nach [84] zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens V .

b)

Abbildung 5.5.b: Freie Aktivierungsenthalpie ΔG nach Gleichung (5.12.) in Abhängigkeit der effektiven Spannung τ^* .

Aus der Regression ergeben sich folgende Werte: $p = 0,16$, $q = 1,87$, $\Delta F_0 = 2 \text{ eV}$ und $\tau_0 = 275 \text{ MPa}$. Wird ΔF_0 in Anteilen μb^3 angegeben, so gilt $\Delta F_0 \approx 0,02 \mu\text{b}^3$. ΔF_0 und die Größe der Parameter p und q sind nach [84] kennzeichnend für die kurzreichweitige Wechselwirkung von Hindernissen mit den Gleitversetzungen und lassen eine Interpretation des Verformungsverhaltens durch einem Peierls-Mechanismus zu. Aufgrund der nicht bekannten Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls kann ΔG nicht nach (2.12.) bestimmt werden. Mit den eben bestimmten Parametern kann jedoch die Abhängigkeit der Freien Aktivierungsenthalpie ΔG von der effektiven Spannung τ^* nach Gleichung (5.11.) beschrieben werden. Dies zeigt Abb. 5.5.b. ΔG nimmt Werte zwischen 0,25 eV und 0,35 eV an.

DIE AKTIVIERUNGSENTHALPIE ΔH

Mit der Temperaturabhängigkeit der Fließspannung $\Delta\sigma/\Delta T$ und einer mittleren Dehnratenempfindlichkeit für ΔT kann die experimentelle Aktivierungsenthalpie ΔH_{ex} nach Gleichung (3.6.) für eine mittlere Temperatur \bar{T} bestimmt werden. Die Temperaturempfindlichkeit der Fließspannung wird am besten mit Temperaturwechsel-Versuchen bestimmt. Wegen der geringen Zahl der Proben stehen solche Daten aus den Verformungsexperimenten mit MoSi₂-Druckproben nicht zur Verfügung. ΔH wurde mit einem Wert $\Delta\sigma/\Delta T$ aus der $\sigma(T)$ -Kurve für eine mittlere Temperatur $\bar{T} = 400$ °C bestimmt. Die $\sigma(T)$ -Kurve gibt die Verformungsspannungen der einzelnen Druckversuche in [201]-Verformungsrichtung wieder. Um Werte der Fließspannung bei vergleichbaren Verformungsstrukturen zu erhalten, wurden in Abb. 5.6. die Fließspannungen bei plastischen Dehnungen von 0,2 % aufgetragen. Für den Tieftemperaturbereich wurde $\Delta\sigma/\Delta T$ durch eine lineare Regression genähert. Aus dem Anstieg dieser Kurve wurde eine mittlere experimentelle Aktivierungsenthalpie ΔH_{ex} von 1,62 eV bestimmt. Sie ist mit dem oben angegebenen Wert von $\Delta F_0 = 2$ eV konsistent.

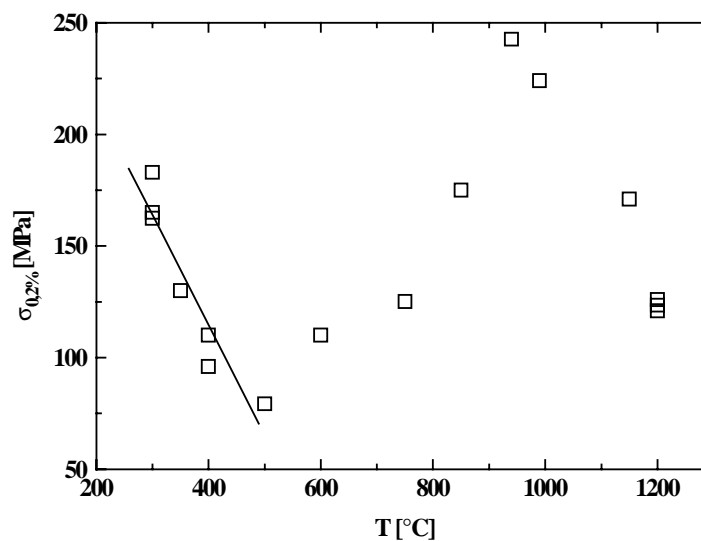


Abbildung 5.6: Temperaturabhängigkeit der Fließspannung bei 0,2 % plastischer Dehnung.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass der Tieftemperaturanstieg der Fließspannung durch den Peierls-Mechanismus erklärt werden kann. Mit zunehmender Temperatur führen andere Prozesse zu einem stärkeren Ansteigen des Aktivierungsvolumens, als es dem Peierls-Mechanismus entspricht. Diese höheren Aktivierungsvolumina können mit der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Verunreinigungen erklärt werden.

5.4. Fließspannungsanomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems

In diesem Abschnitt wird das anomale Fließverhalten von MoSi_2 mit einer $[201]$ -Verformungsrichtung in einem mittleren Temperaturbereich von ca. 600 bis 1000 °C diskutiert. Neben den Ergebnissen der makroskopischen Verformungsexperimente stehen erstmals Ergebnisse aus In-situ-Dehnexperimenten zur Verfügung. Nach einer kurzen Vorstellung der bisherigen Interpretationen anomaler Festigkeitsanstiege in MoSi_2 wird die beobachtete Anomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems anhand der in Abschnitt 2.1.2. aufgeführten Kategorien diskutiert und ein Modell zu ihrer Beschreibung vorgestellt.

5.4.1. Bisherige Interpretationen anomalen Fließverhaltens verschiedener Gleitsysteme

Die Ursachen anomalen Fließverhaltens verschiedener Gleitsysteme in MoSi_2 sind bisher kaum diskutiert. In [1, 3, 14] wird die durch das $\{110\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystem verursachte anomale Festigkeitserhöhung mit einem Quergleitmechanismus auf $\{013\}$ -Quergleitebenen, ähnlich wie bei L_{12} -geordneten Strukturen, gedeutet. Ein Nachweis des $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ -Burgersvektors ist jedoch nicht gegeben. Außer in den genannten Quellen wurde das $\{110\}/\langle 331 \rangle$ -Gleitsystem bisher nicht nachweisen. In [13] wird vermutet, dass eine Dekompositionsreaktion des $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ -Burgersvektors den Festigkeitsanstieg zwischen 1000 und 1200 °C verursacht. In [10] wird vermutet, dass diffusionsgesteuerte Mechanismen, wie z.B. der Portevin-Le Châtelier Effekt, Einfluss auf den Festigkeitsanstieg des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems haben, weil dessen Anomalie von einer ruckartigen Verformung begleitet wird. Die gleichzeitig auftretende Orientierung der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen wird Reibungskräften des Peierls-Typs zugeschrieben. Das anomale Fließverhalten der $\{011\}/\langle 100 \rangle$ - und $\{010\}/\langle 100 \rangle$ -Gleitsysteme zwischen 600 und 900 °C ist bisher nicht diskutiert worden. Im folgenden werden die eigenen Ergebnisse bei der Verformung von MoSi_2 -Einkristallen diskutiert.

5.4.2. Das Erscheinungsbild der Anomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems

Wie bereits im Abschnitt 5.1. diskutiert, kann die beobachtete Fließspannungsanomalie eindeutig dem $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem zugeschrieben werden. Das Schmid'sche Schubspannungsgesetz (Gleichung 2.2.) ist im Temperaturbereich der Fließspannungsanomalie gültig. Das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem zeigt in MoSi_2 eine sehr stark ausgeprägte Anomalie. Zwischen 500 und 990 °C steigt die Fließspannung um einen Faktor von ca. 3,5 an. Das plastische Verhalten wird durch eine makroskopisch ruckartige Verformung bestimmt, die in groben Gleitbändern mit hohen Gleitstufen lokalisiert ist. Die Amplitude der spontanen Lastabfälle fällt mit steigender Dehnrate (Abb. 4.8.b). Diese Beobachtungen decken sich mit den bisheri-

gen Ergebnissen [10]. Die Dehnratenempfindlichkeiten wurden erstmals in dieser Arbeit bestimmt. Ein Vergleich mit anderen Untersuchungen ist daher nicht möglich. Aus Spannungsrelaxations-Versuchen bestimmte Dehnratenempfindlichkeiten nehmen im Temperaturbereich der Anomalie kleine Werte an, z.B. 2 bis 5 MPa bei 600 °C. In Dehnratenwechsel-Versuchen bei 850 °C werden negative Dehnratenempfindlichkeiten von -0,5 und -15 MPa bestimmt. Die starke Streuung der Werte ist auf die fehlende Ausbildung einer stabilen Fließspannung zurückzuführen. Am Hochtemperaturende der Anomalie verläuft die Verformung zunehmend stabiler und die Dehnratenempfindlichkeit steigt auf Werte von ca. 20 MPa. Die bevorzugte Ausrichtung der Versetzungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Orientierung wurde ebenfalls in [5, 6, 8, 10-12] beobachtet. In [10] wird zusätzlich eine bündelförmige Anordnung dieser Versetzungen beschrieben. Das dynamische Verhalten der Versetzungen in In-situ-Dehnexperimenten wird durch das gleichzeitige Auftreten von Versetzungen mit hohen und niedrigen Geschwindigkeiten bestimmt. Bei niedrigen Geschwindigkeiten bewegen sich die $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen in MoSi_2 viskos. Ruckartige Bewegung wurden dann nicht beobachtet. Die Versetzungen zeigen auch in ihrer Bewegung eine bevorzugte Orientierung entlang einer $\langle 110 \rangle$ - und Stufenrichtung. Eine Behinderung der Versetzungsbewegung durch lokalisierte Hindernisse ist nicht nachzuweisen. Diese würden als Verankerungspunkte wirken, zwischen denen sich die Versetzungen unter äußeren Spannungen ausbauchen.

