

Anisotropie der Versetzungsnukleation in Galliumarsenid bei Nanoindentierung

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
(mathematisch-naturwissenschaftlicher Bereich)
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Herrn André Zeckzer
geb. am 27. 06. 1974 in Dessau

Gutachter:

1. Prof. Dr. P. Grau
2. Prof. Dr. U. Messerschmidt
3. Prof. Dr. F. Richter

Halle, den 14.06.2002

urn:nbn:de:gbv:3-000003495

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=nbn%3Ade%3Agbv%3A3-000003495>]

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Tensoren.....	3
2.2	Lineare Elastizitätstheorie.....	5
2.2.1	Technische Moduln isotroper Körper	10
2.2.2	Elastische Anisotropie	11
2.2.3	Anisotropie und isotrope Mittelung im kubischen System.....	13
2.2.4	Der Hertz'sche Kontakt	14
2.3	Versetzungsbedingte Deformation von Kristallen.....	19
2.3.1	Theoretische Festigkeit von Kristallen	19
2.3.2	Elastische Theorie der Versetzungen.....	20
2.3.2.1	Versetzungsringe.....	22
2.3.2.2	Versetzungsbewegung	23
2.3.2.3	Versetzungsnukleation.....	25
2.3.3	Zinkblendestruktur	28
3	Probenmaterial und Experimentelles	31
3.1	Galliumarsenid.....	31
3.2	Kontaktexperimente	33
3.2.1	Der Nanoindenter [®] II	34
3.2.2	Indentergeometrie	36
3.3	Transmissionselektronenmikroskopie.....	37
4	Charakteristika des Pop-In-Effektes	39
5	Modell der homogenen Versetzungsnukleation in anisotropen kubischen Einkristallen	41
5.1	Orientierungsabhängigkeit der elastischen Probenreaktion beim Punktkontaktexperiment	41
5.2	Hertz'scher Kontakt im elastisch anisotropen Fall	44
5.3	Wirksame Scherbelastungen der Gleitsysteme.....	45
5.4	Dissipierte Energie.....	47
5.5	Der Pop-In-Effekt unter Berücksichtigung der Materialanisotropie	48

6	GaAs im anisotropen Modell des Pop-In-Effektes	50
6.1	Bestimmung der anisotropen Kontaktspannungsfelder	50
6.2	Bestimmung der Gleitsystembelastungen.....	51
6.3	Abschätzung der Versetzungslinienkonfiguration aus dem Kontaktspannungsfeld.....	55
6.4	Anzahl und Größe der nukleierten geometrisch notwendigen Versetzungsringe.....	70
7	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion.....	72
7.1	Experimentelle Bedingungen.....	72
7.2	Spannungsanalyse.....	73
7.2.1	Bestimmung des Kraft-Weg-Zusammenhangs.....	73
7.2.2	Bestimmung der kritischen Scherspannungen.....	76
7.2.3	Reproduzierbarkeit bei veränderter Indenter-Spitzenkontur	79
7.3	Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen.....	81
7.4	Energetische Diskussion.....	85
7.4.1	Betrachtung der dissipierten Energie.....	85
7.4.2	Verrichtete Arbeit während des Pop-In-Sprunges.....	88
8	Zusammenfassung.....	91
9	Literaturverzeichnis.....	95

Anhang

A I	Beziehungen zwischen den isotropen elastischen Moduln.....	I
A II	Wirksame Scherspannungen in den Gleitsystemen bei Hertz'schem Kontakt im elastisch anisotropen Modell	II

1 Einleitung

Die mechanische Werkstoffanalyse mittels Punktkontaktexperimenten ist heute ein etabliertes Verfahren zur Bestimmung plastischer und elastischer Materialeigenschaften, bei dem zunächst die mikroskopische Vermessung des plastisch verformten Gebietes nach Kontakt mit einem unter definierter Kraft auf die Probe gedrückten Prüfkörpers die Grundlage bildete [1, 2, 3]. In den 1970er Jahren wurde durch die kontinuierliche Messung der Kraft, die auf den Eindringkörper wirkt, und der zugehörigen Eindringtiefe während der Experimentdurchführung eine entscheidende Verbesserung dieser Experimente erreicht [4, 5, 5]. Diese sogenannten registrierenden Verfahren liefern als Messergebnis Kraft-Eindringtiefe-Kurven, aus denen zusätzlich zur Ermittlung der plastischen auch die Bestimmung der elastischen Werkstoffeigenschaften möglich ist [7, 8]. Mit zunehmender technischer Weiterentwicklung der entsprechenden Messsysteme, welche heute der Bezeichnung mechanische Mikrosonden gerecht werden, wurden Informationen aus immer kleineren Kontaktgebieten gewonnen. So können beispielsweise mit entsprechend angesteuerten Atom-Kraft-Mikroskopen (AFM) Kontaktexperimente realisiert werden [9]. Problematisch erweist sich dabei die Interpretation der Messergebnisse. Ursachen sind zum einen die nicht mehr vernachlässigbaren Wechselwirkungskräfte zwischen dem Kontaktkörper und der Probenoberfläche [10] und zum anderen die ungenaue Kenntnis der Geometrie des kontaktgebenden Eindringkörpers. Für die quantitative Analyse von mechanischen Eigenschaften sind solche Geräte daher nur bedingt geeignet.

Das für die hier angestellten Untersuchungen benutzte Messsystem ist ein moderner Nanoindenter (Nanoindenter[®] II), welcher definierte Kräfte im Mikronewtonbereich erzeugen und Eindringtiefen im Subnanometerbereich auflösen kann.

Im Zusammenhang mit der technischen Erschließung der Nanoindentierung wurden bei der Untersuchung von kristallinen Materialien Anomalien gefunden, die durch ein plötzliches Einsinken des Indenters in die Probe gekennzeichnet sind. Die genaue Untersuchung dieser als Pop-In-Effekt bezeichneten Erscheinung zeigt, dass sie durch das plötzliche Eintreten von plastischer Verformung nach einer zuvor rein elastischen Deformation gekennzeichnet ist und nur beobachtet wird, wenn das Kontaktgebiet in einem lokal versetzungsfreien Bereich der Probe lag. Somit ergibt sich die Notwendigkeit, dass während des Pop-In-Sprunges Versetzungen, welche in Kristallen maßgeblich die plastische Deformation bewirken, nukleiert werden müssen.

In [11] wurden die Charakteristika des Pop-In-Effektes umfassend an einer Vielzahl von Materialien vorgestellt und im Rahmen der linearen elastischen Kontakttheorie ein isotropes Modell zur Beschreibung des Pop-In-Effektes entwickelt, welches diesen mit der homogenen Versetzungsnukleation begründet.

Experimentell ergaben sich abweichend von der isotropen Beschreibung unterschiedliche kritische Indenterbelastungen zur Initiierung des Pop-In-Sprunges bei verschiedenen Kristallorientierungen [11, 12].

In dieser Arbeit sollen der Pop-In-Effekt und die damit verbundenen Prozesse der homogenen Versetzungsnukleation und Spannungsrelaxation bezüglich der anisotropen Materialeigenschaften näher untersucht werden. Dazu werden ausgehend vom isotropen Modell in [11] mit Hilfe einer analytischen Beschreibung des isotropen kontaktinduzierten elastischen Spannungsfeldes nach Hertz (linear elastische Kontinuumstheorie) die wirksamen Scherbelastungen bestimmt, die an den Gleitsystemen angreifen. Dadurch wird die Anisotropie der Lage der Gleitsysteme beachtet. Die maximal erreichbaren Indenterlasten bis zum Eintreten des Pop-In-Effektes bei verschiedenen Kristallorientierungen sollen so erklärt werden.

Ausgehend von der isotropen Lösung wird eine analytische Näherung des elastisch anisotropen Kontaktspannungsfeldes erarbeitet, mit der auch der Einfluss der anisotropen elastischen Materialeigenschaften erfasst wird. Die Gegenüberstellung mit den isotropen Ergebnissen ermöglicht unter anderem die Antwort auf die Frage, inwieweit die Anisotropie bei solchen Berechnungen vernachlässigbar ist.

Des Weiteren werden die Spannungsverteilungen mit dem Ziel analysiert, die Struktur der Versetzungsrosetten nach dem Einsetzen des Pop-In-Effektes vorherzusagen.

Zur experimentellen Überprüfung dieser Vorhersagen wird der anspruchsvolle Versuch unternommen, die durch den Pop-In-Effekt induzierte Versetzungsanordnung mit dem Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) abzubilden.

Im Zusammenhang mit Kenntnissen bezüglich der Versetzungslinienstruktur und den Messergebnissen aus den Kontaktexperimenten werden Energiebilanzbetrachtungen durchgeführt. Weil die Nanoindentierung bei Raumtemperatur die Versetzungsbewegung in einem bisher kaum untersuchten Temperaturbereich ermöglicht, sollen in dieser Arbeit auch Informationen bezüglich der Bewegungsmechanismen der Versetzungen bei niedrigen Temperaturen gewonnen werden. In diesem Zusammenhang erweist sich das Vorhandensein von verschiedenen polaren Versetzungen mit unterschiedlichen Mobilitäten als vorteilhaft, wie dies zum Beispiel in Kristallen mit Zinkblendestruktur (α - und β -Versetzungen) der Fall ist.

Als geeignetes Modell-Material mit Zinkblendestruktur, welches auch den Anforderungen zur reproduzierbaren Untersuchung des Pop-In-Effektes genügt, werden n-Type Galliumarsenid-Einkristalle (GaAs) in den Oberflächenorientierungen (001), (111), $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ und (101) verwendet.

2 Theoretische Grundlagen

Im Folgenden sollen die zum Verständnis der Arbeit notwendigen theoretischen Grundlagen vorgestellt werden. Zunächst werden einige Erläuterungen zur Tensorrechnung gegeben, bevor auf die lineare Kontinuumstheorie und anschließend auf die Theorie der Versetzungen eingegangen wird. Dieses Kapitel stellt keinen Anspruch auf Vollständigkeit und wird im Wesentlichen die zum Verständnis der Arbeit notwendigen Bestandteile der jeweiligen Theorien aufgreifen.

2.1 Tensoren

Da in den anschließenden Abschnitten Tensortransformationen eine wesentliche Rolle spielen und Tensoren über ihr Transformationsverhalten definiert sind, werden die folgenden Grundlagenbetrachtungen angestellt.

Nach Definition ist ein Tensor n-ter Stufe ein System von 3^n Zahlen, mit den Komponenten $t_{i_1 \dots i_n}$, die sich bei orthogonalen Koordinatentransformationen der Basisvektoren $\bar{e}_i \rightarrow \bar{e}'_j$ mit den Transformationskoeffizienten $c_{ij} = \cos[\angle(\bar{e}_i, \bar{e}'_j)]$ als Elemente einer orthogonalen Matrix \hat{C} mit $\hat{C}^{-1} = \hat{C}^T$ und $|\hat{C}| = \pm 1$ nach dem Gesetz transformieren:

$$t'_{j_1 \dots j_n} = c_{j_1 i_1} \cdot c_{j_2 i_2} \cdot \dots \cdot c_{j_{n-1} i_{n-1}} \cdot c_{j_n i_n} \cdot t_{i_1 \dots i_n} \quad (2.1-1)$$

In Gleichung (2.1-1) und in den folgenden wird zur Darstellung der Tensorkomponenten häufig die Indeschreibweise (Indizes laufen von 1...3) benutzt, bei der entsprechend der Einstein'schen Summenkonvention über alle doppelt auftretenden Indizes summiert wird. Die Anzahl der Indizes entspricht der Stufe des Tensors. Für die allgemeine lineare Abbildung eines Tensors auf einen anderen, muss die Stufe des abbildenden Tensors gleich der Summe der Stufen der Tensoren des Ergebnis- und des Ausgangstensors sein. Wird ein Tensor x_j erster Stufe linear auf einen ebensolchen Tensor y_j abgebildet, muss der abbildende Tensor a_{ij} demnach zweiter Stufe sein. In der erwähnten Indeschreibweise ergibt sich dann als Darstellung dieser Abbildung:

$$y_i = a_{ij} \cdot x_j \quad (2.1-2)$$

Tensoren nullter, erster und zweiter Stufe können, ein orthogonales Koordinatensystem vorausgesetzt, als Skalar, Vektor und Matrix mit allen Komponenten in übersichtlicher Form dargestellt werden. Diese Darstellungsformen, werden auch genutzt, um Rechnungen mit Tensoren zu beschreiben (Matrizenrechnung). Gleichung (2.1-2) würde dann z.B. folgende Gestalt haben:

$$\vec{Y} = \hat{A} \cdot \vec{X} \quad \text{bzw.} \quad \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{pmatrix} \quad (2.1-3)$$

Im Folgenden soll eine allgemeine Drehung im dreidimensionalen Raum um die Winkel φ , ϑ und β betrachtet werden. Diese stellt eines der wichtigsten Werkzeuge dieser Arbeit dar. Es wird ein kartesisches Koordinatensystem mit den Basisvektoren \bar{e}_i ($i = 1, 2, 3$ entspricht X-, Y-, Z- Achse) betrachtet.

Aus den unitären Einzeldrehungen \hat{A}_φ , \hat{A}_ϑ und \hat{A}_β wird die Transformationsmatrix $\hat{A}_{\varphi, \vartheta, \beta}$ ermittelt. Die erste Drehung \hat{A}_φ erfolgt um die Z-Achse, woraus sich aus der Basis \bar{e}_i die neue Basis \bar{e}_i^φ gemäß Gleichung (2.1-4) ergibt.

$$\bar{e}_j^\varphi = \begin{pmatrix} \cos(\varphi) & \sin(\varphi) & 0 \\ -\sin(\varphi) & \cos(\varphi) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \bar{e}_i = \hat{A}_\varphi \cdot \bar{e}_i \quad (2.1-4)$$

Die zweite Drehung \hat{A}_ϑ wird um die \bar{e}_2^φ -Achse (Y-Achse des Systems \bar{e}_i^φ) mit dem Drehwinkel ϑ entsprechend der Transformation (2.1-5) durchgeführt.

$$\bar{e}_j^{\varphi, \vartheta} = \begin{pmatrix} \cos(\vartheta) & 0 & \sin(\vartheta) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin(\vartheta) & 0 & \cos(\vartheta) \end{pmatrix} \cdot \bar{e}_i^\varphi = \hat{A}_\vartheta \cdot \bar{e}_i^\varphi \quad (2.1-5)$$

Die dritte Drehung \hat{A}_β erfolgt um die Achse $\bar{e}_3^{\varphi, \vartheta}$ (Z-Achse des Systems $\bar{e}_i^{\varphi, \vartheta}$) und wird mit der Transformation (2.1-6) beschrieben.

$$\bar{e}_j^{\varphi, \vartheta, \beta} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\beta) & \sin(\beta) \\ 0 & -\sin(\beta) & \cos(\beta) \end{pmatrix} \cdot \bar{e}_i^{\varphi, \vartheta} = \hat{A}_\beta \cdot \bar{e}_i^{\varphi, \vartheta} \quad (2.1-6)$$

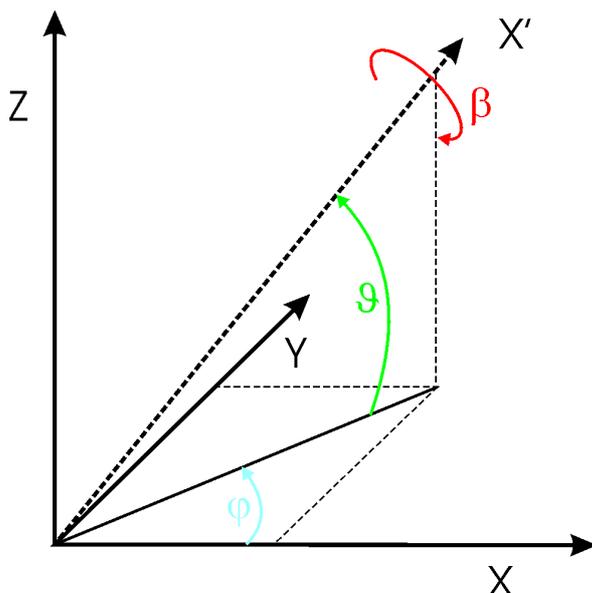


Abbildung 2.1-1; Geometrische Veranschaulichung der Transformation $\hat{A}_{\varphi, \vartheta, \beta}$

Diese drei elementaren und geometrisch sehr anschaulichen Transformationen (siehe Abbildung 2.1-1), welche durch die vorigen Gleichungen beschrieben sind, werden entsprechend Gleichung (2.1-7) zur für diese Arbeit essentiellen allgemeinen Drehung im Raum $\hat{A}_{\varphi, \vartheta, \beta}$ zusammengefasst. Die Komponenten $a_{ij}^{\varphi, \vartheta, \beta}$ der Matrix $\hat{A}_{\varphi, \vartheta, \beta}$ als die Komponenten c_{ij} von Gleichung (2.1-1) zur Definition der Transformationseigenschaften von Tensoren aufgefasst, erlauben nun die Transformationen von tensoriellen Ausdrücken beliebiger Stufe, die in einem gemeinsamen kartesischen Koordinatensystem dargestellt sind, in ein zu diesem beliebig orientierbarem kartesi-

schen Koordinatensystem mit gleichem Ursprung.

$$\hat{A}_{\varphi,\vartheta,\beta} = \hat{A}_{\beta} \cdot \hat{A}_{\vartheta} \cdot \hat{A}_{\varphi}$$

$$= \begin{pmatrix} \cos(\varphi) \cos(\vartheta) & \cos(\vartheta) \sin(\varphi) & \sin(\vartheta) \\ -\cos(\beta) \sin(\varphi) - \cos(\varphi) \sin(\beta) \sin(\vartheta) & \cos(\beta) \cos(\varphi) - \sin(\beta) \sin(\varphi) \sin(\vartheta) & \cos(\vartheta) \sin(\beta) \\ \sin(\beta) \sin(\varphi) - \cos(\beta) \cos(\varphi) \sin(\vartheta) & -\cos(\varphi) \sin(\beta) - \cos(\beta) \sin(\varphi) \sin(\vartheta) & \cos(\beta) \cos(\vartheta) \end{pmatrix} \quad (2.1-7)$$

2.2 Lineare Elastizitätstheorie

Die lineare Elastizitätstheorie beschreibt die elastischen Deformationen und Belastungen, die in einem Kontinuum auftreten, in Abhängigkeit von gegebenen Randbedingungen. Dabei wird von kleinen Verzerrungen (geometrische Linearität) und linear elastischem Materialverhalten (physikalische Linearität) ausgegangen.

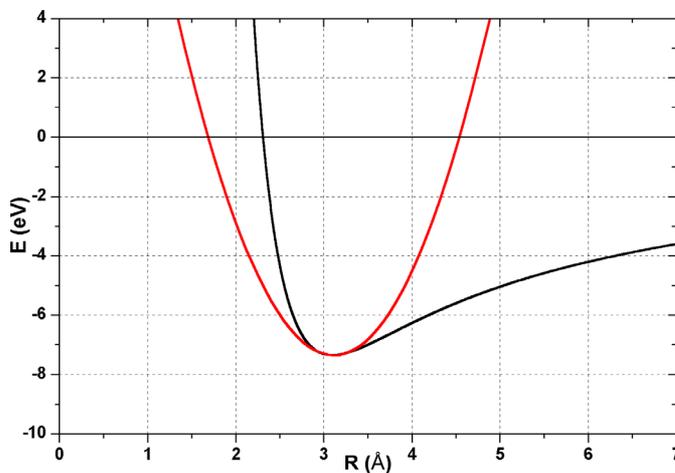


Abbildung 2.2-1; Bindungspotential eines KCl-Moleküls nach [13] und zugehörige Parabelnäherung

Das elastische Materialverhalten ist durch die Krümmung des Bindungspotentials bestimmt, welches im Bereich der Gleichgewichtslage durch eine Parabel approximiert werden kann. Daraus folgt bei kleinen Deformationen eine direkte Proportionalität zwischen Spannung und Dehnung (lineares Materialverhalten). Werden die Auslenkungen der Atomrümpfe aus ihren Gleichgewichtslagen größer, ist die Parabelnäherung des Potentials nicht

mehr gültig. Im Falle von Kompression nimmt die Rückstellkraft überproportional und im Falle der Dilatation unterproportional zu. Dieser Bereich wird als nichtlinear elastisch bezeichnet.

In Abbildung 2.2-1 ist das Bindungspotential eines Moleküls für den Fall der Ionenbindung in einem KCl-Kristall [13] inklusive der Parabelnäherung dargestellt. Praktisch genügt es häufig ausschließlich lineare Elastizität zu betrachten, da die meisten Materialien bis zu ihrem mechanischen Versagen (Abschnitt 2.3) den linearen elastischen Bereich nicht wesentlich verlassen.

Zentrale Größen der linearen Elastizitätstheorie sind der Verschiebungsvektor u_i , der Spannungsvektor p_i , der Verzerrungs- und Spannungstensor ε_{ij} bzw. σ_{ij} sowie der Materialtensor E_{ijkl} .

Der Verschiebungsvektor ist die Verbindung zwischen der Position eines Punktes im unverformten Medium und der Position dieses Punktes im verformten Medium. Jedem Punkt des Kontinuums ist ein solcher Verschiebungsvektor zugeordnet, weshalb die Bezeichnung Ver-

schiebungsvektorfeld treffender ist. Dieses Verschiebungsfeld stellt eine umkehrbar eindeutige Abbildung dar und ist stetig.

Der Verzerrungstensor beschreibt die Formänderung des verformten bezüglich des unverformten Mediums, wobei die im Verschiebungsfeld noch erfassten Ganzkörperrotationen und -translationen nicht mehr enthalten sind.

Für die allgemeine Darstellung der Verzerrungen eines dreidimensionalen Kontinuums sind drei linear unabhängige Dehnungskomponenten (ϵ_{11} , ϵ_{22} , ϵ_{33}) notwendig, zu denen jeweils zwei senkrecht stehende linear unabhängige Gleitungs-komponenten gehören (ϵ_{ij} mit $i \neq j$). Somit ergeben sich insgesamt neun Verzerrungskomponenten, welche den Verzerrungszustand in einem Punkt des Kontinuums vollständig beschreiben. In Gleichung (2.2-1) ist der Verzerrungstensor, der aus diesen neun Komponenten aufgebaut ist, in kartesischen Koordinaten dargestellt. Die Indizes an den Verzerrungskomponenten kennzeichnen erstens die Normalenrichtung der betrachteten Fläche und zweitens die Richtung der Verzerrung.

$$\hat{\epsilon} = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{21} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{31} & \epsilon_{32} & \epsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (2.2-1)$$

Unter der Voraussetzung kleiner Verschiebungsfeldgradienten (kleine Verzerrungen = geometrische Linearität) können die Komponenten des Verzerrungstensors aus dem Verschiebungsfeld gemäß Gleichung (2.2-2) abgeleitet werden. Aus dieser Gleichung folgt die Symmetrie des Verzerrungstensors ($\epsilon_{ij} = \epsilon_{ji}$), der somit im allgemeinen aus nur 6 linear unabhängigen Komponenten besteht.

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \equiv \frac{1}{2} \cdot (u_{i,j} + u_{j,i}) \quad (2.2-2)$$

Aus der Betrachtung des in Abbildung 2.2-2 a dargestellten infinitesimal kleinen quaderförmigen Volumenelements in einem kartesischen Koordinatensystem, dessen Achsen parallel zu den Körperkanten orientiert sind, folgt die geometrische Bedeutung der Verzerrungskomponenten gemäß Abbildung 2.2-2 b.

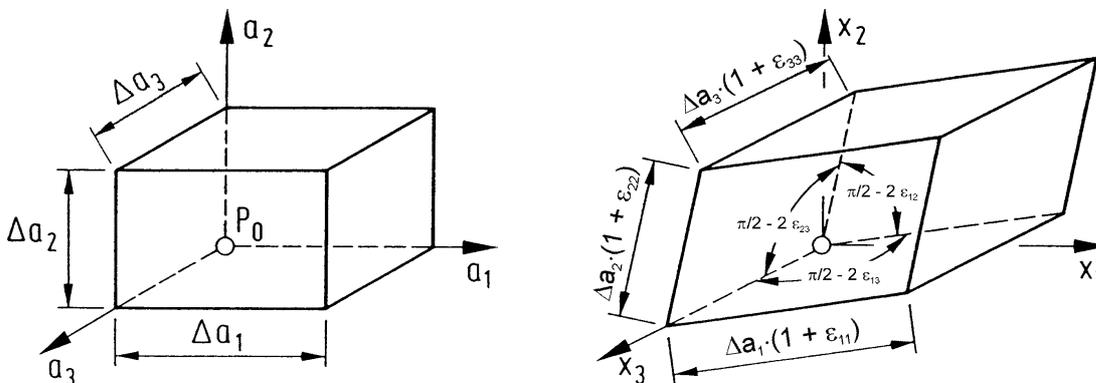


Abbildung 2.2-2 a-b; Geometrische Bedeutung des Verzerrungstensors im räumlichen Fall

Umgekehrt kann bis auf Konstanten, die einer Starrkörpertranslation bzw. -rotation entsprechen, der Verschiebungsvektor aus den Verzerrungen bestimmt werden. Die Spur des Verzer-

rungstensors ε_{ii} entspricht der Volumendehnung $\Delta V/V$, was bei der Betrachtung eines durch kleine Verzerrungen verformten elastischen Würfels leicht zu verifizieren ist.

Die Komponenten des Verzerrungstensors müssen die Kompatibilitätsbedingungen (2.2-3) erfüllen, welche sicherstellen, dass sich die Volumenelemente des Kontinuums während der Deformation nicht trennen oder gegenseitig durchdringen.

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_{ij}}{\partial x_k \partial x_l} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{kl}}{\partial x_i \partial x_j} - \frac{\partial^2 \varepsilon_{ik}}{\partial x_j \partial x_l} - \frac{\partial^2 \varepsilon_{jl}}{\partial x_i \partial x_k} = 0_{ijkl} \quad (2.2-3)$$

Somit kann mit Hilfe des Verzerrungstensors die Form eines deformierten Kontinuums eindeutig beschrieben werden.

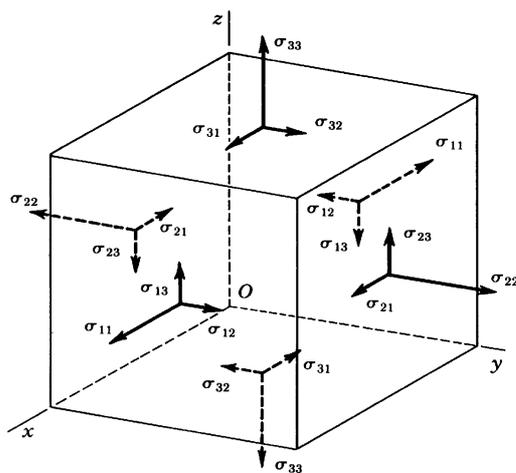


Abbildung 2.2-3; Darstellung der Komponenten des Spannungstensors an einem würfelförmigen Volumenelement

Kräfte, die auf und in einem Kontinuum wirken, erzeugen Spannungen in seinem Inneren. Um diese zu beschreiben wird ein virtueller Schnitt durch den verspannten Körper ausgeführt. Die Kräfte an dieser virtuellen Schnittfläche, die notwendig sind, um die Körperform nach dem Schnitt zu erhalten, sind die Flächenlasten. Der Grenzwert für $\Delta A \rightarrow 0$ des Verhältnisses in Gleichung (2.2-4) von Flächenlastvektor G_i und Größe des Flächenelements wird als Spannungsvektor bezeichnet.

$$p_i = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta G_i}{\Delta A} = \frac{dG_i}{dA} \quad (2.2-4)$$

Die Komponente normal zum Flächenelement heißt Normalspannung und die Komponente senkrecht dazu Tangentialspannung (Schubspannung). Der Spannungszustand in einem Punkt ist durch die Gesamtheit der Spannungsvektoren, die sich aus allen möglichen Orientierungen eines solchen Flächenelementes in diesem Punkt ergeben, bestimmt.

Der Spannungstensor $\hat{\sigma}$ ist, wie der Verzerrungstensor, ein Tensor zweiter Stufe und beschreibt den Spannungszustand vollständig, da sich aus ihm für jeden Schnitt durch einen betrachteten Punkt eindeutig der Spannungsvektor ergibt. In kartesischen Koordinaten können die Komponenten des Spannungstensors entsprechend Abbildung 2.2-3 an den Flächen eines infinitesimalen Einheitswürfels dargestellt werden. Die Indizierung gibt als erstes die betrachtete Normalenrichtung der belasteten Würfelfläche und als zweites die Richtung der wirkenden Spannungskomponente an. Die mit zwei gleichen Indizes versehenen Komponenten sind somit die Normal- und die gemischt indizierten die Tangentialspannungen. Das Boltzmann-Axiom fordert für das klassische Kontinuum, dass die paarweise zugeordneten Schubspannungen des Spannungstensors gleich sind, womit dieser im Allgemeinen aus 6 unabhängigen Komponenten besteht.

$$\hat{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \text{symm.} & & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2.2-5)$$

Diese müssen die drei Gleichgewichtsbedingungen (2.2-6) erfüllen, in denen f_i die Volumenkraft-Komponenten sind.

$$\frac{\partial \sigma_{ji}}{\partial x_j} + f_i = 0_i \quad (2.2-6)$$

Spannungs- und Verzerrungstensor besitzen als symmetrische Tensoren zweiter Stufe nur reelle Hauptwerte. Diese Eigenwerte kennzeichnen den Spannungs-(Verzerrungs-)zustand unabhängig vom Koordinatensystem, da sie invariant gegenüber orthogonalen Koordinatentransformationen sind und werden daher in Versagenskriterien für isotrope Materialien benutzt. Aus den Eigenwerten des Spannungstensors kann beispielsweise der hydrostatische Druck oder die maximale Scherspannung im jeweiligen Punkt ermittelt und dann in definierter Form mit kritischen Werten verglichen werden (z.B. von Mises, Tresca). Die zu den Eigenwerten gehörigen Richtungen bilden das Hauptachsensystem, in denen der (Verzerrungs-) Spannungstensor Diagonalform besitzt, wobei dann die Diagonalwerte des (Verzerrungs-) Spannungstensors dessen Eigenwerte sind (Hauptachsentransformation).

Jetzt besteht die Frage nach dem Zusammenhang zwischen den Verzerrungen des elastisch deformierten Körpers und den zugehörigen Spannungen. Dieser folgt physikalisch aus dem Materialverhalten. Mathematisch gilt, wie im Abschnitt Tensoren erwähnt, dass ein Tensor vierter Stufe allgemein über ein Gleichungssystem zweier Tensoren zweiter Stufe linear (physikalische Linearität) eindeutig aufeinander abbilden kann. Das ergibt einen Materialtensor mit 81 Komponenten. In den Gleichungen (2.2-7 a-b) ist der Zusammenhang zwischen Spannungen und Dehnungen mit dem Elastizitätstensor (Steifigkeitstensor) E_{ijkl} bzw. mit seinem inversen Tensor S_{ijkl} , dem Nachgiebigkeitstensor, dargestellt. In dieser Gleichung ist ersichtlich, dass bei Zugbeanspruchung positive und bei Kompressionsbeanspruchung negative Spannungen vorliegen.

$$\begin{aligned} \sigma_{ij} &= E_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \\ \varepsilon_{ij} &= S_{ijkl} \cdot \sigma_{kl} \end{aligned} \quad (2.2-7 \text{ a-b})$$

Die 81 Tensorkomponenten können, wegen der Symmetrie von Spannungs- und Verzerrungstensor, auf 36 linear unabhängige Komponenten reduziert werden. Unter Voraussetzung der Existenz eines quadratischen elastischen Potentials (Physikalische Linearität) reduziert sich diese Anzahl auf 21 unabhängige Komponenten. Die weitere Verminderung der Anzahl der wesentlichen Komponenten stellt spezielle Anforderungen an die Symmetrien des Materials. Die 21 unabhängigen Komponenten, die im triklinen System vorhanden sind, reduzieren sich im kubischen System auf 3 und im isotropen Fall auf 2 unabhängige Komponenten [14], womit sich das verallgemeinerte Hooke'sche Gesetz für isotrope Körper (2.2-8 b) ergibt. Darin charakterisieren die sogenannten Laméschen Konstanten μ und λ , die aus den technischen

Moduln abgeleitet werden können (vgl. Abschnitt 2.2.1), das isotrope elastische Materialverhalten.

Zur übersichtlichen Darstellung des Materialtensors für anisotrope Körper hat sich die Voigt'sche Schreibweise als zweckmäßig herausgestellt, welche die Verzerrungs- und Spannungstensoren zweiter Stufe auf Vektorform und den Materialtensor auf eine symmetrische Matrix überführt. So ist es möglich den Zusammenhang zwischen Spannungen und Verzerrungen mit den Regeln der Matrizenrechnung entsprechend Gleichung (2.2-8 a) darzustellen. Es sei darauf hingewiesen, dass die Zuordnung der Indizes IV bis VI in Voigt'scher Notation zu den Schubkomponenten in der Literatur uneinheitlich ist (z.B. [15] und [16]).

$$\begin{pmatrix} \sigma_I = \sigma_{11} \\ \sigma_{II} = \sigma_{22} \\ \sigma_{III} = \sigma_{33} \\ \sigma_{IV} = \sigma_{23} \\ \sigma_V = \sigma_{13} \\ \sigma_{VI} = \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_I = \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{II} = \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{III} = \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{IV} = 2 \cdot \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_V = 2 \cdot \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{VI} = 2 \cdot \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \hat{=} \sigma_I = c_{IJ} \cdot \varepsilon_J \quad (2.2-8 a)$$

$$\sigma_{ij} = \lambda \cdot \varepsilon_{kk} \cdot \delta_{ij} + 2 \cdot \mu \cdot \varepsilon_{ij} \quad (2.2-8 b)$$

In [14] sind beispielsweise die Bedingungen für die elastischen Konstanten c_{IJ} , wie die Komponenten dieses Tensors auch genannt werden, für die einzelnen Kristallsysteme aufgeführt. Die zu c_{IJ} existierende inverse Matrix ist die Nachgiebigkeitsmatrix s_{IJ} , für die gilt:

$$\varepsilon_I = s_{IJ} \cdot \sigma_J \quad (2.2-9).$$

Es ist zu beachten, dass im Falle der Indexschreibweise mit Voigt'scher Notation nicht nur drei, sondern sechs „Koordinaten“ der „Spannungs- und Verzerrungsvektoren“ vorhanden sind, weshalb die mit großen Buchstaben bezeichneten Indizes von 1 bis 6 laufen.

Die Betrachtung der elastischen Energie, die in einem deformierten elastischen Kontinuum gespeichert ist, führt für das hier angenommene lineare Verhalten auf die Energiedichte (Energie pro Volumen):

$$w = \frac{1}{2} (\varepsilon_{ij} \cdot \sigma_{ij}) \quad (2.2-10)$$

Zur Ermittlung der Kinematik und Statik eines elastischen Kontinuums müssen insgesamt 15 unbekannte Feldgrößen (drei Verschiebungs-, sechs Verzerrungs- und sechs Spannungskomponenten) unter dem Einfluss der kinematischen und/oder statischen Randbedingungen bestimmt werden. Die notwendigen 15 Gleichungen stehen in Form der 6 geometrischen Beziehungen (kinematische Grundgleichungen) (2.2-3) der drei Gleichgewichtsbedingungen (statische Grundgleichungen) (2.2-6) und der sechs Stoffgleichungen (kinetische Grundgleichungen) (2.2-8 oder 2.2-9) zur Verfügung.

Die Lösung dieses Systems von linearen partiellen Differentialgleichungen wird entsprechend der Art der Randbedingungen auf verschiedenen zweckmäßigen Wegen durchgeführt, wobei

häufig indirekte Lösungswege, welche das Problem auf die Bestimmung von Potential- und Bipotentialgleichungen zurückführen, angewandt werden (siehe z. B. [17]).

Man spricht von erster, zweiter bzw. dritter Randwertaufgabe im Falle von gegebenen kinematischen, statischen bzw. gemischten Randbedingungen. Die Lösungen sind selbst bei isotroper Rechnung oft sehr anspruchsvoll und häufig analytisch nicht mehr geschlossen möglich, weshalb gerade auf diesem Gebiet der Einsatz numerischer Lösungsverfahren, die auch die plastische Deformation berücksichtigen können, immer mehr in den Vordergrund rückt, wie zahlreiche aktuelle Arbeiten belegen [18, 19].

2.2.1 Technische Moduln isotroper Körper

Die technischen Moduln sind Materialkenngrößen, die das elastische Verhalten von isotropen Werkstoffen allgemein und das von anisotropen in bestimmten Belastungsrichtungen (Abschnitt 2.2.2) bei kleinen Verzerrungen beschreiben. Die Bezeichnung technischer Modul folgt aus der Tatsache, dass eine wesentliche Motivation für die Entwicklung der Kontinuumstheorie auch die Berechnung von notwendigen Dimensionierungen technischer Bauteile war und ist. Die Materialien dieser Bauteile besitzen fast ausschließlich isotrope elastische Eigenschaften, welche eindeutig durch zwei dieser Moduln beschrieben werden. Außerdem existieren für diese Materialkennwerte Messvorschriften, welche durch ihren recht einfachen technischen Aufbau ein gutes Verständnis und Gefühl für das jeweilige elastische Verhalten ermöglichen. Jetzt sollen einige dieser Moduln vorgestellt werden.