Eine Fließspannungsanomalie infolge einer Aufspaltung von Superversetzungen in der Quergleitebene und der damit verbundenen Bildung von Antiphasengrenzflächen analog der ersten in Abschnitt 2.1.2. beschriebenen Kategorie kann für das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem in MoSi_2 ausgeschlossen werden. Die bei diesem Typ beobachtete ruckartige Versetzungsbewegung [39, 40, 85] tritt in MoSi_2 nicht auf. Zwar besteht in MoSi_2 die Möglichkeit des Quergleitens von $\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen auf $\{011\}$ -Ebenen. $\langle 111 \rangle$ -Schraubenversetzungen sind jedoch weder in Post-mortem-Analysen der Mikrostrukturen nach Druckverformungen, noch während der In-situ-Dehnexperimente nachzuweisen. Die sehr kleinen Netzebenenabstände der $\{011\}$ -Ebenen (Tabelle 3.1) sind vermutlich mit wesentlich höheren Peierls-Spannungen verbunden, die ein Quergleiten behindern. Zudem sind $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen einfache Versetzungen, die in $\{110\}$ -Gleitebenen unter Bildung eines intrinsischen Überstruktur-Stapelfehlers (SISF)

$$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle \rightarrow \frac{1}{4} \langle 111 \rangle + \text{SISF} + \frac{1}{4} \langle 111 \rangle \quad (5.13.)$$

aufspalten. Diese Aufspaltung wurde in [8-10, 13] nachgewiesen. Sie kann, zusammen mit der

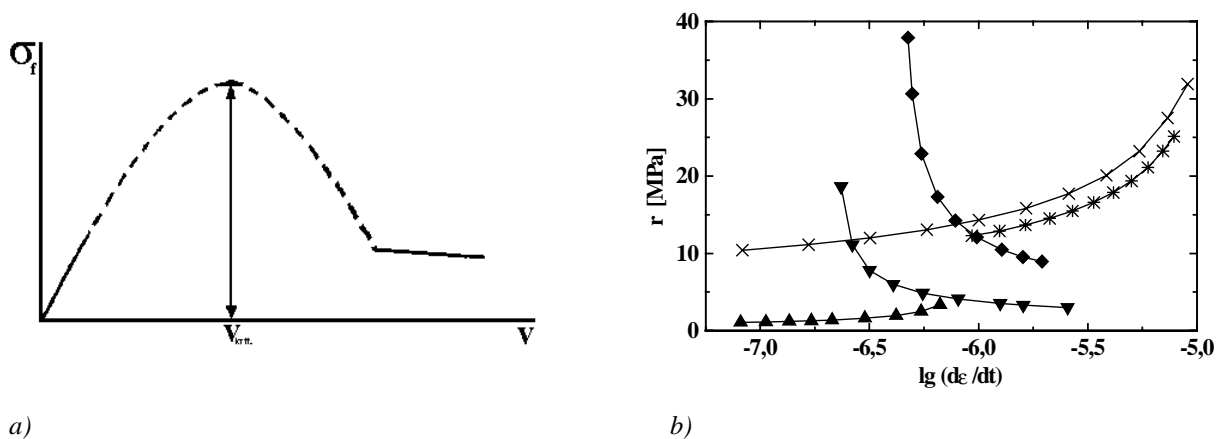
Behinderung des Quergleitens, für die planare Gleitung und die daraus folgende lokalisierte Verformung verantwortlich gemacht werden. Die Aufspaltungsweiten werden in [10] mit 4,4 nm für eine Schraubenversetzung und mit 6,8 nm für eine 70° -Versetzung angegeben. Diese Aufspaltungen wurden, vermutlich aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens des HVEM, nicht nachgewiesen.

Geringe Dehnratenempfindlichkeiten und makroskopisch ruckartige Verformung werden häufig in Verbindung mit Fließspannungsanomalien beobachtet [37, 38]. Die ruckartige Verformung legt eine Beteiligung diffusionsgesteuerter Mechanismen der zweiten Kategorie in Abschnitt 2.1.2. nahe. Die hierbei beobachteten Spannungsinstabilitäten sind klein im Vergleich zur Fließspannung, beispielsweise betragen sie in [86] etwa 6% der Fließspannung. Bei der Verformung von MoSi_2 zwischen 850 und 940 °C betragen die Lastabfälle jedoch 15 bis 40 % der Fließspannung. Sie haben in MoSi_2 im Vergleich zu den bisher bekannten Spannungsinstabilitäten eine andere Ursache. Als Folge der Behinderung des Quergleitens durch die vermutlich hohen Peierls-Spannungen auf $\{101\}$ -Quergleitebenen und eine Versetzungsaufspaltung nach Gleichung (5.13.) kommt es unter dem Einfluss äußerer Spannungen zu einer hohen Versetzungsmultiplikation in wenigen Versetzungsquellen. Dies führt zu einer Lokalisierung der Verformung in Verbindung mit großen Lastabfällen. Zwischen 400 und 600 °C und 940 und 990 °C treten kleine Schwankungen der Fließspannung auf, die durch einen diffusionsgesteuerten Mechanismus verursacht werden können. Das gleichzeitige Auftreten von niedrigen und hohen Versetzungsgeschwindigkeiten in In-situ-Dehnexperimenten bei Temperaturen zwischen 900 und 1000 °C spricht ebenfalls für einen solchen Mechanismus. Ein Modell zur Beschreibung der Anomalie infolge diffusionsgesteuerter Vorgänge erfolgt im folgenden Abschnitt.

5.4.3. Ein Modell zur Beschreibung der Anomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems

Die beobachteten dynamischen Eigenschaften der Versetzungen und das Auftreten einer Fließspannungsanomalie werden sehr gut mit Modellen beschrieben, die von der Bildung von Punktdefekt-Atmosphären an den Versetzungen ausgehen. In [20] ist eine Übersicht über mögliche Punktdefekt-Atmosphären gegeben, die im Bereich niedriger Dehnraten bzw. Versetzungsgeschwindigkeiten einen mit der Dehnraten wachsenden Beitrag zur Fließspannung liefern. In Abb. 5.7.a ist der Zusammenhang von Versetzungsgeschwindigkeit v und einer Reibungsspannung σ_f nach dem Cottrell-Mechanismus [20] dargestellt. Bei niedrigen Versetzungsgeschwindigkeiten können die Punktdefekte den Versetzungen leicht folgen, d.h. σ_f

ist klein. Mit zunehmender Geschwindigkeit müssen die Versetzungen eine wachsende Reibungsspannung, ausgelöst durch die Punktdefekte, überwinden. Diese wachsende Reibungsspannung macht sich in einem Anstieg der Fließspannung bemerkbar. Für $(\Delta\sigma_f/\Delta v \rightarrow 0)$ wird eine maximale Reibungsspannung erzielt, die oberhalb einer kritischen Versetzungsgeschwindigkeit $v_{\text{krit.}}$ wieder sinkt. Dies hat zur Folge, dass sich bei einer bestimmten Spannung gleichzeitig Versetzungen mit sehr hohen Geschwindigkeiten und sehr langsam und viskos bewegen können. Dies entspricht den Beobachtungen der In-situ-Dehnexperimente. Dieses Modell wird durch die makroskopischen Verformungsexperimente bestätigt.



a) *Abbildung 5.7.a:* Abhängigkeit der Reibungsspannung σ_f von der Versetzungsgeschwindigkeit v nach dem Cottrell-Mechanismus (gestrichelte Linie) aus [20].
 b) *Abbildung 5.7.b:* Abhängigkeit der Dehnratenempfindlichkeit r vom Logarithmus der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ für 300 °C (*), 600 °C (▲), 940 °C (▼), 990 °C (◆) und 1200 °C (×).

Auf der Grundlage von Gleichung (3.3.) kann die aus Spannungsrelaxations-Versuchen bestimmte Dehnratenempfindlichkeit als Funktion der plastischen Dehnrates dargestellt werden. Die plastische Dehnrates ist nach Gleichung (2.4.) direkt proportional zur durchschnittlichen Geschwindigkeit der Gleitversetzungen. In Abb. 5.7.b ist dies für Temperaturen zwischen 300 und 1200 °C gezeigt. Für tiefe und hohe Temperaturen steigt die Dehnratenempfindlichkeit mit der Dehnrates an. Dieses Verhalten ist charakteristisch für einen Hindernismechanismus, wie er für die Tieftemperaturverformung in Abschnitt 5.3. diskutiert wurde. Im Bereich des anomalen Fließverhaltens wird ein gegensätzliches Verhalten beobachtet. Mit wachsender Dehnrates bzw. Versetzungsgeschwindigkeit nimmt die Dehnratenempfindlichkeit ab und wird bei höheren Dehnrates negativ, wie die Dehnrateswechsel-Versuche bestätigen. Nach Abb. 5.7.a erreicht der Beitrag von Punktdefekt-Atmosphären zur Fließspannung mit zunehmender Versetzungsgeschwindigkeit ein Maximum und fällt für höhere Geschwindigkeiten wieder ab. Wird in Abb. 5.7.a die Versetzungsgeschwindigkeit logarithmisch aufgetragen, so beschreibt

der Anstieg $(\Delta\sigma_f / \Delta \ln v) \approx (\Delta\sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon})$ die Dehnratenempfindlichkeit r . Diese nimmt im stabilen Bereich mit $v < v_{\text{krit.}}$ mit zunehmender Dehnratenrate bis auf Null ab. Die Abnahme wird im Anomaliebereich in Abb. 5.7.b experimentell beobachtet. Ähnliche Effekte wurden auch in TiAl [87] beobachtet. Das inverse Verhalten der Dehnratenempfindlichkeit im Bereich der Fließspannungsanomalie kann daher mit der Bildung von Punktdefekt-Atmosphären an den Versetzungen erklärt werden.

Wird nach [20] die Theorie des Cottrell-Mechanismus zugrunde gelegt, so ergibt sich für eine kritische Versetzungsgeschwindigkeit ein maximaler Spannungszuwachs von

$$\Delta\sigma_{f,\text{max}} = 17c_0\beta/b^4. \quad (5.14.)$$

Hierbei ist c_0 die Konzentration der Punktdefekte und β wird durch $\beta = \frac{\mu b}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} (V_S - V_M)$ mit

den Parametern $\mu = 190,66$ GPa, $b = 0,453$ nm, $\nu = 0,15$ und $V_M = b^3$ bestimmt. Das Volumen der Punktdefekte V_S wird in Anteilen vom Volumen der Matrixatome V_M mit $V_S = 1,1 V_M$ angenommen. Für intermetallische Verbindungen wurde ein Cottrell-Mechanismus unter Beteiligung von Verunreinigungen in [73, 88, 89] diskutiert. In [90] wird die Bildung von Atmosphären mit intrinsischen Punktdefekten, Leerstellen oder Antisite-Atomen, infolge einer nicht-stöchiometrischen Zusammensetzung diskutiert. Um die Differenz der Fließspannungen in MoSi₂ zwischen 500 und 990°C von ca. 190 MPa mit diesem Modell zu beschreiben, muss eine Punktdefekt-Konzentration von ca. 4000 ppm vorliegen. Die geringe Verunreinigung der (FZ)-MoSi₂-Einkristalle mit extrinsischen Defekten (maximal 700 ppm) kann nur einen Zuwachs von maximal 30 MPa erklären. Im Rahmen des Cottrell-Modells muss der wesentliche Anteil des Spannungszuwachses durch andere Punktdefekte aufgebracht werden. In [87, 91, 102] wurde daher ein Modell vorgeschlagen, das für intermetallische Verbindungen die Möglichkeit einer energetisch günstigen Versetzungskonfiguration unter Einbeziehung intrinsischer Punktdefekte annimmt. Diese Defekte können die Anordnung der Atome im Versetzungskern unabhängig von der stöchiometrischen Zusammensetzung der geordneten Struktur beeinflussen. Dieser Zustand kann in einer beweglichen Versetzung nur durch Diffusionsprozesse aufrechterhalten werden, die nach dem oben beschriebenen Modell eine zusätzliche Reibungsspannung erzeugen. Da es sich in diesem Fall um kurze Diffusionswege handelt, können die notwendigen Aktivierungsenergien im Vergleich zur Diffusion im massiven Material [88] wesentlich kleiner sein. In [92] zeigen Berechnungen für NiAl, dass für eine bestimmte Versetzungskonfiguration die Energie der Versetzung mit einem Antisite-Defekt

niedriger ist als die einer Versetzung ohne diesen. Die Bildungsenergien für Punktdefekte in MoSi_2 wurden [93] nach der MEA-Methode (*Modified Embedded Atom*) berechnet. Danach haben Si-Leerstellen und Antisite-Defekte die niedrigsten und etwa gleich großen Bildungsenergien. Die Bindungsenergien dieser Punktdefekte an Versetzungen analog [92] wurden für MoSi_2 bisher nicht berechnet.

Für das $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystem kann also das makroskopische und mikroskopische Verformungsverhalten von MoSi_2 durch einen diffusionsgesteuerten Prozess beschrieben werden. Für die Beteiligung intrinsischer Punktdefekt-Atmosphären gibt es bisher keinen direkten Nachweis. Werden jedoch intrinsische Punktdefekte im Kern der $\langle 111 \rangle$ -Versetzen angenommen, so können auch die bisher nicht diskutierten Vorzugsorientierungen der Versetzungen erklärt werden.

Diffusionsgesteuerte Reibungsspannungen der zweiten Kategorie in Abschnitt 2.1.2. führen zu einer isotropen Verteilung der Versetzungs-Substruktur. Vorzugsorientierungen der Versetzungen treten im Zusammenhang mit Anomalien der dritten Kategorie auf. In Abschnitt 5.2. wurde bereits die Bevorzugung bestimmter Linienrichtungen diskutiert. Da bei tiefen Temperaturen überwiegend andere Richtungen als im Temperaturbereich der Anomalie auftreten, ist ein Zusammenhang zwischen Festigkeitsanstieg und Versetzungsorientierung im Anomaliebereich sehr wahrscheinlich. Es wird daher angenommen, dass sich die beobachtete Anomalie aus dem beschriebenen diffusionsgesteuerten und einem weiteren Anteil, bedingt durch Reibungsspannungen ähnlich dem Peierls-Typ, zusammensetzt. Die Reibungskräfte des Peierls-Typs können als Folge der Wechselwirkung intrinsischer Punktdefekte mit den Versetzungskernen auftreten. Im Bereich der Anomalie treten überwiegend die stufennahe $\langle 110 \rangle$ -Orientierung und reine Stufenversetzungen auf. Die $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung ist die Schnittlinie der niedrigindizierten Gleitebenen (001) und $\{110\}$. Daher ist eine nicht-planare Aufspaltung der Versetzungskerne denkbar, in deren Folge es zu einer $\langle 110 \rangle$ -Vorzugsorientierung kommt. Des weiteren können Kletterprozesse eine Rolle spielen. Aus den Untersuchungen in [94, 95] folgt eine hohe Beweglichkeit von Si-Leerstellen schon bei relativ niedrigen Temperaturen von 500 K. Es ist denkbar, dass bei höheren Temperaturen Si-Leerstellen die Bindung an den Versetzungskern überwinden und durch Klettern in reinen Si-Schichten [96], d.h. in (001)-Ebenen, zu einer nicht-planaren Kernaufspaltung von Versetzungen mit $\langle 110 \rangle$ -Richtung führen. Zum Gleiten der Versetzungen müssen ihre Kernaufspaltungen überwunden oder die räumliche Anordnung durch Diffusion mitbewegt werden. Dies betrifft hauptsächlich Verset-

zungen mit niedriger Geschwindigkeit. Bewegen sich die Versetzungen hinreichend schnell, bleiben sie unbeeinflusst von Klettervorgängen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass der anomale Anstieg der Fließspannung im Bereich mittlerer Temperaturen mit der Behinderung der Versetzungsbeweglichkeit durch intrinsische Punktdefekt-Atmosphären beschrieben werden kann. Die Möglichkeit energetisch günstiger Versetzungskonfigurationen unter Einbeziehung dieser Defekte ist für MoSi_2 bisher nicht untersucht worden. Nicht-planare Kernaufspaltungen als Folge einer Wechselwirkung der Versetzungen mit diesen Punktdefekten können die Vorzugsorientierungen der Versetzungen im Bereich der Anomalie erklären. Bestätigt werden können diese Annahmen jedoch nur durch hochauflösende Elektronenmikroskopie. Die im folgenden Abschnitt zu diskutierende Bildung von Stapelfehlern kann jedoch als ein Indiz für diese Aufspaltung angesehen werden. Diffusionsgesteuerte Prozesse sind sowohl zur Überwindung einer möglichen Kernaufspaltung, als auch zum Bewegen räumlicher Anordnungen im Versetzungskern nötig. Für die Fließspannungsanomalie des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems kann daher dieser Mechanismus als der die Versetzungsbeweglichkeit kontrollierende Prozess angesehen werden. Die Behinderung des Quergleitens führt zu einer Lokalisierung der Verformung mit den beobachteten Lastabfällen. Als Folge der Lokalisierung sind wesentlich höhere Versetzungsdichten zu erwarten, so dass neben dem Anstieg der thermischen Komponente der Fließspannung auch ein Anstieg der athermischen Spannung zu erwarten ist. Diese würde die geringen Beträge erklären, um die die Fließspannungen in Relaxations-Versuchen zwischen 600 und 940 °C relaxieren.

5.5. Charakterisierung der Stapelfehler auf (001)-Ebenen

Die folgenden Ausführungen beziehen sich auf die im Abschnitt 4.6. beschriebenen flächenhaften Fehler auf (001)-Ebenen, die sich bei der Erwärmung und bei der Verformung von MoSi_2 bildeten. Es werden zunächst die prinzipiell möglichen Fehler charakterisiert. Den eigenen Untersuchungsergebnissen werden die bisherigen Interpretationen dieser Fehler vorangestellt.

5.5.1. (001)-Fehlerflächen in MoSi_2

Die tetragonal geordnete Struktur von MoSi_2 gestattet prinzipiell (001)-Grenzflächen mit drei verschiedenen Fehlervektoren \vec{R}_F in [001]-Richtung. Diese haben die Größe $\frac{1}{6}, \frac{1}{3}$, und $\frac{1}{2}[001]$. Alle drei Fehlervektoren sind in der Elementarzelle von MoSi_2 in Abb. 5.8. darge-

stellt. Nach der Definition von Grenzflächen in Kristallen in Abschnitt 3.3.3. können sie wie folgt charakterisiert werden. Die Fehlervektoren $\vec{R}_F = \frac{1}{6}[001]$ und $\vec{R}_F = \frac{1}{2}[001]$ stellen unvollständige Translationsvektoren in der geordneten Struktur von MoSi_2 dar. Sie verbinden entlang der c -Achse die Flächenmitte der (001) -Basisfläche mit jeweils einem Si- bzw. Mo-Atom. Beide Vektoren wären auch in der gleichen, aber ungeordneten Struktur unvollständige Translationsvektoren. Sie kennzeichnen daher beide einen Stapelfehler. Der $\frac{1}{2}[001]$ -Stapelfehler entsteht im Mo-Untergitter und stellt einen einfachen Stapelfehler der tetragonal-raumzentrierten Struktur dar. Dagegen ist der $\frac{1}{6}[001]$ -Stapelfehler an das von Si-Atomen gebildete Untergitter gebunden und somit ein reiner Überstruktur-Stapelfehler. Der Fehlervektor $\vec{R}_F = \frac{1}{3}[001]$ verbindet in der Elementarzelle ein Mo-Atom mit einem Si-Atom. Dieser Vektor stellt einen unvollständigen Translationsvektor der geordneten Struktur dar. In einer gleichen, aber ungeordneten Struktur wäre dieser Fehlervektor jedoch ein vollständiger Gittervektor und würde demzufolge auch keine Gitterstörung hervorrufen. Daher charakterisiert $\vec{R}_F = \frac{1}{3}[001]$ eine Antiphasengrenze in der geordneten Struktur von MoSi_2 .

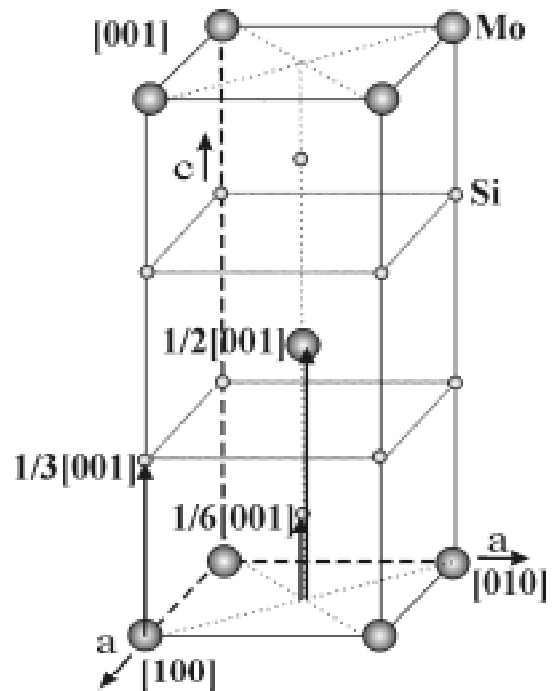


Abbildung 5.8: Fehlervektoren für (001) -Grenzflächen in MoSi_2 .

5.5.2. Bisherige Interpretationen

In den bisherigen Veröffentlichungen [1, 3, 6, 8, 12-14, 70, 71, 97] finden sich mehrere Hinweise auf flächenhafte Fehler auf den (001) -Ebenen von MoSi_2 . Diese Fehler mit einer Ausdehnung von mehreren Mikrometern werden in [1, 3, 14, 97] irrtümlich als Stapelfehler auf $\{110\}$ -Ebenen interpretiert. Ihre Entstehung wird mit einer spannungsinduzierten Phaseninstabilität der $C11_b$ -Struktur gegenüber der $C40$ -Struktur begründet. Diese Instabilität sei für die Bildung von $\frac{1}{4} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen verantwortlich. Mit ihrer Bewegung auf $\{110\}$ -Ebenen würden diese Versetzungen eine Stapelfehlerfläche erzeugen. $C40$ ist jedoch eine hexagonale Hochtemperaturphase des Mo-Si-Systems, die durch eine allotrope Umwandlung bei Temperaturen oberhalb von 1900°C gebildet wird und bis zum Schmelzpunkt beständig ist.