Der Elastizitätsmodul ist als Proportionalitätsfaktor zwischen Spannung und Dehnung beim einaxialen Zug definiert. Für einen prismatischen Stab mit der Länge L und dem Querschnitt A , der an einer Seite fest eingespannt und an der anderen mit einer Kraft F in Längsrichtung, die parallel zur X -Achse liegen mag, belastet wird, gilt:

$$E = \frac{F/A}{\Delta L/L} = \frac{\sigma_{xx}}{\epsilon_{xx}} \quad (2.2-11 \text{ a}).$$

Wenn man beachtet, dass unter den genannten Bedingungen nur eine Normalspannungskomponente des Spannungstensors (z.B. σ_{xx}) ungleich Null ist, kann man mit den Komponenten der Voigt'schen Nachgiebigkeitsmatrix den Elastizitätsmodul folgendermaßen ausdrücken.

$$E = \frac{\sigma_{xx}}{\epsilon_{xx}} = \frac{\sigma_1}{\epsilon_1} = \frac{1}{s_{11}} \quad (2.2-11 \text{ b})$$

In ähnlicher Form können zum einen alle technischen Moduln mit den Komponenten der Materialtensoren ausgedrückt und zum anderen anisotropen Materialien durch die Übernahme der Belastungs- und oder Deformationsbedingungen der jeweiligen Messvorschriften, Eigenschaften von technischen Moduln, die dann aber richtungsabhängig sind, zugeordnet werden (siehe Abschnitt 2.2.2).

Ein weiterer technischer Modul, der auch aus dem einaxialen Zugversuch bestimmt werden kann, ist die Querkontraktionszahl (auch Poisson-Zahl), die das negative Verhältnis von

Längs- (Belastungsrichtung) und Querdehnung beim Zugversuch angibt. Wenn der Stab der Länge L in X-Richtung belastet wird und in Y-Richtung die Breite b hat gilt:

$$\nu = -\frac{\epsilon_{yy}}{\epsilon_{xx}} = -\frac{\Delta b/b}{\Delta L/L} = -\frac{s_{12}}{s_{11}} \quad (2.2-12).$$

Als letztes soll nun der Fall des reinen Schubs betrachtet werden, bei dem nur die wesentliche Schubkomponente σ_{xy} des Spannungstensors ungleich null ist. Für den diese Belastungsform charakterisierenden Schubmodul (auch Schermodul) gilt:

$$G = \mu = \frac{\tau}{\alpha} = \frac{\sigma_{xy}}{2 \cdot \epsilon_{xy}} = \frac{1}{s_{66}} \quad (2.2-13).$$

Im Anhang (A I) dieser Arbeit sind weitere gebräuchliche Materialkonstanten und auch die Beziehungen untereinander dargestellt, die ausschließlich für isotrope Materialien gelten. Jeweils zwei dieser Moduln genügen zur eindeutigen Beschreibung des elastischen Materialverhaltens isotroper Körper. Im nächsten Abschnitt wird speziell auf die Eigenschaften der hier beschriebenen technischen Moduln bei anisotropen Körpern eingegangen.

2.2.2 Elastische Anisotropie

Als anisotroper Körper soll im Folgenden ein Kristall betrachtet werden. Kristalle sind dadurch gekennzeichnet, dass sie aus periodisch angeordneten „Bausteinen“, welche Atome oder Atomgruppen sein können, aufgebaut sind. Durch diesen regelmäßigen Aufbau ergeben sich abhängig von der betrachteten Orientierung im Kristall andere Periodizitätsregeln, die beispielsweise zu anderen Abständen und Anzahlen zu nächsten Nachbarn sowie unterschiedlichen Bindungsstrukturen führen. Daraus folgen entsprechend orientierungsabhängige bzw. anisotrope physikalische Eigenschaften. Solche sind außer den elastischen Eigenschaften z.B. die Wärmeleitfähigkeit, die elektrische Leitfähigkeit und die Piezoelektrizität. Die Symmetrien der einzelnen Kristallsysteme spiegeln sich in ihren anisotropen Eigenschaften wider, wobei diese Eigenschaften zusätzliche Symmetrien besitzen können, welche der Kristall nicht besitzt [15].

Die aus den Messvorschriften zur Ermittlung der elastischen Moduln in den Gleichungen (2.2-11 – 2.2-13) folgenden Belastungen und Deformationen können auf anisotrope Körper angewandt werden. Dabei ergibt sich, dass die ermittelten Materialgrößen von der Orientierung des Körpers abhängen und daher keine allgemeine Beschreibung der elastischen Materialeigenschaften bzgl. der jeweiligen Belastung, wie im isotropen Fall, ermöglichen.

Die Komponenten des Elastizitätstensors E_{ijkl} sind in einem Koordinatensystem gegeben, welches für die jeweilige Kristallstruktur charakteristisch ist und im Weiteren als Hauptachsensystem des Kristalls bezeichnet wird. Wenn der Kristall in diesem Koordinatensystem betrachtet und beispielsweise in X-Richtung einem einaxialen Zugversuch unterzogen wird, folgt ein Elastizitätsmodul nach Gleichung (2.2-11 b) von $E_x = s_{11}^{-1}$. Wenn dieser Versuch in Y- bzw. Z-Richtung durchgeführt wird, folgen $E_y = s_{22}^{-1}$ und $E_z = s_{33}^{-1}$.

Jetzt soll nicht wie zuvor die Belastung an den verschiedenen Koordinatenhauptachsen angreifen, sondern das Koordinatensystem des Kristalls anders orientiert werden. In diesem Koordinatensystem (Richtungen mit ' gekennzeichnet) stellt die Komponente $s'_{11}{}^{-1}$ der Voigt'schen Nachgiebigkeitsmatrix den Elastizitätsmodul des Kristalls in Richtung der X' -Achse dar.

Vergleichbare Überlegungen können ebenfalls für die Querkontraktionszahl und den Schubmodul angestellt werden, wobei für diese die Orientierung nur einer Achse zur eindeutigen Beschreibung nicht ausreicht, sondern die Angabe einer zweiten Richtung notwendig ist. Dadurch werden eine Fläche und eine Richtung in dieser Fläche charakterisiert. Die Querkontraktion wird in Y' -Richtung bezüglich einaxialer Belastung in X' -Richtung angegeben, womit sie sich aus den Komponenten des Nachgiebigkeitstensors entsprechend Gleichung (2.2-12) zu $-\frac{s'_{12}}{s'_{11}}$ ergibt. Der Schubmodul wird bezüglich der Scherbelastung in Y' -Richtung an

der Fläche mit der Flächennormalen in X' -Richtung angegeben. Dieser kann dann mit den Voigt'schen Nachgiebigkeiten gemäß Gleichung (2.2-13) mit $s'_{66}{}^{-1}$ ausgedrückt werden.

Die Drehung (2.1-7) ermöglicht die beliebige Orientierung der X' -Achse, welche durch die Winkel φ und ϑ bestimmt ist. Der Winkel β erlaubt eine Drehung des gestrichenen Koordinatensystems um die X' -Achse, womit die Y' -Achse und die Z' -Achse alle möglichen Orientierungen in der Fläche mit der durch die X' -Achse vorgegebenen Flächennormalen einnehmen können.

Mit dem Transformationsgesetz für Tensoren (2.1-1) wird der Materialtensor E_{ijkl} bzw. S_{ijkl} transformiert, dazu erfolgt die Umschreibung von Voigt'scher Notation C_{IJ} bzw. S_{IJ} , die zur Angabe der elastischen Materialparameter im Allgemeinen benutzt wird, in den vierstufigen Materialtensor und nach der Transformation (2.2-14) wieder zurück.

$$E'_{mnop} = a_{mi}^{\varphi,\vartheta,\beta} \cdot a_{nj}^{\varphi,\vartheta,\beta} \cdot a_{ok}^{\varphi,\vartheta,\beta} \cdot a_{pl}^{\varphi,\vartheta,\beta} \cdot E_{ijkl} \quad (2.2-14)$$

In Abbildung 2.2-4 a sind die mit Hilfe von (2.2-14) ermittelten richtungsabhängigen Elastizitätsmoduln von Galliumarsenid abhängig von φ und ϑ (vgl. Abbildung 2.1-1) dargestellt. Die Abbildung 2.2-4 b zeigt die Querkontraktionszahl und den Schubmodul für den Fall, dass die X' -Achse mit der [101]-Richtung des Kristalls zusammenfällt in Abhängigkeit von β . In beiden Darstellungen entspricht der Abstand vom Ursprung dem Betrag des jeweiligen Moduls. Betrag deshalb, weil es im Kristall vorkommen kann, dass ν negativ wird und nicht wie im isotropen Körper einen Wert zwischen 0 und 0,5 besitzen muss! Es sei hier explizit darauf hingewiesen, dass die Beziehungen zwischen den technischen Moduln, die für isotrope Körper gültig sind (Anhang A I), für die richtungsabhängigen technischen Moduln der anisotropen Materialien im Allgemeinen nicht gelten.

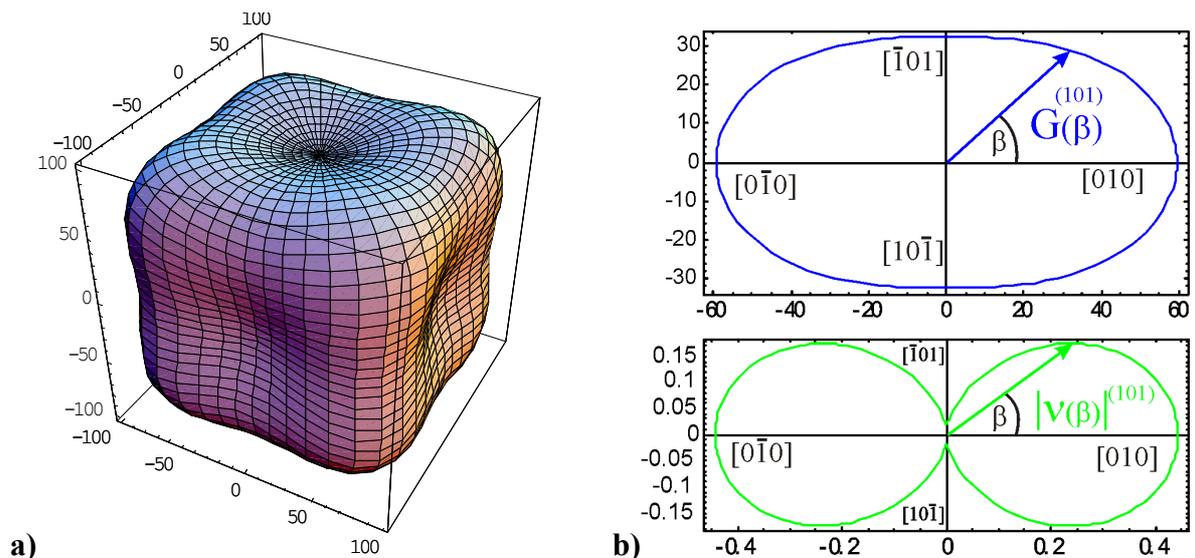


Abbildung 2.2-4 a-b; Richtungsabhängigkeit **a)** des Elastizitätsmoduls (Abstand zum Koordinatenursprung = Elastizitätsmodul in GPa) und **b)** des Schubmoduls (Abstand zum Koordinatenursprung = Schubmodul in GPa) sowie der Querkontraktionszahl (Abstand zum Koordinatenursprung = Betrag der Querkontraktionszahl) in der (101) Fläche von GaAs

2.2.3 Anisotropie und isotrope Mittelung im kubischen System

Weil die meisten kristallinen Festkörper, wie auch das in dieser Arbeit betrachtete Galliumarsenid, eine kubische Struktur besitzen, hat sie gegenüber den anderen Kristallstrukturen eine herausragende Bedeutung und soll hier bezüglich der elastischen Eigenschaften näher betrachtet werden. Das elastische Verhalten dieses Systems ist nach [14] aufgrund seiner Symmetrie durch drei wesentliche Materialparameter bestimmt.

Die Größe der Anisotropie in kubischen Systemen wird durch den Anisotropiefaktor A charakterisiert, der entsprechend Gleichung (2.2-15) definiert ist [20].

$$A = \frac{2 \cdot c_{44}}{(c_{11} - c_{12})} \quad (2.2-15)$$

Ein Anisotropiefaktor von 1 bedeutet elastisch isotropes Materialverhalten und die entsprechende Abweichung von 1 somit die Stärke der elastischen Anisotropie.

Wenn polykristalline kubische Materialien betrachtet werden, folgt, dass sich diese bei zufälliger Anordnung der einkristallinen Kristallite wie isotrope Körper verhalten müssen. Die Charakterisierung dieses Verhaltens ist mit einer Mittelung der orientierungsabhängigen elastischen Eigenschaften möglich. Dazu können verschiedene Bedingungen betrachtet werden, die zur Mittelung nach Voigt G_V , welche konstante Dehnungszustände in den Kristalliten annimmt, und zur Mittelung nach Reuss G_R , welche konstante Spannungszustände in den Kristalliten voraussetzt, führen. Dies entspricht der Situation fest bzw. lose verbundener Kristallite. Die beiden Mittelwerte bilden die Grenzen, in denen sich die elastischen Eigenschaften des Polykristalls bewegen müssen. Da die Stärke der Korngrenzenverbindung in realen Polykristallen sich zwischen diesen beiden Möglichkeiten bewegt, wurde von Hill ein Mittelwert aus diesen beiden Mittelungen bestimmt, der folgende Form besitzt:

$$G_{\text{Hill}} = \frac{G_V + G_R}{2} = \frac{c_{11} - c_{12} + 3 \cdot c_{44}}{10} + \frac{5 \cdot c_{44} \cdot (c_{11} - c_{12})}{6 \cdot (c_{11} - c_{12}) + 8 \cdot c_{44}}. \quad (2.2-16)$$

Mit dem Kompressionsmodul K (2.2-17), der die Volumenänderung bei hydrostatischem Druck charakterisiert und folglich auch für anisotrope Materialien richtungsunabhängig ist, können nun mit den Relationen der Tabelle im Anhang (A I) alle weiteren isotropen technischen Moduln berechnet werden.

$$K = \frac{1}{3} \cdot (c_{11} + 2 \cdot c_{12}) \quad (2.2-17)$$

Die Hill'sche Mittelung erlaubt also, das elastische Verhalten von polykristallinen Materialien aus den Eigenschaften der elastisch anisotropen Kristallite zu bestimmen. In dieser Arbeit wird diese Mittelung insofern genutzt, dass die elastischen Eigenschaften von Einkristallen, die von Spannungsfeldern durchsetzt werden, welche den Kristall nicht nur in diskreten Richtungen belasten, ebenfalls durch die jeweiligen Mittelwerte nach Hill näherungsweise charakterisiert werden. Diese Beschreibung in Form der Isotropierung des Einkristalls wird in [11] für den elastischen Kontakt experimentell gestützt und in [21] für die Charakterisierung von Versetzungen ohne wesentlichen Fehler legitimiert.

2.2.4 Der Hertz'sche Kontakt

Der Hertz'sche Kontakt ist die Lösung eines Kontaktproblems zwischen zwei isotropen elastischen Kugeln mit den Radien R_1 und R_2 , die entlang der Achse zwischen ihren beiden Mittelpunkten unter Vernachlässigung der Reibung belastet werden. Sie ist von Heinrich Hertz 1881 in [22] angegeben worden. Für die Beschreibung der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente ist eine Grenzwertbetrachtung dieser Lösung notwendig, bei der einer der Radien als unendlich groß angenommen wird, um einen ebenen elastischen Halbraum in Kontakt mit einer normal zu seiner Oberfläche mit der Kraft F belasteten elastischen Kugel zu erhalten. Dies liefert eine analytische Lösung, welche zur quali- und quantitativen Beschreibung der durchgeführten Kontaktexperimente benutzt wird. Sie gilt für gegenüber dem Radius der Kugel kleinen Eindringtiefen h , so dass die Parabelnäherung für die Beschreibung der Oberflächengeometrie der Kugel ihre Gültigkeit behält.

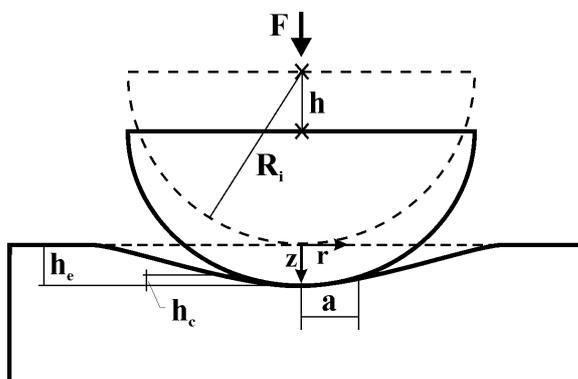


Abbildung 2.2-5; Größen und Parameter beim Hertz'schen Kontakt

Die Bezeichnung Eindringtiefe kann, wie in [23] bemerkt zu Irritationen führen, so dass an dieser Stelle darauf hingewiesen sei, dass entsprechend Abbildung 2.2-5 hier die Eindringtiefe h die Verschiebung des Kugelmittelpunktes, der sich entsprechend den Voraussetzungen weit vom Kontaktgebiet entfernt befindet, in Richtung des elastischen Halbraumes ist. Diese unterscheidet sich von der Ein-

dringtiefe h_e , welche die maximale Verschiebung eines Oberflächenpunktes des penetrierten Halbraumes (Abbildung 2.2-5) beschreibt. Nur für den Fall einer starren Kugel sind beide Eindringtiefendefinitionen identisch. In [24] werden die Oberflächendehformationen bei Hertz'schem Kontakt ausführlich beschrieben. Weitere charakteristische Größen sind die kontaktgebende Eindringtiefe h_c und der Kontaktradius a .

Ein möglicher Lösungsweg für das hier betrachtete Kontaktproblem, wie er zum Beispiel in [25] oder [26] angegeben ist, erfolgt so, dass das Problem zunächst in Zylinderkoordinaten formuliert wird, welche wegen der Rotationssymmetrie bezüglich der Belastungsachse das zweckmäßige Koordinatensystem bilden. Nun wird mit vorwiegend geometrischen Betrachtungen die Druckverteilung und die zugehörige Ausdehnung des Kontaktgebietes zwischen den beiden Körpern sowie der Einfluss der Materialeigenschaften ermittelt (Hertz'sche Lösung). Daraus folgen die Zusammenhänge für Kraft, Eindringtiefe und Kontaktradius. Die Druckverteilung bildet die Grundlage zur Bestimmung des Spannungsfeldes, bei der das in linearen Theorien häufig genutzte Superpositionsprinzip zur Anwendung kommt. Dabei stellt die Lösung von Boussinesq, welche die Spannungszustände in einem punktblasteten elastischen Halbraum beschreibt, die Grundlage dar. Das Resultat dieser Lösung ist dann das komplette Spannungsfeld im elastischen Halbraum, welches durch Belastung mit einer elastischen Kugel resultiert.

Im Folgenden sind die Komponenten des Spannungstensors [27], der mittlere Kontaktdruck p_m zwischen Kugel und Halbraum sowie der Zusammenhang zwischen Kraft F und Eindringtiefe h , mit der zuvor erwähnten Bedeutung, für den Hertz'schen Kontakt in Zylinderkoordinaten angegeben, deren Z -Achse in den elastischen Halbraum hinein zeigt.

In diesen Gleichungen sind F die Kraft, mit der die Kugel auf die Oberfläche gedrückt wird, R_i der Kugelradius, E^* der reduzierte Elastizitätsmodul gemäß Gleichung (2.2-24 b), E_i bzw. E_p die Elastizitätsmoduln von Kugel (Indenter) und Probe, ν_i bzw. ν_p die Querkontraktionszahlen von Kugel (Indenter) und Probe, a der Kontaktradius und r sowie z die Zylinderkoordinaten. Es sind wegen der Rotationssymmetrie keine Abhängigkeiten von der Koordinate ϕ vorhanden und die Komponenten $\sigma_{r\phi} = \sigma_{\phi r} = \sigma_{\phi z} = \sigma_{z\phi}$ sind identisch null.

$$F = \frac{4}{3} \cdot E^* \cdot \sqrt{R_i} \cdot h^{\frac{3}{2}} \quad (2.2-18)$$

$$p_m = \frac{4}{3} \cdot \frac{E^*}{\pi \cdot \sqrt{R_i}} \cdot \sqrt{h} = \frac{1}{\pi} \cdot \left(\frac{4}{3} \cdot \frac{E^*}{R_i} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot \sqrt[3]{F} \quad (2.2-19)$$

$$\sigma_{zz} = -\frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} \cdot p_m \quad (2.2-20)$$

$$\sigma_{rz} = \sigma_{zr} = -\frac{3a^2 z^2 r \sqrt{w}}{2(w^2 + a^2 z^2)(a^2 + w)} \cdot p_m \quad (2.2-21)$$

$$\sigma_{rr} = \left(\begin{aligned} & \frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} + \frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[1 - \frac{z^3}{w^{\frac{3}{2}}} \right] + \\ & + \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[-2 + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} + \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \end{aligned} \right) \cdot p_m \quad (2.2-22)$$

$$\sigma_{\phi\phi} = \left(\begin{aligned} & -\frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[1 - \frac{z^3}{w^{\frac{3}{2}}} \right] - \\ & - \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[2\nu + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} - \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \end{aligned} \right) \cdot p_m \quad (2.2-23)$$

mit:

$$w \equiv \frac{1}{2} \left(r^2 + z^2 - a^2 + \sqrt{4z^2 a^2 + (z^2 + r^2 - a^2)^2} \right) \quad (2.2-24 \text{ a-b})$$

$$E^* = \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p} \right)^{-1}$$

Der Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang in Gleichung (2.2-18) gibt die typische Proportionalität $F \propto h^{3/2}$ wieder, welche zum Beispiel auch zur Beschreibung der elastischen Wechselwirkungen von Spitzen eines Atomkraftmikroskops mit der Probe genutzt wird [28]. Grenzwertbetrachtungen des Spannungsfeldes zeigen, dass die Spannungen proportional zu s^{-2} (mit $s^2 = r^2 + z^2$) abfallen. Eine weitere interessante Schlussfolgerung aus den Gleichungen (2.2-20 - 2.2-23) ist, dass die Geometrie des Spannungsfeldes nur von der Querkontraktionszahl abhängt, während der Elastizitätsmodul die Funktion eines Skalierungsfaktors besitzt.

Zur weiteren Analyse sollen jetzt die Eigenspannungen (Hauptspannungen) σ_{eI} , σ_{eII} , σ_{eIII} betrachtet werden, welche durch die kubische Gleichung (Charakteristische Gleichung) (2.2-25) gegeben sind.

$$\begin{vmatrix} \sigma_{rr} - \sigma_e & 0 & \sigma_{rz} \\ 0 & \sigma_{\phi\phi} - \sigma_e & 0 \\ \sigma_{rz} & 0 & \sigma_{zz} - \sigma_e \end{vmatrix} = (\sigma_{\phi\phi} - \sigma_e) \cdot [(\sigma_{rr} - \sigma_e) \cdot (\sigma_{zz} - \sigma_e) - \sigma_{rz}^2] = 0 \quad (2.2-25)$$

Die Eigenwerte haben somit die Gestalt:

$$\sigma_{eI,eIII} = \frac{\sigma_{rr} + \sigma_{zz}}{2} \pm \sqrt{\frac{(\sigma_{rr} - \sigma_{zz})^2}{4} + \sigma_{rz}^2} ; \sigma_{eII} = \sigma_{\phi\phi} \quad (2.2-26).$$

Es folgt $\sigma_{eI} > \sigma_{eII} > \sigma_{eIII}$ (Vorzeichenbehaftete Größen!), wenn für σ_{eI} das Pluszeichen in (2.2-26) gilt. Die größten Normalspannungen im betrachteten Punkt des Kontinuums werden somit durch die Eigenspannung σ_{eI} beschrieben. Wenn sie positiv werden bedeutet dies, dass dort die maximalen Zugspannungen vorhanden sind, welche beispielsweise die Hertz'schen Kegelbrüche verursachen. Entsprechend folgen aus σ_{eIII} die kleinsten Normalspannungen, welche im Falle von negativem σ_{eIII} die größten Druckspannungen darstellen.

Aus den Eigenspannungen können weiter der hydrostatische Druckanteil (allseitiger Druck) σ_{hyd} und die auftretenden maximalen Scherspannungen $\sigma_{\text{max}} = \tau_{\text{max}}$ mit den Gleichungen (2.2-27 a-b) in jedem Punkt des elastischen Halbraumes berechnet werden.

$$\sigma_{\text{hyd}} = \frac{\sigma_{\text{el}} + \sigma_{\text{eII}} + \sigma_{\text{eIII}}}{3} = \frac{\sigma_{\text{xx}} + \sigma_{\text{yy}} + \sigma_{\text{zz}}}{3}$$

$$\tau_{\text{max}} = \frac{\sigma_{\text{el}} - \sigma_{\text{eIII}}}{2} = \sqrt{\frac{(\sigma_{\text{rr}} - \sigma_{\text{zz}})^2}{4} + \sigma_{\text{rz}}^2}$$
(2.2-27 a-b)

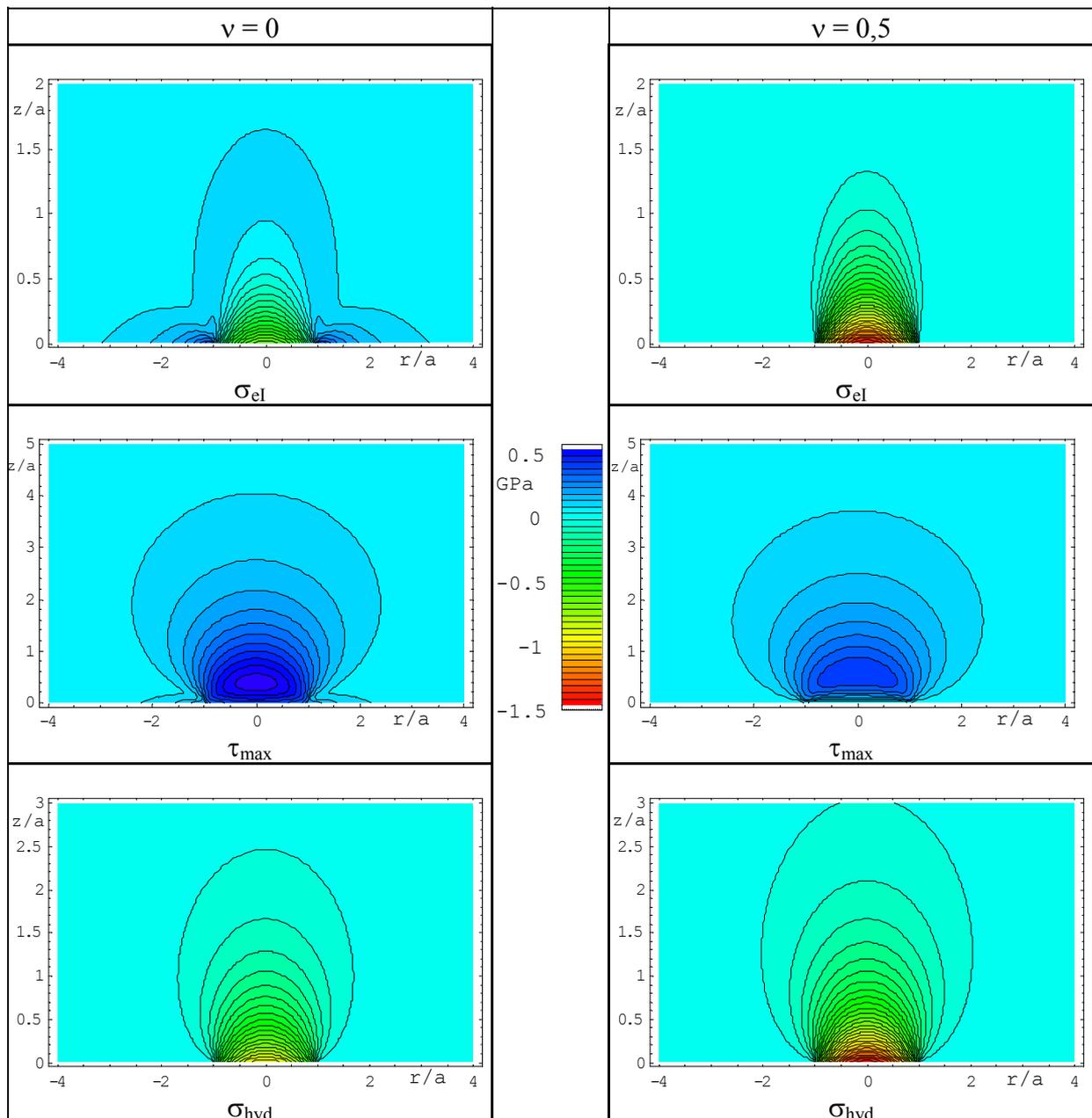


Abbildung 2.2-6; Ausgewählte charakteristische Spannungsfelder beim Hertz'schen Kontakt in Abhängigkeit von der Querkontraktionszahl

In den Abbildungen 2.2-6 sind die Hauptspannung σ_{el} , der hydrostatische Spannungsanteil σ_{hyd} (Positive Spannungen dieser beiden Komponenten entsprechen Zugbelastung!) sowie die maximale Scherspannung τ_{max} bei Hertz'schem Kontakt für $p_m = 1$ GPa und den in isotropen

Körpern möglichen Grenzwerten der Querkontraktionszahl $\nu = 0$ sowie $\nu = 0.5$ dargestellt. Diese drei Spannungskomponenten stellen bei der Untersuchung von Versagensmechanismen, wie Bruch, plastische Deformation und Phasenumwandlungen, die wesentlichen Belastungskomponenten zur Anwendung von Spannungskriterien dar.

Es sei darauf hingewiesen, dass nur die Darstellung der maximalen Schubspannung nicht verzerrt ist, während bei den anderen zur deutlicheren Charakterisierung der jeweiligen Spannungsfelder die Z-Achse anders als die r-Achse skaliert ist.

Aus der Darstellung der Eigenspannungskomponente σ_{el} ist zu erkennen, dass für $\nu = 0,5$ keine Zugspannungen mehr auftreten, was bedeutet, dass in einem solchen Medium keine Hertz'schen Kegelbrüche auftreten können. Wenn die Querkontraktionszahl kleiner wird, zeigt sich, dass sich um einen Bereich, in dem nur Druckspannungen vorhanden sind, eine Zone anschließt, in der auch Zugspannungen auftreten, welche an der Oberfläche um den Kontaktradius herum maximal werden.

Der Punkt, an dem das Scherspannungsfeld τ_{max} den maximalen Betrag annimmt, wird mit größerem ν weiter in den elastischen Halbraum verschoben und liegt stets auf der Z-Achse. Der Betrag der größten Scherbelastung in diesem Spannungsfeld nimmt hingegen mit größerer Querkontraktion ab, was auch aus dem Verhalten der Hauptspannungskomponente σ_{el} gefolgert werden kann.

Der hydrostatische Spannungsanteil σ_{hyd} vergrößert sich mit zunehmender Querkontraktionszahl und erreicht sein Maximum an der Oberfläche des elastischen Halbraumes im Koordinatenursprung.

Es sei darauf hingewiesen, dass auch andere Kontaktprobleme in der Elastizitätstheorie analytisch gelöst wurden, wobei die Lösung von Sneddon [29], welche den Kontakt zwischen einem rotationssymmetrischen Eindringkörper mit glatter einhüllender Randfunktion und einem isotropen elastischen Halbraum beschreibt, hier explizit erwähnt werden soll, da sie neben der Lösung von Hertz auch zur Analyse von Punktkontaktexperimenten benutzt wird [7, 8]. Umfangreiche Serien von Punktkontakt-Experimenten an verschiedenen Materialtypen (duktil, spröde) in [11] zeigen jedoch, dass die Korrekturen, welche sich aus einer möglichen allgemeineren Indenterform ergeben, gering sind und häufig die Kugel oder besser die Parabelform als günstig folgt. In [30] wird eine analytische Lösung für das Hertz'sche Kontaktspannungsfeld vorgestellt, mit der auch Schichtsysteme beschrieben werden können.

2.3 Versetzungsbedingte Deformation von Kristallen

Es existieren verschiedene Versagensmechanismen, die zu einer dauerhaften Verformung von Festkörpern auf Grund von mechanischen Belastungen führen. Dies sind die Bildung und Ausbreitung von Rissen sowie plastische Materialdeformationen welche durch die Nukleation und Bewegung von Versetzungen, Zwillingsbildung oder irreversible Hochdruck-Phasenumwandlungen hervorgerufen werden.

Besondere Bedeutung für die vorliegende Arbeit hat, wegen der speziellen Betrachtung des Pop-In-Effektes in Galliumarsenid, die versetzungsbedingte plastische Deformation von Einkristallen mit Zinkblende-Struktur. Deshalb werden in diesem Abschnitt die Grundlagen der Versetzungstheorie mit Konzentration auf kubische Systeme beschrieben und die Versetzungstypen in der Zinkblendestruktur ausführlicher diskutiert. Plastische Deformationen durch Zwillingsbildung oder Phasenumwandlungen werden nicht weiter betrachtet.

2.3.1 Theoretische Festigkeit von Kristallen

Die theoretische Festigkeit von kristallinen Festkörpern wird im Folgenden näherungsweise bestimmt. Dazu wird ein elastisch isotroper kubischer Kristall mit würfelförmiger Gestalt, der Gitterkonstante a und dem Schermodul G mit einer Schubspannung τ , welche an der Fläche A wirkt, in X -Richtung beansprucht. Die Atome werden durch die resultierende Scherung α um Δa gemäß Gleichung (2.3-1) aus ihrer Ruhelage bei $x = 0, a, 2a$, usw. ausgelenkt.

$$\Delta a = a \cdot \tan(\alpha) \quad (2.3-1)$$

Zur Beschreibung der Atombindung wird ein kosinusförmiges Bindungspotential Π mit der Periode a angenommen. Dessen Ableitung gibt die Rückstellkraft F_r an, wobei der Vorfaktor so bestimmt ist, dass diese für kleine Dehnungen proportional dem Schubmodul ist. Der Quotient aus der Rückstellkraft und der Fläche A stellt die wirkende Rückstellspannung dar, die sich durch Auslenkung der Atome um $\Delta a = x$ aus ihrer Ruhelage ergibt.

$$\begin{aligned} \Pi &= \frac{a}{4\pi^2} \cdot A \cdot G \cdot \cos\left(\frac{2\pi}{a} \cdot x\right) \\ F_r &= \frac{d\Pi}{dx} = -\frac{A \cdot G}{2\pi} \cdot \sin\left(\frac{2\pi}{a} \cdot x\right) \\ \tau &= \frac{F_r}{A} = -\frac{G}{2\pi} \cdot \sin\left(\frac{2\pi}{a} \cdot x\right) \end{aligned} \quad (2.3-2 \text{ a-c})$$

Der maximale Betrag dieser Spannung, der in Gleichung (2.3-3) angegeben ist, wird bei Auslenkungen von $\Delta a = 0,5 a$ erreicht.

$$\tau_k = |\tau|_{\max} = \frac{G}{2\pi} \approx \frac{G}{6} \quad (2.3-3)$$

Die in der Realität erreichten kritischen Scherspannungen, die zum Festigkeitsversagen des Materials führen, sind in der Regel um Größenordnungen kleiner als $G/6$ [16, 21]. Nur in kleinsten Strukturen, wie z.B. in Whiskers [31] oder in den kleinen Volumina, die bei Nanoindentierungs-Experimenten belastet werden, konnten solch hohe Scherspannungen bisher

erreicht werden. Somit folgt, dass in ausgedehnten realen Kristallen andere Verformungsmechanismen maßgebend sein müssen, welche plastische Deformationen weit unterhalb der hier abgeschätzten kritischen Spannung, die ein geschlossenes Abgleiten ganzer Kristallebenen zulässt, ermöglichen.

2.3.2 Elastische Theorie der Versetzungen

Die Erklärung des Widerspruchs zwischen erwarteter theoretischer Versagensgrenze und dem experimentellen Befund ist mit der Existenz von Versetzungen möglich. Diese sind linienförmige Kristalldefekte, die herstellungsbedingt zum Ausgleich von wachstumsbedingten Spannungen in nahezu jedem Kristall vorhanden sind. Der Begriff „Versetzungen“ und deren wesentliche Charakteristiken sollen im Folgenden beschrieben werden. Danach wird auf Prozesse der Versetzungsbewegung, Versetzungsringe sowie deren Nukleation eingegangen.