Diese Umwandlung wird nicht in reinem MoSi_2 beobachtet [4]. Die tetragonale Phase von MoSi_2 ist bis zum Schmelzpunkt stabil [98].

Aufgrund dieser Ergebnisse wurden die (001)-Stapelfehler in [71] neu interpretiert. Danach können bisher zwei Ursachen für die Bildung von (001)-Fehlerflächen unterschieden werden. Eine Ursache kann eine Dissoziation von Versetzungen sein. Sie tritt als Folge von Kletterprozessen während der Verformung von Einkristallen bei Temperaturen oberhalb von 1000 °C [6, 8] auf. Die Bildung der (001)-Fehlerflächen wird mit der Dissoziation von $\langle 331 \rangle$ - oder $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen erklärt. Diese Dissoziationen führen zu Antiphasengrenzen und komplexen Stapelfehlern. Sie werden im folgenden Abschnitt beschrieben. Neben der Versetzungsdissoziation wird ein Si-Verlust während der Züchtung der MoSi_2 -Einkristalle für die Bildung von (001)-Fehlerflächen verantwortlich gemacht. Diese Fehler werden als Kondensations-Fehlerflächen bezeichnet [13, 70, 71] und von Versetzungen des Franktyps begrenzt. Sie sind thermisch stabil und nur in (FZ)-Einkristallen nachzuweisen, die bei relativ geringen Wachstumsraten von ca. 10 mmh^{-1} gezüchtet wurden. Eine Kondensation von Leerstellen wird als Ursache für die Fehlerbildung ausgeschlossen [71], da nach Einkristallzüchtung mit höherer Wachstumsrate keine (001)-Fehlerflächen nachzuweisen sind. Diese Fehler zeigen Ausdehnungen von mehreren Mikrometern zwischen den berandenden Partialversetzungen. In [70, 71] ist jeweils nur der Nachweis einer berandenden Partialversetzung wiedergeben. Die Stapelfehler in [71] werden mit einem Fehlervektor $\vec{R}_F = \frac{1}{6}[001]$ und Burgersvektoren der berandenden Versetzungen parallel zu $\langle 100 \rangle$ beschrieben. Dieser Fehlervektor beschreibt den Verlust einer einzelnen Si-Schicht parallel zu den (001)-Ebenen. In [70] wird die Bildung der Kondensations-Stapelfehler mit einem Fehlervektor von $\vec{R}_F = \frac{1}{3}[001]$, d.h. dem Verlust zweier benachbarter Si-Schichten, interpretiert. Der Burgersvektor einer Partialversetzung verläuft in [001]-Richtung. Die fehlende Auslöschung des Streifenkontrastes für {013}-Reflexe wird mit einer Dilatation des Kristallgitters in [001]-Richtung begründet. Diese Interpretation des Fehlers als Antiphasengrenze widerspricht jedoch dem Stapelfehlerkontrast der Fehlerflächen in [70].

Die bisher analysierten Ursachen für die Bildung von (001)-Fehlerflächen in MoSi_2 sind also zum einen diffusionsgesteuerte Kletterdissoziationen von Versetzungen während der Verformung von MoSi_2 bei hohen Temperaturen. Zum anderen werden eingewachsene (001)-Fehlerflächen beschrieben, die als Folge einer lokalen nicht-stöchiometrischen Zusammensetzung während der Kristallzüchtung entstehen.

5.5.3. Eigene Untersuchungen

Die eigenen Untersuchungen zu den (001)-Fehlern sind nicht in Übereinstimmung mit den bisherigen Interpretationen zu bringen. In unverformten, nicht wärmebehandelten Einkristallen konnten keine (001)-Fehlerflächen nachgewiesen werden. Die Kletterdissoziationen von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen sind nur in [6] nach Druckverformung bei 1400 °C beobachtet worden. Es sind keine weiteren Veröffentlichungen bekannt, die diese Kletterdissoziation bestätigen. In der vorliegenden Arbeit erstreckten sich die vorgestellten Druckverformungsexperimente über einen Temperaturbereich von 300 bis 1200 °C. Nach diesen Verformungen konnten in den jeweiligen TEM-Proben keine (001)-Fehlerflächen nachgewiesen werden. Eine Ausnahme bilden hier die Verformungsstrukturen, die nach einer Druckbeanspruchung bei 300 und 400 °C entstanden, und die in nachfolgenden In-situ-Dehnexperimenten unter Zug weiter bei 440 und 450 °C belastet wurden. Hier ist nicht zu klären, ob die beobachteten (001)-Fehlerflächen eine Folge der Druckbeanspruchung sind oder im Verlauf der In-situ-Dehnexperimente entstanden (Abb. 4.26). In allen (FZ)-Mikrozugproben konnten nach den In-situ-Dehnexperimenten flächenhafte Fehler auf den (001)-Basisflächen nachgewiesen werden. In-situ-Dehnexperimente und zusätzlich durchgeführte Temperversuche haben gezeigt, dass diese Fehler bei mittleren Temperaturen als Folge einer Dissoziationsreaktion von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen auftreten. Besonders große Ausdehnungen der berandenden Partialversetzungen von 10 µm und mehr sind nachweisbar, wenn die entsprechenden Proben nicht nur erhöhten Temperaturen, sondern auch äußeren Zugspannungen ausgesetzt sind. Der Einfluss der Temperatur auf die beobachteten Versetzungsreaktionen deutet auf eine Beteiligung von Diffusionsprozessen hin. Die besonders großen Abstände der Partialversetzungen unter Einfluss einer äußeren Spannung lassen die Bildung einer gleitfähigen Partialversetzung vermuten, deren Bewegung auf einer (001)-Ebene die Fehlerfläche vergrößert.

Bevor die möglichen Dissoziationen diskutiert werden, werden zunächst die Argumente angeführt, die andere Bildungsmechanismen ausschließen. Die Charakterisierung der (001)-Fehlerflächen wurde im HVEM durchgeführt. Die TEM-Proben waren während dieser Kontrastexperimente einer Bestrahlung mit energiereichen Elektronen von 1 MeV ausgesetzt. Die Bildung von (001)-Fehlerflächen in ausscheidungs- und versetzungsfreien Kristallbereichen wurde in keinem der durchgeführten In-situ-Dehnexperimente und Temperversuche festgestellt. Daraus können folgende Schlüsse gezogen werden.

Eine Kondensation von strukturellen und/oder thermischen Leerstellen und die Diffusion von

Si-Atomen in fehlerfreien MoSi_2 -Einkristallen können als Ursache der Fehlerbildung mit Sicherheit ausgeschlossen werden. Die Kondensation von Leerstellen wäre mit der Bildung von Frank'schen Versetzungsringen verbunden. In Abhängigkeit von ihrer Größe würden kleine Versetzungsringe (< 50 nm) einen „kaffeebohnen“-ähnlichen Kontrast [55] und große Versetzungsringe einen Streifenkontrast der eingeschlossenen Fehlerfläche zeigen. Die Diffusion von Si-Atomen vollzieht sich in den (001)-parallelen Si-Schichten [96]. Eine Diffusion von Silizium an die Oberfläche der TEM-Proben hätte (001)-Fehlerflächen zur Folge, deren Kontrastverhalten mit den Frank'schen Versetzungsringen übereinstimmt. Die nachgewiesenen (001)-Fehlerflächen (Abschnitt 4.6.) zeigen keine Übereinstimmung mit dem Kontrastverhalten von Frank'schen Versetzungsringen.

Die 1-MeV-Elektronenbestrahlung der MoSi_2 -Einkristalle im HVEM kann Leerstellen auf Si-Gitterplätzen erzeugen [94, 95]. Eine Schädigung des Probenmaterials durch die Bestrahlung im HVEM kann jedoch als Ursache der (001)-Fehlerflächen ausgeschlossen werden. Mit Hilfe der Positronlebensdauerspektroskopie wurde in [94, 95] nachgewiesen, dass durch Bestrahlung entstandene Leerstellen bereits bei 240 bis 300 K beweglich werden und bei Temperaturen oberhalb 500 K ausheilen. Die Temperaturen der In-situ-Dehn- und -Temperversuche, bei denen die Bildung der (001)-Fehlerflächen festgestellt wurden, lagen in allen Experimenten oberhalb 500 K. Daher scheint die Annahme gerechtfertigt, dass infolge der Bestrahlung im HVEM entstandene Leerstellen unmittelbar ausheilen und die Mikrostruktur der Probe nicht beeinflussen.

Auch wenn eine Kondensation von Leerstellen und eine Diffusion von Si-Atomen im fehlerfreien MoSi_2 als mögliche Bildungsmechanismen für (001)-Fehlerflächen entfallen, besteht die Möglichkeit, dass diese Prozesse dennoch an bevorzugten Kristallbereichen stattfinden. Solche Kristallbereiche wie beispielsweise Mo_5Si_3 -Ausscheidungen oder Versetzungen können Kondensationskeime bzw. bevorzugte Diffusionswege darstellen. (001)-Fehlerflächen sind in Dehnexperimenten und Temperversuchen jedoch weder an Mo_5Si_3 -Ausscheidungen noch an $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen nachzuweisen. Im letzteren Fall wurden die Temperversuche an (CZ)-Einkristallen durchgeführt. Das unter-stöchiometrische Mo:Si-Verhältnis führt zur Bildung von Mo_5Si_3 -Ausscheidungen. Es ist bisher nicht bekannt, inwiefern dies die thermisch bedingte Bildung der (001)-Stapelfehler beeinflusst. Nach den bisherigen Erkenntnissen [1, 3, 6, 8, 12-14, 70, 71] kann die Bildung der Fehlerflächen aufgrund einer Kondensation von

Leerstellen an Versetzungen oder Ausscheidungen oder aufgrund eines Si-Verlusts durch Rohrdiffusion von Si-Atomen entlang von Versetzungskernen ausgeschlossen werden.

(001)-Fehlerflächen wurden ausschließlich nach In-situ-Dehn- und -Temperversuchen als Folge der Dissoziation von $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen in MoSi_2 -Einkristallen nachgewiesen. Im folgenden werden die möglichen Dissoziationen einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen diskutiert.

5.5.4. Bildung von (001)-Fehlerflächen durch Dissoziation von $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen

Abb. 5.9. zeigt alle möglichen Dissoziationen einer $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzung, die mit der Bildung einer (001)-Fehlerfläche verbunden sind. Als Folge einer Dissoziation analog Abb. 5.9.a und b entstehen zwei Partialversetzungen, analog Abb. 5.9.c drei Partialversetzungen. Die Dissoziationen a) und c) wurden nach einer Hochtemperaturverformung von MoSi_2 in [6, 8] nachgewiesen. Sie beschreiben die im Abschnitt 5.5.2. genannten Kletterdissoziationen. Der Fehlervektor \vec{R}_F nimmt in beiden Fällen den Wert $\frac{1}{3}[001]$ an. Er charakterisiert eine Antiphasengrenze. Die äußeren Partialversetzungen der Dissoziation in Abb. 5.9.c führen zur Bildung eines komplexen Stapelfehlers. Die Dissoziation einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzung nach Abb. 5.9.b ist mit dem Fehlervektor $\vec{R}_F = \frac{1}{2}[001]$ eines einfachen Stapelfehlers verbunden.

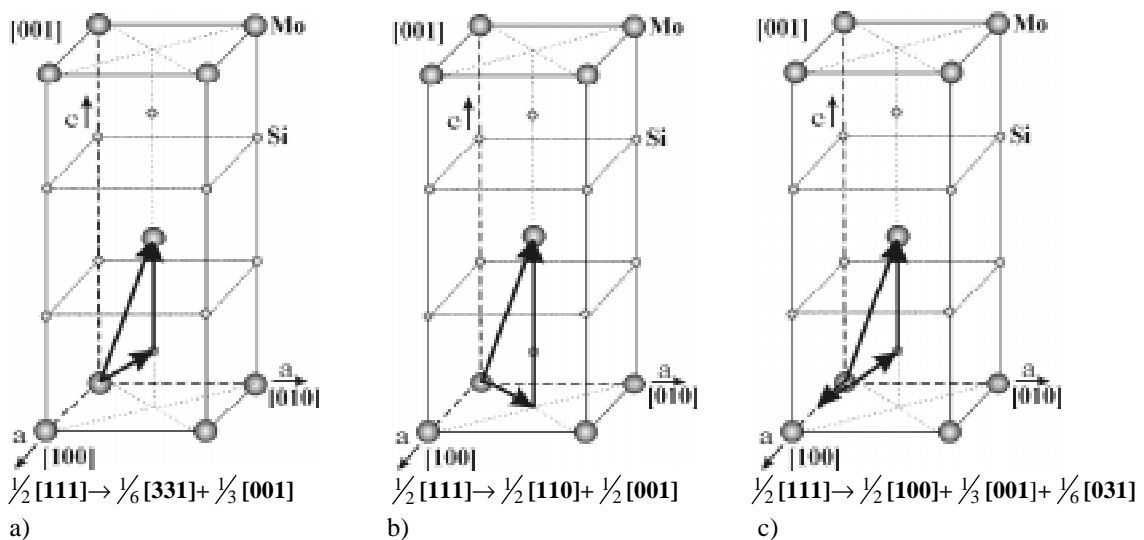


Abbildung 5.9: Dissoziationen einer $\frac{1}{2} [111]$ -Versetzung, die zur Bildung flächenhafter Fehler auf (001)-Ebenen führen.

In Abschnitt 4.6. zeigen die nachgewiesenen (001)-Fehlerflächen das Kontrastverhalten von intrinsischen Stapelfehlern (Abb. 4.32). Die Bildung einer Antiphasengrenze nach Abb. 5.9.a und c kann somit ausgeschlossen werden. Die Auslöschung des Streifenkontrastes in Abb. 4.36 lässt sich sowohl durch einen Fehlervektor $\vec{R}_F = \frac{1}{2}[001]$ als auch durch $\vec{R}_F = \frac{1}{6}[001]$ be-

schreiben. Ein \vec{R}_F von $\frac{1}{6}[001]$ ist jedoch nicht in Übereinstimmung mit den möglichen Versetzungsdissoziationen in Abb. 5.9. Die Analyse der Burgersvektoren in Abb. 4.33 kann sowohl mit Abb. 5.9.a als auch mit Abb. 5.9.b beschrieben werden, wobei erstere wie eben diskutiert entfällt. In Abb. 4.36 entspricht die Analyse der Burgersvektoren einer Dissoziation nach Abb. 5.9.b. Die experimentellen Ergebnisse sind daher durch eine Versetzungsdissoziation nach Abb. 5.9.b zu beschreiben. Diese Stapelfehler werden jeweils von einer auf den (001)-Ebenen gleitfähigen Partialversetzung und von einer Frank-Partialversetzung berandet. Daher kann sowohl Versetzungsgleiten als auch -klettern bzw. beide Mechanismen zur Bildung der Stapelfehler führen. Dieser Aspekt wird im folgenden diskutiert.

In In-situ-Temperversuchen wurde nachgewiesen, dass sich an $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen Stapelfehler bilden können. Diese Fehler sind kleiner als diejenigen, die nach Zugbeanspruchung in In-situ-Dehnexperimenten nachgewiesen wurden. Aus dem Vergleich der entsprechenden Versetzungen vor und nach dem Tempern (Abb. 3.33 und 3.36) folgt, dass sich Frank-Partialversetzungen durch Kletterdissoziation von der vollständigen Versetzung abgespalten haben. Die vollständige Aufspaltung einer $\langle 111 \rangle$ -Versetzung entlang ihrer Versetzungslinie wurde in Temperversuchen immer für $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtungen nachgewiesen. In diesem Fall entsteht eine auf (001)-Ebenen gleitfähige $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ -Schrauben-Partialversetzung. Die elastischen Linienenergien der vollständigen Versetzung und der beiden Reaktionsprodukte sind gleich groß. Die parallelen Reaktionsprodukte erfahren aufgrund ihrer senkrecht zueinander stehenden Burgersvektoren nach [20] keine zusätzlichen anziehenden oder abstoßenden Kräfte. Nach In-situ-Dehnexperimenten waren $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen ebenfalls entlang ihrer gesamten Versetzungslinie aufgespalten. Die Bildung der Stapelfehler erfolgte spontan. Die dabei entstandenen großen Abstände der Partialversetzungen, insbesondere nach In-situ-Dehnexperimenten entlang [201], können nur durch Versetzungsgleiten, nicht jedoch durch Diffusionsvorgänge erklärt werden.

Anhang dieser Ergebnisse kann die Dissoziation der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen durch Diffusionsvorgänge, aber auch durch eine energetisch neutrale Aufspaltung verursacht werden. Die entstandenen Partialversetzungen sind sowohl mit Gleit- als auch mit Diffusionsprozessen an der Ausdehnung der Stapelfehler beteiligt. Das Klettern einer $\frac{1}{2}[001]$ -Frank-Partialversetzung erfordert eine Diffusion von Mo- und Si-Atomen bzw. von Leerstellen auf Mo- und Si-Gitterplätzen. Die Diffusivität von Mo-Atomen in MoSi_2 ist wesentlich geringer als die von Si-Atomen [94-96], so dass die Beweglichkeit der Mo-Atome die Klettergeschwindigkeit der

Frank-Partialversetzung kontrollieren sollte. Unter dem Einfluss einer günstig angreifenden äußeren Zugspannung kann das Gleiten der $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ -Partialversetzungen die Stapelfehler vergrößern. Die Orientierung der beiden, einen Fehler berandenden Partialversetzungen kann sich durch Gleiten und Klettern ändern. Nachgewiesen wurden vorzugsweise $\langle 110 \rangle$ -Schraubenorientierungen und $\langle 110 \rangle$ -nahe Linienrichtungen der Frank-Partialversetzungen (Abb. 4.33 und 4.36).

Die niedrigste Temperatur, bei der in Temperversuchen die Dissoziation durch Kletterprozesse nachgewiesen wurde, ist 550 °C. Diese Temperatur stimmt sehr gut mit dem Beginn des anomalen Fließverhaltens in makroskopischen Verformungsexperimenten überein. Ein Zusammenhang zwischen den festigkeitssteigernden Mechanismen und der beobachteten Bildung von Stapelfehlern ist daher sehr wahrscheinlich. Wie bereits in Abschnitt 5.4.3. diskutiert, ist die $\langle 110 \rangle$ -Richtung eine gemeinsame Richtung der niedrigindizierten $\{110\}$ - und (001) -Ebenen. Die angenommene nicht-planare Aufspaltung der Versetzungskerne kann der Ausgangspunkt für die Dissoziation der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen sein. Da die elastischen Energie durch die Dissoziation nicht reduziert wird, muss der Antrieb für diese Reaktion in der Kernenergie der $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen oder in einer geringen Energie der Stapelfehlerenergie liegen. Für weiterführende energetische Betrachtungen der Dissoziation nach Abb. 5.9.b fehlen Angaben zur Energie γ_{SF} der Fehlerfläche und zum Diffusionskoeffizienten von Mo in Mo-Si₂. In den bisherigen Untersuchungen [9, 10, 73, 99-101] werden die Energien von Fehlerflächen auf $\{110\}$ - und $\{013\}$ -Ebenen genannt, die durch Aufspaltungen von $\frac{1}{2} \langle 331 \rangle$ - und $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen entstanden sind. In [93] werden nach der MEA-Methode berechnete Werte für die Energien verschiedener Fehlerflächen angeführt. Für die (001) -Fehlerfläche wird jedoch nicht der Fehlervektor benannt. Wie bereits in Abschnitt 5.5.2. erwähnt, wurden (001) -Fehlerflächen bisher, d.h. in [13, 70, 71], als Kondensations-Fehlerflächen interpretiert. Daher kann davon ausgegangen werden, dass sich die Energieangaben in [93] auf Fehlerflächen mit $\vec{R}_F = \frac{1}{6}[001]$ oder $\vec{R}_F = \frac{1}{3}[001]$ beziehen.

Im Gegensatz zu den bisher bekannten Interpretationen kann die Bildung von Stapelfehlern auf (001) -Ebenen mit der Dissoziation von $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ -Versetzungen in eine $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ -Partialversetzung und eine $\frac{1}{2} \langle 001 \rangle$ -Partialversetzung erklärt werden. Diese Dissoziation ist sehr wahrscheinlich eine Folge der Mechanismen, die auch das anomale Fließverhalten des $\{110\}/\langle 111 \rangle$ -Gleitsystems verursachen.

6. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das plastische Verformungsverhalten der einkristallinen intermetallischen Verbindung MoSi_2 in makroskopischen Druckversuchen und In-situ-Dehnexperimenten in einem Höchstspannungs-Elektronenmikroskop (HVEM) untersucht. In der Literatur sind Gleitsysteme mit einem anomalen Anstieg der Fließspannung bei mittleren Verformungstemperaturen bekannt. Die vorgelegten Untersuchungen konzentrierten sich auf die Mikroprozesse, die die Beweglichkeit der Versetzungen solcher Gleitsysteme in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmen. Dazu wurden Druckproben und Mikrozugproben mit verschiedenen Orientierungen der Lastachse verformt. Da die Herstellung der in anderen Laboratorien präparierten reinen MoSi_2 -Einkristalle sehr aufwendig und teuer ist, standen für die Untersuchungen relativ kleine Einkristallstücke zur Verfügung. Die Orientierungen der Verformungsproben wurden daher so gewählt, dass in allen Experimenten möglichst ein und dasselbe Gleitsystem mit einem bei mittleren Temperaturen anomalen Festigkeitsanstieg aktiviert wird.