Versetzungen beschreiben die linienförmige Störung der Bindungsstruktur in einem Kristall. Damit ist ein für den jeweiligen Versetzungstyp charakteristisches Verzerrungs- und Spannungsfeld verbunden. Zur Beschreibung der Versetzungen werden der Burgers-Vektor \mathbf{b} , der die Art der Unstimmigkeit zum idealen Kristallaufbau charakterisiert, und der Linienvektor ξ , der die Geometrie der Versetzungslinie bestimmt, benutzt.

Der Burgers-Vektor wird durch Vergleich eines Umlaufs mit Hilfe der Gittertranslationen im gestörten Kristall um die Versetzungslinie mit dem entsprechenden Umlauf im perfekten Kristall bestimmt und stellt den Vektor dar, der zum Umlauf im perfekten Kristall addiert werden muss, um diesen zu schließen.

Der Linienvektor der Versetzung gibt in jedem Punkt der Versetzungslinie deren Richtung an.

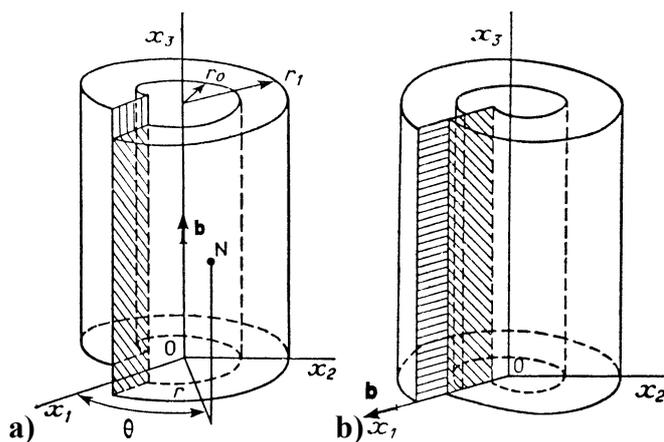


Abbildung 2.3-1; Zylindermodelle aus [Friedel] von
a) Schrauben- und b) Stufenversetzung

Die Orientierung des Burgers-Vektors zum Linienvektor wird zur Einteilung der Versetzungstypen benutzt. Die beiden Extremfälle von paralleler bzw. senkrechter gegenseitiger Orientierung führen zur reinen Schrauben- bzw. Stufenversetzung (Abbildungen 2.3-1 a-b).

Im Falle von gekrümmten Linien ist er also identisch mit der Richtung einer Tangente an dieser.

Wesentliche Eigenschaften der Versetzungen sind, dass sie an inneren oder äußeren Oberflächen oder in Knotenpunkten von Versetzungslinien enden müssen und dass Versetzungen mit entgegengesetzten Burgers-Vektoren annihilieren können.

Die Orientierung des Burgers-Vektors zum Linienvektor wird zur Ein-

Der Burgers-Vektor und der Linienvektor der Versetzungen bestimmen die resultierenden Verzerrungs- und Spannungsfelder, die mit r^{-1} abklingen (r = Abstand zur Versetzungslinie), weshalb der Wirkungsbereich dieser Felder auch als langreichweitig bezeichnet wird.

Im Rahmen der isotropen linearen Kontinuumstheorie kann mit dem Volterra-Versetzungs-Modell die Linienenergie der Versetzung (Energie pro Linie) mit Gleichung (2.3-4) ausgedrückt werden. Darin sind Ψ der Winkel, den Burgers-Vektor und Linienvektor einschließen, $\mu = G$ der Schubmodul, ν die Querkontraktionszahl, r_1 der äußere und r_0 der innere Abschneideradius.

$$W = \frac{\mu \cdot b^2}{4\pi \cdot Q} \cdot \left(\ln \frac{r_1}{r_0} \right) \quad (2.3-4)$$

$$\text{mit: } \frac{1}{Q} = \cos^2 \Psi + \frac{\sin^2 \Psi}{1 - \nu}$$

Die Abhängigkeit von den Abschneideradien zeigt, dass das Integral divergiert, wenn der innere Radius r_0 gegen Null und/oder der Äußere r_1 gegen unendlich laufen würde. Während der äußere Radius praktisch durch die Probengröße oder den mittleren Abstand zur nächsten Versetzung immer bestimmt ist, resultieren für den inneren zwei wesentliche Probleme. Zum einen treten Verzerrungen auf die nicht mehr linear sind und zum anderen werden Dimensionen erreicht, in denen der Kristall nicht mehr als Kontinuum beschrieben werden kann. Aus Sicht der Kontinuumstheorie müsste also der innere Abschneideradius so festgelegt werden, dass eine maximale Verzerrung (10% [32]) nicht überschritten wird.

Aus Experimenten und numerischen Simulationsrechnungen (Molekulardynamik) können die Kernenergien abgeschätzt werden (Fehler bis zu 20%). Es wurde festgestellt, dass dieser Anteil etwa einem zehntel der elastischen Energie der Versetzung entspricht. Wenn die Kernenergie bekannt ist, kann der innere Abschneideradius als Parameter benutzt werden, der so gewählt wird, dass die Linienenergie der Versetzung auch deren Kernenergie beinhaltet. In der Literatur wird dazu häufig ein extra Parameter definiert [21], darauf wird hier verzichtet und dem inneren Abschneideradius r_0 die Funktion dieses Parameters direkt zugeordnet.

Wegen der quadratischen Abhängigkeit der elastischen Energie der Versetzung vom Burgers-Vektor ergeben sich mitunter stabile Zustände, wenn eine sogenannte perfekte Versetzung, bei welcher der Burgers-Vektor einer ganzen Gittertranslation entspricht, in zwei dissoziierte Teilversetzungen (Partialversetzungen) mit kleineren Burgers-Vektoren aufspaltet.

Während die perfekten Versetzungen die Kristallebenen um eine komplette Gittertranslation verschieben, ist dies bei den Partialversetzungen somit nicht der Fall. Daraus resultiert die Existenz eines Stapelfehlers zwischen diesen dissoziierten Teilversetzungen. Die Formierung dieses Stapelfehlers erfordert einen zusätzlichen der Fläche des Stapelfehlers proportionalen Energiebetrag (Stapelfehlerenergie). Das Verhältnis von geringerer elastischer Energie der Versetzungslinie und der zusätzlichen Stapelfehlerenergie bestimmen den Gleichgewichtsabstand zwischen den dissoziierten Partialversetzungen.

2.3.2.1 Versetzungsringe

Wenn innerhalb eines zuvor perfekten Kristalls Versetzungen entstehen, dann ist dies wegen der Notwendigkeit, dass Versetzungslinien stets in einem Knotenpunkt von Versetzungslinien in sich selbst oder an inneren oder äußeren Oberflächen enden müssen, nur als Versetzungsring (Versetzungslösch) möglich. Es existieren bewegliche und nichtbewegliche Versetzungsringe. Die Eigenschaften eines beweglichen Versetzungsringes sollen nun näher betrachtet werden.

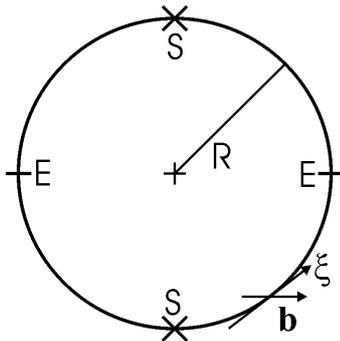


Abbildung 2.3-2; Kreisförmiger Versetzungsring (E: reine Stufenversetzung; S: reine Schraubenversetzung)

Die Versetzungslinie des Rings (zunächst perfekte Versetzungsstruktur) habe Kreisform (Radius R) und sei entsprechend Abbildung 2.3-2 gegeben. Die Bereiche in der Kreisfläche sind um den Burgers-Vektor **b**, der in der Kreisebene liegt, gegeneinander verschoben. Somit folgt für die begrenzenden Versetzungen an den Stellen S reiner Schrauben- und an den Stellen E (Edge dislocation = Stufenversetzung) reiner Stufencharakter. Die Linienabschnitte dazwischen sind von gemischter Gestalt.

Die den Versetzungsring charakterisierenden Verzerrungs- und Spannungsfelder können durch Superposition der entsprechenden Felder der einzelnen Anteile des Ringes ermittelt werden. In [21] wird die Energie eines solchen kreisförmigen Versetzungsringes in Form von Gleichung (2.3-5 a-b) angegeben.

$$E_{\text{Loop}} = R \cdot \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b^2}{4} \cdot \left[-\ln\left(\tan \frac{r_0}{4 \cdot R}\right) - 2 \cdot \cos \frac{r_0}{2 \cdot R} \right] \quad (2.3-5 \text{ a-b})$$

$$\cong R \cdot \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b^2}{4} \cdot \left[\ln \frac{4 \cdot R}{r_0} - 2 \right]$$

Bereits ab einem Ringradius von etwa 5 inneren Abschneideradien ($R \approx 5 \cdot r_0$) kann Gleichung (2.3-5 a) ohne nennenswerten Fehler ($< 1\%$) zu Gleichung (2.3-5 b) vereinfacht werden.

Eine andere mögliche Versetzungsloopstruktur ist ein Versetzungsring, der von Partialversetzungen begrenzt ist. In diesem Fall muss neben der elastischen Energie auch die des Stapelfehlers im Bereich der Fläche des Ringes berücksichtigt werden. Die Energie eines solchen Stapelfeherringes setzt sich folglich zusätzlich zur elastischen Energie der einhüllenden Versetzungslinie aus der Stapelfehlerenergie W_γ gemäß Gleichung (2.3-6), in der γ die spezifische Stapelfehlerenergie (Energie pro Fläche) ist, zusammen.

$$W_\gamma = \gamma \cdot \pi \cdot R^2 \quad (2.3-6)$$

Der innere Abschneideradius r_0 geht für kleine Ringradien wesentlich in das Ergebnis ein, womit ihm für „kleine“ Ringe eine entscheidende Bedeutung zukommt.

In Abbildung 2.3-3 ist der Verlauf der Energie eines kreisförmigen Versetzungsringes in Abhängigkeit vom Radius mit den nach Hill gemittelten elastischen Parametern (vgl. Abschnitt 3.1) von GaAs ($G_{\text{Hill}} = 46,6 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{Hill}} = 0,244$, $a = 5,654 \text{ \AA}$) und einem für Halbleiter mit Diamantstruktur typischen [33, 34, 35] inneren Abschneiderradius von ca. $r_0 = b/3$ für einen perfekten und einen Stapelfehlerring angegeben.

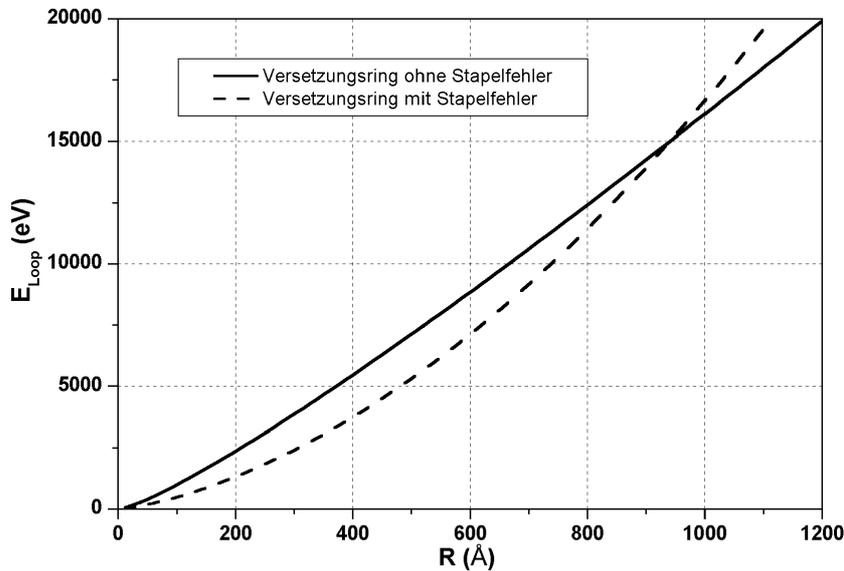


Abbildung 2.3-3; Eigenenergie E_{Loop} eines perfekten ($b = a / \sqrt{2}$, $\gamma = 0$, $r_0 \approx b/3$) und eines Stapelfehlerversetzungsringes ($b = a / \sqrt{6}$, $\gamma = 55 \text{ mJ m}^{-2}$, $r_0 \approx b/3$) in GaAs in Abhängigkeit vom Ringradius R

Die Energie eines Versetzungsringes wächst monoton mit zunehmendem Radius, woraus folgt, dass dieser aus energetischer Sicht sich stets verkleinert und annihilieren würde, falls ihn keine äußeren Spannungen oder andere die Bewegung der Versetzungslinie störende Faktoren daran hindern. Interessant ist, dass Partial-Versetzungsringe mit Stapelfehler bis zu einer bestimmten Größe energetisch bevorzugt sind, wobei die Stapelfehlerenergie, die mit dem Quadrat des Radius wächst, dafür sorgt, dass dieser mit weiterem Wachstum energetisch ungünstiger wird.

Im realen Falle sind solche Versetzungsringe natürlich nicht zwangsläufig kreisförmig, sondern können vielfältige Strukturen aufweisen. Mitunter ist jedoch die Charakterisierung durch einen kreisförmigen Ring mit einem mittleren Radius möglich.

2.3.2.2 Versetzungsbewegung

Die Versetzungsbewegung kann durch Gleiten (konservative Bewegung) und Klettern (nicht-konservative Bewegung) realisiert werden. Beim Gleiten erfolgt die Bewegung in der Ebene, die vom Linien- und Burgers-Vektor aufgespannt wird, während beim Klettern die Bewegung normal zu dieser Fläche erfolgt. Da der Bewegungsmechanismus des Kletterns an die Diffusion von Leerstellen gebunden ist, was hohe thermische Aktivierungsbeiträge erfordert, und alle in dieser Arbeit durchgeführten Indentierungsexperimente bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, soll dieser Mechanismus vernachlässigt und hier nicht weiter erläutert werden.

Die Bewegung von Versetzungen durch Gleiten ist energetisch in den dichtest gepackten Ebenen und Richtungen bevorzugt. Somit folgen für die verschiedenen Kristallstrukturen bestimmte favorisierte Gleitsysteme, die durch die Gleitebene und der Gleitrichtung in dieser charakterisiert werden (vgl. Abschnitt 2.3.3 Zinkblendestruktur).

Die Versetzungen werden durch ein periodisches Potential E_p (Peierls Potential, Abbildung 2.3-4) an bestimmten Gleichgewichtsstellen festgehalten. Um eine Versetzungsbewegung zu ermöglichen, muss dieses überwunden werden. Dies geschieht, wie in

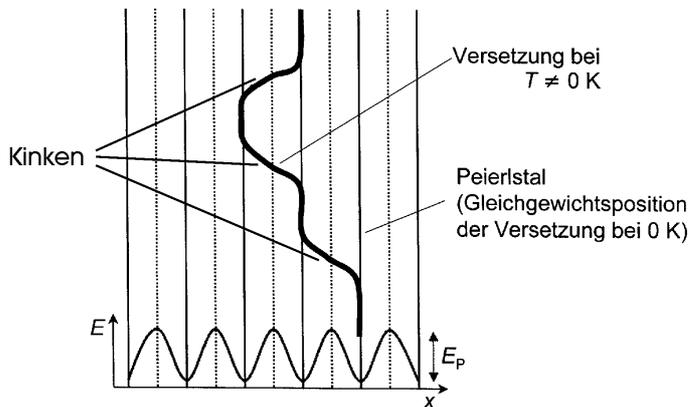


Abbildung 2.3-4; Versetzungsbewegung durch Überwindung des Peierls-Potentials

ermöglichen, muss dieses überwunden werden. Dies geschieht, wie in Abbildung 3.3-4 skizziert, durch Bewegen eines Teils der Versetzungslinie über den benachbarten Potentialgipfel. Dabei entstehen zwei Kinken, welche dann zu den Enden der Versetzungslinie wandern. Somit hat sich die Versetzungslinie um einen Burgers-Vektor weiter bewegt. Die Summe vieler solcher Bewegungen bewirken

die makroskopische plastische Deformation. Die Aktivierung und Geschwindigkeit eines solchen Prozesses ist durch die angreifenden mechanischen Spannungen und die Häufigkeit der Doppelkinkenbildung sowie deren Beweglichkeit charakterisiert. Die letzten dieser beiden Punkte sind vorwiegend thermisch bestimmt. Mit dem skizzierten Modell können für Raumtemperatur die Aktivierungsspannungen für Versetzungsgleiten im Megapascalbereich abgeschätzt werden [21]. Diese entsprechen den bei makroskopischen Experimenten (z.B. einaxialer Zug- bzw. Druckversuch) erreichten Fließspannungen.

Die aus dem Alexander-Haasen-Modell [36] folgende empirische Gleichung (2.3-7) beschreibt die Bewegungsgeschwindigkeit einer Versetzung in Abhängigkeit von der wirksamen Scherspannung τ_n und der Temperatur T . Darin sind der Vorfaktor B_v und die Aktivierungsenergie U experimentell zu bestimmende Parameter und k die Boltzmannkonstante.

$$v = B_v \cdot \tau_n^m \cdot e^{-\frac{U}{k \cdot T}} \quad (2.3-7)$$

Da nur diskrete Gleitsysteme existieren, werden diese bei entsprechenden Belastungsexperimenten zur Untersuchung der plastischen Deformation orientierungsabhängig zur äußeren Spannung mit einer bestimmten wirksamen Scherspannung belastet. Das Verhältnis von wirksamer Scherspannung zur äußeren Spannung beim Druckversuch (einaxial) wird durch den Schmid-Faktor charakterisiert. Dieser ergibt sich aus der Orientierung von Gleitebene und Gleitrichtung zur Belastungsrichtung. Dabei wird allerdings ein homogener Spannungszustand innerhalb der Probe angenommen, was nicht bei allen Experimenten, wie zum Beispiel den hier genutzten Indentierungsverfahren, der Fall ist. Als wesentliche Schlussfolgerung

dieses Abschnittes soll beachtet werden, dass zur Bewegung von vorhandenen Versetzungen Spannungen im Megapascalbereich ausreichend sind.

2.3.2.3 *Versetzungsnukleation*

Unter der Nukleation von Versetzungen wird deren Erzeugung in einem Kristall verstanden. Es existieren verschiedene Mechanismen, die zu Unterscheidung in heterogene und homogene Nukleation führen. An der heterogenen Versetzungsnukleation sind stets Störungen, wie beispielsweise Einschlüsse, Epitaxieschichten oder Versetzungen selbst beteiligt, während der Ausgangspunkt der homogenen Nukleation ein perfekter homogener Kristall ist.

Zur Erzeugung von Versetzungen müssen mehrere Atome aus ihrer Gleichgewichtslage „entfernt“ und in einer anderen wieder „eingefügt“ werden, um eine linienförmige Defektstruktur zu erzeugen. Somit ist lokal das Bindungspotential von mehreren Atomen zu überwinden, was im Folgenden durch thermische Aktivierung und mechanische Spannungen berücksichtigt wird.

Zunächst wird die homogene Versetzungsnukleation eines gleitfähigen Versetzungsringes bei Vernachlässigung der thermischen Komponente betrachtet. Im Inneren eines perfekten Kristalls möge lokal an einer Gleitfläche in einer Gleitrichtung eine Scherspannung τ_n wirken. Diese belastet die Fläche, wodurch ein Versetzungsring mit der Energie gemäß Gleichung (2.3-8) (Im Falle des perfekten Rings ist die Stapelfehlerenergie $\gamma = 0!$) unter Aufbringung der mechanischen Arbeit W_{mech} gebildet wird.

$$W_{\text{mech}} = E_{\text{Loop}} + W_{\gamma} = R \cdot \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b^2}{4} \cdot \left[\ln \frac{4 \cdot R}{r_0} - 2 \right] + \pi \cdot \gamma \cdot R^2$$

mit

$$(2.3-8)$$

$$W_{\text{mech}} = \pi \cdot R^2 \cdot b \cdot \tau_n$$

Aus dieser Gleichung folgt durch Umstellung Gleichung (2.3-9 a), welche die Abhängigkeit zwischen τ_n und dem Radius des Versetzungsringes beschreibt. In dieser Form entspricht τ_n einer Rückstellspannung, mit der sich der Versetzungsring zusammenzieht oder in anderen Worten einer Gleichgewichtsspannung, bei der die Größe des Versetzungsringes mit dem jeweiligen Radius unverändert bleibt.

$$\tau_n = \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b}{4\pi \cdot R} \cdot \left[\ln \frac{4 \cdot R}{r_0} - 2 \right] + \frac{\gamma}{b}$$

$$\frac{d\tau_n}{dR} = \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b}{4\pi \cdot R^2} \cdot \left[3 - \ln \frac{4 \cdot R}{r_0} \right] \stackrel{!}{=} 0$$

$$\Rightarrow R_{\text{crit}} = \frac{e^3}{4} \cdot r_0$$

$$\Rightarrow \tau_{\text{crit}} = \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b}{\pi \cdot e^3 \cdot r_0} + \frac{\gamma}{b}$$

$$(2.3-9 \text{ a-d})$$

Dieser Zusammenhang besitzt ein Maximum $\tau_{\text{crit}}(r_{\text{crit}})$, welches durch die Nullstelle der von der Stapelfehlerenergie γ unabhängigen ersten Ableitung von (2.3-9 a) nach dem Ringradius bestimmt ist. Bis zum Erreichen dieses Maximums nimmt die Rückstellspannung mit dem Ringradius zu und nach diesem nimmt sie mit wachsendem Radius ab.

Wenn die Fläche des Versetzungsrings also mit τ_n belastet wird, ist bis τ_{crit} ein stabiles Wachstum möglich, bei dem die Reduzierung von τ_n auch eine Reduzierung des Ringradius bewirkt. Wird τ_{crit} überschritten, aber die äußere Spannung nicht reduziert, vergrößert sich der Ring instabil und würde durch den gesamten Kristall wachsen, wenn τ_n nicht lokalisiert ist. Wenn die Spannung τ_n jedoch örtlich begrenzt ist, wächst der Ring bis sich seine Rückstellspannung im Gleichgewicht mit der abfallenden Spannung τ_n befindet.

Nun wird dieser homogene Nukleationsvorgang als thermisch aktivierter Prozess betrachtet. Die aufzubringende Aktivierungsenergie W_A zur Bildung eines kritischen Versetzungsrings ist dann durch Gleichung (2.3-10) gegeben.

$$W_A = E_{\text{Loop}} + W_\gamma - W_{\text{mech}} \quad (2.3-10)$$

Damit wird die Temperaturabhängigkeit der Nukleationskeimkonzentration n^* nach [21] entsprechend Gleichung (2.3-11) ausgedrückt, in der k die Boltzmannkonstante, T die absolute Temperatur und n die Atomkonzentration pro Einheitsvolumen darstellen.

$$n^* = n \cdot e^{-\frac{W_A}{kT}} \quad (2.3-11)$$

Für die Nukleationsrate J ist in [21] folgender Zusammenhang angegeben:

$$J = Z \cdot \omega \cdot n^* \quad \text{mit} \quad \omega = \frac{8\pi \cdot R_{\text{crit}}}{b} \cdot \nu_b \quad (2.3-12)$$

Der Zeldovich-Faktor Z enthält Korrekturen, die aus der Nichtgleichgewichtstheorie folgen und ist für die hier betrachteten Fälle ca. 0,1 [21]. Der Faktor ω hat die Dimension einer Frequenz, welche die Häufigkeit der Anlagerung eines Nachbaratoms zum Nukleationskeim charakterisiert. Er ist vom kritischen Ringradius R_{crit} , dem Burgers-Vektor b und der Debye Frequenz ν_b abhängig. In [34] werden ω zu etwa 10^{15} s^{-1} und n zu 10^{22} cm^{-3} abgeschätzt. Mit diesen typischen Werten ist die Nukleationsrate von kritischen Versetzungsrings durch Gleichung (2.3-13) bestimmt.

$$J = 10^{36} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1} \cdot e^{-\frac{W_A}{kT}} \quad (2.3-13)$$

Diese Nukleationsrate muss einen Wert von etwa $10^{20} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1}$ übersteigen [34, 21], damit die Bildung von stabilen Keimen möglich ist. Damit folgt für die thermisch unterstützte Nukleation von Versetzungsrings die Temperaturabhängigkeit in Gleichung (2.3-14).

$$10^{20} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1} \leq 10^{36} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1} \cdot e^{-\frac{W_A}{kT}} \Rightarrow W_A \leq 37 \cdot kT \quad (2.3-14)$$

Die Beachtung der thermischen Aktivierung bewirkt gemäß Gleichung (2.3-15 a) eine Verminderung der Rückstellspannung bei gleichem Ringradius mit zunehmender Temperatur.

$$\tau_n = \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b}{4\pi \cdot R} \cdot \left[\ln \frac{4 \cdot R}{r_0} - 2 \right] + \frac{\gamma}{b} - \frac{37 \cdot kT}{\pi \cdot b \cdot R^2}$$

$$\frac{d\tau_n}{dR} = \frac{2-\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\mu \cdot b}{4\pi \cdot R^2} \cdot \left[3 - \ln \frac{4 \cdot R}{r_0} \right] + \frac{74 \cdot kT}{\pi \cdot b \cdot R^3} \stackrel{!}{=} 0 \quad (2.3-15 \text{ a-d})$$

$$\Rightarrow R_{\text{crit}} \cdot \left[\ln \frac{r_0}{4 \cdot R_{\text{crit}}} - 3 \right] = \frac{1-\nu}{2-\nu} \cdot \frac{296}{\mu \cdot b^2} \cdot kT$$

$$\Rightarrow \tau_{\text{crit}} = \tau_n(R_{\text{crit}})$$

In Abbildung 2.3-5 sind für GaAs ($G_{\text{Hill}} = 46,6 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{Hill}} = 0,244$, $a = 5,654 \text{ \AA}$) für verschiedene Temperaturen die Zusammenhänge zwischen Rückstellspannung und Versetzungsringradius, für einen Versetzungsring mit und ohne Stapelfehler angegeben.

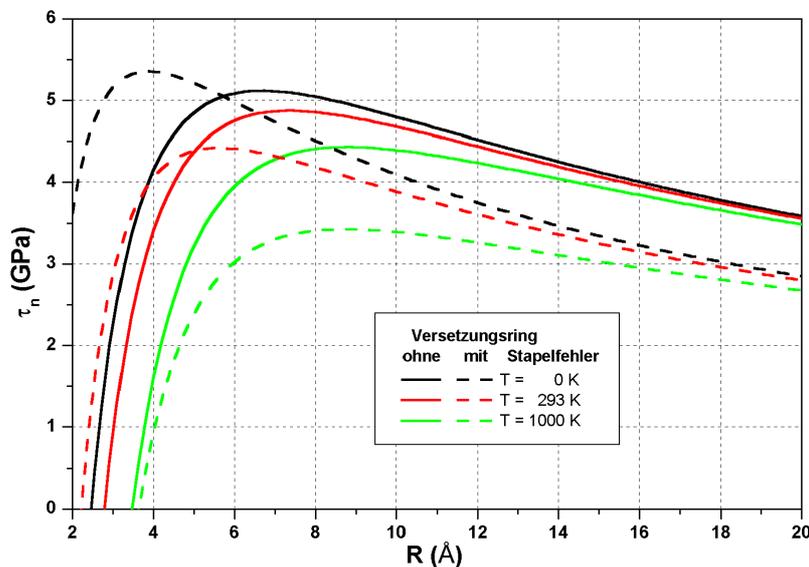


Abbildung 2.3-5; „Rückstellspannung“ eines Versetzungsringes in GaAs mit ($b = a/\sqrt{6}$, $\gamma = 55 \text{ mJ m}^{-2}$, $r_0 \approx b/3$) und ohne ($b = a/\sqrt{2}$, $\gamma = 0$, $r_0 \approx b/3$) Stapelfehler bei verschiedenen Temperaturen in Abhängigkeit vom Ringradius R

Der kritische Radius, der wiederum unabhängig von der Stapelfehlerenergie γ ist, ergibt sich nun aus der transzendenten Gleichung (2.3-15 c) und ist zusammen mit der zugehörigen kritischen Scherspannung für GaAs bei verschiedenen Temperaturen in Tabelle 2.3-1 angeben.

Versetzungsring ohne / mit Stapelfehler		
T (K)	τ_{crit} (GPa)	R_{crit} (Å)
0	5,15 / 5,38	6,69 / 3,86
100	5,06 / 4,98	6,92 / 4,51
293	4,90 / 4,44	7,35 / 5,60
600	4,69 / 3,90	7,99 / 7,06
1000	4,46 / 3,45	8,76 / 8,71

Tabelle 2.3-1; Kritische Scherspannungen und Radien für Versetzungsringe in GaAs mit ($b = a/\sqrt{6}$, $\gamma = 55 \text{ mJ m}^{-2}$, $r_0 \approx b/3$) und ohne ($b = a/\sqrt{2}$, $\gamma = 0$, $r_0 \approx b/3$) Stapelfehler in Abhängigkeit von der Temperatur

Interessanterweise zeigt sich, dass für kleine Temperaturen die notwendige kritische Scherspannung zur Nukleation eines Versetzungsringes mit Stapelfehler größer als zur Formation eines kritischen perfekten Versetzungsringes ist. Dies folgt aus dem kleineren inneren Abschneideradius der Partialversetzungen des Stapelfehlerrings, der sich aus dem kleineren Burgers-Vektor ergibt.

Die typische Größe der kritischen Spannung zur homogenen Versetzungsnukleation ist also bei Vernachlässigung der thermischen Komponente mit $\tau_0 \approx b/3$ und $\nu \approx 0,25$ zu $G/10$ abschätzbar. Dies liegt in der Größenordnung der theoretischen Kristallfestigkeit.

Mechanismen der heterogenen Versetzungsnukleation erlauben die Bildung neuer Versetzungen bei deutlich niedrigeren Spannungen. Dazu soll exemplarisch die Frank-Read-Quelle [16, 21, 32] betrachtet werden.

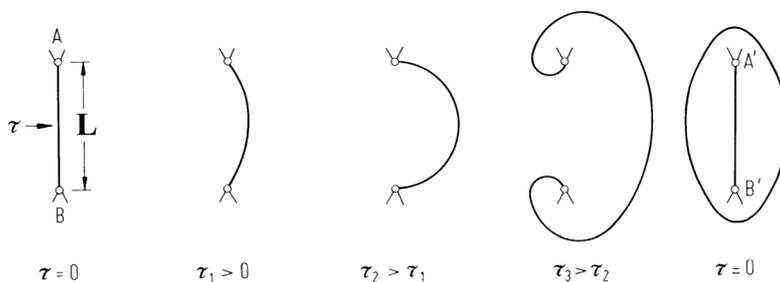


Abbildung 2.3-6; Arbeitsprinzip einer Frank-Read-Quelle aus [16]

Die Frank-Read-Quelle besteht aus einer Versetzungslinie, die zwischen zwei Störungen (z. B.: Versetzungen, Einschlüsse, Ausscheidungen) im Abstand L gemäß Abbildung 2.3-6 eingespannt

ist. Wenn diese Quelle mit einer Spannung belastet wird, baucht sich die Versetzungslinie aus, bis sie „hinter“ der Quelle mit sich selbst zusammenläuft und einen geschlossenen Versetzungsring bildet, in dessen Zentrum sich die Quelle befindet. Dieses System kann mit Scherspannungen in der Größenordnung von $\mu b/L$ aktiviert werden. Dies führt im Falle von typischen Abständen solcher Störungen zu Aktivierungsspannungen, wie sie aus makroskopischen Deformationsuntersuchungen gewonnen werden können ($L \approx 10^{-5}$ m, $b \approx 10^{-10}$ m $\Rightarrow \tau_c \approx 10^{-5}$ G).

2.3.3 Zinkblendestruktur

Die Zinkblendestruktur ergibt sich aus einem flächenzentrierten kubischen Kristallgitter (fcc Gitter), dessen Gitterpunkte mit der Basis bestehend aus Atomen der Sorte X bei $\{0,0,0\}$ und

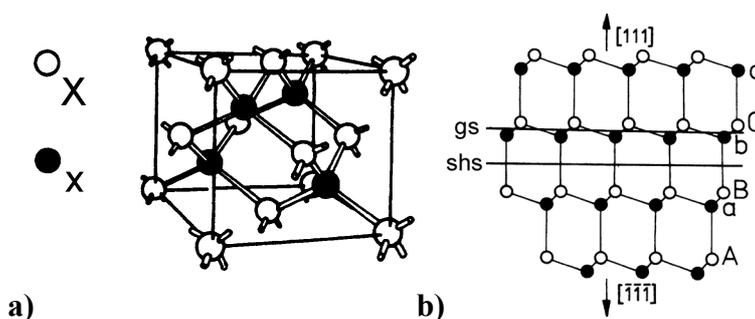


Abbildung 2.3-7 a-b; Einheitszelle der Zinkblendestruktur und Stapelfolge der (111)-Ebenen

x bei $\{1/4, 1/4, 1/4\}$ besetzt sind. Die Einheitszelle dieser Kristallstruktur mit der Gitterkonstanten a ist in Abbildung 2.3-7 a dargestellt.

Die primären Gleitsysteme stellen wie bei allen fcc Materialien die $\{111\}$ - Ebenen

und die $[110]$ - Richtungen dar. Die Gleitebenen bilden einen Tetraeder (Thompson-Tetraeder), wie er in Abbildung 2.3-8 a dargestellt ist. Die Tetraederkanten sind die primären $[110]$ -Gleitrichtungen. Wenn diese Tetraederflächen „abgewickelt“ und darin die Gleitrichtungen eingetragen werden, können die Gleitsysteme in Form des in Abbildung 2.3-8 b dargestellten Tetraedernetzes übersichtlich dargestellt werden.

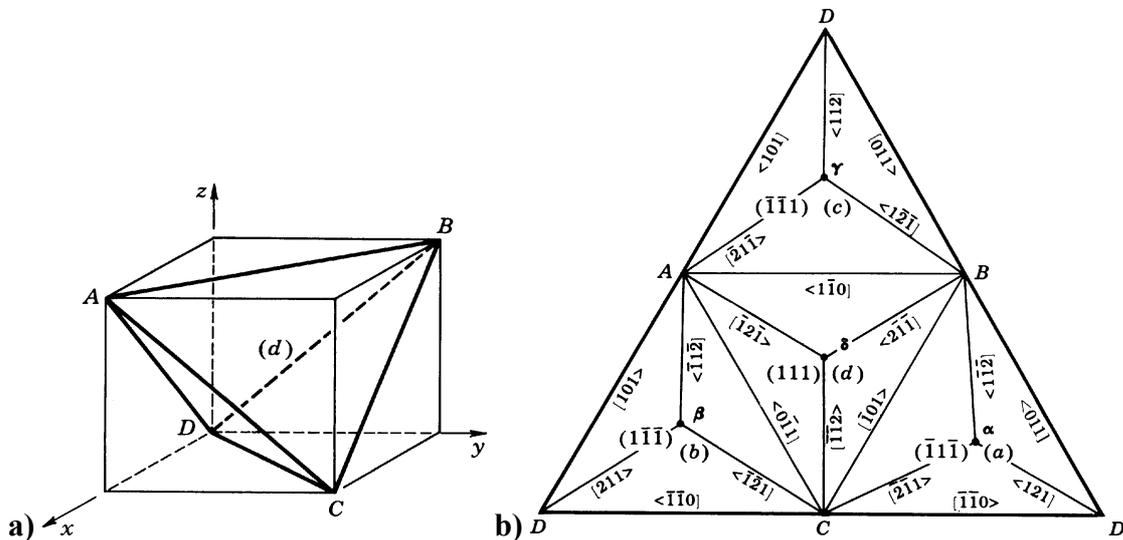


Abbildung 2.3-8 a-b; Thompson Tetraeder und zugehöriges Netz zur Darstellung der primären und sekundären Gleitsysteme der flächenzentrierten Kristalle [21]

Eine Besonderheit der Zinkblendestruktur ist, dass die Gleitebenen nicht polar, sondern durch eine Abfolge von Doppelschichten der Atomsorte X und x entsprechend Abbildung 2.3-7 b gekennzeichnet sind, wobei die Stapelfolge die Struktur AaBbCc besitzt. Daraus ergeben sich für stufenartige Versetzungen vier verschiedene mögliche Kernformen in dieser Struktur, die

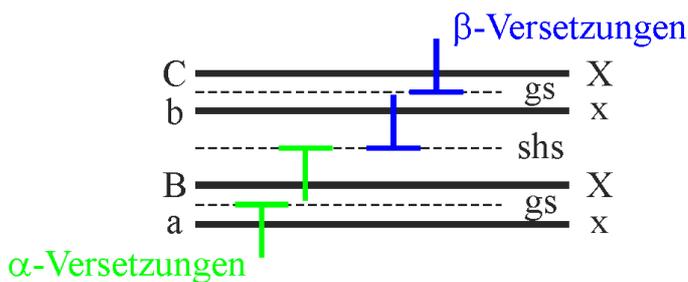


Abbildung 2.3-9; Unterscheidung von α und β Versetzungen

Abbildungen 2.3-7 b). Nun existieren zwei mögliche Richtungen, aus denen die Halbebenen eingeschoben werden können, und zur Unterscheidung von α - und β - Versetzungen führen. Demnach ist entsprechend Abbildung 2.3-9 eine α - Versetzung durch ein Atom der Sorte x im gs und X im shs und eine β - Versetzung durch ein Kernatom der Sorte X im gs und x im shs gekennzeichnet.