Im Verlauf der makroskopischen Kompressionsexperimente wurden Spannungsrelaxations- und Dehnratenwechsel-Versuche durchgeführt. Diese dienten zur Bestimmung der Aktivierungsparameter des Versetzungsgleitens, die bislang nicht untersucht wurden. Mit ihrer Hilfe ist eine Charakterisierung der Verformungsprozesse möglich. In-situ-Dehnexperimente an MoSi_2 wurden erstmals und erfolgreich durchgeführt. Sie hatten zum Ziel, das dynamische Verhalten der Versetzungen in Abhängigkeit von der Temperatur zu bestimmen. Diese Experimente gestatten es, die Bewegung der Versetzungen direkt zu beobachten. Sie sind ein wertvolles Instrument bei der Charakterisierung der Mikroprozesse, die das mikroskopische und makroskopische Verformungsverhalten dieser intermetallischen Verbindung bestimmen.

In einem Temperaturbereich zwischen 300 und 1200 °C wurden Druckproben entlang der [201]-Verformungsrichtung unter Druck beansprucht. Entlang der [302]- und [1801]-Orientierungen wurden Druckproben zwischen 990 und 1200 °C verformt. Die dabei gewonnenen Ergebnisse stimmen mit denjenigen der [201]-Verformungsrichtung überein. Die Auswertung konzentrierte sich daher auf die Ergebnisse der Verformung entlang der [201]-Richtung. Bei allen Verformungsrichtungen dominiert das Gleiten von Versetzungen mit einem $\frac{1}{2}$ $\langle 111 \rangle$ -Burgersvektor auf {110}-Gleitebenen. Die lichtmikroskopische Gleitspuranalyse bestätigt die Aktivierung zweier gleichberechtigter Gleitsysteme des genannten Typs. Anhand der Daten

der makroskopischen Verformung entlang der [201]-Richtung können drei Temperaturbereiche mit jeweils charakteristischem Verformungsverhalten unterschieden werden.

Unterhalb von 500 °C tritt mit abnehmender Temperatur ein Tieftemperaturanstieg der Fließspannung auf. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven sind glatt. Änderungen der Dehnrates, wie sie bei den Messprozeduren für die Dehnratenempfindlichkeit auftreten, führen zu transienten Effekten. Diese sind um so deutlicher, je niedriger die Temperatur ist. Sie können mit einer Veränderung der Dichte beweglicher Versetzungen interpretiert werden. Bei Spannungsrelaxations-Versuchen auftretende transiente Effekte sind komplementär zu denen, die beim Durchlaufen eines Streckgrenzeneffektes während der nachfolgenden Wiederbelastungen auftreten.

Unter Benutzung einer Formel für Taylor-Verfestigung wurde der athermische Anteil an der Fließspannung aus der Versetzungsdichte nach Druckverformung bei 300 °C zu etwa 30 bis 40 % abgeschätzt. Dieser Wert folgt auch aus dem asymptotischen Verlauf der Spannungsrelaxations-Kurven.

Die Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung bei einer Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-5} s^{-1} sinkt von ca. 20 MPa bei 300 °C auf ca. 5 MPa bei 500 °C. Aus dem Verlauf der Relaxationskurven wurde die Dehnratenempfindlichkeit auch in einem großen Intervall der Verformungsgeschwindigkeiten ermittelt. Unter Berücksichtigung der oben erwähnten transienten Effekte ist eine Bestimmung der Aktivierungsparameter der Verformungsprozesse möglich.

Im Tieftemperaturbereich nimmt das Aktivierungsvolumen V Werte zwischen 10 und 100 b^3 an. Für hohe Spannungen ist V kleiner als 20 b^3 . Mit einem nicht-linearen Regressionsverfahren wurden die Parameter eines Potenzgesetzes den experimentellen Daten für die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens bei hohen Spannungen angepaßt. Diese Parameter und die Größe des Aktivierungsvolumens weisen auf den Peierls-Mechanismus als verformungsbestimmenden Mechanismus hin. Für hohe Spannungen wurde die Freie Aktivierungsenthalpie ΔG zu 0,25 eV, die Helmholtzsche Freie Aktivierungsenergie ΔF_0 zu 2 eV bestimmt. Aus der Temperaturabhängigkeit der Fließspannung folgt für eine mittlere Temperatur von 400 °C eine experimentelle Aktivierungsenthalpie ΔH_{ex} von 1,62 eV. Alle Daten sind mit dem Peierls-Mechanismus für die Beweglichkeit der Versetzungen vereinbar. Die größte-

ren Werte des Aktivierungsvolumens am oberen Ende des Tieftemperaturbereichs weisen sicher schon auf den Übergang in den Anomaliebereich hin.

Die Mikrostruktur nach Druckverformung und In-situ-Dehnexperimenten zwischen 300 und 500 °C ist bestimmt von geradlinigen Versetzungen, die sich entlang kristallographischer Richtungen in ihrer Gleitebene ausrichten. Diese Ausrichtung steht im Einklang mit dem Peierls-Modell. Mit dem Linienspannungsmodell unter Berücksichtigung der elastischen Anisotropie wurden keine Vorzugsorientierungen der Versetzungen nachgewiesen. Neben einzelnen Versetzungen treten häufig Dipolanordnungen von Versetzungen auf parallelen Gleitebenen auf. Reaktionsprodukte sich schneidender $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen wurden nicht beobachtet. Statt dessen bilden diese Versetzungen Anordnungen aus langen, eng benachbarten, parallelen Segmenten entlang der [001]-Richtung.

Zwischen 500 und 1000 °C steigt die Fließspannung um einen Faktor von ca. 3,5 an. Diese positive Temperaturabhängigkeit der Fließspannung wird als Fließspannungsanomalie des aktiven Gleitsystems bezeichnet. Die makroskopische Verformung wird durch ruckartiges Fließen bestimmt. Das ruckartige Fließen und das in In-situ-Dehnexperimenten zwischen 800 und 1000 °C beobachtete Auftreten von instabiler Versetzungsbewegung mit hohen Geschwindigkeiten und viskoser Bewegung mit niedrigen Geschwindigkeiten bei gleicher Spannung werden mit einem diffusionsgesteuerten Prozess interpretiert. Die hierbei zusätzlich auftretende Reibungsspannung löst den Anstieg der Fließspannung aus. Die in den Einkristallen vorhandenen Fremdatom-Konzentrationen sind für den sehr starken Zuwachs der Fließspannung zu klein. Deshalb wird ein Modell vorgeschlagen, das auf der Wechselwirkung der Versetzungen mit intrinsischen Punktdefekten aufbaut. Die Fließspannungsanomalie ist von sehr kleinen Werten für die Dehnratenempfindlichkeit der Spannung sowie deren inverser Ratenabhängigkeit begleitet. Diese Beobachtungen unterstützen das Modell einer diffusionskontrollierten Versetzungsbeweglichkeit.

Im Temperaturbereich der Fließspannungsanomalie zeigen die Versetzungen eine bevorzugte Ausrichtung entlang der $\langle 110 \rangle$ - und der Stufenrichtungen. Es wird vermutet, dass hierfür eine Aufspaltung der Kerne der Versetzungen mit großem Stufenanteil in von der Gleitebene abweichenden Ebenen verantwortlich ist. Eine Bewegung dieser Versetzungen ist dann nur durch Einschnürung oder, in der aufgespaltenen Konfiguration, durch sogenanntes konservatives Klettern möglich. Beide Vorgänge erfordern die oben erwähnten Diffusionsprozesse. Die

bei hohen Temperaturen vermuteten aufgespaltenen Versetzungen konnten mit dem HVEM nicht abgebildet werden.

Die beobachteten Stapelfehler auf (001)-Ebenen können durch Aufspaltung von $\frac{1}{2}$ $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen entstehen. Als Reaktionsprodukte bilden sich eine auf (001)-Ebenen kletterfähige $\frac{1}{2}$ $\langle 001 \rangle$ -Frank-Partialversetzung und eine auf (001)-Ebenen gleitfähige $\frac{1}{2}$ $\langle 110 \rangle$ -Partialversetzung. Letztere zeigt überwiegend Schraubencharakter. Sowohl Kletter- als auch Gleitvorgänge können die Fehlerflächen vergrößern. Die Kletterdissoziation tritt bevorzugt an $\langle 111 \rangle$ -Versetzungen mit $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung bei den gleichen Temperaturen auf, bei denen auch die Fließspannungsanomalie beginnt. Es wird daher vermutet, dass diese Dissoziation für die $\langle 110 \rangle$ -Vorzugsorientierung bei hohen Temperaturen und für die damit verbundene geringe Beweglichkeit dieser Versetzungen verantwortlich ist.

Die Reduzierung der Versetzungsbeweglichkeit im Bereich der Fließspannungsanomalie entspricht einem zusätzlichen (Reibungs-)Beitrag zur Fließspannung. Die erhöhte effektive Spannung kann zu einer Erhöhung der Bildungsrate der Versetzungen und somit zu einem Anstieg der Versetzungsdichte führen. Deshalb wird sich im Anomaliebereich auch der athermische Anteil der Fließspannung erhöhen. Darauf weist hin, dass die Spannung in diesem Bereich nur wenig relaxiert. An den Anomaliebereich schließt sich zu hohen Temperaturen ein starker Abfall der Fließspannung an. Dieser kann wie bei anderen Materialien durch einsetzende Erholungsvorgänge gedeutet werden.

Summary

In the present work, the plastic deformation behaviour of single crystals of the intermetallic compound MoSi_2 was investigated by macroscopic compression tests and by in-situ straining experiments in a high-voltage electron-microscope (HVEM). Slip systems with an anomalous increase of the flow stress at intermediate deformation temperatures are known for this material. The present investigations were focussed on the microprocesses controlling the temperature dependent mobility of dislocations of such slip systems. Samples for compression tests and in-situ straining experiments were deformed along different loading axes. As the manufacturing of MoSi_2 single crystals done in other laboratories is difficult and expensive, only a few small samples were available. The loading axes were chosen in such a way that the

same slip system with an anomalous yield behaviour is activated in the different deformation experiments.

Stress relaxation and strain rate cycling tests were performed during the compression tests in order to determine the activation parameters of dislocation glide. Such investigations have not been performed previously. By means of these parameters it is possible to characterize the microscopic deformation processes. In-situ straining experiments were successfully performed on MoSi₂ for the very first time. It was the aim of these experiments to study the temperature dependent dynamic dislocation behaviour. In-situ straining experiments allow a direct observation of the dislocation motion and they are therefore a helpful tool for characterizing the microstructural processes controlling the deformation behaviour of this intermetallic compound.

Bars of a [201] loading axis were compressed at temperatures between 300 and 1200 °C. Specimens with [302] and [1801] orientations were deformed between 990 and 1200 °C. The experimental results of the [302] and [1801]-oriented samples are in agreement with those of the [201]-oriented ones and will therefore not be treated separately. Along all loading axes mentioned, the deformation is carried by glide of dislocations with $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ Burgers vectors on {110} planes. Slip trace analysis confirmed the activation of two equivalent slip systems of this type. According to the macroscopic deformation behaviour, three temperature ranges can be distinguished for the [201]-oriented compression bars.

Below 500 °C, the usual low temperature increase of flow stress is observed. The stress-strain curves are smooth. Changes in the deformation rate, necessary for measuring the strain rate sensitivity, lead to transient effects which become more pronounced at decreasing temperature. They can be explained by changes in the mobile dislocation density. The transient effects during the stress relaxation tests are complementary to those occurring during the yield drop effects at the following reloading.

For 300 °C, the athermal component of the flow stress was determined to amount to 30 to 40 % of the total stress by evaluating the dislocation density after the compression tests and using a formula for Taylor hardening. This result follows also from the extrapolated behaviour of the stress relaxation curves.

At a strain rate of 10^{-5} s^{-1} , the strain rate sensitivity of the flow stress decreases from 20 MPa at 300 °C to 5 MPa at 500 °C. Along the stress relaxation curves, the strain rate sensitivity was determined also in a wide range of deformation rates. From the data the activation parameters of the deformation process were calculated, taking into account the transient effects mentioned above.

In the low-temperature range, the activation volume amounts to 10 to 100 b^3 . For high stresses it is smaller than 20 b^3 . In this high-stress range, a power law, describing the stress dependence of the activation volume, was fitted to the experimental data by using non-linear regression analysis. The obtained parameters as well as the numerical values of the activation volume are characteristic of a lattice friction process, the Peierls mechanism. The Helmholtz free energy obtained from the fit amounts to 2 eV. From the temperature dependence of flow stress, the activation enthalpy was determined to 1,62 eV. The larger values of the activation volume at the upper end of the low-temperature range hint at the transition to the range of the flow stress anomaly.

Between 300 and 500 °C, the microstructure after compression and in-situ-straining experiments exhibits straight dislocations aligned in their glide planes along crystallographic directions. The oriented shape of the dislocations is in accordance with the Peierls mechanism. The line tension model considering the elastic anisotropy of MoSi_2 does not hint at the alignment of dislocations along preferred orientations. Besides single dislocations, dipole arrangements of dislocations on parallel planes were found. Reaction products of intersecting $\langle 111 \rangle$ dislocations have not been observed. Instead of reaction products, these dislocation may form arrangements of long narrow segments parallel to $[001]$ directions.

Between 500 and 1000 °C, the flow stress increases significantly by a factor of 3,5. The positive temperature dependence of flow stress is known as a flow stress anomaly of the active slip system. The macroscopic behaviour is characterized by serrated yielding. This and the coexistence of unstable dislocation motion at high velocities and viscous motion at low ones at equal stress observed during the in-situ experiments between 800 and 1000 °C are explained by diffusion-controlled processes giving rise to additional friction forces. They trigger the anomalous increase of flow stress. The impurity concentration of the investigated crystals is too low to explain the significant increase of flow stress. Therefore a model is suggested which takes into account intrinsic point defects. The flow stress anomaly is

accompanied by low or even negative values of the strain rate sensitivity and by its inverse dependence on the strain rate. These observations support the model of diffusion processes controlling the dislocation mobility.

In the temperature range of flow stress anomaly, the dislocations exhibit preferred orientations along the $\langle 110 \rangle$ and edge directions. This may be due to a dissociation of the cores of dislocations with large edge components on planes deviating from the slip plane. Such dislocations can only move by forming a constriction or by so-called conservative climb. Both processes require diffusion as discussed above. The postulated climb dissociation could not be proved by electron microscopy using the HVEM.

The observed stacking faults on (001) planes can be formed by a dissociation of $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ dislocations. The reaction products are a $\frac{1}{2} \langle 001 \rangle$ Frank partial dislocation, able to climb on (001) planes, and a $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ partial dislocation able to glide on (001) planes. The glide partial dislocation has a large screw component. Climb as well as glide processes can lead to an increase of the fault area. The climb dissociation starts at temperatures of the beginning of the flow stress anomaly and occurs favourably on $\langle 111 \rangle$ dislocations aligned along $\langle 110 \rangle$. It is therefore assumed that this dissociation is responsible for the preferential alignment of dislocations along $\langle 110 \rangle$ at high temperatures as well as for their accompanied low mobility.

The reduction of the dislocation mobility in the range of the flow stress anomaly corresponds to an additional (frictional) component of the flow stress. The increased effective stress may result in an increase of the formation rate of dislocations and accordingly to an increase of the dislocation density. Therefore, triggered by the additional frictional stress the athermal part of the flow stress will increase in the range of the anomaly. This agrees with the very small relaxation of the flow stress in this range. At high temperatures, the anomaly range is followed by a strong decrease of the flow stress. This can be explained by recovery processes as in other materials.

Literaturverzeichnis

- 1 Y. Umakoshi, T. Sakagami, T. Yamane; *Phil. Mag. L.*, **59**, Nr. 4, 1989, 159
- 2 T. B. Massalski (Ed.), *Binary Alloy Phase Diagrams*, Metals Park, OH, Am. Soc. Met., 1990
- 3 Y. Umakoshi, T. Sakagami, T. Hirano, T. Yamane, *Acta metall. mater.*, **38**, Nr. 6, 1990, 909
- 4 W. J. Boettinger, J. H. Perepezko, P. S. Frankwicz, *Mat. Sci. Eng. A*, **155**, 1992, 33
- 5 S. A. Maloy; A. H. Heuer; J. J. Lewandowski, T. E. Mitchell, *Acta metall. Mater.*, **40**, Nr. 11, 1992, 3159
- 6 T. E. Mitchel, S. A. Maloy, in *Critical Issues in the Development of High Temperature Structural Materials*, Eds.: N. S. Stoloff, D. J. Duquette, A. F. Giamei, The Mineral, Metals & Material Society, Warrendale, 1993, 279
- 7 S. A. Maloy, T. E. Mitchell, J. J. Lewandowski, A. H. Heuer, *Phil. Mag. L.*, **67**, Nr. 5, 1993, 313
- 8 S. A. Maloy, T. E. Mitchell, A. H. Heuer, *Acta metall. Mater.*, **43**, Nr. 2, 1995, 657
- 9 D. J. Evans, S. A. Court, P. M. Hazzledine, *Phil. Mag. L.*, **67**, Nr. 5, 1993, 331
- 10 K. Ito, H. Inui, Y. Shirai, M. Yamaguchi, *Phil. Mag. A*, **72**, Nr. 4, 1995, 1075
- 11 D. J. Evans, F. J. Scheltens, J. B. Woodhouse, H. L. Fraser, *Phil. Mag. A*, **75**, Nr. 1, 1997, 1
- 12 D. J. Evans, F. J. Scheltens, J. B. Woodhouse, H. L. Fraser; *Phil. Mag. A*, **75**, Nr. 1, 1997, 17
- 13 K. Ito, T. Yano, T. Nakamoto, H. Inui, M. Yamaguchi, *Intermetallics* **4**, 1996, S119
- 14 K. Kimura, M. Nakamura, T. Hirano, *J. Mat. Sci.*, **25**, 1990, 2487
- 15 K. Ito, T. Yano, H. Inui, M. Yamaguchi, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 899
- 16 J. P. Campbell, H. Chang, R. Gibala, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 893
- 17 R. E. Peierls, *Proc. Phys. Soc.*, **52**, 1940, 23
- 18 F. R. N. Nabarro, *Proc. Phys. Soc.*, **59**, 1947, 256
- 19 A. Seeger, *Phil. Mag.*, **1**, 1956, 651
- 20 J. P. Hirth, J. Lothe, *Theory of Dislocations*, Wiley-Interscience Pulplication, New-York, 1982
- 21 G. Schoeck, *phys. stat. sol.*, **8**, 1965, 499
- 22 A. G. Evans, R. D. Rawlings, *phys. stat. sol.*, **34**, 1969, 9
- 23 V. Paidar, D. P. Pope, V. Vitek, *Acta metall.*, **32**, Nr. 3, 1984, 435
- 24 Y. Sun, P. M. Hazzledine, *Phil. Mag. A*, **58**, Nr. 4, 1988, 603
- 25 K. J. Hemker, M. J. Mills, W. D. Nix, *Acta metall. Mater.*, **39**, Nr. 8, 1991, 1901
- 26 M. J. Mills, D. C. Chrzan, *Acta metall. mater.*, **40**, Nr. 11, 1992, 3051
- 27 G. Saada, P. Veyssière, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288**, 1993, 411
- 28 M. Khantha, J. Cserti, V. Vitek, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288**, 1993, 417
- 29 G. Molénat, D. Caillard, *Phil. Mag. A*, **69**, Nr. 5, 1994, 939-959
- 30 H. P. Karnthaler, C. Rentenberger, H. Yu, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 315
- 31 X. Shi, G. Saada, P. Veyssière, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 701
- 32 E. M. Nadgorny, Yu. L. Iunin, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 707
- 33 G. Schoeck, W. Püschl, *Phil. Mag. A*, **75**, Nr. 3, 1997, 823
- 34 B. Devincre, P. Veyssière, L. P. Kubin, G. Saada, *Phil. Mag. A*, **75**, Nr. 5, 1997, 1263
- 35 Y. Q. Sun, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **460**, 1997, 523