Die perfekten Versetzungen in der Zinkblendestruktur stellen Schrauben- und 60° Versetzungen (Winkel zwischen Burgers-Vektor und Versetzungslinie beträgt 60°) dar. Der Burgers-Vektor dieser perfekten Versetzungen beträgt $\frac{a}{\sqrt{2}}$.

Im Glide-Set spalten perfekte Versetzungen in bewegliche Partialversetzungen (Shockley'sche Partialversetzungen) mit energetisch vorteilhaften kleineren Burgers-Vektoren $|b| = \frac{a}{\sqrt{6}}$ auf, wobei die 60° Versetzung in eine 30°- und eine 90°- (Stufe) Versetzung und die Schraubenversetzung in zwei 30° Versetzungen gemäß Gleichung (2.3-16) dissoziieren. Zwischen diesen Partialversetzungen befindet sich ein Stapelfehler, dessen Formierungsenergie die Distanz der Aufspaltung bestimmt.

$$\frac{a}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{2}11] + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] \quad (2.3-16)$$

Wesentlich ist, dass diese Aufspaltung im Shuffle-Set nicht möglich ist.

Gleitfähige Versetzungsloops, die für diese Arbeit interessant sind, können somit in Form eines perfekten und eines dissoziierten Versetzungsringes ohne Stapelfehler oder aber auch umrandet von Partialversetzungen als Shockley'scher Versetzungsring mit Stapelfehler auftreten. Den dissoziierten Versetzungsring kann man sich auch als zwei Shockley-Loops, die ineinander liegen, vorstellen, womit dessen Nukleation auch als Nukleation zweier solcher Ringe beschrieben werden kann.

3 Probenmaterial und Experimentelles

Zur Untersuchung der mit dem Pop-In-Effekt verbundenen anisotropen Spannungsrelaxation wurden GaAs-Einkristalle in drei verschiedenen Orientierungen ausgewählt. Daran wurden Indentierungsexperimente mit dem Nanoindenter[®] II durchgeführt, wobei besonderer Wert auf die Bestimmung der notwendigen kritischen mittleren Kontaktdrücke zur Einleitung des Pop-In-Effektes gelegt wurde. Die erzeugten Defektstrukturen, die dem Zustand kurz nach dem Pop-In-Sprung entsprechen, wurden dann im Transmissionselektronenmikroskop untersucht, um Informationen über die Struktur und den Typ der nukleierten Versetzungen zu gewinnen. Im Folgenden werden zunächst die Eigenschaften von GaAs, die für die hier durchgeführten Experimente wesentlich sind, näher charakterisiert und danach das benutzte Equipment und die durchgeführten Experimente näher beschrieben.

3.1 Galliumarsenid

Galliumarsenid gehört zur Gruppe der III-V Halbleiter. Es wird wegen der deutlich höheren Ladungsträgermobilität im Vergleich zum Silizium für Anwendungen im Hochfrequenzbereich und wegen dem direkten Bandübergang auch zur Herstellung von optoelektronischen Bauelementen verwendet.

Tabelle 3.1-1; Materialparameter von GaAs aus ¹ [37] und ² [38]

Parameter		Wert
Gitterkonstante a (300 K) ¹		5,654 Å
Dichte (300 K) ¹		5,315 g cm ⁻³
Schmelztemperatur ¹		1238 °C
linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient α (300 K) ¹		$6,03 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
spezifische Wärmekapazität (300 K) ¹		$0,325 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Bandlücke (300 K) ¹		1,42 eV
Elektronenmobilität (300 K) ¹		$8800 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$
spezifische Stapelfehlerenergie γ_{SF} ²		$5,5 \cdot 10^{-6} \text{ J cm}^{-2}$
elastische Konstanten ¹	c_{11}	118,8 GPa
	c_{12}	53,8 GPa
	c_{44}	59,4 GPa
Oberflächenenergie ¹	{100}	$220 \cdot 10^{-6} \text{ J cm}^{-2}$
	{110}	$150 \cdot 10^{-6} \text{ J cm}^{-2}$
	{111}	$130 \cdot 10^{-6} \text{ J cm}^{-2}$
Vickers Härte (0,05 ... 1) N ¹		6,52 GPa

In Tabelle 3.1-1 sind wesentliche Materialdaten von GaAs angegeben. GaAs besitzt Zinkblendstruktur, das heißt ein kubisch flächenzentriertes Gitter ist mit der Basis Ga (0,0,0) und

As ($\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}$) versehen. Die wesentlichen Gleitsysteme sind in Abschnitt 2.3.4 näher diskutiert und werden von den $\{111\}$ -Ebenen und $\langle 110 \rangle$ -Richtungen gebildet. Da GaAs ein Verbindungshalbleiter ist, besitzen die Versetzungen unterschiedliche Kernstrukturen. Dies führt zur Unterscheidung der 60° Versetzungen in α und β Versetzungen (Abbildung 2.3-9). Im Glide-Set haben die α -Versetzungen ein Arsen- und β -Versetzungen ein Galliumatom im Kern. Im Shuffle-Set dreht sich dieser Zusammenhang entsprechend um. Die Beweglichkeiten dieser Versetzungen sind verschieden, wobei nach [39] im Glide-Set in n-Type GaAs bei Temperaturen zwischen 450°C und 750°C unter gleichen Bedingungen die α -Versetzungen mobiler als die β -Versetzungen sind.

Die $\{111\}$ -Oberfläche von GaAs ist polar, da gemäß Abbildung 2.3-7 b ($X = \text{Ga}$, $x = \text{As}$) in der (111) Oberflächenrichtung Ga-Atome und in der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ Oberflächenrichtung As-Atome die Doppelschichten abschließen. In Tabelle 3.1-2 sind die Ga und As terminierten Doppelschichten angegeben.

Gallium terminiert	Arsen terminiert
(111)	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$
$(1\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}11)$
$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(11\bar{1})$
$(\bar{1}1\bar{1})$	$(1\bar{1}1)$

Tabelle 3.1-2; Darstellung der Atomsorten, welche die jeweiligen Doppelschichten terminieren

Die von der Freiburger Compound Materials GmbH zur Verfügung gestellten n-Type GaAs Proben waren mit Si (10^{18} cm^{-3}) dotiert und wurden mit den Orientierungen (001) , (111) und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ geliefert. Die Oberflächen dieser Proben wurden mit den qualitativ hochwertigen industriellen Verfahren poliert (chemomechanisch mit Natriumhypochlorid). Die (101) orientierte Probe wurde im Labor durch Sägen, Schleifen und Polieren (nasschemisch mit Brom-Methanollösung) aus einem GaAs-Block präpariert. Wie bereits lichtmikroskopische Betrachtungen zeigten, erreichte die Oberflächengüte dieser Probe bei weitem nicht den industriellen Standard, was auf die unterschiedlichen Polierverfahren zurückzuführen ist.

In Tabelle 3.1-3 sind die für die hier durchgeführten Untersuchungen wesentlichen isotropen elastischen Parameter angegeben, die aus der Hill'schen Mittelung (Kapitel 2.2.3) folgen.

Tabelle 3.1-3; Aus Hill'scher Mittelung folgende elastische Materialparameter von GaAs, E_{Hill}^* wurde unter Verwendung der elastischen Parameter von Diamant ($E_i = 1140 \text{ GPa}$, $\nu_i = 0,07$) berechnet

$E_{\text{Hill}} \text{ (GPa)}$	ν_{Hill}	$\lambda_{\text{Hill}} \text{ (GPa)}$	$\mu_{\text{Hill}} = G_{\text{Hill}} \text{ (GPa)}$	$E_{\text{Hill}}^* \text{ (GPa)}$
116,0	0,244	44,4	46,6	111,3

Auf den Oberflächen der Proben ist nach [40] mit einer natürlichen Oxidschicht mit einer Dicke von 2 - 3 nm zu rechnen, deren Einflüsse in dieser Arbeit im Weiteren vernachlässigt werden.

3.2 Kontaktexperimente

Um Informationen über das mechanische Verhalten von Festkörpern zu erhalten, müssen diese kontrolliert deformiert werden. Dies kann durch ein Experiment realisiert werden, bei dem ein Körper mit bekannter Geometrie und bekannten mechanischen Eigenschaften unter definierten Bedingungen mit dem zu untersuchenden Material in mechanischen Kontakt gebracht wird. Die Reaktionen auf diesen Kontakt lassen dann Rückschlüsse auf die mechanischen Eigenschaften des getesteten Materials zu.

Beim klassischen Eindrucksexperiment (Indentierungs-Experiment) wird ein harter Eindringkörper (z.B. Diamant, Wolframkarbid o. gehärteter Stahl) von spezieller Geometrie (Kugel, Kegel, Pyramiden u. a.), der als Indenter bezeichnet wird, unter definierter Last auf bzw. in das Probenmaterial gedrückt und dann wieder entfernt. Die entsprechende Probenreaktion ist im Allgemeinen ein bleibender plastischer Eindruck. Abhängig von der Geometrie des Indenters und vom Verfahren wird nun ein mittlerer Kontaktdruck aus der Kraft, mit der belastet wurde, und der Fläche, die den plastisch deformierten Bereich kennzeichnet, bestimmt. Dieser mittlere Kontaktdruck wird als Maß für die Härte interpretiert [41]. Moderne Messgeräte, wie der hier benutzte Nanoindenter[®] II (Abschnitt 3.2.1), können die Kraft und die Eindringtiefe während des Experimentes kontinuierlich detektieren. Diese Messgeräte werden registrierende Härtemessgeräte genannt und liefern als Messergebnis Kraft-Eindringtiefe-Kurven. In Abbildung 3.2-1 ist eine solche Kurve schematisch dargestellt. Die Auswertung dieser Messkurven erlauben neben der Ermittlung der Härte [5, 42, 8, 43] auch die Erfassung elastischer Materialeigenschaften [7, 8]. Voraussetzung dafür ist ein bekannter Zusammenhang zwischen Eindringtiefe und Kontaktfläche des Indenters.

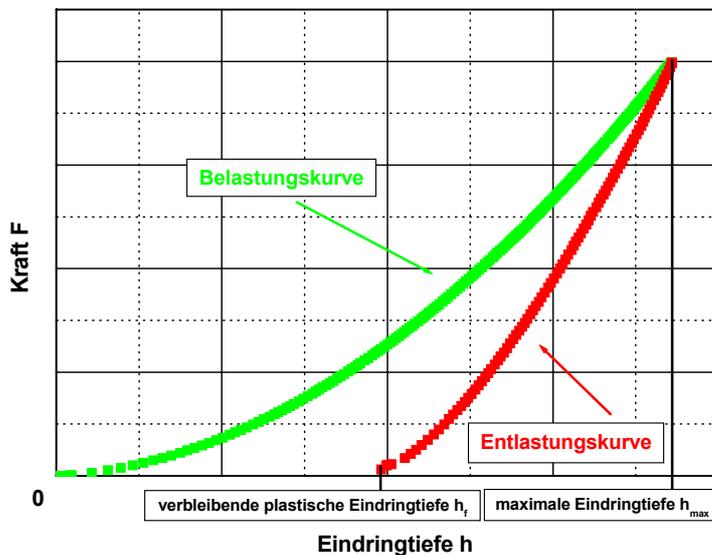


Abbildung 3.2-1; Prinzipieller Verlauf der Messkurve eines registrierenden Härtemessgerätes

Mit der Weiterentwicklung der Messelektronik und der Sensorik wurden nun die Messauflösungen immer besser, wobei heute nach den Bereichen der Makro- ($2\text{N} \leq F_{\text{max}} \leq 30000\text{N}$) und Mikrohärtmessung ($F_{\text{max}} < 2\text{N}; h > 0,0002\text{mm}$) der Bereich der Nanoindentierung ($h \leq 0,0002\text{mm}$) erschlossen wurde (Einteilung nach [41]). Die Nanoindentierung erlaubt die definierte Belastung stark lokalisierter Bereiche mit Ausdehnungen in der Größenordnung von weniger als 100 nm^2 . Dies gestattet die Untersuchung von elementaren plastische Deformationsprozessen.

3.2.1 Der Nanoindenter® II

Für die hier durchgeführten Indentierungsexperimente wurde der in Abbildung 3.2-2 a dargestellte Nanoindenter® II der Firma MTS Systems Corporation (Nano Instruments Innovation Center, Oak Ridge, Tennessee) benutzt. Dieses Messsystem ermöglicht es, registrierende Kontaktexperimente mit Kraft und Eindringtiefen-Auflösungen von 75 nN und 0,04 nm mit einer Erfassungsrate von maximal 6 Datensätzen pro Sekunde durchzuführen. Das Gerät besteht aus dem Indenterkopf, dem Probenstisch, dem Auflichtmikroskop, der elektronischen Steuereinheit und einer nachgerüsteten in dieser Konfiguration bisher einmaligen Atomkraftmikroskop(AFM)-Erweiterung (Nano View® AFM der Firma L.O.T. Oriol GmbH & Co KG) [44].

Das Herz des Nanoindenter® II ist der Indenterkopf, der in Abbildung 3.2-2 b dargestellt ist. Er beinhaltet die Aktorik zur Kraftsteuerung, welche auf den elektromagnetischen Wechselwirkungen eines Spulen-Ankersystems beruht, und die Sensorik zur Wegmessung, die mit einem Dreiplattenkondensator realisiert wird. Durch diesen hardwareseitigen Aufbau ergibt sich eine kraftgesteuerte Arbeitsweise. Softwaretechnisch kann jedoch auch weggesteuert gearbeitet werden.

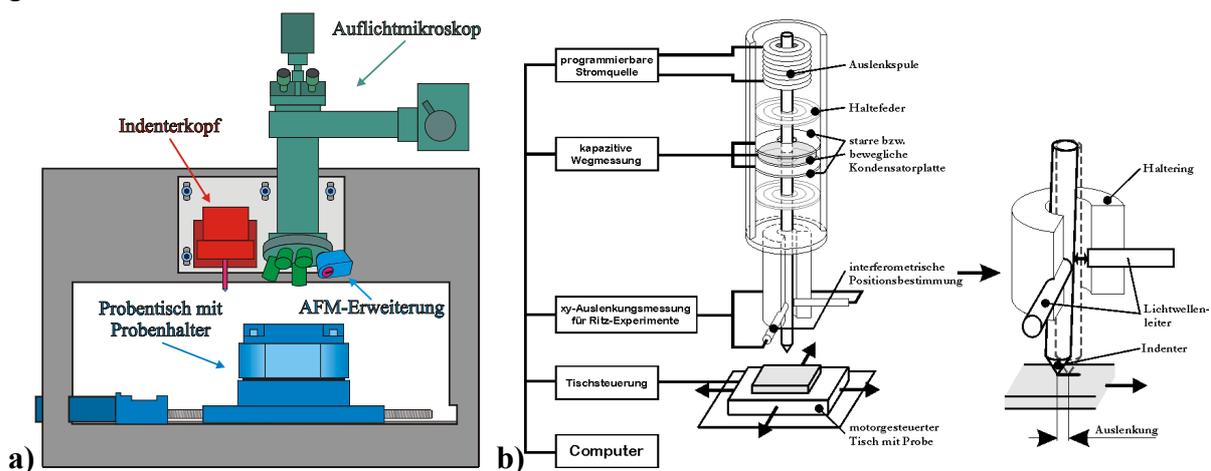


Abbildung 3.2-2; a) Schematische Darstellung der Komponenten des Nanoindenter® II nachempfunden aus [45] b) Arbeitsprinzip und Funktionsweise des Indenterkopfes aus [44]

Der Indenterschaft mit angebrachtem Indenter ist an einer Haltefeder befestigt, die eine hohe laterale, aber sehr geringe vertikale Steifigkeit besitzt. Zusätzlich ist das benutzte Gerät mit Optionen zur Durchführung von Ritzexperimenten und zur kontinuierlichen Messung der elastischen Kontaktsteifigkeit ausgerüstet. Die kontinuierliche Messung der Kontaktsteifigkeit wird durch eine aufgeprägte Schwingung mit kleiner Amplitude ermöglicht. Mittels Lock-In-Versärker werden das Verhältnis und die Phasenverschiebung zwischen resultierendem Kraft- und Weg-Signal ermittelt. Die Ritzerweiterung detektiert interferometrisch die laterale Auslenkung des Indenterschaftes, woraus die angreifenden Tangentialkräfte folgen.

Der Probenstisch ist linear in allen Raumrichtungen mit einer Präzision von 0,1 µm durch elektronisch angesteuerte Schrittmotoren positionierbar. Zur Realisierung von Ritzexperimenten-

ten wird der Tisch, während der Indenter in Kontakt mit der Probe steht, definiert in der lateralen Ebene bewegt und somit aktiv ins Experimentgeschehen einbezogen.

Das neben dem Indenterkopf befindliche Auflichtmikroskop besitzt einen Objektivrevolver für 5 Objektive. Die Fokussierung und die Positionierung erfolgt durch Verstellung des Probenstisches mittels Joystick.

Ein Einschub des Objektivrevolvers ist mit dem besagten Atomkraftmikroskop-Einsatz bestückt. In Kombination mit dem exakt positionierbaren Probenstisch sind somit unter anderem zielgerichtete AFM-Untersuchungen der erzeugten Defektstrukturen möglich.

Im Folgenden soll der prinzipielle Ablauf eines Indentierungsexperimentes mit dem Nanoindenter[®] II skizziert werden.

Die Probe wird auf einem Probenträger befestigt, der auf dem Probenstisch arretiert wird. Nun erfolgt die Vorgabe einer Startposition für den ersten Eindruck auf der Probe, wozu die entsprechende Stelle mit dem Mikroskop zu fokussieren ist. Ausgehend von dieser Position können weitere Positionen programmiert oder mit Hilfe des Mikroskops vorgegeben werden. Maximal sind 300 Eindruckpositionen mit der zur Verfügung stehenden Geräte-Software pro Programmierung möglich. Wenn alle Positionen festgelegt sind, werden die durchzuführenden Indentierungsexperimente definiert. Die maximal sechs verschiedenen Programme bestehen jeweils aus höchstens 12 Segmenten. Die wesentlichen Segmente sind das Annäherungssegment, welches zur Detektierung der Probenoberfläche dient, die Be- und Entlastungssegmente mit konstanter Last- oder Eindringtieferate und das Haltesegment. Wenn die Experimente programmiert sind, werden sie den Eindruckpositionen zugeordnet. Zum Testbeginn wird die erste Eindruckposition unter den Indenter gefahren. Nun startet die Oberflächenfindungsprozedur, die durch Annäherung des Probenstisches an den Indenter in zwei verschiedenen Geschwindigkeiten erfolgt. Ist dies geschehen, beginnt das erste Experiment mit dem Annäherungssegment. Der Indenter wird während der Annäherung unter kontinuierlicher Messung von Kraft, Weg und Zeit in Richtung Probe bewegt, wobei ab dem Erreichen einer einstellbaren Zunahme der Steifigkeit gegenüber der Haltefeder der Kontakt zur Probe detektiert wird. Jetzt werden die folgenden Segmente abgearbeitet, wobei weiterhin Kraft, zurückgelegter Weg und Zeit gemessen und aufgezeichnet werden. Nach dem letzten Segment eines jeden Experimentes, dass stets ein Entlastungssegment zur völligen Entlastung sein muss, wird die nächste Eindruckposition angefahren. Die Oberflächenfindungsprozedur erfolgt nun nur noch, wenn dies so vorgegeben ist, ein Eindruckexperiment fehlschlug oder die neue Position weiter als ein vorgegebenes Limit entfernt liegt.

Die Messwerte werden aus den aufgezeichneten Rohdaten unter Benutzung der Kalibrierdaten berechnet, wobei die Nullpunktsbestimmung, welche bei Nanoindentierungsexperimenten nicht trivial ist, näherungsweise erfolgt. Die genaue Bestimmung des Nullpunktes wird dann in einem zweiten Arbeitsgang durchgeführt, wobei beispielsweise in [42, 46] mögliche Vorgehensweisen angegeben sind.

Jedes Experiment sollte ein Haltesegment bei geringer Last enthalten, um die thermische Drift, die aus der Zeitabhängigkeit der Eindringtiefe in diesem Segment folgt und in der Größenordnung von etwa 0,1 nm/s liegt, zu korrigieren.

3.2.2 Indentergeometrie

Im Rahmen der Nanoindentierung wurden bisher zumeist die Spitzen der in Abbildung 3.2-3 dargestellten pyramidenförmigen Indenter mit Grundflächen in Form eines Quadrates (Vickers-Indenter) oder eines gleichseitigen Dreiecks (Berkovich-Indenter) benutzt. Diese Indenter sind geometrisch selbstähnlich und die Kontaktflächenfunktion, welche die mit der Probe in Kontakt stehende Fläche in Abhängigkeit von der Eindringtiefe beschreibt, ist proportional zum Quadrat der Eindringtiefe.

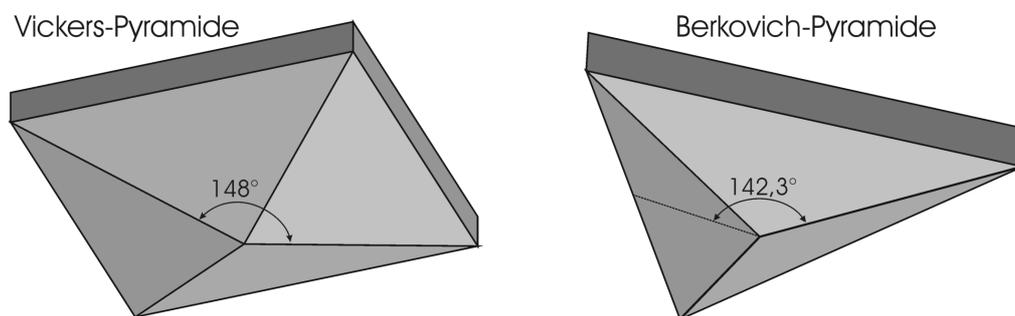


Abbildung 3.2-3; Geometrie von Vickers- und Berkovich-Indenter aus [11]

Die im Idealfall erwartete scharfe Spitze dieser Indenter ist jedoch herstellungs- und verschleißbedingt abgerundet. Somit ist erst bei größeren, von der Verrundung abhängenden, Eindringtiefen die Selbstähnlichkeit in guter Näherung erfüllt. Es existieren verschiedene Verfahren zur Ermittlung der sogenannten realen Kontaktflächenfunktion, die zumeist unter der Annahme eines eindringtiefenunabhängigen Elastizitätsmoduls erfolgen [8, 47, 48]. Die plastische Härte ist nur bedingt zur indirekten Bestimmung der realen Kontaktflächenfunktion geeignet, weil hier der Indentation-Size-Effect (ISE) [49, 50, 51, 52] in Rechnung zu stellen ist. Dieser bedingt die Eindringtiefenabhängigkeit der Härte, weshalb die Auswertung extrem erschwert bzw. verfälscht wird.

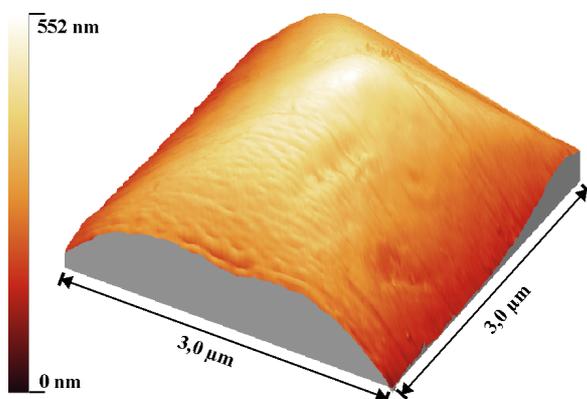


Abbildung 3.2-4; AFM-Aufnahme der Spitzenregion des benutzten Vickers-Indenters (laborintern Nr. 4, aufgenommen mit der AFM-Erweiterung des Nanoindenter® II)

Die direkte Vermessung der Indentergeometrie mittels AFM-Untersuchungen erfordert eine sehr genaue Kalibrierung des Gerätes und die exakte Positionierung des Indenters, wie dies beim Kontaktexperiment der Fall ist. Abbildung 3.2-4 zeigt die AFM-Aufnahme des für die hier durchgeführten Untersuchungen benutzten Vickers-Indenters (laborintern Nr. 4; Hersteller: Winter & Söhne GmbH Jena).

Die Kontaktflächenfunktionen für Eindringtiefen von weniger als ca. 50 nm können mit dieser direkten Methode jedoch nur mit großen Fehlern (Probleme: Positionierung des Indenters u. Interpretation der AFM-Aufnahme) erfasst werden, weshalb in diesem Bereich die indirekten Verfahren zum Einsatz kommen sollten.

Experimentell ist durch den Verlauf des Beginns der Kraft-Eindringtiefe-Kurve proportional zu $h^{3/2}$ bestätigt, dass für kleine Eindringtiefen die Verrundung des Indenters näherungsweise als Parabel beschrieben werden kann, was im Falle von nahezu rein elastischem Kontakt die Beschreibung des Kraft-Eindringtiefe-Zusammenhangs mit der Hertz'schen Kontakttheorie erlaubt. In dieser Arbeit wird aus dem Bereich der Messkurven, in dem sie der Hertz'schen Kontakttheorie gehorchen, ein mittlerer Verrundungsradius des Indenters bestimmt, der dann in den weiteren Auswerteschritten zum Tragen kommt.

In der Zukunft könnte sich wegen der guten analytischen Beschreibbarkeit des Hertz'schen Kontaktes [53] zur Durchführung von Nanoindentierungsexperimenten die Verwendung von Indentern mit definierter parabelförmiger Verrundung ergeben.

3.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Neben den Indentierungsexperimenten stellen die transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen die zweite wesentliche in dieser Arbeit benutzte experimentelle Methode dar. Ein Elektronenmikroskop arbeitet vergleichbar einem optischen Mikroskop, wobei die Linsen durch elektromagnetische Felder realisiert werden und die Lichtwellen den Materiewellen hochbeschleunigter Elektronen entsprechen.

Außer den Transmissionselektronenmikroskopen, die im Folgenden näher erläutert werden sollen, gibt es Sekundärelektronenmikroskope, bei denen Intensitätskontraste von Sekundärstrahlung, als Folge der Absorption der Energie des eingebrachten Elektronenstrahls, zur Abbildung genutzt werden.

Zur Abbildung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) muss der Elektronenstrahl das zu untersuchende Material durchdringen. Dies erfordert einen hohen präparativen Aufwand, weil die Proben abhängig von der möglichen Beschleunigungsspannung bis auf einige 100 nm abgedünnt werden müssen. Der Elektronenstrahl wird im Kristall gebeugt, wobei Störungen der idealen Kristallstruktur die Intensitäten der gebeugten Strahlung modulieren (Beugungs-kontrast). Die resultierenden Intensitätsverteilungen können durch verschiedene Abbildungsmodi dargestellt werden. Dazu zählen unter anderem die Hell- und Dunkelfeldabbildung, bei welcher der Kristall so zum Elektronenstrahl orientiert wird, dass ein Zweistrahlfall vorliegt, bei dem nur der Primärstrahl und ein gebeugter Strahl nennenswerte Intensitäten besitzen. Bei der Hellfeldabbildung wird die Intensität des Primärstrahls abgebildet, während zur Dunkelfeldabbildung die Intensitätsverteilung des gebeugten Strahls dargestellt wird. Mit dem TEM können beispielsweise Fremdphasen, Versetzungen, Stapelfehler, Gitterbaufehler (außer Leerstellen) und Mikrospannungen analysiert und abgebildet werden. Die Auflösung ist durch

die Apertur des Gerätes und die Wellenlänge der benutzten Strahlung (Beschleunigungsspannung) bestimmt.

In dieser Arbeit wurde die Abbildungstechnik der Transmissionselektronenmikroskopie zur Darstellung von Versetzungen benutzt. Die Abbildung der Versetzungslinien beruht auf dem mit der Störung des idealen Gitters verbundenen Verzerrungsfeld, welches abhängig vom Burgers-Vektor \mathbf{b} orientiert ist. Daraus folgt, dass die Intensitätsänderung des gebeugten Strahls ebenfalls von der Orientierung des Burgers-Vektors beeinflusst ist. Die Auslöschungsbedingung ist in (3.3-1) angegeben und erlaubt durch geeignete Wahl des Beugungsvektors \mathbf{g} die Bestimmung der Orientierung des Burgers-Vektors \mathbf{b} .

$$\bar{\mathbf{g}} \cdot \bar{\mathbf{b}} = 0 \quad (3.3-1)$$

Die hier gezeigten elektronenmikroskopischen Abbildungen wurden mit einem Hochspannungselektronenmikroskop vom Typ JEM 1000 aufgenommen, das mit einer Beschleunigungsspannung von 1000 kV arbeitet. Somit mussten die Proben auf etwa 1 μm abgedünnt werden, was durch Dimpeln und Ionenabdünnen geschah. Während dem Ionendünnen wurden die Proben mit flüssigem Stickstoff gekühlt, um Strahlendefekte und die Veränderung der Versetzungskonfiguration zu vermeiden.

Mit einem optionalen Heizeinsatz können die Proben in-situ im Elektronenmikroskop aufgeheizt werden, womit Rückschlüsse auf die Beweglichkeit und die vorhandenen Restspannungen im Material gezogen werden können.

4 Charakteristika des Pop-In-Effektes

Der Pop-In-Effekt ist durch einen Sprung in der Kraft-Eindringtiefe-Kurve eines registrierenden Härtemessgerätes gekennzeichnet (Abbildung 4-1 a). Er wurde bereits Ende der 1980er Jahre in [54] erwähnt, jedoch nicht weiter untersucht. Ende der 1990er nahmen sich dann verschiedene Arbeitsgruppen der Thematik an. Die Veröffentlichungen [55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63] enthalten neben empirischen Ergebnissen auch erste geeignete Modellvorstellungen und Beschreibungsvorschläge, aber auch Fehlinterpretationen. In der ersten umfassenden Arbeit zum Pop-In-Effekt [11] sind dessen Charakteristika für verschiedene Materialklassen ausführlich diskutiert und es wird ein Model angegeben, welches in dieser Arbeit vornehmlich unter Berücksichtigung der Anisotropie erweitert werden soll.

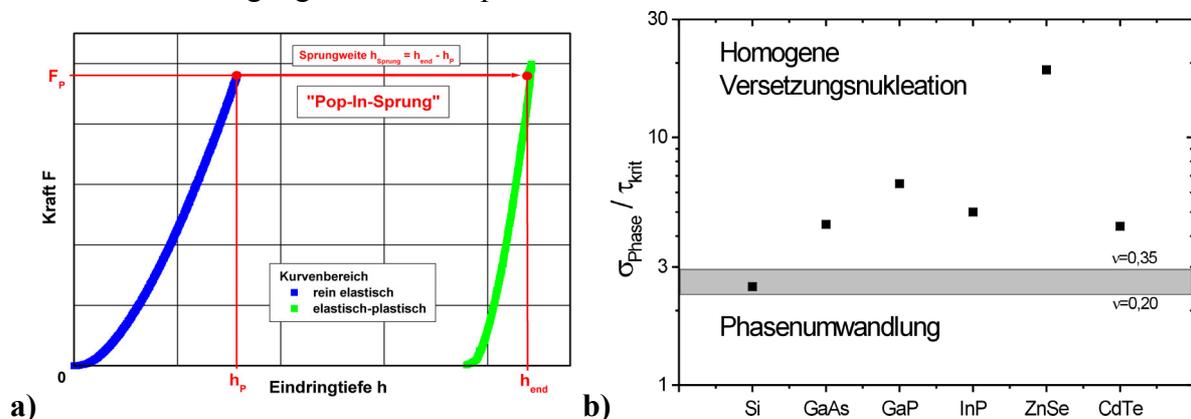


Abbildung 4.1-1; a) Prinzipieller Verlauf der Kraft-Eindringtiefe-Kurve beim Auftreten des Pop-In-Effektes
b) Verhältnis der notwendigen kritischen Spannungen zur Realisierung von Phasenumwandlungen σ_{Phase} und zur Einleitung der homogenen Versetzungsnukleation $\tau_{\text{krit}} = \tau_{\text{crit}}$ aus [11]

Im Folgenden sind die wesentlichen Eigenschaften des Pop-In-Effektes, welche in [11] beschrieben wurden zusammengefasst:

- Der Pop-In-Effekt tritt nur in lokal versetzungsfreien Materialien auf. Dies wurde aus dem Vergleich von Experimenten am gleichen Material, aber mit qualitativ unterschiedlichen Oberflächen nach verschiedenen Polierverfahren gefolgert.
- Der Pop-In-Effekt tritt in duktilen und spröden Materialien auf.
- Vor dem Pop-In-Sprung ist ein rein elastischer Kontakt zwischen Probe und Indenter vorhanden. Dies wurde mit dem reversiblen Verlauf der Belastungs- und Entlastungskurve vor diesem Sprung belegt.
- Der Kurvenverlauf im elastischen Bereich (Bis zum Pop-In-Sprung) kann in guter Näherung als Hertz'scher Kontakt zwischen verrundeter Indenterspitze und Probe beschrieben werden, wobei unabhängig von der Kristallorientierung die elastischen Eigenschaften der kubischen Kristalle mit den Mittelwerten nach Hill charakterisiert werden können. (Bemerkung: Die Tatsache, dass die Beschreibung mit dem Hertz'schen Kontakt möglich ist, resultiert aus den kleinen Eindringtiefen, die bis zum Pop-In-Sprung erreicht werden, und der Tatsache, dass die Indenter herstellungs- und verschleißbedingt im Allgemeinen Spitzenverrundungen von ca. 300 nm aufweisen.)

- Der Pop-In-Effekt ist mit dem Auftreten gleitfähiger Versetzungen verbunden. Dies konnte mit Cathodolumineszenzaufnahmen und transmissionselektronenmikroskopischen Abbildungen belegt werden.
- In einigen Materialien, wie zum Beispiel beim Silizium, wird dieser Eindringtiefsprung durch Phasenumwandlungen hervorgerufen. Die Messkurven dieser Substanzen sind in der Entlastungskurve häufig auch durch einen Pop-Out-Sprung (plötzliche Abnahme der Eindringtiefe) gekennzeichnet. In Abbildung 4-1 b sind die Verhältnisse aus den Transformationsspannungen für Phasenumwandlungen und den notwendigen kritischen Spannungen zur homogenen Versetzungsnukleation dargestellt. In Materialien, bei denen diese Verhältnisse unterhalb des in Abbildung 4-1 b eingezeichneten Bereiches zwischen 2,5 und 3 liegen, wird der Eindringtiefsprung durch Phasenumwandlungen hervorgerufen, die dann induziert werden, bevor die notwendige Spannung zur homogenen Versetzungsnukleation erreicht wird.
- Der Pop-In-Effekt ist bezüglich des möglichen Variationsbereiches, der mit dem Nanoindenter[®] II realisierbar ist (1 $\mu\text{N/s}$ – 3000 $\mu\text{N/s}$), unabhängig von der Belastungsgeschwindigkeit.
- Es existiert eine Orientierungsabhängigkeit des erreichbaren kritischen mittleren Kontaktdruckes.
- Es konnte bei den untersuchten Halbleitermaterialien kein Dotierungseinfluss auf den Einsatzpunkt des Pop-In-Sprunges festgestellt werden.

Der Pop-In-Effekt wird im Folgenden ausschließlich auf die homogene Versetzungsnukleation bezogen, womit Materialien ausgeschlossen werden, bei denen Phasenumwandlungen zu einem Eindringtiefsprung in der Belastungskurve führen (z.B. Silizium, [64, 65]).

Das in [11] beschriebene Modell des Pop-In-Effektes geht davon aus, dass bei Belastung der zunächst rein elastische Hertz'sche Kontakt im versetzungsfreien Kontaktgebiet zum Anwachsen des mittleren Kontaktdruckes mit $F^{1/3}$ führt. Dabei bilden sich embryonale Versetzungsringe, deren Entstehung thermisch unterstützt wird. Wenn diese mit Schubbelastungen unterhalb eines kritischen Wertes (im Gigapascalbereich) belastet werden, ist ein energetisch stabiler Zustand vorhanden. Das bedeutet, wenn die Last reduziert wird, verkleinern sich diese Versetzungsringe wieder. Wird die kritische Belastung erreicht, wachsen die Ringe explosionsartig, weil dann ein energetisch instabiler Zustand vorhanden ist (vgl. Abbildung 2.3-5). Zusätzlich werden Versetzungsquellen erzeugt (heterogene Versetzungsnukleation), die zur plastischen Deformation des Materials bei geringeren Spannungen (Megapascalbereich, siehe Abschnitt 2.3.2) als der zuvor erreichten, führen. Die Belastungskurve ist nun identisch mit einer, die keinen Pop-In-Sprung gezeigt hat. Die theoretische Beschreibung erfolgte bisher in erster Näherung mit quasiisotropen Berechnungen, die keine Einflüsse von Kristallorientierungen berücksichtigen.