- 36 A. T. Paxton, Y. Q. Sun, *Phil. Mag. A*, **78**, Nr. 1, 1998, 85
- 37 D. Caillard, A. Couret, in *Dislocations in Solids*, **10**, Eds.: F. R. N. Nabarro, M. S. Duesbery, North-Holland, Elsevier, 1996
- 38 D. Caillard, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **364**, 1995, 17
- 39 A. Couret, D. Caillard, *J. de Phys. III*, **1**, Paris, 1991, 885
- 40 S. Farenc, D. Caillard, A. Couret, *Acta metall. mater.*, **43**, Nr. 10, 1995, 3669
- 41 F. Louchet, *Phil. Mag. A*, **72**, Nr. 4, 1995, 905
- 42 S. Farenc, D. Caillard, A. Couret, *Acta Metall. Mater.*, **41**, 1993, 2701
- 43 M. J. Whelan, P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, **2**, 1957, 1121
- 44 M. J. Whelan, P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, **2**, 1957, 1303
- 45 P. B. Hirsch, A. Howie, M. J. Whelan, *Phil. Trans. A*, **252**, 1960, 499
- 46 G. Q. Groves, M. J. Whelan; *Phil. Mag.*, **7**, 1962, 1603
- 47 A. Howie, M. J. Whelan, *Proc. Roy. Soc.*, **A 263**, 1961, 217; **A 267**, 1962, 206
- 48 R. Greves, *phys. stat. sol.*, **3**, 1963, 415
- 49 A. Art, R. Greves, S. Amelinckx, *phys. stat. sol.*, **3**, 1963, 697
- 50 R. Greves, A. Art, S. Amelinckx, *phys. stat. sol.*, **3**, 1963, 1563
- 51 R. Greves, P. Delavingette, H. Blank, S. Amelinckx, *phys. stat. sol. (a)*, **4**, 1964, 383
- 52 R. Greves, J. v. Landuyt, S. Amelinckx, *phys. stat. sol. (a)*, **11**, 1965, 689
- 53 A. C Head, P. Humble, L. M. Clarebrough, A. J. Morton, C. F. Forwood, North-Holland, 1973
- 54 G. Thomas, in *Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*, Eds.: S. Amelinckx, R. Gevers, J. v. Landuyt, **1**, Electron Microscopy, North-Holland, 2nd Edition, 1978
- 55 J. W. Edington (Ed.), *Monographs in Practical Electron Microscopy in Material Science. Part I-IV*, MacMillan Press Ltd., London, 1975
- 56 INSTRON, Instron Model 8500 Dynamic Testing System, M11-98500-6, 1989
- 57 INSTRON, Instron Model 8500 Computer Interface, M11-18500-3 Issue B, July 1990
- 58 INSTRON, Instron Model 8500 Dynamic Testing System, M11-08500-3 Issue A, August 1990
- 59 INSTRON, Instron Model 8560 Dynamic Testing System, M11-98560-1 Issue B, April 1992
- 60 INSTRON, Model 8560 Load Frame, M20-28560-1 Issue C, September 1989
- 61 INSTRON, Model 8560 Load Frame, M20-28560-7 Issue B, August 1990
- 62 INSTRON, Instron High Temperature (1500°C) Ceramics Testing System, M20-03118-1, Issue B, January 1991
- 63 INSTRON, Manual Supplement INSTRON High Temperature (1500°C) Ceramics Testing System with Three Point Deflectometry, M9689R Issue A, December 1991
- 64 SEVERN FURNACES LIMITE, Operating Instr., Furnace Model: MDS 1003, control system: CU1003
- 65 INSTRON, Series 3800 Electric Actuator, M20-73800-50 Issue A, September 1991
- 66 J. C. M. Li, *Trans. AIME*, **233**, 1965, 219
- 67 U. Messerschmidt, M. Bartsch, *Ultramicroscopy*, **56**, 1994, 167
- 68 W. Kleber, *Einführung in die Kristallographie*, VEB Verlag Technik, 1971
- 69 B. H. Kear, A. F. Giamei, G. R. Laverant, J. M. Oblak, *Scripta Metall.*, **3**, 1969, 123
- 70 K. Ito, T. Nakamoto, H. Inui, M. Yamaguchi, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **460**, 1997, 599
- 71 B. K. Kad, K. S. Vecchio, R. J. Asaro, B. P. Bewlay, *Phil. Mag. A*, **72**, Nr. 1, 1995, 1

- 72 S. Q. Xiao, S. A. Maloy, A. H. Heuer, U. Dahmen, *Phil. Mag A*, **72**, Nr.4, 1995, 997
- 73 K. Ito, K. Matsuda, Y. Shirai, H. Inui, M. Yamaguchi, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr.1-2, 1999, 99
- 74 S. A Maloy, S. Q. Xiao, A. H. Heuer, *J. Mat. Res.*, **8**, Nr. 5, 1993, 1079
- 75 T. A. Lograsso, *Mater. Sci. Eng. A*, **155**, 1992, 115
- 76 S. A. Maloy, T. E. Mitchell, J. J. Petrovic, A. H. Heuer, J. J. Lewandowski, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **322**, 1994, 21
- 77 P. Boldt, G. C. Weatherly, J. D. Embury, *Phil. Mag A*, **75**, Nr. 2, 1997, 97
- 78 A. J. E. Foreman, *Acta met.*, **3**, 1955, 3222
- 79 G. De Wit, J. S. Koehler, *Phys. Rev.*, **116**, Nr. 5, 1959, 1113
- 80 D. M. Barnett, R. J. Asaro, S. D. Gavazza, R. O. Scattergood, *J. Phys. F: Metal Phys.*, **2**, 1972, 854
- 81 M. Nakamura, S. Matsumoto, T. Hirano, *J. Mat. Sci.*, **25**, 1990, 3309
- 82 F. Chu, D. J. Thoma, K. J. McClellan, P. Peralta, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr.1-2, 1999, 44
- 83 G. J. Taylor, *Proc. R. Soc. Lond. A*, **145**, 1934, 362
- 84 U. F. Kocks, A. S. Argon, M. F. Ashby, *Progress in Mat. Sci.*, **19**, Eds.: B. Chalmers, J. W. Christian, T. B. Massalski, Pergamon Press, 1975
- 85 V. Vitek, D. P. Pope, J. L. Bassani, in *Dislocations in Solids*, **10**, Eds.: F. R. N. Nabarro, M. S. Duesbery, North-Holland, Elsevier, 1996
- 86 D. G. Morris, S. Gunther, R. Lerf, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288**, 1993, 177
- 87 U. Messerschmidt, M. Bartsch, S. Guder, D. Häußler, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **552**, 1999, KK 10.9.1
- 88 U. Christoph, F. Appel, R. Wagner, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **460**, 1997, 207
- 89 G. Molénat, A. Couret, D. Caillard, *Mater. Sci. Eng. A*, **234-236**, 1997, 160
- 90 R. Lerf, D. G. Morris, *Acta metall. mater.*, **42**, Nr. 4, 1994, 1091
- 91 U. Messerschmidt, M. Bartsch, S. Guder, D. Häußler, R. Haushälter, M. Yamaguchi, *Intermetallics* **6**, 1998, 729
- 92 R. Schroll, P. Gumbsch, *phys. stat. sol. (a)*, **166**, 1998, 475
- 93 M.I. Bakes, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr. 1-2, 1999, 165
- 94 K. Matsuda, Y. Shirai, M. Yamaguchi, *Intermetallics* **6**, 1998, 395
- 95 K. Ito, K. Matsuda, Y. Shirai, H. Inui, M. Yamaguchi, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr. 1-2, 1999, 99
- 96 K. Sadananda, C. R. Feng, R. Mitra, S. C. Deevi, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr. 1-2, 1999, 223,
- 97 T. Hirano, M. Nakamura, K. Kimura, Y. Umakoshi, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **12**, Nr. 9-10, 1991, 1619
- 98 P. S. Frankwicz, J. H. Perepezko, D. L. Anton, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288**, 1993, 159
- 99 K. Sadananda, H. Jones, J. Feng, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **12**, Nr. 9-10, 1991, 1671
- 100 D. J. Evans, S. A. Court, P.M. Hazzledine, H.L. Fraser, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **288**, 1993, 567
- 101 U.V. Waghmare, V. Bulatov, E. Kaxiras, M.S. Duesbery, *Phil. Mag. A*, **79**, Nr. 3, 1999, 655
- 102 S. Guder, M. Bartsch, M. Yamaguchi, U. Messerschmidt, *Mat. Sci. Eng. A*, **261**, Nr.1-2, 1999, 139

Wissenschaftlicher Lebenslauf

Susanne Guder

Hochschulstudium

- Okt. 1989 – Sept. 1991 Werkstofftechnik, Technische Universität „Otto von Guericke“ Magdeburg
- Okt. 1991 – April 1996 Werkstoffwissenschaften, Technische Universität Berlin
- Schwerpunkte: Metallische Werkstoffe, Transmissions-Elektronen-Mikroskopie
- Diplomarbeit „TEM-Analyse von Versetzungsringen in der einkristallinen Ni-Basis-Superlegierung SRR 99 nach Zugverformung bei Raumtemperatur“
 (Betreuung: Prof. Dr. M. Feller-Kniepmeier)

Auslandsstudium

- Okt. 1994 – März 1995 Institut für Angewandte Physik, Reichsuniversität Groningen, Niederlande
- Studienarbeit „Coated Carbon Fibre Reinforced Silicon Nitride – Microstructural Investigation by Electron Microscopy and Element Analysis by PEELS“
 (Betreuung: Prof. Dr. J. Th. M. De Hosson)

Berufspraxis

- Mai 1996 – April 1999 wissenschaftliche Mitarbeiterin (Doktorandin) am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik Halle/Saale
- Dissertation „Mikroprozesse der plastischen Verformung von MoSi₂-Einkristallen“
 (Betreuung: Prof. Dr. U. Messerschmidt)

Magdeburg, im Oktober 1999

Danksagung

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle an der Saale.

Danken möchte ich

- meinen akademischen Lehrer Prof. Dr. rer. nat. U. Messerschmidt, der meine Arbeit wohlwollend und mit großer Sachkenntnis beständig begleitet und mir den nötigen Freiraum für eine selbständige wissenschaftliche Tätigkeit gewährt hat,
- Dr. rer. nat. M. Bartsch für seine unendliche Geduld bei der unterstützenden Vorbereitung und Durchführung der experimentellen Arbeiten und seine unerschöpfliche Diskussionsbereitschaft,
- den Mitarbeitern und Mitarbeiterinnen des Max-Planck-Instituts für Mikrostrukturphysik, insbesondere Fr. Wild, Fr. Kühnberger, Hr. Dietzsch und Hr. Greie der Arbeitsgruppe Messerschmidt für die Unterstützung bei präparativen und HVEM-Arbeiten sowie der Bildbearbeitung, Dr. Stenzel, Dr. Erfurt und Fr. Doß für die Unterstützung meiner Tätigkeiten am TEM und REM, Fr. Wille und Fr. Amm für die Ausführung der Fotoarbeiten, Fr. Bodau und Fr. Scheerschmidt für die Unterstützung meiner Literaturrecherchen und Fr. Träger und Hr. Dietmann für die unverzügliche Hilfe bei großen und kleinen Computerproblemen,
- der Volkswagen-Stiftung für die finanzielle Unterstützung meiner wissenschaftlichen Arbeit im Rahmen des Vorhabens „Mikroprozesse der Verformung und des Bruches von MoSi₂-Kristallen und Werkstoffen“ aus dem Schwerpunktprogramm „Mikrocharakterisierung von Werkstoffen und Bauelementen“,
- T. E. Mitchell vom Nationalen Forschungslaboratorium Los Alamos, USA und M. Yamaguchi von der Universität Kyoto, Japan für die Bereitstellung des Probenmaterials,
- Dr. Mandel für die fachübergreifenden, intensiven und noch stets nachwirkenden Diskussionen der zurückliegenden zwei Jahre,
- nicht zuletzt meiner Mutter und meinem Großvater, die mich in den zurückliegenden Jahren beständig unterstützt und verständnisvoll begleitet haben.