In dieser Arbeit soll das Modell mit Rücksicht auf die anisotropen Materialeigenschaften verfeinert werden. Dies erlaubt die Interpretation von Nanoindentierungsexperimenten und die damit im Zusammenhang stehenden Untersuchungen von Mechanismen der Versetzungsnukleation und Bewegung in einer neuen, der Problematik besser angepassten Qualität.

5 Modell der homogenen Versetzungsnukleation in anisotropen kubischen Einkristallen

In diesem Kapitel wird die Erweiterung des quasiisotropen Modells zur Beschreibung des Pop-In-Effektes erarbeitet. Dazu werden neben den benutzten Annahmen und Ansätzen zur Ermöglichung der anisotropen Charakterisierung auch neue Möglichkeiten zur Experimentanalyse in Bezug auf strukturelle und energetische Betrachtungen vorgestellt.

5.1 Orientierungsabhängigkeit der elastischen Probenreaktion beim Punktkontaktexperiment

In diesem Abschnitt werden Betrachtungen angestellt, welche die Beschreibung der Kraft-Eindringtiefen-Kurven im elastischen Kontaktbereich für kubische Materialien bei allen Oberflächenorientierungen näherungsweise mit einem einheitlichen Parametersatz erlauben.

Es zeigt sich, dass das mit Kontaktexperimenten bestimmbare elastische Materialverhalten in

Form des Verhältnisses $\frac{E}{1-\nu^2}$ (siehe Abschnitt 2.2.4) für viele kubischen Einkristalle nur geringe Anisotropien besitzt [66] (vgl. Abbildung 5.1-1), wobei experimentelle Befunde in [11] unabhängig von der Kristallorientierung in guter Näherung den Hill'schen Mittelungen der elastischen Moduln entsprechen.

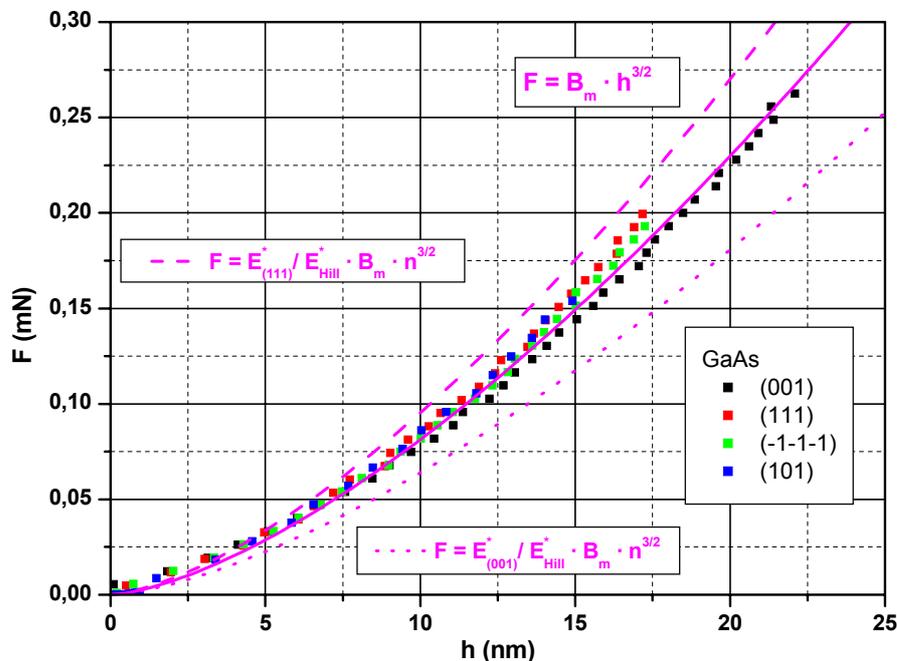


Abbildung 5.1-1; Richtungsunabhängigkeit des rein elastischen Kraft-Eindringtiefen-Verhaltens beim Hertz'schen Kontakt

Ein einsichtiger Grund dafür ist, dass das Kontaktspannungsfeld im Kristall in verschiedene Raumrichtungen wirkt, wodurch die Reaktion des anisotropen Mediums (Kristall) durch eine gemittelte elastische Antwort gekennzeichnet ist.

In Abbildung 5.1-1 sind die Belastungskurven bis zum Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes der in dieser Arbeit untersuchten GaAs-Wafer mit unterschiedlichen Oberflächenorientierungen dargestellt, die keine wesentliche Orientierungsabhängigkeit zeigen. Zusätzlich sind der aus der Anpassung von Gleichung (5.2-1 a) folgende mittlere Kraft-Endringtiefen-Zusammenhang und die erwarteten maximalen Abweichungen eingezeichnet, die resultieren

müssten, wenn jeweils das Verhältnis $\frac{E_{\{OF\}}}{1 - \nu_{\{OF\}}^2}$ im Kontaktexperiment ermittelt werden wür-

de ($\{OF\}$ = betrachtete Oberfläche). Die Extremwerte dieses Verhältnisses werden im GaAs für die (100)-Orientierung mit 94,4 GPa und in (111)-Orientierung mit 146,9 GPa erreicht. Die effektiven Elastizitätsmoduln E^* wurden mit Gleichung (2.2.-24 a) und den elastischen Parametern des Diamant-Indenters ($E_i = 1140$ GPa, $\nu_i = 0,07$) errechnet.

Für das kubische Kristallsystem sollen zu dieser Problematik folgende detailliertere Plausibilitäts-Betrachtungen für einen mechanischen Punktkontakt normal zur Oberfläche (Z-Richtung) angestellt werden.

Die elastische zur Belastungsachse rotationssymmetrische Deformation der Probe soll im Wesentlichen aus einer Normaldehnung ε_{zz} und einer Scherung ε_{rz} bestehen. Die elastische Reaktion auf diese Deformation bezüglich der Belastungsrichtung wird im angegebenen Koordinatensystem durch die der Orientierung des Kristalls entsprechenden Komponenten $c_{33}^{\{OF\}}$ sowie $c_{44}^{\{OF\}}$ und $c_{55}^{\{OF\}}$ der Voigt'schen Steifigkeitsmatrix bestimmt. Zur weiteren Beschreibung wird vorgeschlagen, die elastische Antwort des Materials durch eine Wichtung dieser beiden Anteile (a_x = Wichtungsfaktoren) gemäß Gleichung (5.1-1) auszudrücken.

$$\frac{E_{\text{Kontakt}}}{1 - \nu_{\text{Kontakt}}^2} \cong a_1 \cdot c_{33}^{\{OF\}} + a_2 \cdot (c_{44}^{\{OF\}} + c_{55}^{\{OF\}}) = \frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2} \quad (5.1-1)$$

Wenn dieser empirische Ansatz einen Sinn haben soll, muss die „Antwort“ unabhängig von der Kristallorientierung sein und somit ein einheitlicher Satz der Parameter a_1 und a_2 für alle Oberflächenorientierungen $\{OF\}$ des kubischen Kristalls existieren. Diese „Materialantwort“ soll unter Berücksichtigung der experimentellen Erkenntnisse in guter Näherung dem Ver-

hältnis $\frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2}$ der Hill'schen Mittelwerte von Elastizitätsmodul und Querkontraktionszahl

entsprechen. Im Fall der (100)-Orientierung, für den $c_{33}^{\{100\}} = c_{11}$ bzw. $c_{44}^{\{100\}} = c_{55}^{\{100\}} = c_{44}$ ist, kann Gleichung (5.1-2 a) aufgestellt werden. Das gleiche Ergebnis soll auch die entsprechende Wichtung für die anderen Orientierungen des Kristalls gelten, womit für die (111) Orientierung, bei der $c_{44}^{\{111\}} = c_{55}^{\{111\}}$ ist, Gleichung (5.1-2 b) aufgestellt werden kann.

$$\begin{aligned} a_1 \cdot c_{11}^{\{100\}} + 2 \cdot a_2 \cdot c_{44}^{\{100\}} &= \frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2} \\ a_1 \cdot c_{33}^{\{111\}} + 2 \cdot a_2 \cdot c_{44}^{\{111\}} &= \frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2} \end{aligned} \quad (5.1-2 \text{ a-b})$$

Die Lösung dieses Gleichungssystems liefert für die Wichtungsfaktoren a_1 und a_2 folgendes Ergebnis:

$$a_w = a_1 = a_2 = \frac{1}{c_{11} + 2 \cdot c_{44}} \cdot \frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2}. \quad (5.1-3)$$

Die Überprüfung für andere Orientierungen bestätigt, dass diese Parameter die Gleichung (5.1-1) für alle Oberflächenorientierungen eines kubischen Kristalls erfüllen, da der Ausdruck $c_{33}^{\{\text{OF}\}} + c_{44}^{\{\text{OF}\}} + c_{55}^{\{\text{OF}\}}$ unabhängig von der Kristallorientierung ist. Aus der Existenz dieser Lösung folgt, dass sich im Falle der obigen Belastungsbedingung eine elastische Materialantwort ergibt, die für das kubische Kristallsystem orientierungsunabhängig ist. Da der experimentell eingeführte Zielwert in den Parametern als Faktor vorkommt, ist der wesentliche Anteil von a_1 und a_2 unabhängig davon und im Wesentlichen durch die im Hauptachsensystem des Kristalls gegebenen elastischen Konstanten c_{11} und c_{44} bestimmt. Einsetzen von (5.1-3) in Gleichung (5.1-1) liefert dann näherungsweise die zu erwartende elastische Antwort, bei Durchführung von Kontaktexperimenten.

$$\frac{1}{c_{11} + 2 \cdot c_{44}} \cdot \frac{E_{\text{Hill}}}{1 - \nu_{\text{Hill}}^2} \cdot (c_{33}^{\{\text{OF}\}} + c_{44}^{\{\text{OF}\}} + c_{55}^{\{\text{OF}\}}) = \frac{E_{\text{Kontakt}}}{1 - \nu_{\text{Kontakt}}^2} \quad (5.1-4)$$

Dies macht die Tatsache plausibel, dass Indentierungsexperimente bei Auswertung der Probensteifigkeit (elastische Steifigkeit des Kontaktes zwischen Indenter und Probe) wenig sensitiv auf die elastische Anisotropie von kubischen Systemen reagieren. Dies heißt aber nicht, dass die elastische Anisotropie bei diesen Experimenten keine Bedeutung hat, denn die Spannungsverteilung (im obigen Modell Verteilung zwischen Normal- und Scherspannung) ist entscheidend von ihr beeinflusst. Abweichungen von der hier angestellten Betrachtung, welche die geringfügigen experimentell nachweisbaren orientierungsabhängigen Unterschiede erklären, sind auf das stark vereinfacht betrachtete kontaktinduzierte Verzerrungsfeld (z.B. gänzliche Vernachlässigung der Komponenten ε_{rr} und $\varepsilon_{\phi\phi}$) zurückzuführen.

Tabelle 5.1-1; Wichtungsfaktoren a_w für verschiedene kubische Materialien, darunter sind vier Metalle (Ni, Al, Cu, W), zwei Halbleiter (GaAs, Si) und zwei Ionenkristalle (BaF₂, CaF₂), die in [11] ausführlich untersucht wurden

Material	c_{11} (GPa)	c_{12} (GPa)	c_{44} (GPa)	E_{Hill} (GPa)	ν_{Hill}	a_w
Ni	247	153	122	217	0.304	0,49
Al	108	62	28,3	70,2	0.349	0,49
Cu	169	122	75,3	127	0,346	0,45
W	523	203	160	409	0,280	0,53
GaAs	118,8	53,8	59,4	116	0,244	0,52
Si	165	63	79,1	162	0.222	0,53
BaF ₂	91,1	41,2	25,3	65,9	0,310	0,51
CaF ₂	165	47	33,9	109	0,289	0,51

In Tabelle (5.1-1) sind die ermittelten Wichtungsfaktoren für verschiedene kubische Materialien angegeben, wobei diese bei einem Wert von etwa 0,5 liegen.

Diese Erkenntnis kann auch für nichtkubische Systeme relevant sein, da bei diesen unter Benutzung von Gleichung (5.1-1) mit $a_1 = a_2 = a_w = 0,5$ die elastische Reaktion auf Eindruckexperimente näherungsweise beschreibbar sein sollte.

5.2 Hertz'scher Kontakt im elastisch anisotropen Fall

Der in dieser Arbeit untersuchte Pop-In-Effekt ist von der Spannungsverteilung abhängig, womit er auch die anisotropen elastischen Materialeigenschaften widerspiegeln muss. Dies wird in dieser Arbeit auch bei der Beschreibung des elastischen Spannungsfeldes berücksichtigt. Da bisher keine exakten analytischen Lösungen des anisotropen Kontaktproblems existieren und numerisch bestimmte Spannungsfelder für jeden Belastungsfall und jedes Material neue zeitintensive Rechnungen erfordern, wird im Folgenden eine näherungsweise analytische Beschreibung des anisotropen Hertz'schen Kontaktspannungsfeldes entwickelt. Ausgehend von dem in Kapitel 4 vorgestellten Modell zur Beschreibung des Pop-In-Effektes wird ein versetzungsfreier elastischer Körper betrachtet, der mit einem näherungsweise kugelförmigen elastischen Indenter (Diamant) in mechanischem Kontakt steht. Das aus der Lösung des isotropen Hertz'schen Kontakts (siehe Gleichungen in Abschnitt 2.2) folgende Spannungsfeld wird unter Zuhilfenahme der nach Hill gemittelten elastischen Materialparameter beschrieben.

Als Erstes wird aus dem experimentellen Kraft-Endringtiefezusammenhang im rein elastischen Kontaktbereich vor dem Pop-In-Sprung der Parameter B durch Fittung der Gleichung (5.2-1 a) bestimmt, der gemäß den Betrachtungen im vorigen Abschnitt näherungsweise als unabhängig von der Kristallorientierung angenommen wird.

$$F = B \cdot h^{\frac{3}{2}} \quad (5.2-1 \text{ a, b})$$

$$B = \frac{4}{3} \cdot E^* \cdot \sqrt{R}$$

Der Parameter B steht gemäß Gleichung (5.2-1 b) in Zusammenhang mit dem effektiven Elastizitätsmodul E^* und dem Krümmungsradius R des Indenters, wie der Vergleich mit Gleichung (2.2-18) zeigt. Mit bekanntem Krümmungsradius des Indenters (Abschnitt 3.2.2) oder den elastischen Materialkennwerten kann der mittlere Kontaktdruck p_m dann mit (2.2-19) errechnet werden. Im Folgenden wird zur Unterscheidung der aus elastisch isotroper bzw. anisotroper Betrachtung folgenden Größen ein entsprechender Index (is = isotrop; an = anisotrop) angestellt. Mit dem mittleren „isotropen“ Kontaktdruck und der aus der Hillschen Mittelung folgenden Querkontraktionszahl ist das isotrope Spannungsfeld bestimmt (siehe Abschnitt 2.2.4), welches nun in kartesische Koordinaten transformiert wird, womit sich σ_I^{is} ergibt. Aus Gleichung (5.2-2) folgt nun das zugehörige isotrope Verzerrungsfeld $\varepsilon_I^{\text{is}}$. Dieses stellt den Ausgangspunkt für die folgende anisotrope Approximation des Spannungsfeldes dar.

$$\varepsilon_I^{\text{is}} = s_{IJ}^{\text{Hill, is}} \cdot \sigma_J^{\text{is}} \quad (5.2-2)$$

Unter der Annahme, dass sich dieses isotrope Verzerrungsfeld im anisotropen Fall nicht wesentlich ändert, wird aus diesem mit den anisotropen elastischen Materialkennwerten das zugehörige anisotrope Spannungsfeld σ_1^{an} errechnet. Dabei ist zu beachten, dass die Materialmatrix $c_{IJ}^{\{\text{OF}\}}$ mit Rücksicht auf die Kristallorientierung in das Experimentkoordinatensystem zu transformieren ist (siehe Abschnitt 5.3).

$$\sigma_1^{\text{an}} \cong c_{IJ}^{\{\text{OF}\}} \cdot \varepsilon_J^{\text{is}} \quad (5.2-3)$$

Diese analytische Beschreibung des anisotropen Spannungsfeldes erlaubt nun eine umfassende Spannungsanalyse.

Zunächst sollen die mittleren Kontaktdrücke betrachtet werden. Da die wirksame Kraft zwischen Probe und Indenter durch das Experiment bestimmt und bei isotroper und anisotroper Rechnung gleich ist, ergibt sich der „anisotrope“ Kontaktradius a^{an} (Kontaktradius bei anisotroper Betrachtung) gemäß Gleichung (5.2-4). Der mittlere „anisotrope“ Kontaktdruck (mittlerer Kontaktdruck bei anisotroper Betrachtung) ist durch das Verhältnis (5.2-5) der wirkenden Kraft zwischen Indenter und elastischem Halbraum, die sich aus dem Integral der Komponente $\sigma_3^{\text{an}} = \sigma_{zz}^{\text{an}}$ über die „anisotrope“ Kontaktfläche $A^{\text{an}} = 2\pi \cdot (a^{\text{an}})^2$ ergibt, und der „anisotropen“ Kontaktfläche bestimmt.

$$a^{\text{an}} = a^{\text{is}} \cdot \sqrt{\frac{p_m^{\text{is}}}{p_m^{\text{an}}}} \quad (5.2-4)$$

$$p_m^{\text{an}} = \frac{\iint_{A^{\text{an}}} \sigma_{zz}^{\text{an}} dx dy}{A^{\text{an}}} \Bigg|_{z=0} \quad (5.2-5)$$

Im nächsten Abschnitt wird die weitere Spannungsanalyse, mit dem primären Ziel der Ermittlung der wirksamen Scherspannungen, welche die Gleitsysteme belasten, beschrieben.

5.3 Wirksame Scherbelastungen der Gleitsysteme

Zunächst sollen die notwendigen drei kartesischen Koordinatensysteme, welche zur weiteren Spannungsanalyse notwendig sind, beschrieben werden. Das sind das Kristallkoordinatensystem \vec{X}_i^K , das Experimentkoordinatensystem \vec{X}_i^E und das gleitsystemspezifische Koordinatensystem \vec{X}_i^G .

Das Kristallkoordinatensystem \vec{X}_i^K stellt das System dar, in dem die elastischen Konstanten der Voigt'schen Steifigkeitsmatrix gegeben sind (Hauptachsensystem). Für kubische Kristalle entspricht somit die X^K -Achse der [100]-, die Y^K -Achse der [010]- und die Z^K -Achse der [001]- Richtung.

Das Experimentkoordinatensystem \vec{X}_i^E wird durch die Geometrie des Experiments bestimmt. Die Z^E -Achse zeigt in Belastungsrichtung und entgegen der Oberflächennormalen der indentierten Kristalloberfläche. Die X^E - und die Y^E -Achse sind wegen der Rotationssymmetrie des Experimentes nicht eindeutig bestimmt und können somit beliebig in der durch Z^E -Achse be-

stimmten Ebene gewählt werden. Es sei angemerkt, dass diese Richtungen aber zur Analyse des anisotropen Spannungsfeldes bekannt sein müssen.

Das Koordinatensystem \vec{X}_i^G , welches das betrachtete Gleitsystem charakterisiert, ist durch die Orientierungen der X^G -Achse normal zur Gleitebene und der Y^G -Achse in die Gleitrichtung bestimmt.

Diese drei Koordinatensysteme besitzen die gleiche Skalierung und können somit unter Verwendung der Transformationsmatrix (2.1-7) ineinander überführt werden, womit sich die Beziehungen in (5.3-1 a-c) ergeben.

$$\begin{aligned}\vec{X}_i^E &= a_{ij}^{\varphi_1, \vartheta_1, \beta_1} \cdot \vec{X}_j^K \Leftrightarrow \vec{X}_i^E = a_{ji}^{\varphi_1, \vartheta_1, \beta_1} \cdot \vec{X}_j^K \\ \vec{X}_i^G &= a_{ij}^{\varphi_2, \vartheta_2, \beta_2} \cdot \vec{X}_j^E \Leftrightarrow \vec{X}_i^E = a_{ji}^{\varphi_2, \vartheta_2, \beta_2} \cdot \vec{X}_j^G \\ \vec{X}_i^G &= a_{ij}^{\varphi_3, \vartheta_3, \beta_3} \cdot \vec{X}_j^K \Leftrightarrow \vec{X}_i^G = a_{ji}^{\varphi_3, \vartheta_3, \beta_3} \cdot \vec{X}_j^K\end{aligned}\quad (5.3-1 \text{ a-c})$$

Zunächst muss der Materialtensor, der aus den Komponenten der Voigt'schen Steifigkeitsmatrix aufgebaut ist, in das Experimentkoordinatensystem transformiert werden. Diese Transformation, die durch die Winkel φ_1 , ϑ_1 und β_1 charakterisiert wird, orientiert das Kristallkoordinatensystem so im Experimentssystem, dass die gewünschte Oberflächenorientierung des Kristalls in die negative Richtung der Z^E -Achse zeigt. Nun kann mit dieser Transformation $c_{ij}^{\{OF\}}$ bestimmt werden (siehe Abschnitt 2.2).

Unter Verwendung der Schritte des vorigen Abschnitts, wird gemäß Gleichung (5.2-3) näherungsweise das anisotrope Spannungsfeld im Experimentkoordinatensystem ermittelt.

Die Ermittlung der wirksamen Scherspannungen im betrachteten Gleitsystem wird durch die Transformation des Spannungstensors in das Koordinatensystem \vec{X}_i^G realisiert. Dazu muss der im System \vec{X}_i^E gegebene „Spannungsvektor“ σ_1^{an} bzw. σ_1^{is} in den Spannungstensor σ_{ij}^{an} bzw. σ_{ij}^{is} umgeschrieben (vgl. Abschnitt 2.2.2) und dann gemäß (2.1-1) unter Verwendung der Transformationsmatrix aus (5.3-1 b) und der Winkel φ_2 , ϑ_2 und β_2 transformiert werden. Die Komponente $\sigma_{xy}^{\text{G,an}}$ bzw. $\sigma_{xy}^{\text{G,is}}$ des Spannungstensors im Koordinatensystem \vec{X}_i^G entspricht nun der Scherbelastung $\tau^{\text{G,an}}$ bzw. $\tau^{\text{G,is}}$ des durch dieses Koordinatensystem ausgezeichneten Gleitsystems. Ein positiver / negativer Spannungswert entspricht einer Scherbelastung der durch die X^G -Achse bestimmten Fläche in / entgegen der durch die Y^G -Achse ausgezeichneten Gleitrichtung. Dieses Vorzeichen bestimmt maßgeblich die Bewegungsrichtung von α - und β - Versetzungen, die in Kristallen mit Zinkblendestruktur unterschieden werden.

Im nächsten Schritt wird die Position und der Betrag der maximalen Scherbelastung $\tau_{\text{max}}^{\text{G,an}}$ bzw. $\tau_{\text{max}}^{\text{G,is}}$ des betrachteten Gleitsystems unter Verwendung eines numerischen Verfahrens gesucht. Dies wird für alle Gleitsysteme durchgeführt, womit die maximale Belastung jedes Gleitsystems in Abhängigkeit vom mittleren „isotropen“ Kontaktdruck p_m^{is} bestimmt werden kann. Dieses Vorgehen entspricht prinzipiell der Ermittlung eines Schmid-Faktors.

Ein weiterer Schritt der Spannungsanalyse ist die Darstellung der Verteilung der Scherspannungen mittels Kontur-Grafiken, zur Vorhersage von Versetzungsstrukturen, wie sie in transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen sichtbar gemacht werden können. Dazu wird die Verteilung der im jeweiligen Gleitsystem angreifenden Scherspannungen untersucht. Somit ergeben sich für das betrachtete Gleitsystem zum einen die Bereiche, in denen Versetzungen nukleiert werden, und zum anderen die Bereiche, in die sich die nukleierten Versetzungen bewegen (siehe Abschnitt 6.3). Im Weiteren können Zuordnungen bezüglich der Bewegungsrichtungen der α - und β - Versetzungen in Abhängigkeit vom Vorzeichen der wirksamen Scherspannung getroffen werden.

5.4 Dissipierte Energie

Obwohl das in dieser Arbeit vorgeschlagene anisotrope Modell primär zur Beschreibung des elastischen Kontaktbereiches entwickelt wurde, sollen in diesem Abschnitt energetische Betrachtungen angestellt werden, die in Zusammenhang mit plastischer Deformation stehen.

Die während des Eindruckexperimentes von der Probe dissipierte Energie E_D kann aus dem Integral über die Be- und Entlastungskurve bestimmt werden. Es soll versucht werden, diese Energie aus der Summe der elastischen Energien der erzeugten Versetzungsringe zu ermitteln. Dazu sind elektronenmikroskopisch prinzipiell die Anzahl und die mittlere Größe der nukleierten Versetzungsringe zugänglich. Dabei entstehen mitunter Schwierigkeiten, wenn dichte Versetzungsstrukturen oder die Überlagerung mehrerer Kontraste ein Auszählen oder die Größenbestimmung unmöglich machen. Für diesen Fall werden im Folgenden alternative Betrachtungen angestellt, die unter zum Teil sehr stark vereinfachenden Annahmen durchgeführt wurden.

Zunächst soll anhand geometrischer Überlegungen die Anzahl der nukleierten Versetzungen abgeschätzt werden. Aus der plastischen Eindringtiefe h_p , die nach Entlastung durch die in Abbildung 3.2-1 angegebene finale Eindringtiefe h_f charakterisiert ist, soll die geometrisch notwendige Anzahl N_{geo} von Versetzungsringen bestimmt werden.

Es erfolgt die Annahme, dass jedes maximal belastete Gleitsystem, welches plastische Deformationskomponenten in Belastungsrichtung besitzt, den plastischen Schub von h_p ermöglicht. Somit muss in jedem dieser Gleitsysteme ein plastischer Schub h_G in der Gleitrichtung realisiert werden, der abhängig vom Winkel α zwischen Gleitrichtung und Oberfläche und ein ganzzahliges Vielfaches des Burgers-Vektors \mathbf{b} ist. In den Gleichungen 5.4-1 a und b sind die Zusammenhänge zwischen verbleibender plastischer Eindringtiefe und dem notwendigen Schub im Gleitsystem sowie die daraus folgende geometrisch notwendige Anzahl n_{geo} von Versetzungsringen pro Gleitsystem angegeben.

$$\sin(\alpha) = \frac{h_p}{h_G} = \frac{h_p}{n_{geo} \cdot |\vec{b}|} \Rightarrow n_{geo} = \frac{h_p}{\sin(\alpha) \cdot |\vec{b}|} \quad (5.4-1 \text{ a-b})$$

Abhängig von der Anzahl N_{GS} der maximal belasteten Gleitsysteme ergibt sich dann die Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe bei symmetrischer Verteilung dieser zu

$$N_{\text{geo}} = N_{\text{GS}} \cdot n_{\text{geo}} = \frac{N_{\text{GS}} \cdot h_p}{\sin(\alpha) \cdot |b|} \quad (5.4-2)$$

Jetzt soll der zu erwartende mittlere Radius $R_{m, \text{Loop}}$ der Versetzungsringe ebenfalls ohne Hilfe elektronenmikroskopischer Abbildungen abgeschätzt werden. Dazu erfolgt der Vergleich des Abfalls des kontaktinduzierten Spannungsfeldes, der quadratisch mit dem Abstand zum Belastungszentrum erfolgt, mit dem Abfall der Rückstellspannung (2.3-15 a) des Versetzungsringes.

Die folgenden Vereinfachungen, die diese Betrachtungen rechtfertigen, sind sehr stark. Es werden die aus der plastischen Deformation resultierenden Modifikationen des Kontaktspannungsfeldes vernachlässigt, das in dieser Arbeit für den rein elastischen Kontaktbereich bestimmt wurde. Die Versetzungsringe werden als kreisförmig angenommen und ohne Berücksichtigung möglicher verschiedener Eigenschaften von α - und β - Versetzungen betrachtet. Außerdem werden alle Wechselwirkungsprozesse zwischen den Versetzungen und die Bildung von Oberflächenstufen vernachlässigt.

Unter diesen Bedingungen kann die dissipierte Energie mit Gleichung 5.4-3 a unter Verwendung von (2.3-5) und gegebenenfalls (2.3-6) aus dem mittleren Radius unter der Bedingung bestimmt werden, dass keine wesentlichen Energieverluste auftreten. Alternativ kann unter der gleichen Annahme gemäß (5.4-3 b) die mittlere elastische Energie pro Versetzungsring $E_{m, \text{Loop}}$ bzw. der mittlere Ringradius $R_{m, \text{Loop}}$ bei bekannter dissipierter Energie abgeschätzt werden.

$$E_D = N_{\text{geo}} \cdot E_{m, \text{Loop}}(R_{m, \text{Loop}}) \Leftrightarrow E_{m, \text{Loop}}(R_{m, \text{Loop}}) = \frac{E_D}{N_{\text{geo}}} \quad (5.4-3 \text{ a-b})$$

Die hier durchgeführten Betrachtungen sind so stark vereinfacht, dass die Diskussion der daraus folgenden Ergebnisse mit größter Vorsicht durchgeführt werden muss.

5.5 Der Pop-In-Effekt unter Berücksichtigung der Materialanisotropie

Während der Durchführung eines Kontaktexperimentes werden die einzelnen Gleitsysteme mit steigender Belastungskraft in einem durch die Oberflächenorientierung abhängigen Verhältnis zum mittleren Kontaktdruck belastet. Das Verhältnis wird für jedes Gleitsystem durch einen Faktor charakterisiert, der die elastische Materialanisotropie und die jeweilige Gleitsystemorientierung berücksichtigt (Abschnitt 5.3). Wenn die zur homogenen Nukleation eines Versetzungsringes erforderliche kritische Scherspannung (Abschnitt 2.3.3.3) τ_{crit} , die im Bereich der theoretischen Schubfestigkeit (Abschnitt 2.3.2) des Kristalls liegt, in einem maximal belasteten Gleitsystem erreicht wird ($\tau_{\text{crit}} = \tau_{\text{max}}$), erfolgt eine instabile Ausbreitung bis auf eine Ringgröße, die durch die Lokalisation des Kontaktspannungsfeldes gegeben ist. Dabei kommt es zum Spannungsabbau in diesem Gleitsystem, was zur höheren Belastung der anderen ungünstiger orientierten Gleitsysteme führt, und zur Generation von Störungen, welche auch die heterogene Nukleation erlauben. Da die heterogene Versetzungsnukleation und die

Bewegung vorhandener Versetzungen (Abschnitte 2.3.3.3 und 2.3.3.2) bereits mit Spannungen im Megapascalbereich möglich sind, erfolgen diese Prozesse lawinenartig bis der mechanische Spannungsüberschuss abgebaut ist. Die Folge dieses Geschehens ist ein plötzlicher Verformungsschub, der den Pop-In-Effekt begründet und in der experimentellen Kraft-Eindringtiefe-Kurve als Eindringtiefsprung sichtbar ist.

In den folgenden Kapiteln werden die in diesem Abschnitt aufgestellten Behauptungen am Beispiel von GaAs überprüft. Dabei ist neben der Prüfung der Qualität des benutzten anisotropen Modells auch das Verhalten des Materials selbst interessant, weil die bei Raumtemperatur durchgeführten Kontaktexperimente die plastische Deformation in einem Temperaturbereich realisieren, der bisher sowohl in seiner Dynamik als auch in seiner Struktur nicht zugänglich war.

6 GaAs im anisotropen Modell des Pop-In-Effektes

Im Folgenden wird die im Kapitel 5 vorgestellte anisotrope Erweiterung zur Beschreibung des Pop-In-Effektes auf Galliumarsenid in den Oberflächenorientierungen (001), (111), $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ und (101) angewandt. Während die möglichen {100} und {110} Oberflächen für sich bezüglich Indentierungsexperimenten jeweils gleichartig sind, ist bei den {111}-Oberflächen deren Polarität zu berücksichtigen (siehe Abschnitt 2.4), die nach [67] zu unterschiedlichen Härten für Ga oder As terminierte Oberflächen führt. Neben der Bestimmung der maximal erreichten Scherbeanspruchung der Gleitsysteme bei den verschiedenen Oberflächenorientierungen soll auch der aus dem Spannungsfeld folgende Verlauf der Versetzungslinien bei Betrachtung normal zur Oberfläche abgeschätzt werden. Diese Betrachtungsrichtung wurde gewählt, weil die Struktur in dieser Projektion auch der Abbildung mit dem Transmissionselektronenmikroskop zugänglich und somit experimentell überprüfbar ist.

6.1 Bestimmung der anisotropen Kontaktspannungsfelder

Das isotrope elastische Verzerrungsfeld wird mit Gleichung (5.2-2) unter Verwendung der nach Hill'scher Mittelung folgenden Nachgiebigkeitsmatrix (6.1-1) für GaAs und des in kartesische Koordinaten transformierten Hertz'schen Kontaktspannungsfeldes bestimmt.

$$S_{IJ}^{\text{Hill, is}} = \begin{pmatrix} 8,63 & -2,10 & -2,10 & 0 & 0 & 0 \\ -2,10 & 8,63 & -2,10 & 0 & 0 & 0 \\ -2,10 & -2,10 & 8,63 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,15 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2,15 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2,15 \end{pmatrix} \cdot 10^{-11} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1} \quad (6.1-1)$$

Dieses Verzerrungsfeld ist der Ausgangspunkt für die anisotrope Näherung, die im Folgenden durchgeführt wird.

Tabelle 6.1-1; Transformationswinkel der Transformation (5.3-1 a) für die einzelnen Oberflächenorientierungen

Oberfläche	φ_1	ϑ_1	β_1	\bar{X}_1^E	\bar{X}_2^E	\bar{X}_3^E
(001)	0	π	0	$[\bar{1}00]$	$[010]$	$[00\bar{1}]$
(111)	$\frac{1}{4}\pi$	$\frac{1}{2}\pi + \arcsin\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)$	0	$\frac{1}{\sqrt{6}}[\bar{1}\bar{1}2]$	$\frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}10]$	$\frac{1}{\sqrt{3}}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	Wie (111), aber α - und β - Versetzungen haben umgekehrte Bewegungsrichtungen!					
(101)	0	$\frac{3}{4}\pi$	0	$\frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}01]$	$[010]$	$\frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}0\bar{1}]$

Zunächst wird das Kristallkoordinatensystem \bar{X}_i^K entsprechend Transformation (5.3-1 a) im Experimentensystem \bar{X}_i^E orientiert. Dazu wird mit den Transformationswinkeln φ_1 , ϑ_1 und β_1

die Oberflächennormale des Kristalls in die negative Z-Achse des Experimentkoordinatensystems gebracht, womit die Achsen des Experimentensystems abhängig von der Oberflächenorientierung in die in Tabelle 6.1-1 angegebenen Kristallrichtungen zeigen.

Der Materialtensor wird durch die Transformation (2.2-14) unter Verwendung der Transformationsmatrix aus (5.3-1 a), in den zur jeweiligen Oberfläche gehörenden Koordinaten von \bar{X}_i^E dargestellt. Nur für den Fall der (001)-Orientierung ist dieser identisch mit dem im Hauptachsensystem, wie die folgenden Darstellungen in Voigt'scher Notation zeigen:

$$c_{IJ}^{(001)} = \begin{pmatrix} 118,8 & 53,8 & 53,8 & 0 & 0 & 0 \\ 53,8 & 118,8 & 53,8 & 0 & 0 & 0 \\ 53,8 & 53,8 & 118,8 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 59,4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 59,4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 59,4 \end{pmatrix} \cdot \text{GPa}, \quad (6.1-2)$$

$$c_{IJ}^{(111)} = c_{IJ}^{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})} = \begin{pmatrix} 145,7 & 44,8 & 35,9 & 0 & 12,7 & 0 \\ 44,8 & 145,7 & 35,9 & 0 & -12,7 & 0 \\ 35,9 & 35,9 & 154,7 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 41,5 & 0 & -12,7 \\ 12,7 & -12,7 & 0 & 0 & 41,5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -12,7 & 0 & 50,4 \end{pmatrix} \cdot \text{GPa}, \quad (6.1-3)$$

$$c_{IJ}^{(110)} = \begin{pmatrix} 145,7 & 53,8 & 26,9 & 0 & 0 & 0 \\ 53,8 & 118,8 & 53,8 & 0 & 0 & 0 \\ 26,9 & 53,8 & 145,7 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 59,4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 32,5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 59,4 \end{pmatrix} \cdot \text{GPa}. \quad (6.1-4)$$

Mit den elastischen Steifigkeiten c_{IJ} wird nun unter Verwendung des in Abschnitt 6.1 bestimmten isotropen Verzerrungsfeldes gemäß Gleichung (5.2-3) das anisotrope Spannungsfeld für diese Oberflächenorientierungen bestimmt.

6.2 Bestimmung der Gleitsystembelastungen

Die Spannungsanalyse erfolgt durch die Transformation des Spannungszustandes vom Experimentkoordinatensystem in das System \bar{X}_i^G , welches das jeweilige Gleitsystem auszeichnet (Siehe Abschnitt 5.3). Die im System \bar{X}_i^G dargestellte Komponente $\sigma_{xy} = \tau^G$ des Spannungstensors entspricht der wirksamen Scherbelastung des betrachteten Gleitsystems. Die Transformationswinkel der Transformation (5.3-1 b) und die numerisch gesuchten maximalen Scherbelastungen $\tau_{\max}^G = \max|\tau^G = \sigma_{xy}^G|$ der einzelnen Gleitsysteme sind in den

Tabellen 6.2-1 - 6.2-3 für die untersuchten Oberflächenorientierungen für den elastisch anisotropen $\tau_{\max}^{\text{G,an}}$ und isotropen Fall $\tau_{\max}^{\text{G,is}}$ zusammengestellt. Außerdem sind in dieser Tabelle die zugehörigen auf den „anisotropen“ Kontaktradius normierten Entfernungen zur Oberfläche, an denen die maximale „anisotrope“ Scherbelastung (Scherbelastung bei elastisch anisotroper Rechnung) auftritt, angegeben. Die Gleitsysteme sind eindeutig nummeriert, wobei die Zuordnung an Hand von Tabelle 6.2-1, die für die (001)-Oberflächenorientierung zutrifft, durchgeführt wurde. Ein hochgestelltes Minuszeichen an der Gleitsystemnummer in den Tabellen 6.2-2 und 6.2-3 symbolisiert die entgegengesetzte Gleitrichtung des jeweiligen Gleitsystems. Durch gemeinsame Gleitebenen sind jeweils die Systeme 1-3, 4-6, 7-9 und 10-12 charakterisiert.

Tabelle 6.2-1; Transformationswinkel der Transformation (5.3-1 b) und Belastung der Gleitsysteme bei Hertz'schem Kontakt mit der (001)-Oberfläche von GaAs

Gleitsystem / Nr.		φ_2	ϑ_2	β_2	$\tau_{\max}^{\text{G,an}} / p_m^{\text{is}}$	$z(\tau_{\max}^{\text{G,an}}) / a_{\text{an}}$	$\tau_{\max}^{\text{G,is}} / p_m^{\text{is}}$	
(111)	[1 $\bar{1}$ 0]	1	$\frac{3}{4}\pi$	$-\arcsin(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,239	0,37	0,207
	[10 $\bar{1}$]	2			$\frac{1}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
	[01 $\bar{1}$]	3			$\frac{2}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
(1 $\bar{1}$ $\bar{1}$)	[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	4	$-\frac{3}{4}\pi$	$\arcsin(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,239	0,37	0,207
	[$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	5			$\frac{1}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
	[01 $\bar{1}$]	6			$\frac{2}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
($\bar{1}$ $\bar{1}$ 1)	[$\bar{1}$ 10]	7	$-\frac{1}{4}\pi$	$-\arcsin(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,239	0,37	0,207
	[$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	8			$\frac{1}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
	[0 $\bar{1}$ $\bar{1}$]	9			$\frac{2}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
($\bar{1}$ 1 $\bar{1}$)	[110]	10	$\frac{1}{4}\pi$	$\arcsin(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,239	0,37	0,207
	[10 $\bar{1}$]	11			$\frac{1}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429
	[0 $\bar{1}$ $\bar{1}$]	12			$\frac{2}{3}\pi$	0,346	0,46	0,429

Es zeigt sich, dass im Falle der (001)-Orientierung nur zwei prinzipiell verschieden belastete Gruppen von Gleitsystemen existieren, welche durch Gleitrichtungen parallel (Gleitsysteme 1, 4, 7 und 10) bzw. mit einem Winkel von 45° (Gleitsysteme 2, 3, 5, 6, 8, 9, 11 und 12) zur Oberfläche charakterisiert sind. Die elastische Anisotropie besitzt hier einen äußerst markanten Einfluss, was in der Veränderung der erreichten maximalen Scherspannung um ca. 20% gegenüber der elastisch isotropen Rechnung zum Ausdruck kommt. Die Gruppe von Gleitsystemen mit oberflächenparallelen Gleitrichtungen werden bei Berücksichtigung der elastischen Anisotropie höher und die der anderen geringer belastet.

Wird eine {111}-Oberfläche indentiert, ergeben sich drei Gruppen verschieden belasteter Gleitsysteme. Diese werden aus der Gruppe der drei Gleitsysteme, die durch die parallel zur Oberfläche orientierte Gleitebene gekennzeichnet sind (1, 2 und 3), der Gruppe der drei anderen Gleitsysteme mit oberflächenparallelen Gleitrichtungen (6, 7 und 11) und der Gruppe der

sechs Gleitsysteme, deren Gleitrichtungen einen Winkel von 55° mit der Oberfläche einschließen (4, 5, 8, 9, 10 und 12), gebildet.

Tabelle 6.2-2; Transformationswinkel der Transformation (5.3-1 b) und Belastung der Gleitsysteme bei Hertz'schem Kontakt mit der (111)/ $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche von GaAs

Gleitsystem / Nr.			φ_2	ϑ_2	β_2	$\frac{\tau_{\max}^{G, \text{an}}}{p_m^{\text{is}}}$	$\frac{z(\tau_{\max}^{G, \text{an}})}{a_{\text{an}}}$	$\frac{\tau_{\max}^{G, \text{is}}}{p_m^{\text{is}}}$
$(111)_{(111)}$ $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}$	$[\bar{1}\bar{1}10]$	1 $\bar{1}$	0	$-\frac{1}{2}\pi$	0	0,286	0,35	0,321
	$[\bar{1}\bar{1}01]$	2 $\bar{1}$			$\frac{1}{3}\pi$	0,286	0,35	0,321
	$[0\bar{1}\bar{1}1]$	3 $\bar{1}$			$\frac{2}{3}\pi$	0,286	0,35	0,321
$(1\bar{1}\bar{1})_{(111)}$ $(\bar{1}11)_{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}$	$[0\bar{1}\bar{1}1]$	6 $\bar{1}$	$-\frac{2}{3}\pi$	$\arccos(\frac{\sqrt{8}}{3})$	0	0,235	0	0,239
	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}0]$	4			$\frac{1}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377
	$[\bar{1}0\bar{1}\bar{1}]$	5			$\frac{2}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377
$(\bar{1}\bar{1}1)_{(111)}$ $(11\bar{1})_{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}$	$[\bar{1}\bar{1}10]$	7	0	$\arccos(\frac{\sqrt{8}}{3})$	0	0,235	0	0,239
	$[\bar{1}\bar{1}0\bar{1}]$	8			$\frac{1}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377
	$[0\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	9			$\frac{2}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377
$(\bar{1}1\bar{1})_{(111)}$ $(1\bar{1}1)_{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}$	$[10\bar{1}\bar{1}]$	11	$\frac{2}{3}\pi$	$\arccos(\frac{\sqrt{8}}{3})$	0	0,235	0	0,239
	$[0\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	12			$\frac{1}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377
	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}0]$	10 $\bar{1}$			$\frac{2}{3}\pi$	0,395	0,45	0,377

Hier fallen die Einflüsse der elastischen Anisotropie am geringsten aus. Die drei Gleitsysteme mit oberflächenparalleler Gleitebene werden für die anisotrope Näherung etwa 10 % geringer belastet, während die anderen Gleitsysteme um weniger als 3% höheren oder den gleichen Scherbelastungen im Vergleich zur isotropen Rechnung ausgesetzt sind.

Wenn ein Indentierungsexperiment auf einer (101)-orientierten Oberfläche durchgeführt wird, werden vier Gruppen von Gleitsystemen prinzipiell verschieden belastet, von denen zwei Gruppen aus je zwei und die anderen aus je vier Gleitsystemen bestehen. Die beiden kleineren Gruppen bestehen aus den Gleitsystemen mit jeweils zwei parallel (Gleitsysteme 2 und 11) bzw. senkrecht zur indentierte Oberfläche (Gleitsysteme 5 und 8) orientierten Gleitrichtungen. Die anderen zwei Gruppen besitzen beide Gleitrichtungen, die einen Winkel von 30° mit der Oberfläche einschließen, und unterscheiden sich in der Orientierung der Gleitebenen (Gleitsysteme 1, 3, 10 und 12 sowie 4, 6, 7, 9). Der Einfluss der elastischen Anisotropie fällt gegenüber der isotropen Rechnung deutlich geringer als bei der (001)-Oberflächenorientierung aus und liegt für die maximal belasteten Gleitsysteme unter 5%. Lediglich die beiden Gleitsysteme mit oberflächenparallelen Gleitrichtungen werden über 25% geringer beansprucht als bei elastisch isotroper Betrachtung. Es existieren im Gegensatz zur (001)-Oberfläche (acht) und zur (111)-Oberfläche (sechs) nur vier Gleitsysteme (1, 3, 10 und 12), an denen die höchste Scherbelastung erreicht wird. Ein weiterer wichtiger Aspekt ist, dass bei der (101)-Oberflächenorientierung zwei Gruppen von Gleitrichtungen existieren, die unterschiedliche von Null verschiedene Winkel (30° und 90°) mit der Oberfläche einschließen,

während im Falle der anderen hier untersuchten Oberflächen stets nur Gleitrichtungen existieren, die entweder parallel (0°) oder im gleichen Winkel ($\{100\} \rightarrow 45^\circ$; $\{111\} \rightarrow 55^\circ$) zur Oberfläche orientiert sind. Dies wird entscheidend, wenn aus der plastischen Deformation die Anzahl der nukleierten Versetzungsringe abgeschätzt werden soll.

Tabelle 6.2-3; Transformationswinkel der Transformation (5.3-1 b) und Belastung der Gleitsysteme bei Hertz'schem Kontakt mit der (101)-Oberfläche von GaAs

Gleitsystem / Nr.		φ_2	ϑ_2	β_2	$\frac{\tau_{\max}^{G, \text{an}}}{p_m^{\text{is}}}$	$\frac{z(\tau_{\max}^{G, \text{an}})}{a_{\text{an}}}$	$\frac{\tau_{\max}^{G, \text{is}}}{p_m^{\text{is}}}$
(111)	$[10\bar{1}]$ 2	$\frac{1}{2}\pi$	$-\arccos(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,190	0,41	0,265
	$[01\bar{1}]$ 3			$\frac{1}{3}\pi$	0,430	0,45	0,442
	$[\bar{1}10]$ 1			$\frac{2}{3}\pi$	0,430	0,45	0,442
$(1\bar{1}\bar{1})$	$[101]$ 5	$-\frac{\pi}{2} - \arctan\sqrt{2}$	0	$-\frac{1}{2}\pi$	0,299	0,35	0,321
	$[0\bar{1}1]$ 6			$-\frac{1}{6}\pi$	0,225	0,47	0,219
	$[\bar{1}\bar{1}0]$ 4			$\frac{1}{6}\pi$	0,225	0,47	0,219
$(\bar{1}\bar{1}1)$	$[101]$ 8	$-\arctan\frac{1}{\sqrt{2}}$	0	$-\frac{1}{2}\pi$	0,299	0,35	0,321
	$[011]$ 9			$-\frac{1}{6}\pi$	0,225	0,47	0,219
	$[\bar{1}10]$ 7			$\frac{1}{6}\pi$	0,225	0,47	0,219
$(\bar{1}1\bar{1})$	$[\bar{1}01]$ 11	$-\frac{1}{2}\pi$	$\arccos(\frac{1}{\sqrt{3}})$	0	0,190	0,41	0,265
	$[011]$ 12			$\frac{1}{3}\pi$	0,430	0,45	0,442
	$[110]$ 10			$\frac{2}{3}\pi$	0,430	0,45	0,442

In Tabelle 6.2-4 sind die „anisotropen“ mittleren Kontaktdrücke, die aus dem Intergral (5.2-5) der Spannungskomponente σ_{zz} über die zugehörige „anisotrope“ Kontaktfläche und der Normierung auf diese errechnet werden, sowie die daraus folgenden „anisotropen“ Kontaktradien (5.2-4) aller betrachteter Kristalloberflächen bei Indentierung mit gleicher Last angegeben.

Tabelle 6.2-4; Mittlere „anisotrope“ Kontaktdrücke und die resultierenden Kontaktradien gemäß den Gleichungen (5.2-4 und 5.2-5) und die erreichte Scherspannung der maximal belasteten primären Gleitsysteme bei Anwendung der anisotropen Näherung des Kontaktspannungsfeldes und bei elastisch isotroper Rechnung

Oberfläche	$\frac{p_m^{\text{an}}}{p_m^{\text{is}}}$	$\frac{a_{\text{an}}}{a_{\text{is}}}$	$\frac{\tau_{\max}^{\text{an}}}{p_m^{\text{is}}}$	$\frac{\tau_{\max}^{\text{is}}}{p_m^{\text{is}}}$
(001)	0,948	1,027	0,346	0,429
(111); $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	1,047	0,977	0,395	0,377
(101)	1,022	0,989	0,430	0,442

Der höchste Kontaktdruck wird bei gleicher Indenterbelastung auf der (111) bzw. $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Fläche, die elastisch am steifsten reagiert, und der niedrigste auf der (001)-Fläche, die elastisch am nachgiebigsten ist, erreicht. Da alle Proben mit dem gleichen „isotropen“ Kontaktdruck (mittlerer Kontaktdruck bei isotroper Betrachtung) und der Indenter mit der gleichen Kraft belastet werden, ist das gegensätzliche Verhalten der Kontaktradien verständlich, die bei elastisch steiferen Oberflächenorientierungen (bzgl. einaxialem Zug) kleiner werden. In Ta-

belle 6.2-4 ist erkennbar, dass mit der hier durchgeführten Näherung nur relativ kleine Unterschiede der charakteristischen Größen des Kontaktgebietes bei unterschiedlicher Oberflächenorientierung bestehen ($\Delta_{\max} p_m^{\text{an}} \approx 10\%$, $\Delta_{\max} a^{\text{an}} \approx 5\%$).

Für die Einleitung der homogenen Versetzungsnukleation sind die erreichten maximalen Scherspannungen in den am höchsten belasteten Gleitsystemen maßgebend. Diese sind in den entsprechenden Tabellen durch Fettdruck hervorgehoben und in Tabelle 6.2-4 vergleichend zwischen elastisch isotroper Rechnung und anisotroper Näherung zusammengefasst. Bei Betrachtung dieser Angaben wird deutlich, dass insbesondere die (001) Oberfläche deutlich geringer (ca. 19 %) belastet wird, während die anderen im Falle der (111) bzw. $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ Oberfläche geringfügig höher (ca. 3 %) und im Falle der (101) Orientierung unwesentlich geringer (ca. 2 %) im Vergleich zur elastisch isotropen Rechnung belastet werden.

6.3 Abschätzung der Versetzungslinienkonfiguration aus dem Kontaktspannungsfeld

Im Folgenden werden die Spannungsverteilungen näher betrachtet, um die Beschreibung der Konfiguration von Versetzungslinien nach ihrer Nukleation zu ermöglichen. Weil die in dieser Arbeit aufgenommenen Abbildungen der Versetzungslinienstruktur mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) durch Betrachtung normal zur Oberfläche (X^E - Y^E -Ebene) erfolgten, sind alle aus den Spannungsfeldern abgeleiteten Versetzungsstrukturen in diese Betrachtungsebene projiziert wurden. Prinzipiell kann die jeweilige Struktur mit dem beschriebenen Verfahren auch in anderen Betrachtungsebenen dargestellt werden.

Zur notwendigen weiteren Analyse des Spannungsfeldes werden jeweils zwei Konturdarstellungen der vorzeichenreuen wirksamen Scherspannungsverteilungen des jeweiligen Gleitsystems unter Verwendung der anisotropen Rechnung angefertigt.

Die erste Darstellung ist die Spannungsverteilung in der Ebene parallel zur indentierten Oberfläche, in der die maximale Scherbelastung $\tau_{\max}^{\text{G,an}} = \max|\tau^{\text{G,an}} = \sigma_{xy}^{\text{G,an}}|$ des betrachteten Gleitsystems erreicht wird. Diese Abbildung charakterisiert die lateralen Bereiche, in denen die verschiedenen Scharen von Gleitebenen eines Gleitsystems stark bzw. am stärksten belastet werden. Sie ist im Experimentkoordinatensystem dargestellt, dessen Achsenorientierung Tabelle 6.1-1 entnommen werden kann. Im Anhang A II sind diese Konturgrafiken aller primären Gleitsysteme für die verschiedenen Oberflächenorientierungen abgebildet.

Die zweite Darstellung zeigt die Schubspannungsverteilung der maximal belasteten Gleitebene, die ebenfalls in ihrer Projektion in der X^E - Y^E -Ebene des Experimentkoordinatensystems angegeben wird. Da die Gleitebenen in der Regel nicht parallel zur Oberfläche orientiert sind, schneiden sie diese in einer Schnittlinie, die durch eine rote Gerade gekennzeichnet ist. Die Bereiche, in denen die Spannungskonturen abgebildet sind, befinden sich im elastischen Halbraum, während die Bereiche auf der anderen Seite der Schnittlinie außerhalb dieses Raumes liegen. In einigen Fällen existieren mehrere Gleitebenen eines Gleitsystems, die durch identi-

sche maximale Scherspannungen beansprucht sind. Dann werden alle diese Gleitebenen entsprechend abgebildet.

In allen Darstellungen sind die zugehörigen Gleitrichtungen (parallel zum Burgers-Vektor) in der entsprechender Projektion auf die Betrachtungsebene eingetragen, wobei die Bewegungsrichtung zur Z^E -Achse (in den oder aus dem elastischen Halbraum bzw. oberflächenparallel) durch die Linienwahl gekennzeichnet wurde. Es sei angemerkt, dass die Bewegung in den (aus dem) Halbraum durch die Richtung der positiven (negativen) Z^E -Achse bestimmt wird. Der Winkel zur Oberfläche, in dem die Gleitbewegung erfolgt, ist als Index an die jeweilige Bezeichnung der Gleitrichtung angefügt.

Die spezielle Wahl der Orientierung des Koordinatensystems \bar{X}_i^G zur Charakterisierung der Gleitsysteme (Tabellen 6.2-1 – 6.2-4) erlaubt für die hier durchgeführten Berechnungen bei (001), (111) und (101) orientierten Oberflächen die allgemeine Aussage, dass sich in Gebieten mit positiver Scherspannung die β -Versetzungen in die jeweilige Gleitrichtung (Minuszeichen der Nummerierung beachten!) und die α -Versetzungen dieser entgegen bewegen und dabei einen Abbau der kontaktinduzierten Spannung bewirken. In Gebieten mit negativen Scherspannungen kehrt sich diese Aussage notwendigerweise um.

Die $(\bar{1} \bar{1} \bar{1})$ orientierte Probe weicht insofern von dieser Angabe ab, dass bei ihr die Gleitebenen mit dem jeweils anderen Vorzeichen betrachtet werden, womit sinngemäß die β -(α -) Versetzungen zu α -(β -)Versetzungen werden, und somit die Aussage des letzten Absatzes für den jeweils anderen Versetzungstyp zutrifft.

Unter der Annahme, dass sich die nukleierten Versetzungsringe in ihrer Gleitebene soweit ausbreiten, bis die „Rückstellspannung“ (2.3-15 a), die als Versetzungstypunabhängig betrachtet wird, im Gleichgewicht mit dem kontaktinduzierten Spannungsfeld steht, wird die Struktur dieser Versetzungsringe näherungsweise mit einer Isokontur der Scherspannungsverteilung in der Gleitebene charakterisiert.

Um die Strukturdarstellung der erzeugten Versetzungen zu realisieren, wurde willkürlich die Linie ausgewählt, die betragsmäßig der kleinsten dargestellten von Null verschiedenen Schubspannungsisokontur entspricht und das jeweilige Spannungsmaximum umgibt. Die so bestimmte Konturlinie wurde aus der Darstellung der Spannungsverteilung in der Gleitebene extrahiert und als Verlauf der Versetzungslinien in eine extra Abbildung eingezeichnet. Der α - bzw. β - Charakter des Stufenanteils der Versetzungslinie, der aus der Orientierung des Linienvektors zum Burgers-Vektor folgt, ist farblich hervorgehoben. Es sei bemerkt, dass am Übergangspunkt dieser Anteile der Burgers-Vektor parallel zum Linienvektor orientiert ist, womit an dieser Stelle kein Stufencharakter sondern reiner Schraubencharakter vorliegt.

Dieses Vorgehen ist für jedes prinzipiell verschieden belastete Gleitsystem nur einmal notwendig, da sich die Versetzungsringkonturen der gleichartig belasteten Gleitsysteme dann aus der Betrachtung des Thompson-Tetraeders (siehe Abbildung 2.3-8 a u. b) bezüglich der Indentierungsrichtung oder der im Anhang A II abgebildeten Spannungsverteilungen ergeben.

Folglich muss dieser Prozess für die (001)-Oberfläche auf zwei, für die (111)-Oberflächen auf drei und für die (101)-Oberfläche auf vier verschiedene Gleitsysteme angewandt werden. Die folgende Legende erklärt die in den Konturdarstellungen benutzten Symbole, die in den vorigen Absätzen zum Teil bereits erwähnt wurden, und enthält die Skala der dargestellten wirksamen Scherspannung.

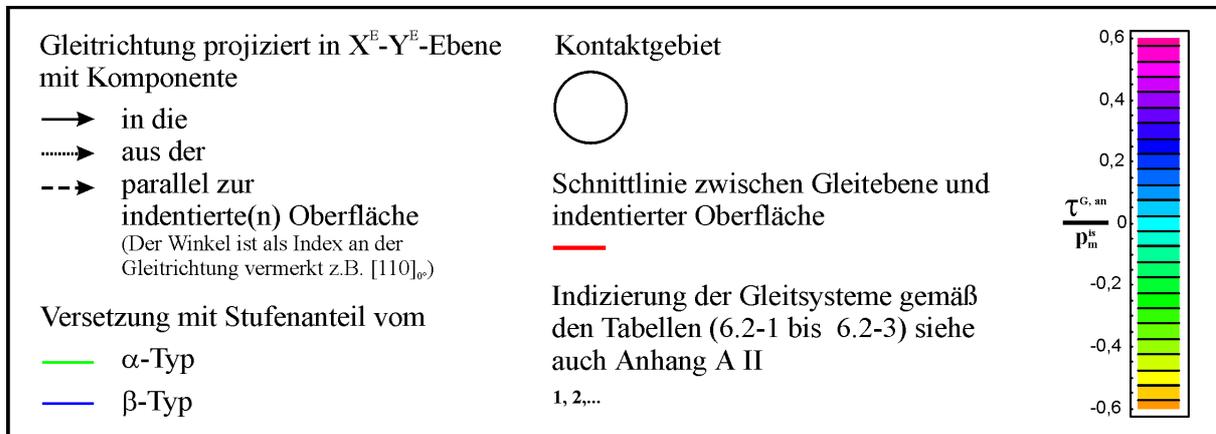


Abbildung 6.3-1; Legende und Skala zu den folgenden Konturgrafiken und Zeichnungen

(001) Oberfläche

Die (001)-orientierte Oberfläche wird als erste betrachtet und zur besseren Verständlichkeit des Vorgehens ausführlicher erläutert.

Es existieren zwei prinzipiell verschieden belastete Gleitsysteme, die mit den durch 1 und mit 2 indizierten Gleitsystemen charakterisiert werden sollen.

Das mit 1 indizierte Gleitsystem ist laut Tabelle 6.2-1 durch $(111)[1\bar{1}0]$ bestimmt und wird in einer Tiefe von $0,37 a^{an}$ maximal mit einer Scherspannung von $0,239 p_m^{is}$ belastet. Die Spannungsverteilung der wirksamen Scherspannung in der durch $Z^E = 0,37 a^{an}$ bestimmten Ebene ist in Abbildung 6.3-2 a dargestellt. Die Gleitrichtung ist parallel zur Oberfläche, was durch die gestrichelte Pfeilgestaltung symbolisiert und durch die Angabe des Winkels von 0° an der Bezeichnung der Gleitrichtung quantifiziert wird. Die Richtung $[1\bar{1}0]$ im Kristallkoordinatensystem entspricht im Experimentkoordinatensystem nach den Transformationen mit den Parametern in Tabelle 6.2-1 der Richtung $(-1; -1; 0)$. Der eingezeichnete Kreis ist die durch a^{an} bestimmte Kontaktfläche.

Es existieren zwei Bereiche in denen dieses Gleitsystem maximal belastet wird. Diese Bereiche liegen auf der gleichen Gleitebene, wie die Transformation der Extremalstellen in das gleitsystemcharakterisierende Koordinatensystem zeigt. Dort ist die Gleitebene durch $X^G = 0,33 a^{an}$ bestimmt. Diese Ebene ist in Abbildung 6.3-2 b so dargestellt, wie man sie bei Betrachtung entgegen der Richtung der Z^E -Achse des Experimentkoordinatensystems sehen würde. Die (111)-Gleitebene ist nicht parallel zur Oberfläche und schneidet diese folglich in der durch die rote Linie symbolisierten Schnittlinie.

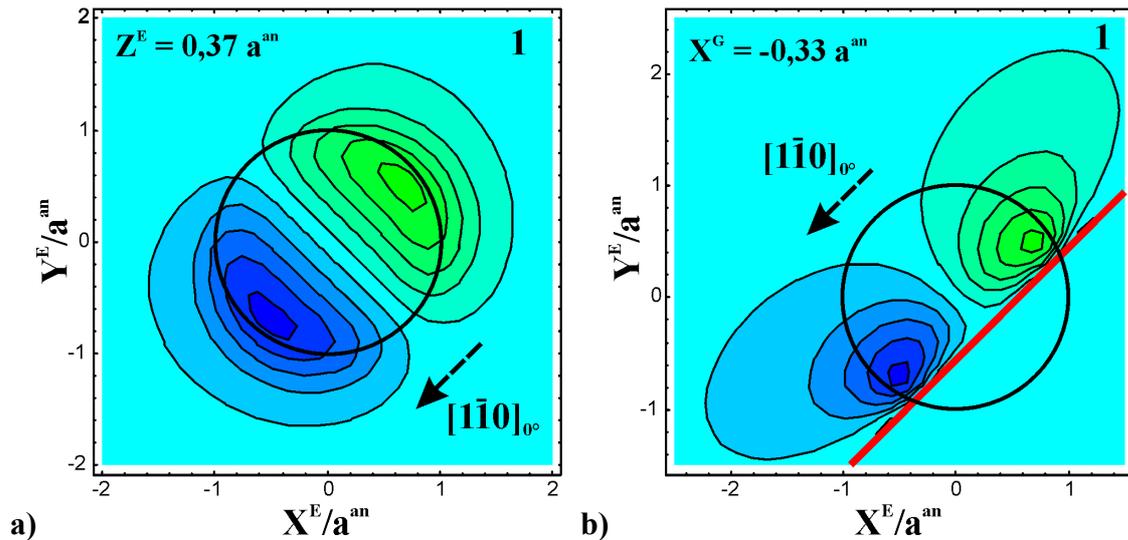


Abbildung 6.3-2; Spannungverteilung bei Indentierung der (001)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 1 erreicht wird, und **b)** in der maximal belasteten Gleitebene dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

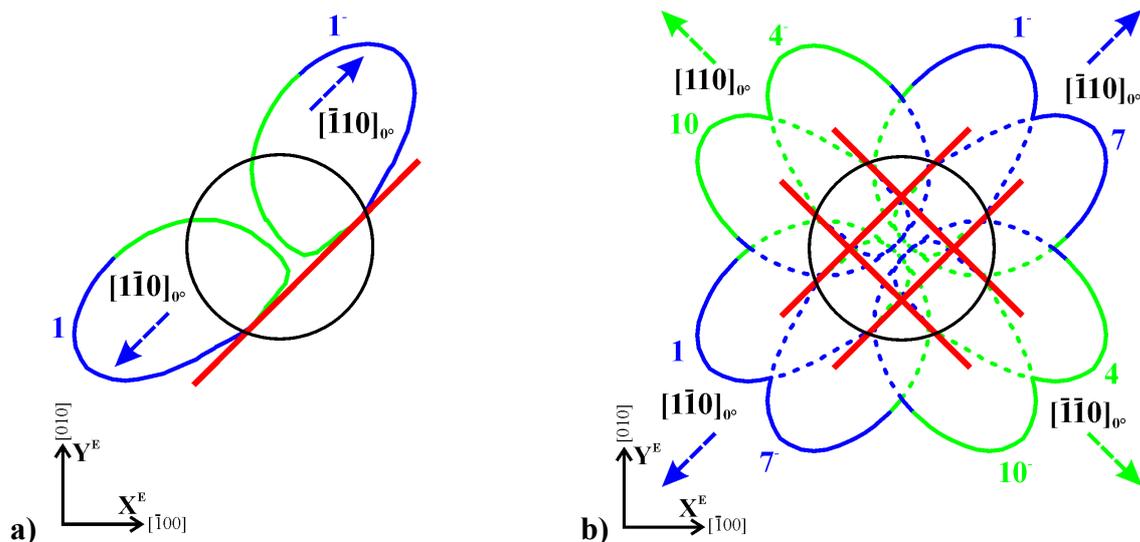


Abbildung 6.3-3; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (001)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-2 **a)** Struktur für Gleitsystem 1 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

Wenn nun in diesem Gleitsystem Versetzungsringe nukleiert werden, dann wird dies in beiden Bereichen von negativer (grün) und positiver (blau) Scherspannung mit gleicher Wahrscheinlichkeit passieren, da sie gleichbelastet sind. Die Betrachtung der Gleitrichtung und der Vorzeichen der dargestellten Spannungen ergibt, dass jeweils β -Versetzungen nach außen und die α -Versetzungen nach innen bezüglich des Kontaktgebietes laufen. Aus der äußersten dargestellten Konturlinie folgt die in Abbildung 6.3-3 a dargestellte Versetzungslinienform. Unter weiterer Beachtung der Symmetrie, die sich unter anderem aus der Betrachtung des Thomson-Tetraeders ableiten lässt, ergibt sich die Abbildung 6.3-3 b, in der die nach dem vorgestellten Verfahren folgenden Strukturen der Versetzungsringe inklusive der drei weiteren Gleitsysteme mit oberflächenparallelen Gleitrichtungen (4, 7 u. 10) eingezeichnet sind. Es

ergibt sich eine Art Kreuz aus nach außen und oberflächenparallel laufenden Versetzungen vom α -Typ parallel zur $[110]$ -Richtung und senkrecht dazu vom β -Typ parallel zur $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung. Die gestrichelten Linien sollen einer besseren Übersicht dienen und kennzeichnen Bereiche, in denen sich die Versetzungslinien der dargestellten Gleitsysteme in der Projektion überlagern.

Nun werden die analogen Betrachtungen am mit 2 indizierten Gleitsystem durchgeführt, womit die andere Gruppe, der die acht Gleitsysteme (2, 3, 5, 6, 8, 9, 11 u. 12) angehören, deren Gleitrichtungen einen Winkel von 45° mit der Oberfläche einschließen, vollständig behandelt werden kann. Diese Gruppe wird mit maximal $0,346 p_m^{is}$ in der Abbildung 6.3-4 a zugrunde liegenden Ebene $Z^E = 0,46 a^{an}$ über 45 % stärker als die andere Gruppe belastet, so dass zu erwarten ist, dass der Pop-In-Effekt in diesen Gleitsystemen durch homogene Versetzungsnukleation eingeleitet wird.

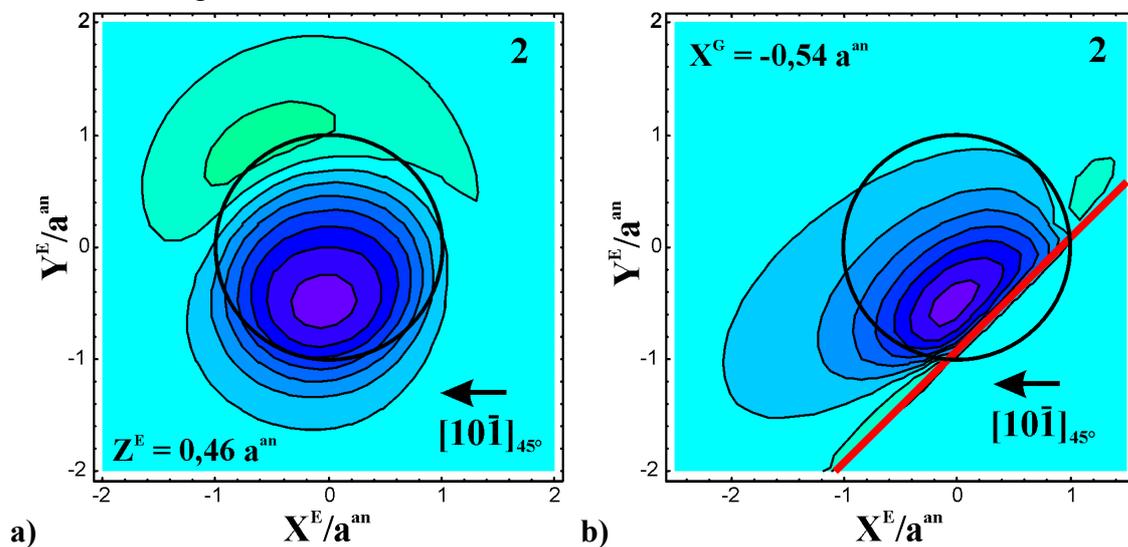


Abbildung 6.3-4; Spannungsverteilung bei Indentierung der (001)-Oberfläche a) in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 2 erreicht wird, und b) in der maximal belasteten Gleitebene dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

Die in Abbildung 6.3-4 b dargestellte am stärksten belastete Gleitebene ist durch $X^G = -0,54 a^{an}$ bestimmt. Die Gleitrichtungen zeigen in den elastischen Halbraum und schließen mit der Oberfläche einen Winkel von 45° ein. Die resultierende Versetzungslinienstruktur in Abbildung 6.3-5 b ähnelt der in Abbildung 6.3-3 b von der anderen prinzipiellen Gruppe. Allerdings zeigen die Gleitrichtungen in der Projektion in Richtung der X^E - bzw. Y^E - Achse, wobei jeweils Versetzungen vom α - und vom β - Typ in eine gemeinsame Richtung gleiten. In Abbildung 6.3-5 b ist ersichtlich, dass in Richtung Oberfläche der jeweils andere Charakter des Stufenanteils der Versetzungslinie vorliegt, als dies bei Bewegung in den Halbraum der Fall ist.

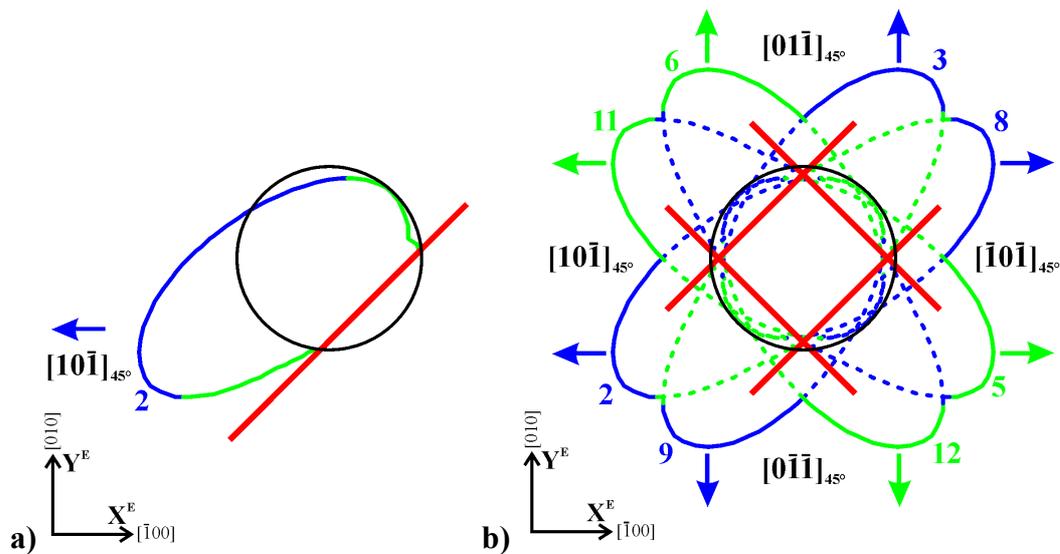


Abbildung 6.3-5; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (001)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-4 b **a)** Struktur für Gleitsystem 2 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

(111) Oberfläche

Im Folgenden werden die kontaktinduzierten resultierenden Scherbelastungen der primären Gleitsysteme bei Hertz'schem Kontakt mit der (111) orientierten Oberfläche von GaAs analysiert. Hier existieren drei Gruppen, die im Weiteren durch die in Tabelle 6.2-2 mit 1, 6 und 4 indizierten Gleitsysteme vertreten sind. Im Falle der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ Oberfläche gelten die gleichen Beziehungen, wobei abweichend von Abbildung 6.3-1 die Versetzungstypen α durch blau und β durch grün charakterisiert werden.

Die erste betrachtete Gruppe besteht aus den Gleitsystemen mit der oberflächenparallelen (111) Gleitebene, welche die drei Gleitsysteme 1, 2 und 3 umfasst. Die maximale Belastung, die in der Ebene $Z^E = 0,35 a^{an}$ erreicht wird, beträgt $0,286 p_m^{is}$. Die maximal belastete Gleitebene dieses Systems ist durch $X^G = -0,35 a^{an}$ gekennzeichnet und beschreibt die gleiche Ebene. Da die Gleitebene parallel zur Oberfläche liegt, gibt es mit dieser keinen Schnittpunkt, womit die Abbildungen 6.3-6 a und b identisch werden. In den Abbildungen 6.3-6 a bzw. b ist erkennbar, dass wiederum zwei Stellen im elastischen Halbraum existieren, an denen die maximale Belastung vorliegt.

Die Versetzungslinienstruktur in Abbildung 6.3-7 a ergibt oberflächenparallel nach außen gleitende β -Versetzungen und in Richtung Kontaktzentrum gleitende α -Versetzungen. Die folgende Struktur der Versetzungslinien aller Gleitsysteme dieser Gruppe in Abbildung 6.3-7 b führt zu einer kreisförmigen Gestalt, die von Versetzungen, deren Stufenanteile β -Charakter besitzen, umrandet werden. Die Schraubenanteile der Versetzungen dieser Gruppe können sich gegenseitig aufheben, womit ein Gebilde aus zwei konzentrischen Versetzungslinien entstehen würde, dessen äußere Struktur dem äußeren Umriss von Abbildung 6.3-7 b entspricht (Versetzungsring eingehüllt von Versetzung mit β -Stufenanteil) und in dessen

Zentrum sich ein Versetzungsring befindet, dessen Begrenzung aus Versetzungen mit α -Stufenanteil besteht.

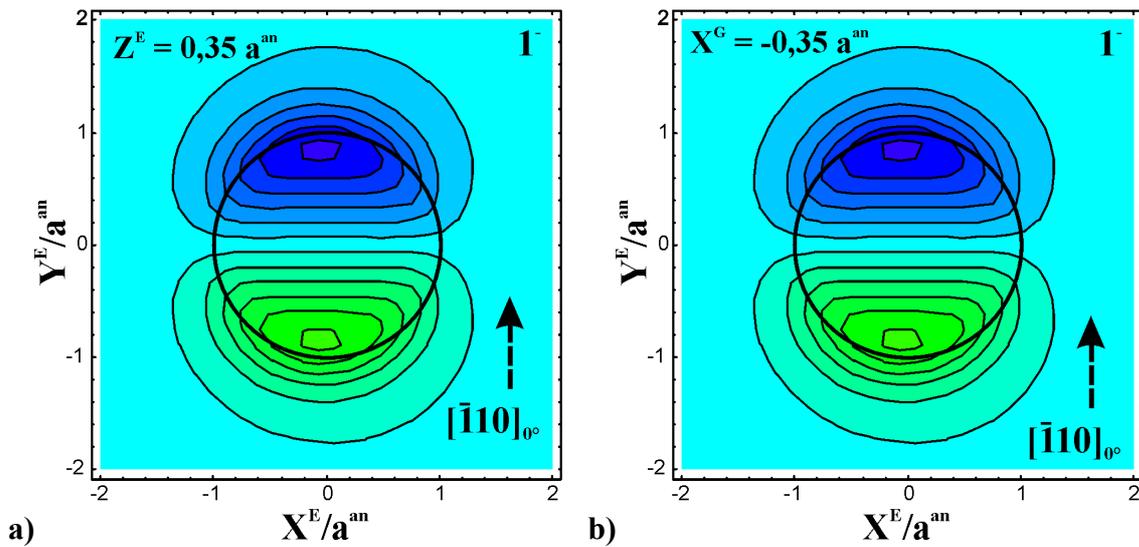


Abbildung 6.3-6; Spannungverteilung bei Indentierung der (111)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 1^- erreicht wird, und **b)** in der maximal belasteten Gleitebene (hier identisch mit 6.3-6a) dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

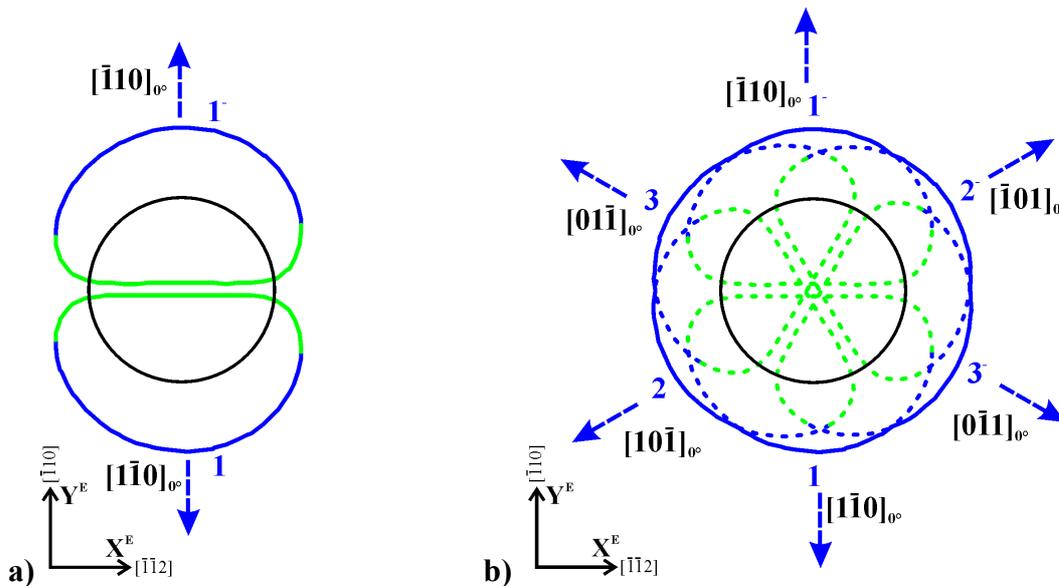


Abbildung 6.3-7; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (111)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-6 **a)** Struktur für Gleitsystem 1 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

Die Gleitsysteme der nächsten Gruppe (6^- , 7 u. 11), welche durch das mit 6^- indizierte Gleitsystem (siehe Tabelle 6.2-2) als Vertreter beschrieben wird, ist wiederum durch oberflächenparallele Gleitrichtungen gekennzeichnet, wobei die Normalen der Gleitebenen einen Winkel von etwa 20° mit der Oberfläche einschließen. Die maximale Belastung beträgt $0,235 p_m^{is}$ und wird an der Oberfläche, die durch die Ebene $Z^E = 0$ gegeben ist, erreicht. Dies ist die am geringsten belastete Gruppe von Gleitsystemen bei (111)-Oberflächenorientierung. Die Belastungen werden durch die kontaktinduzierten Zugspannungen verursacht, die in den Oberflächenbereichen um das Kontaktgebiet herum maximal werden.

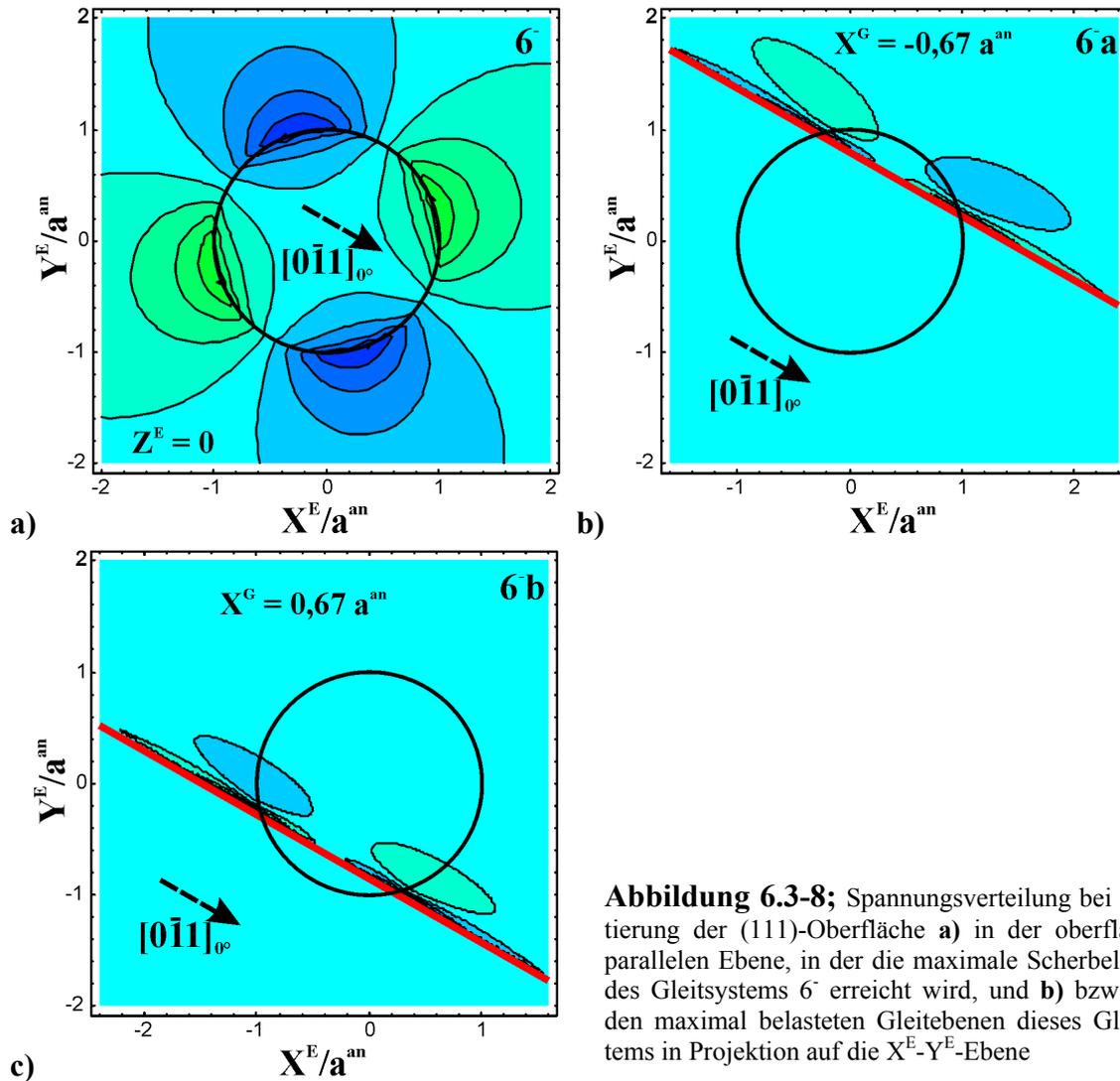


Abbildung 6.3-8; Spannungverteilung bei Indentierung der (111)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems $\bar{6}$ erreicht wird, und **b)** bzw. **c)** in den maximal belasteten Gleitebenen dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

Die in Abbildung 6.3-8 a erkennbaren vier Positionen mit maximaler Belastung des Systems $\bar{6}$ verteilen sich auf zwei Gleitebenen, die durch $X^G = -0,67 a^{an}$ ($\bar{6}a$) und $X^G = 0,67 a^{an}$ ($\bar{6}b$) bestimmt und inklusive der Spannungsverteilung auf ihnen in den Abbildungen 6.3-8 b und c dargestellt sind. Die resultierenden Versetzungslinienstrukturen dieser beiden maximal belasteten Gleitebenen sind in Abbildung 6.3-9 a eingezeichnet. In jede Gleitrichtung bewegt sich je ein in der Projektion fasst linienförmiger Versetzungsring mit Stufenanteil vom α - und vom β - Typ. Die nach außen und innen gleitenden Versetzungen auf der selben Gleitebene sind jeweils vom selben Typ (z.B. $X^G = -0,67 a^{an}$; außen α -Typ, innen β -Typ). In Abbildung 6.3-9 b sind die Versetzungslinienstrukturen aller Gleitsysteme dieser Gruppe eingezeichnet, welche die Form von zwei gleichseitigen Dreiecken haben, die jeweils von den Linienstrukturen eines Typs (Index a bzw. b) gebildet werden, und gegeneinander um 60° verdreht sind.

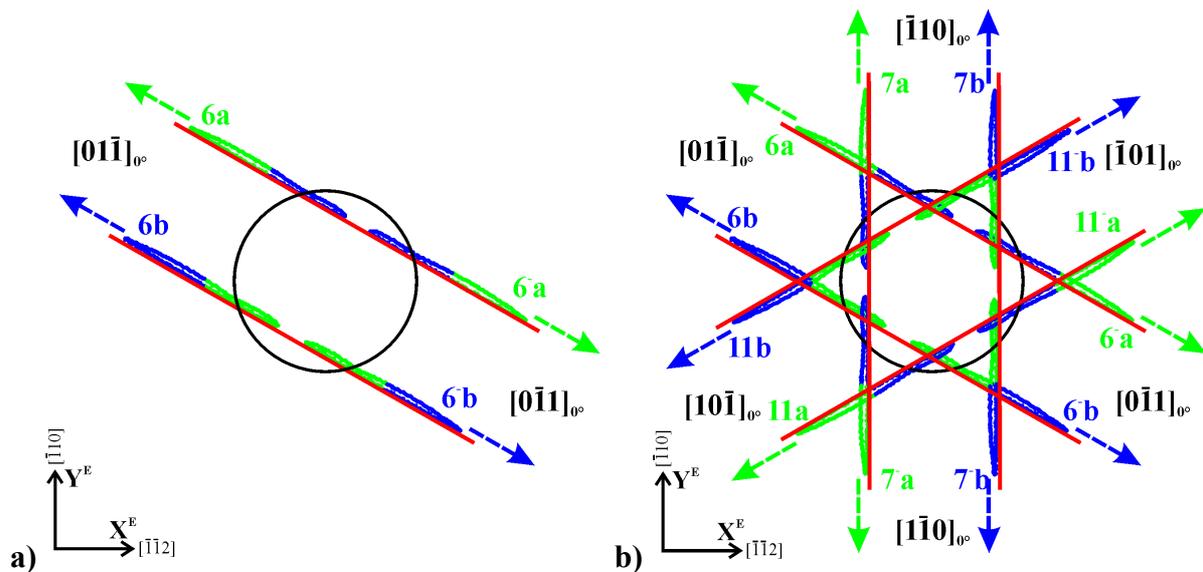


Abbildung 6.3-9; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (111)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in den Abbildungen 6.3-8 b & c **a)** Struktur für Gleitsystem 6 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

Die letzte gleichartig belastete Gruppe ist die durch das mit 5 indizierte Gleitsystem charakterisierte Gruppe, welche bei (111)-Oberflächenorientierung am stärksten belastet wird. Sie ist durch Gleitrichtungen gekennzeichnet, die einen Winkel von 55° mit der Oberfläche einschließen. In der durch $Z^E = 0,45 a^{an}$ beschriebenen Ebene wird die maximale wirksame Scherspannung von $0,395 p_m^{is}$ erreicht. Es existiert, wie in Abbildung 6.3-10 a zu sehen ist, nur eine Stelle im jeweiligen Gleitsystem und somit auch nur eine Gleitebene, an der diese maximale Belastung angreift. Diese Gleitebene ist durch $X^G = 0,56 a^{an}$ bestimmt und in Abbildung 6.3-10 b mit ihrer wirksamen Scherspannungsbelastung dargestellt. Die aus Abbildung 6.3-10 b folgende Versetzungslinienstruktur ist in Abbildung 6.3-11 a skizziert. Der Versetzungsring breitet sich mit seinem α -Typ Stufenanteil in den Halbraum aus, während sich der β -Typ Anteil in Richtung Oberfläche bewegt. Aus Abbildung 6.3-11 b, in der die Strukturen und Typen der Versetzungen aller Gleitsysteme dieser Gruppe (4, 5, 8, 9, 12 u.10⁷) berücksichtigt sind, folgt, dass für die betrachtete (111) Oberflächenorientierung alle Versetzungsringanteile, die zum Spannungsabbau in den Halbraum gleiten, vom α -Typ sind. Die Struktur in Abbildung 6.3-11 b kann als 6 blättrige Blüte aufgefasst werden, wobei jedes Blatt durch zwei Versetzungsschleifen (in / aus dem Halbraum orientiert und vom α / β -Typ) umschlossen wird, die mit jeweils einem benachbarten Blatt die gleiche Gleitrichtung besitzen. Im Zentrum dieser Abbildung ist ein gleichseitiges dreiecksähnliches Gebilde mit leicht gekrümmten Seiten, dessen Ecken in die Gleitrichtungen $[\bar{1}0\bar{1}]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ und $[0\bar{1}\bar{1}]$ zeigen, zu erkennen.

tierende Versetzungslinienstruktur des Gleitsystems 2 ist in Abbildung 6.3-13 a dargestellt. Nach dieser bewegen sich Versetzungen bezüglich des Kontaktgebietes mit α -Typ Stufenanteil nach außen und mit β -Stufenanteil nach innen parallel zur X^E Achse.

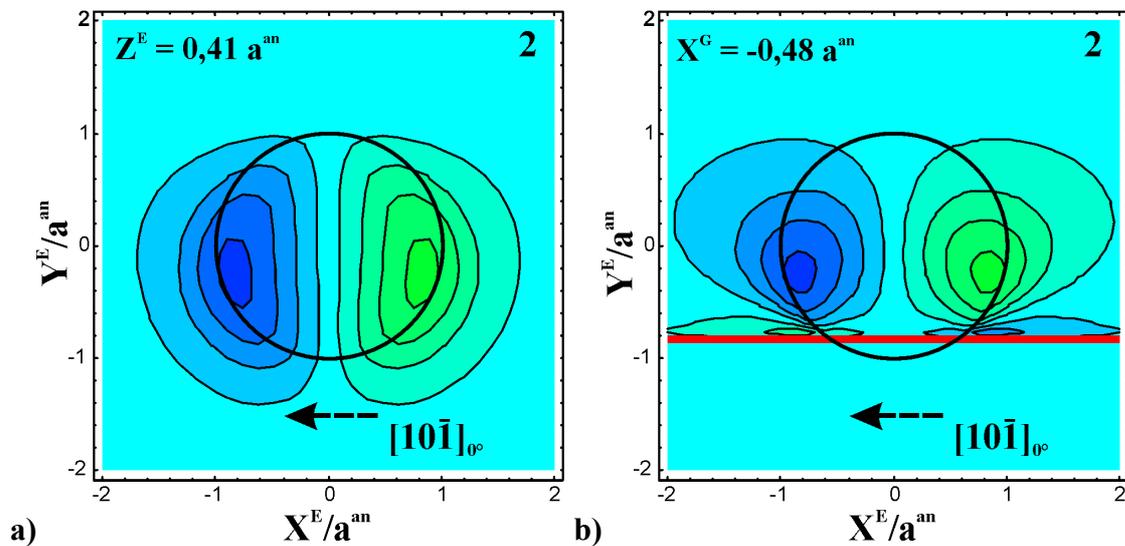


Abbildung 6.3-12; Spannungverteilung bei Indentierung der (101)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 2 erreicht wird, und **b)** in der maximal belasteten Gleitebene dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

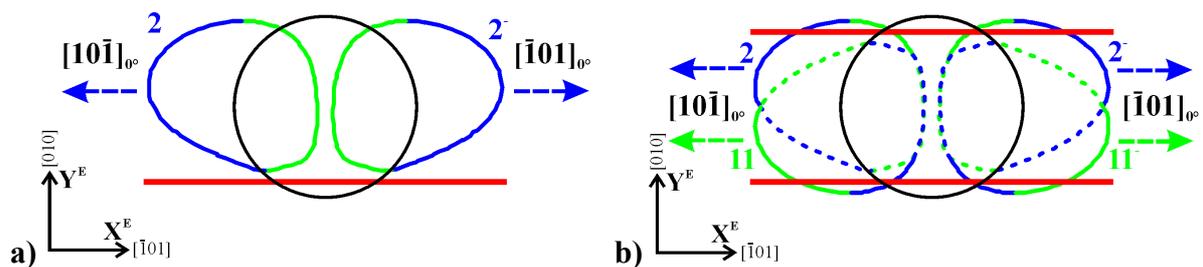


Abbildung 6.3-13; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (101)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-12 **a)** Struktur für Gleitsystem 2 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

In Abbildung 6.3-13 b ist das andere Gleitsystem dieser Gruppe zusätzlich eingezeichnet, welches sich im Typ der nach außen bzw. innen gleitenden Versetzungen vom mit 2 indizierten unterscheidet, was aus der Betrachtung der Konturdarstellungen im Anhang A II oder des Thompson Tetraeders folgt. Somit ergeben sich Versetzungslinienstrukturen, die aus je zwei parallel in und entgegen der $[10\bar{1}]$ Richtung (gemäß Tabelle 6.1-1 identisch der $-\bar{X}_1^E$ Achse) gleitenden Versetzungsringen mit unterschiedlichem Typ des Stufenanteils gebildet werden. Die nächste Gruppe besteht aus vier Gleitsystemen (1', 3, 10 und 12'), die durch Gleitrichtungen charakterisiert werden, die mit der Oberfläche einen Winkel von 30° einschließen und auf den Gleitebenen liegen, dessen Normalenvektoren im Winkel von ca. 55° zur Oberfläche orientiert sind. Diese Gruppe ist die, welche von allen hier analysierten Oberflächenorientierungen am stärksten belastet wird. In der Ebene $Z^E = 0,45 a^{\text{an}}$ werden in diesen Systemen maximale wirksame Scherspannungen von $0,430 p_m^{\text{is}}$ erreicht.

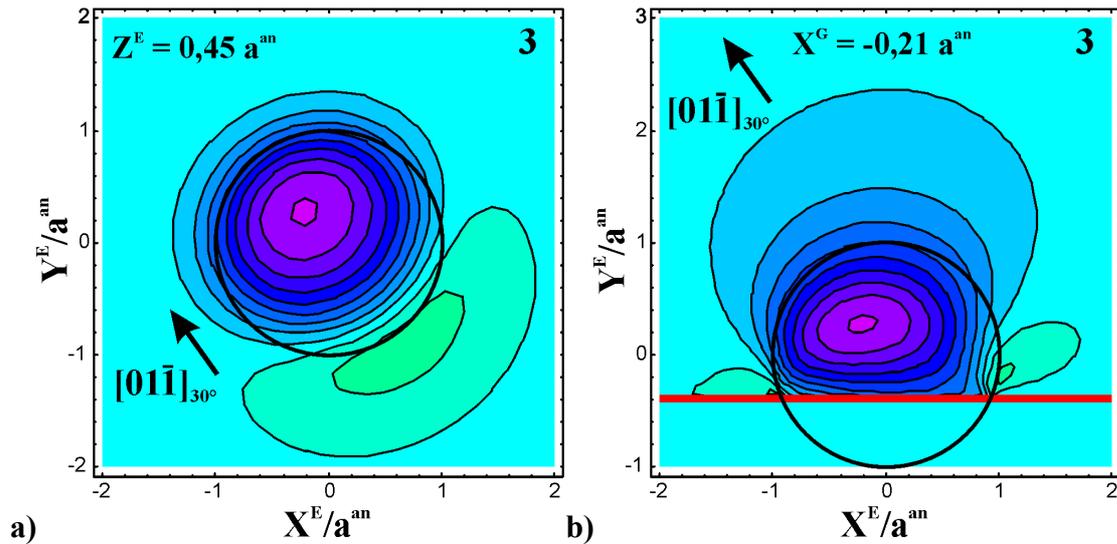


Abbildung 6.3-14; Spannungverteilung bei Indentierung der (101)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 3 erreicht wird, und **b)** in der maximal belasteten Gleitebene dieses Gleitsystems in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene

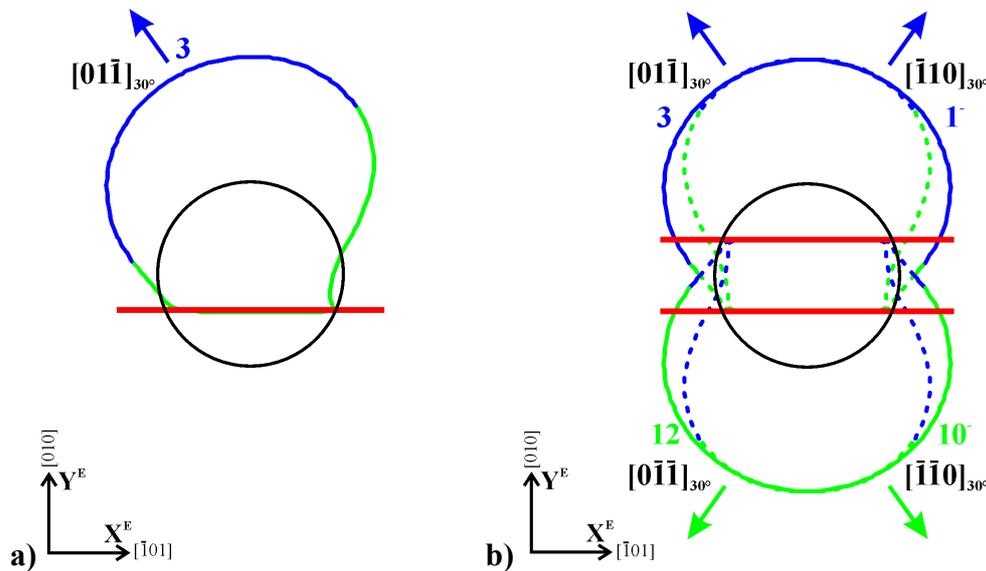


Abbildung 6.3-15; Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (101)-Oberfläche folgend aus der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-14 **a)** Struktur für Gleitsystem 3 und **b)** Struktur für alle Gleitsysteme dieser Gruppe

Abbildung 6.3-14 a zeigt die Spannungsverteilung der Scherbelastungen des Gleitsystems 3 in dieser Ebene. Die durch die einzige Extremalstelle, an der die maximale Scherbelastung dieses Systems auftritt, definierte Gleitebene ist durch $X^G = -0,21 a^{an}$ bestimmt. Die Spannungsverteilung in dieser Gleitebene und die resultierende Struktur der Versetzungslinien in diesem System sind in den Abbildungen 6.3-14 b und 6.3-15 a dargestellt. Wenn die Strukturen und Typen der Versetzungslinien aller Gleitsysteme dieser Gruppe beachtet werden, ergibt sich die Situation in Abbildung 6.3-15 b. Die in Richtung $[\bar{1}10]$ und $[01\bar{1}]$ in den elastischen Halbraum gleitenden Versetzungslinien der Gleitsysteme 1^- und 3 bewegen sich auf der gleichen Gleitebene und besitzen einen Stufenanteil vom β -Typ. Die inneren Schraubenanteile der Versetzungen dieser Systeme (grün gestrichelt in Abbildung 6.3-15 b) können sich weg-

heben, so dass die äußere Kontur verbleibt. Die anderen beiden Gleitsysteme (10⁻, 12) besitzen prinzipiell die gleichen Eigenschaften wie die Systeme 1⁻ und 3, wobei deren Versetzungstyp des Stufenanteils der jeweils andere ist und die Gleitrichtungen durch $[\bar{1}\bar{1}0]$ und $[0\bar{1}\bar{1}]$ gebildet werden. Die Struktur der Versetzungslinien in Abbildung 6.3-15 b kann als zwei entlang der Y^E-Achse liegende, leicht ineinander geschobenen Kreise beschrieben werden. Einer der Kreise besitzt im Wesentlichen einen Stufenanteil vom β- und der andere vom α-Typ.

Die anderen beiden noch ausstehenden Gleitsystemgruppen (5⁻ u. 8⁻ bzw. 4, 6,7 u. 9⁻) besitzen Gleitebenen, deren Flächennormalen parallel zur Oberfläche orientiert sind. Somit folgt, dass die Versetzungslinienstrukturen in diesen Gleitebenen bei Projektion in die X^E-Y^E-Ebene linienförmig werden, wobei sich die in und aus dem Halbraum gleitende Versetzungen überlagern. Zu Darstellung der wirksamen Scherspannungen, die an diesen Gleitsystemen angreifen, wurde daher neben der bewährten Darstellung der Spannungsverteilung in den parallel zur Oberfläche liegenden Ebenen, in der die maximale Belastung des jeweiligen Gleitsystems erreicht wird, die Belastungen der Y^G-Z^G-Ebene dargestellt, was dem direkten Blick normal auf die maximal belastete Gleitebene(n) entspricht. Dort sind mit roten Geraden wieder die Schnittlinien mit der indentierten Oberfläche eingetragen. Da die Y^G-Richtung stets so gewählt wurde, dass sie in die betrachtete Gleitrichtung zeigt, müssen die Gleitrichtungen in diesen Abbildungen stets in die Richtung der Y^G-Achse zeigen. Die Strukturen der Versetzungslinien, die aus den Spannungsverteilungen in den Gleitebenen folgen, sind in Projektion auf die X^E-Y^E-Ebene dargestellt.

In den Strukturdarstellungen sind die Versetzungslinienanteile, die in das Material gleiten dicker und durchgehend gezeichnet, während sich die in Richtung Oberfläche bewegenden dünner und punktiert mit rot ausgefüllten Zwischenräumen dargestellt sind.

Die erste dieser Gruppen besteht aus den beiden Gleitsystemen (5⁻ und 8⁻, vgl. Tabelle 6.2-3), die senkrecht zur Oberfläche orientierte Gleitrichtungen besitzen. Gleitsystem 5⁻ soll als Repräsentant dieser Gruppe näher betrachtet werden. Die maximale wirksame Scherbelastung dieser Systeme beträgt $0,299 p_m^{is}$ und wird in der Ebene $Z^E = 0,35 a^{an}$ erreicht. Es existieren zwei Extremstellen, wie in Abbildung 6.3-16 a ersichtlich ist. Diese befinden sich auf den zwei Gleitebenen $X^G = -0,81 a^{an}$ und $X^G = 0,81 a^{an}$. Die Spannungsverteilung in diesen beiden Gleitebenen ist in den Abbildungen 6.3-16 a und b in Normalsicht auf selbige dargestellt. Die aus diesen Abbildungen resultierende Versetzungslinienstruktur bei Betrachtung normal zur X^E-Y^E-Ebene ist in der Abbildung 6.3-16 d eingezeichnet. Die Versetzungsringe, die in der Projektion zu Geraden werden, da die Gleitebenennormalen parallel zur Oberfläche orientiert sind, unterscheiden sich im Versetzungstyp des Stufenanteils der in bzw. aus dem elastischen Halbraum gleitenden Versetzungen.

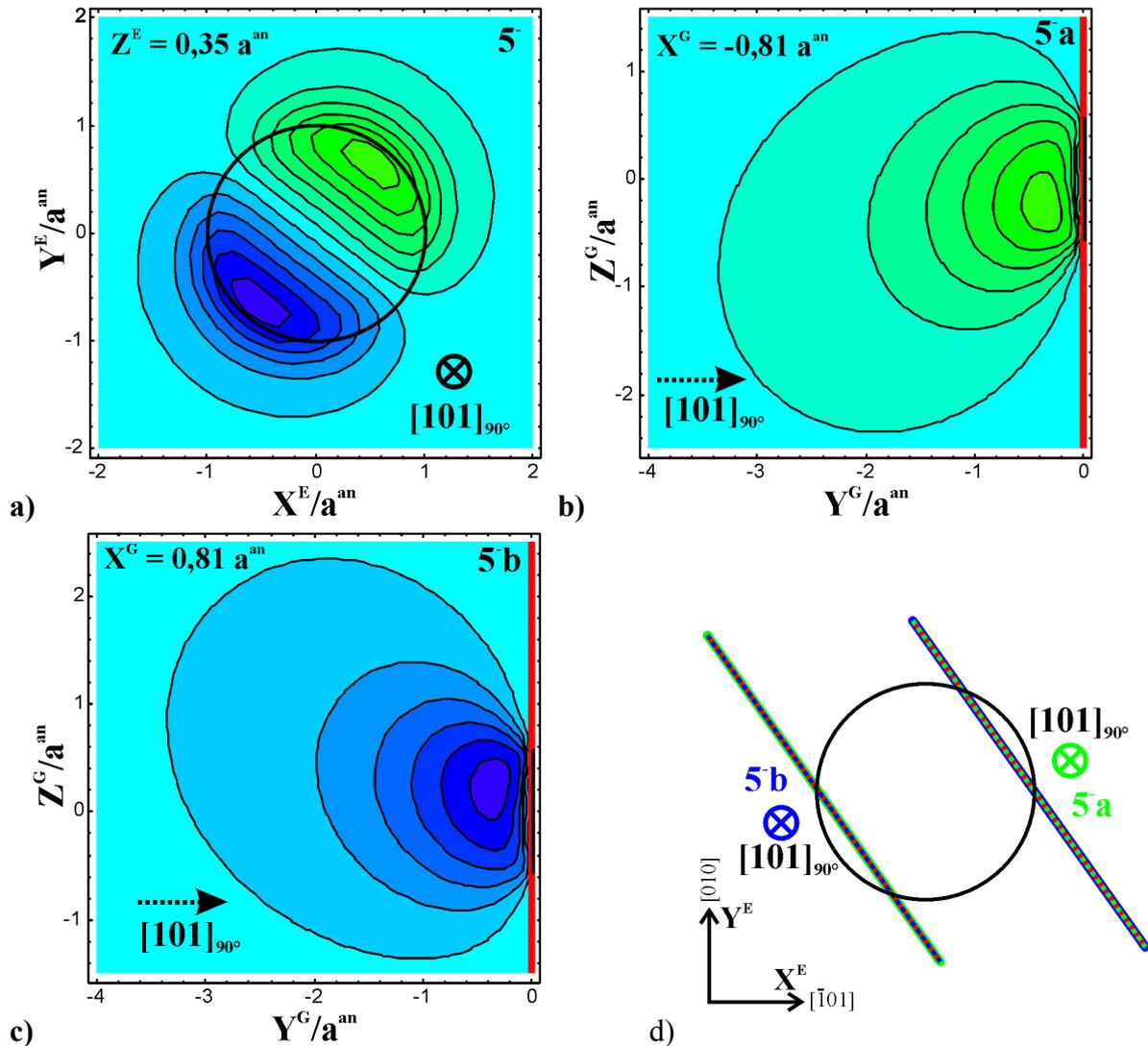


Abbildung 6.3-16; Spannungsverteilung bei Indentierung der (101)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 4 erreicht wird, **b)** bzw. **c)** in den maximal belasteten Gleitebenen dieses Gleitsystems und **d)** Versetzungs-linienstruktur, die aus den Abbildungen 6.3-16 b & d in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene folgt

Die letzte zu betrachtende Gruppe besteht aus den Gleitsystemen (4, 6, 7 u. 9), deren Gleitebenen ebenfalls Normalen besitzen, die parallel zur Oberfläche orientiert sind, während die Gleitrichtungen einen Winkel von 30° mit dieser einschließen. Diese Gruppe, die am Beispiel des mit 6 indizierten Gleitsystems behandelt werden soll, wird maximal in der Ebene $Z^E = 0,47 a^{an}$ mit einer wirksamen Scherspannung von $0,225 p_m^{is}$ beansprucht.

Abbildung 6.3-17 a zeigt die Spannungsverteilung in dieser Ebene, woraus ersichtlich ist, dass nur eine Extremstelle existiert. Diese befindet sich auf der Gleitebene $X^G = -0,67 a^{an}$, die der dargestellten Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-17 b zugrunde liegt.

In Abbildung 6.3-18 a ist die resultierende Versetzungs-linienstruktur für das System 6 in Projektion auf die X^E - Y^E -Ebene dargestellt. Da die Gleitrichtungen jetzt nicht parallel zur Oberflächennormalen orientiert sind, folgt notwendigerweise, dass die in den und aus dem Halbraum gleitenden Versetzungen sowohl α - als auch β -Typ Stufenanteile haben, wobei die Be-

reiche des Stufenanteils vom α - und β - Typ bei Betrachtung normal zu X^E - Y^E -Ebene jeweils anders aufgeteilt sind.

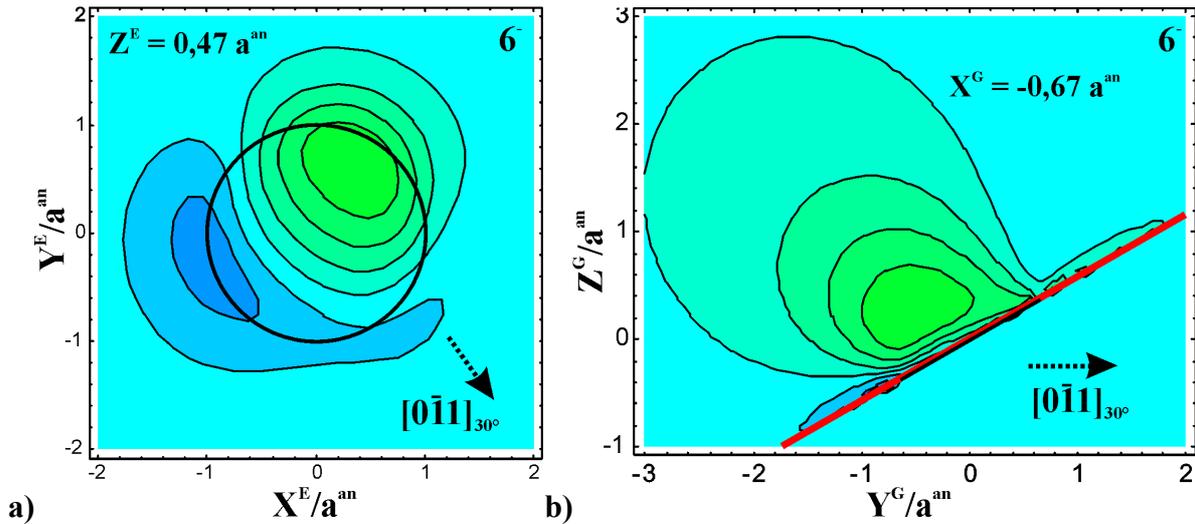


Abbildung 6.3-17; Spannungverteilung bei Indentierung der (101)-Oberfläche **a)** in der oberflächenparallelen Ebene, in der die maximale Scherbelastung des Gleitsystems 6 erreicht wird, und **b)** in der maximal belasteten Gleitebene dieses Gleitsystems

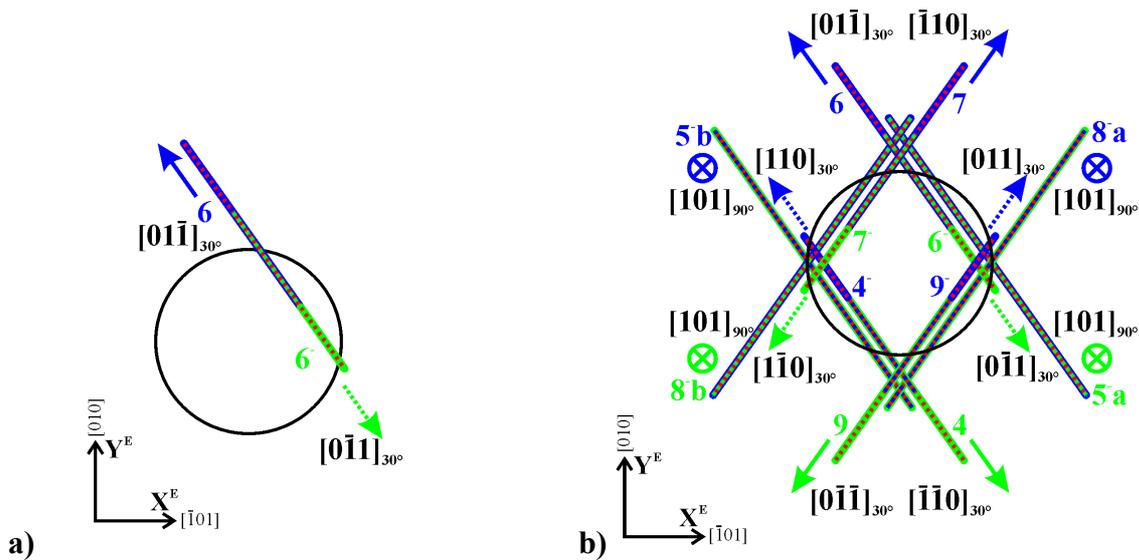


Abbildung 6.3-18; **a)** Versetzungslinienstruktur bei Indentierung der (101)-Oberfläche folgend aus der Spannungverteilung in Abbildung 6.3-17 b für Gleitsystem 1 folgt und **b)** Versetzungslinienstruktur für alle Gleitsysteme mit Gleitebenen, deren Normalenvektor parallel zur Oberfläche orientiert ist

In Abbildung 6.3-18 b sind die Versetzungslinienstrukturen aller Gleitsysteme der beiden Gruppen mit oberflächenparallelen Gleitebenenormalen zusammengestellt. Die Struktur ist die eines gleichseitigen Parallelogramms, dass mit der längeren Diagonale entlang der Y^E -Achse ausgerichtet ist. In Richtungen mit in die (entgegen der) Y^E -Achse orientierten Komponenten bewegen sich Versetzungen mit Stufenanteilen vom β -(α -) Typ.

6.4 Anzahl und Größe der nukleierten geometrisch notwendigen Versetzungsringe

Die Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe wird aus der plastischen Eindringtiefe h_p , die nach Eintreten des Pop-In-Effektes und Entlastung verbleibt, mit Gleichung (5.4-2) unter den in Abschnitt 5.4 angegebenen Bedingungen abgeschätzt. In Tabelle 6.4-1 ist die Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe N_{geo} (n_{geo} Anzahl der Versetzungsringe pro maximal belastetem Gleitsystem) normiert auf die experimentell zu bestimmende plastische Eindringtiefe h_p angegeben. Da die Burgers-Vektoren der Partialversetzungen kleiner sind, ergibt sich in diesem Fall eine höhere Versetzungsringanzahl.

Tabelle 6.4-1; Bestimmung der geometrisch notwendigen Versetzungsringe pro plastischer Eindringtiefe (N_{GS} ...Anzahl der maximal belasteten Gleitsysteme, α ...Winkel zwischen Gleitrichtung und Oberfläche, b ...Burgers-Vektor, n_{geo} ...geometrisch notwendige Anzahl von Versetzungsringen pro maximal belastetem Gleitsystem, N_{geo} ...Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe, siehe auch Abschnitt 5.4)

Oberfläche	N_{GS}	α	$ \vec{b} _{\text{perfekt}}$ (nm)	$ \vec{b} _{\text{partial}}$ (nm)	n_{geo}/h_p (nm^{-1})	
					perfekt partial	perfekt partial
(001)	8	45°	0,400	0,231	3,5 6,1	
(111); ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	6	55°			3,1 5,3	
(101)	4	30°			5,0 8,6	

Den Spannungsverteilungen in den maximal belasteten Gleitebenen kann in Aufsicht die Größe der Versetzungsringe unter Belastung und Beachtung der groben Vereinfachungen (siehe Abschnitt 5.4) für die verschiedenen Oberflächenorientierungen entnommen werden. Die Spannungsverteilungen in der maximal belasteten Gleitebene werden jeweils im Moment des Erreichens der kritischen Scherspannung in den Abbildungen 6.4-1 a bis c dargestellt. Zur Ermöglichung der Skalierung der Graphen wurde ein Verrundungsradius des Indenters von 300 nm und eine kritische zu erreichende Scherspannung von 4,5 GPa angenommen. Daraus ergeben sich die in Tabelle 6.4-2 angegebenen mittleren „isotropen“ Kontaktdrücke und „anisotropen“ Kontaktradien. Die resultierenden Versetzungsringradien sind für drei verschiedene Konfigurationen abgeschätzt worden. Die erste ist der perfekte Versetzungsring, die zweite der Partialversetzungsring mit Stapelfehler und die dritte ein Paar von Partialversetzungsringen, bei dem sich die Stapelfehler wegheben. Die dritte Konfiguration stellt näherungsweise einen dissoziierten Versetzungsring dar, wobei der Stapelfehler vernachlässigt wird. Aus dem in Abbildung 6.4-1 d dargestelltem Fernfeld der Rückstellspannung (2.3-15 a) können näherungsweise die Gleichgewichtsspannungen und daraus dann mit Hilfe der Abbildungen 6.4-1 a - c die mittleren Ringradien bestimmt werden.

In Tabelle 6.4-2 sind die so bestimmten Ringradien angegeben. Anhand der dargestellten Spannungsverteilungen werden die kleinsten Ringdurchmesser für die (101) orientierte Probe erwartet, während für die anderen Oberflächenorientierungen ähnliche Radien vorhergesagt werden können. Wegen der starken zugrunde liegenden Vereinfachungen soll der Näherungscharakter der Ergebnisse dieses Abschnittes nochmals hervorgehoben werden. Dies führt da-

zu, dass nur das prinzipielle Verhalten unter der Annahme, dass für alle Probenorientierungen gleichartige Vorgänge in den Gleitebenen stattfinden, die den plastischen Spannungsabbau und die Strukturveränderungen bei Entlastung betreffen, qualitativ charakterisierbar ist. Insbesondere nach Entlastung muss beachtet werden, dass die Struktur der Versetzungsrosette möglicherweise durch das Restspannungsfeld, welches nach dem Pop-In-Sprung und weiterer plastischer Deformation als Folge von versetzungsinduzierten irreversiblen Störungen verbleibt, maßgeblich verändert wird (anelastische Deformation).

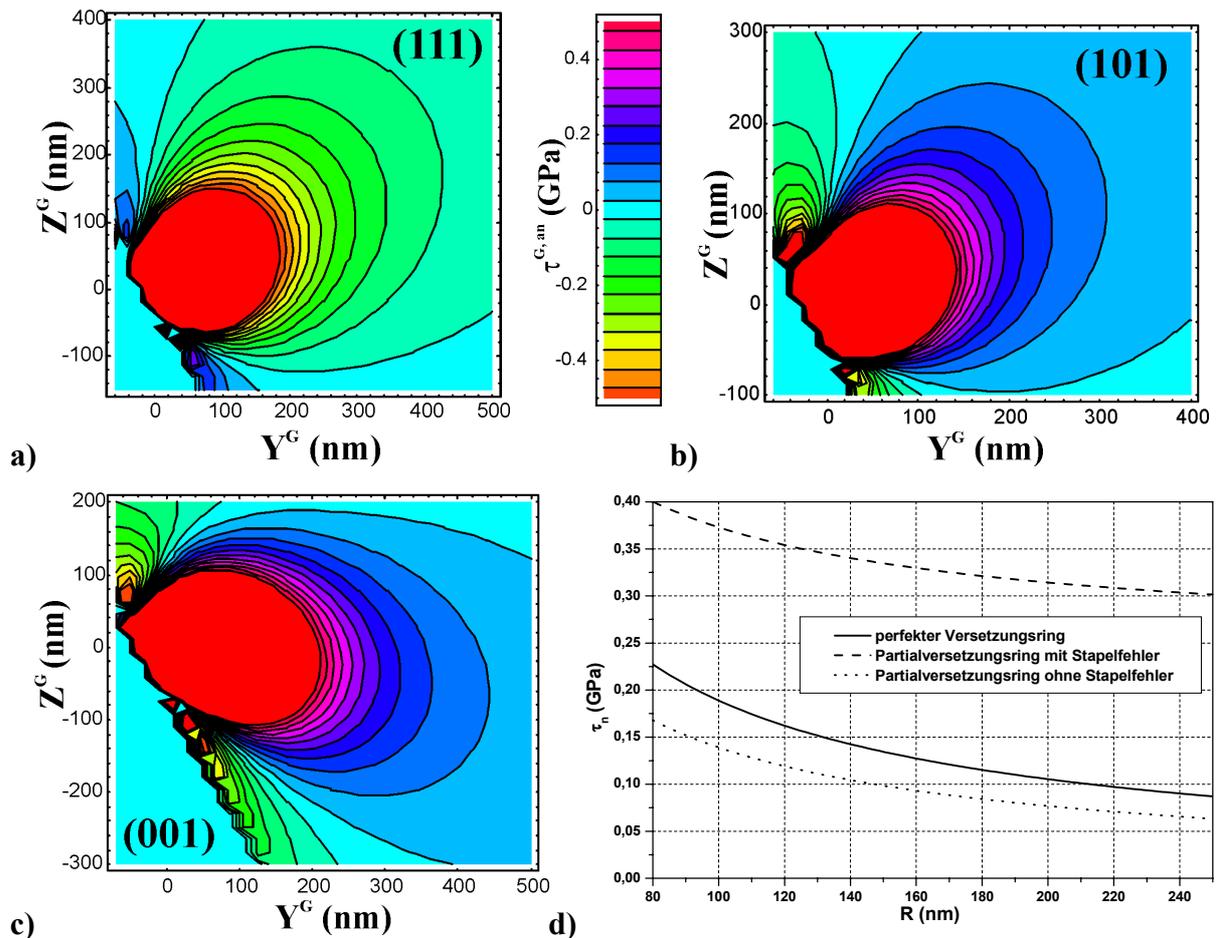


Abbildung 6.4-1; a) - c) Spannungsverteilungen zur Abschätzung der Versetzungsringgrößen in den maximal belasteten Gleitebenen beim Erreichen einer maximalen Scherspannung von 4,5 GPa. Der für die Berechnung benutzte Verrundungsradius des Indenters beträgt 300 nm. Die notwendigen mittleren isotropen Kontaktdrücke und anisotropen Kontaktradien sind in Tabelle 6.4-2 angegeben. Die teilweise auftretenden Artefakte (eckige Isokonturen) werden von der benutzten Punktdichte bei der Berechnung verursacht. **d)** Zusammenhang zwischen Rückstellspannung und Ringradius für Versetzungsringe verschiedener Konfigurationen in GaAs

Tabelle 6.4-2; Abschätzung der Versetzungsringradien durch Vergleich des jeweiligen kontaktinduzierten Spannungsfeldes (Abbn. 6.4-1 a-c) mit der „Rückstellspannung“ (Abb. 6.4-1 d), (R_{Loop} ...Versetzungsringradien bei verschiedenen Konfigurationen, p_m^{is} ...mittlerer „isotroper“ Kontaktdruck, a^{an} ...„anisotroper“ Kontaktradius)

Oberfläche	p_m^{is} (GPa)	a^{an} (nm)	R_{Loop} (nm) perfekt	R_{Loop} (nm) partial ohne SF	R_{Loop} (nm) partial mit SF
(001)	13,0	84,7	≈ 220	≈ 270	≈ 120
(111); ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	11,4	70,6	≈ 200	≈ 250	≈ 120
(101)	10,5	65,7	≈ 130	≈ 160	≈ 100

7 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

Die im letzten Kapitel aus der elastischen und plastischen Anisotropie abgeleiteten Vorstellungen bezüglich der Nukleation von Versetzungsringen sollen nun mit experimentellen Ergebnissen verglichen werden. Diese wurden aus Indentierungsexperimenten und transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen der erzeugten Defektstrukturen gewonnen. Für wesentliche Teilergebnisse wird auch der Vergleich zur elastisch isotropen Rechnung angestellt.

7.1 Experimentelle Bedingungen

Die Anforderungen an die Eindruck-Experimente sind aus verschiedener Sicht sehr diffizil. Zum einen werden in der Kraft- und Wegmessung möglichst geringe Fehler erwartet, zum anderen sollen die Experimente aber auch möglichst schnell ablaufen. Deshalb wurden zwei prinzipiell unterschiedliche Typen von Experimenten mit (Typ I) bzw. ohne (Typ II) Haltesegment programmiert. Die Programmstruktur dieser beiden Typen ist im Belastungsbereich identisch und durch kraftgesteuerte Belastung mit konstanter Belastungsrate FR (Kraft pro Zeit) bis zur Maximallast F_{\max} charakterisiert, während die Entlastungsbereiche verschieden sind. Die Entlastung beim Typ I erfolgt mit der gleichen Rate wie bei der Belastung und beim Typ II mit der größtmöglichen Entlastungsrate (im benutzten Lastbereich ca. $285 \mu\text{N/s}$). In den Abbildungen 7.1-1 a und b sind die zeitabhängigen Kraftverläufe der beiden Experimenttypen vergleichend dargestellt.

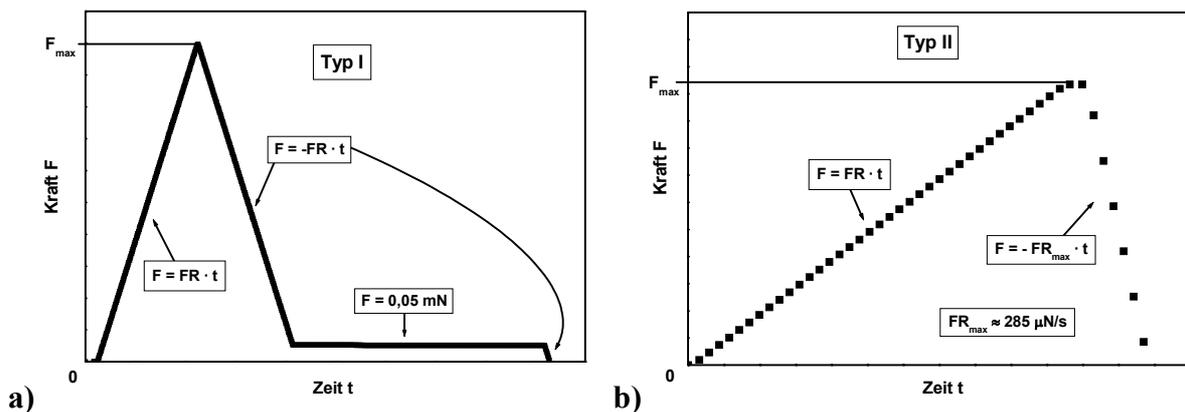


Abbildung 7.1-1; Programmierte Kraftverläufe der Experimente vom a) Typ I und b) Typ II

Die Experimente vom Typ I mit Haltesegment erlauben die Korrektur der thermischen Drift, womit diesbezügliche in die Wegmessung eingehende Fehler verlässlich korrigiert werden können. Diese Messungen wurden zur Bestimmung des Verrundungsradius des Indenters und der während des gesamten Experimentes dissipierten Energie benutzt, da in diesen Ergebnissen die Genauigkeit der Wegmessung entscheidenden Einfluss hat.

Die Experimente vom Typ II kamen zur Erzeugung großflächiger Eindruck-Felder zum Einsatz und ermöglichten innerhalb von 4 Tagen ein Gebiet von $600 \mu\text{m}$ mal $800 \mu\text{m}$ an 1200

Positionen (300 Eindrücke pro Tag) zu indentieren. Diese großen Arrays waren notwendig, um mit einer dem Versuchsaufwand (sehr aufwendige Probenpräparation) angepassten Sicherheit einige Eindrücke im TEM zu finden.

7.2 Spannungsanalyse

7.2.1 Bestimmung des Kraft-Weg-Zusammenhangs

Der Kraft-Weg-Zusammenhang bei rein elastischem Kontakt wird entsprechend den Ausführungen in den Abschnitten 5.1 und 6.1 als orientierungsunabhängig betrachtet und ist durch den Parameter B aus Gleichung (5.2-1 a) bestimmt. Dieser wird durch Anpassung von Gleichung (7.2-1) an den Verlauf der Messkurven im rein elastischen Kontakt-Bereich vor dem Pop-In-Sprung ermittelt und dann für alle Orientierungen gleichermaßen benutzt.

$$F = B \cdot (h - h_0)^2 \quad (7.2-1)$$

Der Parameter h_0 erlaubt eine Feinbestimmung des Nullpunktes der Messkurven. Zur Ermittlung des „isotropen“ mittleren Kontaktdruckes p_m^{is} muss gemäß Gleichung (5.2-1 b) zusätzlich zum Parameter B entweder der Verrundungsradius des Indenters oder der Elastizitätsmodul des Materials bekannt sein.

Hier wird der effektive Elastizitätsmodul E_{Hill}^* nach Gleichung (2.2-24 b) unter Verwendung der nach Hill'scher Mittelung folgenden elastischen Parameter von GaAs benutzt, um den Verrundungsradius mit Gleichung (7.2-2) zu bestimmen.

$$R_i = \left(\frac{3}{4} \cdot \frac{B}{E_{Hill}^*} \right)^2 \quad (7.2-2)$$

Somit sind die notwendigen Parameter zur eindeutigen Beschreibung des Kraft-Eindringtiefenverhaltens im elastischen Kontaktbereich und des mittleren „isotropen“ Kontaktdruckes (2.2-19), der zur Übertragung der Ergebnisse aus Kapitel 6 notwendig ist, bekannt.

Da Fehler bei der Wegmessung einen entscheidenden Einfluss auf die Anpassung haben, wurden hier Experimente vom Typ I durchgeführt. An allen Oberflächenorientierungen sind jeweils direkt vor Anfertigung der großflächigen Eindruck-Felder zwei Versuchsreihen durchgeführt worden. Die erste Versuchsreihe bestand für alle Orientierungen aus 30 Indentierungsexperimenten mit einer Maximallast von $F_{max} = 1$ mN und einer Belastungsrate von $FR = 50$ μ N/s. Eine zweite orientierungsspezifische Versuchsreihe von je 15 Experimenten wurde so programmiert, dass die Entlastung kurz nach Einleitung des Pop-In-Effektes erfolgte.

Oberfläche	F_{max} (mN)	FR (μ N/s)
(001)	0,330	50
(111); ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	0,260	50
(101)	0,175	40

Tabelle 7.2-1; Parameter zur Durchführung der oberflächenspezifischen Experimente

In Tabelle 7.2-1 sind die Maximallasten, die anhand der ermittelten kritischen Kräfte der ersten Versuchsreihe bestimmt wurden, und die Belastungsraten zur Programmierung dieser zweiten Versuchsreihe angegeben. Die Lastrate der Experimente auf der (101) Oberfläche wurde zur Erhöhung der Messpunktdichte auf 40 mN/s reduziert.

An den erhaltenen Messkurven wurde nach der Korrektur der thermischen Drift mittels Anpassung von Gleichung (7.2-1) im elastischen Bereich bis zum Pop-In-Sprung die Nullpunktsfeinbestimmung durchgeführt. Dazu erfolgte eine iterative Wiederholung der Anpassung, bis der Parameter h_0 kleiner als $\pm 0,1$ nm war.

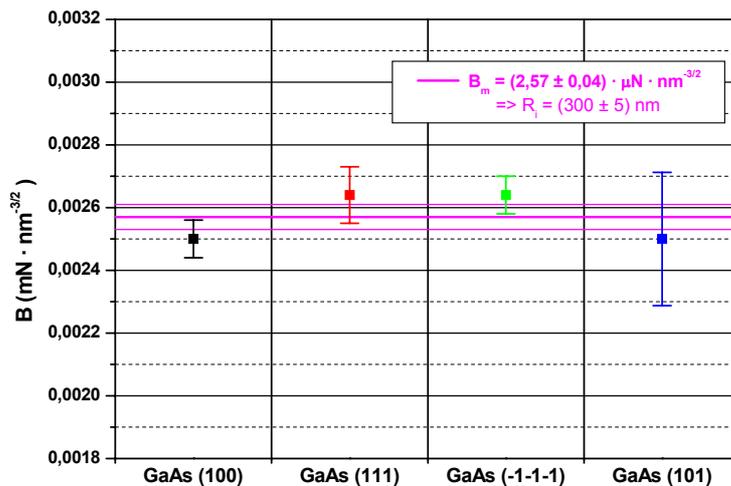


Abbildung 7.2-1; Darstellung der durch Anpassung von Gleichung (7.2-1) bestimmte B-Parameter für die einzelnen Oberflächenorientierungen und der resultierende Mittelwert B_m mit Fehler

Abbildung 7.2-1 zeigt die so erhaltenen B-Parameter mit ihrer Standardabweichung und dem Mittelwert B_m , der aus den Ergebnissen der verschiedenen Oberflächenorientierungen bestimmt wurde. Es ist ersichtlich, dass die ermittelten Parameter aller Oberflächenorientierungen mit geringem Fehler durch den angegebenen Mittelwert charakterisiert werden können. Die Standardabweichungen be-

schreiben die Qualität der Oberfläche, wobei insbesondere die Krümmung $1/R_{HR}$ (R_{HR} Krümmungsradius des Kontaktgebietes) des indentierten Bereiches einen wesentlichen Einfluss hat. Im Falle eines nicht ebenen Halbraumes führt die Krümmung des Kontaktgebietes in Gleichung (7.2-2) zu einem effektiven Radius R^* gemäß Gleichung (7.2-3 a).

$$R^* = \frac{R_i \cdot R_{HR}}{R_i + R_{HR}} \Rightarrow \frac{1}{R_{HR}} = \frac{R_i - R^*}{R^* \cdot R_i} \quad (7.2-3 \text{ a-b})$$

Somit ist auch die große Standardabweichung der (101)-orientierten Probe begründbar, da die dort benutzten Poliertechniken nicht dem hohen industriellen Standard entsprachen (siehe Abschnitt 3.1).

Der aus dem mittleren B-Parameter folgende Verrundungsradius des Indenters beträgt $R_i = (300 \pm 5)$ nm, was einem typischen Wert, wie er zum Beispiel in [11] angegeben ist, entspricht. Aus den Standardabweichungen B_{SD} der B-Parameter der einzelnen Oberflächenorientierungen folgen unter Beachtung von (7.2-2) die mit Gleichung (7.2-4 a) beschriebenen Streuungen ΔR^* des effektiven Krümmungsradius R^* . Diese erlauben es, mit Gleichung (7.2-4 b) die in Tabelle 7.2-2 angegebenen Parameter $\Delta(1/R_{HR})$ zur Charakterisierung der Oberflächenkrümmungen (Abweichungen von der als eben betrachteten Oberfläche) abzuschät-

zen. Die Gleichung (7.2-4 b) wurde aus dem totalen Differential von Gleichung (7.2-3 b) unter der Annahme bestimmt, dass $\Delta R_i \approx 0$ und $R^* \approx R_i = 300 \text{ nm}$ ist.

$$\Delta R^* = \left(\frac{3}{4} \cdot \frac{1}{E_{\text{Hill}}^*} \right)^2 \cdot 2 \cdot B_m \cdot B_{\text{SD}}; \quad \Delta \left(\frac{1}{R_{\text{HR}}} \right) \approx \left(\frac{1}{R_i} \right)^2 |\Delta R^*| \quad (7.2-4 \text{ a-b})$$

Oberfläche	$B_{\text{SD}} (\mu\text{N}/\text{nm}^{3/2})$	$ \Delta R^* (\text{nm})$	$\Delta(1/R_{\text{HR}}) (10^4 \text{ m}^{-1})$
(001)	0,06	14	15
(111)	0,09	21	23
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	0,06	14	15
(101)	0,21	50	55

Tabelle 7.2-2; Gemäß den Gleichungen (7.2-4 a-b) aus den Standardabweichungen B_{SD} der B-Parameter abgeschätzte Parameter $\Delta(1/R_{\text{HR}})$ zur Charakterisierung der Oberflächenkrümmung ($R^* \approx R_i = 300 \text{ nm}$, $\Delta R_i \approx 0$)

Die mittleren Messkurven (arithmetisches Mittel der Messkurven) der Experimente vom Typ I mit Maximallasten von 1 mN sind in Abbildung 7.2-2 dargestellt. Die Linien um die Mittelwertskurven sind durch die Standardabweichung der Eindringtiefe bestimmt und sollen

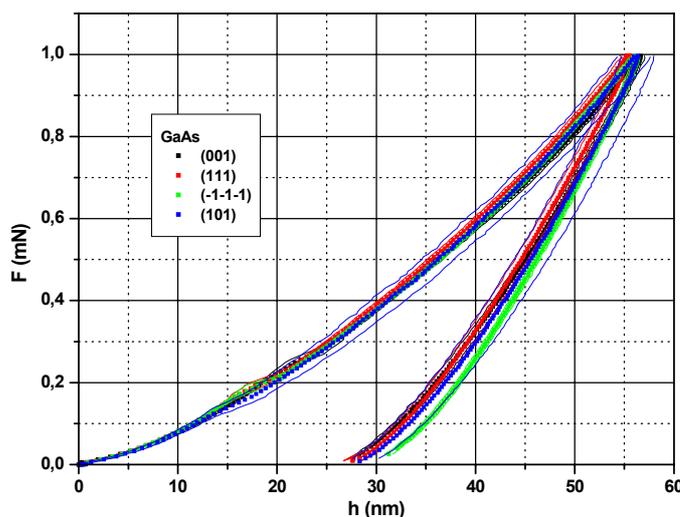


Abbildung 7.2-2; Gemittelte Messkurven mit Standardabweichungen der Experimente vom Typ I mit einer Maximalkraft von 1 mN und einer Lastrate FR von 50 mN/s

einen Überblick bzgl. der Reproduzierbarkeit geben. Der in einer einzelnen Messkurve stets durch eine Unstetigkeit (vgl. Abbildung 4-1) gekennzeichnete Pop-In-Sprung ist in diesen Mittelwerts-Kurven durch die Krümmungsänderung in der Belastungskurve erkennbar. Die aus Tabelle 6.2-4 erwartete Folge des Einsatzpunktes des Pop-In-Sprunges in der Reihenfolge 1.: (101), 2.: (111) bzw. $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ und 3.: (001) für die elastisch anisotrope Rechnung kann somit bereits in seiner Tendenz befürwortet werden,

während bei Gültigkeit der elastisch isotropen Rechnung die Reihenfolge der Einsatzpunkte der (111) bzw. $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ mit der (001) Orientierung vertauscht sein müssten.

Interessanterweise zeigen die im elastischen Bereich identischen Messkurven der (111) und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ orientierten Oberfläche unterschiedliches plastisches Verhalten, wobei die (111)-orientierte Oberfläche in Übereinstimmung mit [67] härter ist, was die geringeren Eindringtiefen nach dem Pop-In-Sprung zeigen. Aus Abschnitt 6.3 geht hervor, dass bei der (111) orientierten Probe α -Versetzungen und bei der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ β -Versetzungen während des Pop-In-Sprunges in den elastischen Halbraum gleiten. Dies ist überraschend, da die α -Versetzungen als beweglicher angenommen werden, was zur Erwartung führt, dass diese Oberflächen sich

gerade umgekehrt verhalten. Eine mögliche Erklärung dieser Messergebnisse aus [67] ist, dass sich die beweglicheren Versetzungen, die bei diesen Oberflächenorientierungen auf konvergierenden Bahnen gleiten, eher schneiden und somit an der Bewegung hindern (Lomer-Cottrell-Lock). Andererseits sei aber darauf hingewiesen, dass verlässliche Untersuchungen der Struktur und Beweglichkeit von Versetzungen in GaAs-Einkristallen bei Raumtemperatur bisher nicht existieren und die Zulässigkeit der Extrapolation von Zusammenhängen, wie die in Gleichung (2.3-7) dargestellten, die bei Temperaturen über 400°C gültig sind, bei Raumtemperatur durchaus in Frage zu stellen ist [68].

7.2.2 Bestimmung der kritischen Scherspannungen

Die Bestimmung der erreichbaren wirksamen Scherspannungen entspricht der Bestimmung der notwendigen Kraft F_p , die zur Einleitung des Pop-In-Effektes notwendig ist. Daraus werden mit den in Abschnitt 7.2.1 bestimmten Parametern der kritische mittlere „isotrope“ Kontaktdruck mit (2.2-19) und dann unter Verwendung der in Tabelle 6.2-4 angegebenen Verhältnisse die an den maximal beanspruchten Gleitsystemen wirksamen kritischen Scherspannungen bestimmt. Somit ist die kritische Kraft F_p die wesentliche Messgröße, während die Eindringtiefe zunächst keine Rolle spielt. Deshalb wurden Experimente vom Typ II zur Herstellung der großflächigen Eindruckarrays (30 x 40 Eindrücke im Abstand von 20 μm) mit den Maximallasten und Belastungsraten, wie sie in Tabelle 7.2-1 angegeben sind, durchgeführt. Die große Anzahl von Eindruckexperimenten erlaubt neben der erfolgreichen transmissions-

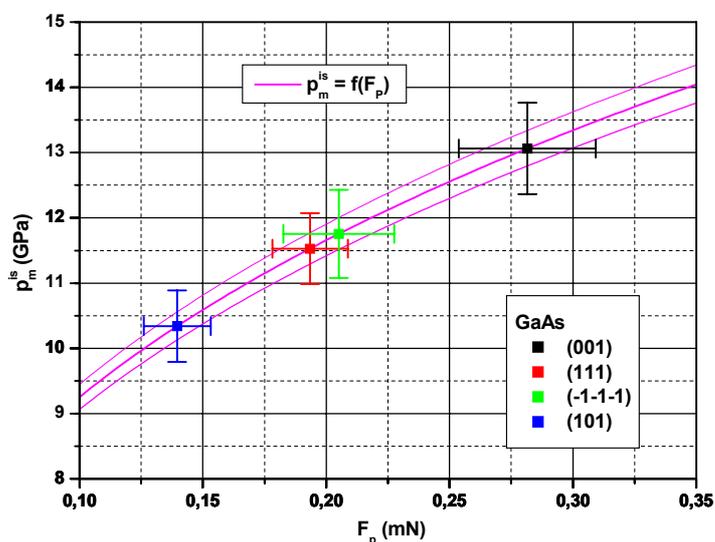


Abbildung 7.2-3; Darstellung der zur Einleitung des Pop-In-Sprunges notwendigen kritischen Kräfte F_p und die daraus folgenden erreichten mittleren isotropen Kontaktdrücke für die verschiedenen Oberflächen

und den {111} Oberflächen (ca. $\sqrt[3]{0,20\text{mN}} : \sqrt[3]{0,28\text{mN}} \approx 0,89$) sind identisch mit denen, die aus den in [12] angegebenen Kräften der gleichen GaAs-Oberflächen folgen ($\sqrt[3]{0,53} : \sqrt[3]{0,73} \approx 0,90$). Da diese Verhältnisse unabhängig vom Indenterradius sind, wie die

elektronenmikroskopischen

Untersuchungen auch eine statistische Auswertung des Pop-In-Effektes.

In Abbildung 7.2-3 sind die erreichten kritischen mittleren „isotropen“ Kontaktdrücke, die sich aus den Mittelwerten F_p der kritischen Kräfte für die verschiedenen Oberflächenorientierungen ergeben, dargestellt. Die Fehler folgen aus den Standardabweichungen von F_p und dem Fehler von B. Die Verhältnisse der dritten Wurzeln der kritischen Kräfte zwischen der (001)

Betrachtung von Gleichung (2.2-19) zeigt, kann dies als verlässliche Bestätigung der ermittelten Messergebnisse aufgefasst werden.

Die zur Einleitung des Pop-In-Effektes notwendige kritische Kraft F_P ist für die (101) orientierte Oberfläche am geringsten, während die (001) orientierte Probe die größte Kraft zur Einleitung der homogenen Versetzungsnukleation erfordert. Die daraus folgenden erreichten „isotropen“ mittleren Kontaktdrücke liegen im Bereich von etwa 10 GPa bis 13 GPa. Aus diesen Kontaktdrücken kann nun die wirksame Scherspannung, die an den maximal belasteten Gleitsystemen angreift, für die elastisch isotrope und anisotrope Rechnung mit Hilfe der in Tabelle 6.2-4 angegebenen Verhältnisse bestimmt werden. In Abbildung 7.2-4 sind diese kritischen Scherbelastungen für die untersuchten Orientierungen angegeben.

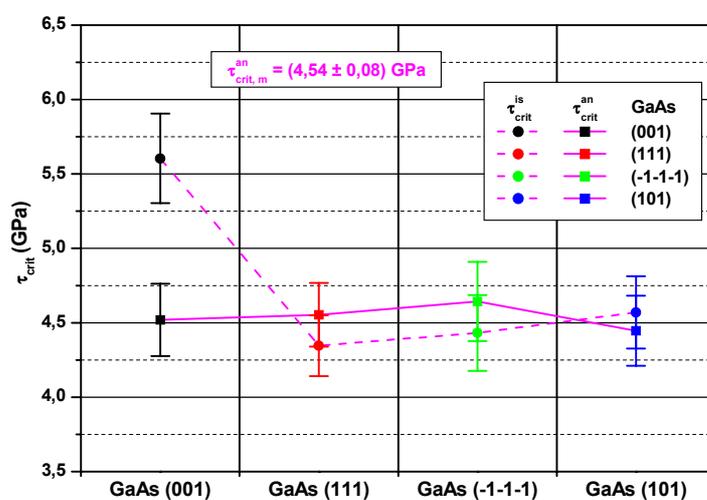


Abbildung 7.2-4; Erreichte wirksame kritische Scherspannungen in den maximal belasteten Gleitsystemen bei elastisch isotroper und anisotroper Rechnung

Es ist deutlich zu erkennen, dass nur im Falle der elastisch anisotropen Rechnung bei allen Oberflächenorientierungen die gleiche kritische Scherspannung erreicht wird. Dies wird prinzipiell auch erwartet, da für jede Orientierung gleichartige Versetzungsringe nukleiert werden sollten. Im Falle der isotropen Rechnung ergibt sich insbesondere für die (001) orientierte Probe eine deutlich größere kritische Scherspannung als bei den anderen Orientierungen.

Wenn dort kein anderer Nukleationsmechanismus vorliegt, wofür physikalisch keine Gründe existieren, sollte auch bei dieser Orientierung beim Erreichen der kritischen Scherspannung von ca. 4,5 GPa die homogene Versetzungsnukleation eingeleitet werden. Dies spricht eindeutig für die Qualität und Richtigkeit der hier vorgestellten anisotropen Modellerweiterung. Der Vergleich mit den in Tabelle 2.3-1 angegebenen theoretischen kritischen Schubspannungen zeigt eine beachtliche Konsistenz, wenn man bedenkt, dass diese Werte wegen der nicht genau bekannten inneren Abschneideradien mit Fehlern von bis zu 20 % behaftet sein können. Eine Unterscheidung der Typen der nukleierten Versetzungsringe ist aus der bei Raumtemperatur ermittelten kritischen Scherspannung nicht möglich. Untersuchungen bei verschiedenen Temperaturen sollten dies aber prinzipiell gestatten. Wenn der Typ des Versetzungsringes und die elastischen Parameter des Materials bekannt sind, ist es formal möglich aus den mittels Indentierungsexperimenten bestimmten kritischen Scherspannungen den versetzungsringenspezifischen Parameter für den inneren Abschneideradius unter Verwendung der Gleichungen (2.3-15 a-d) zu ermitteln.

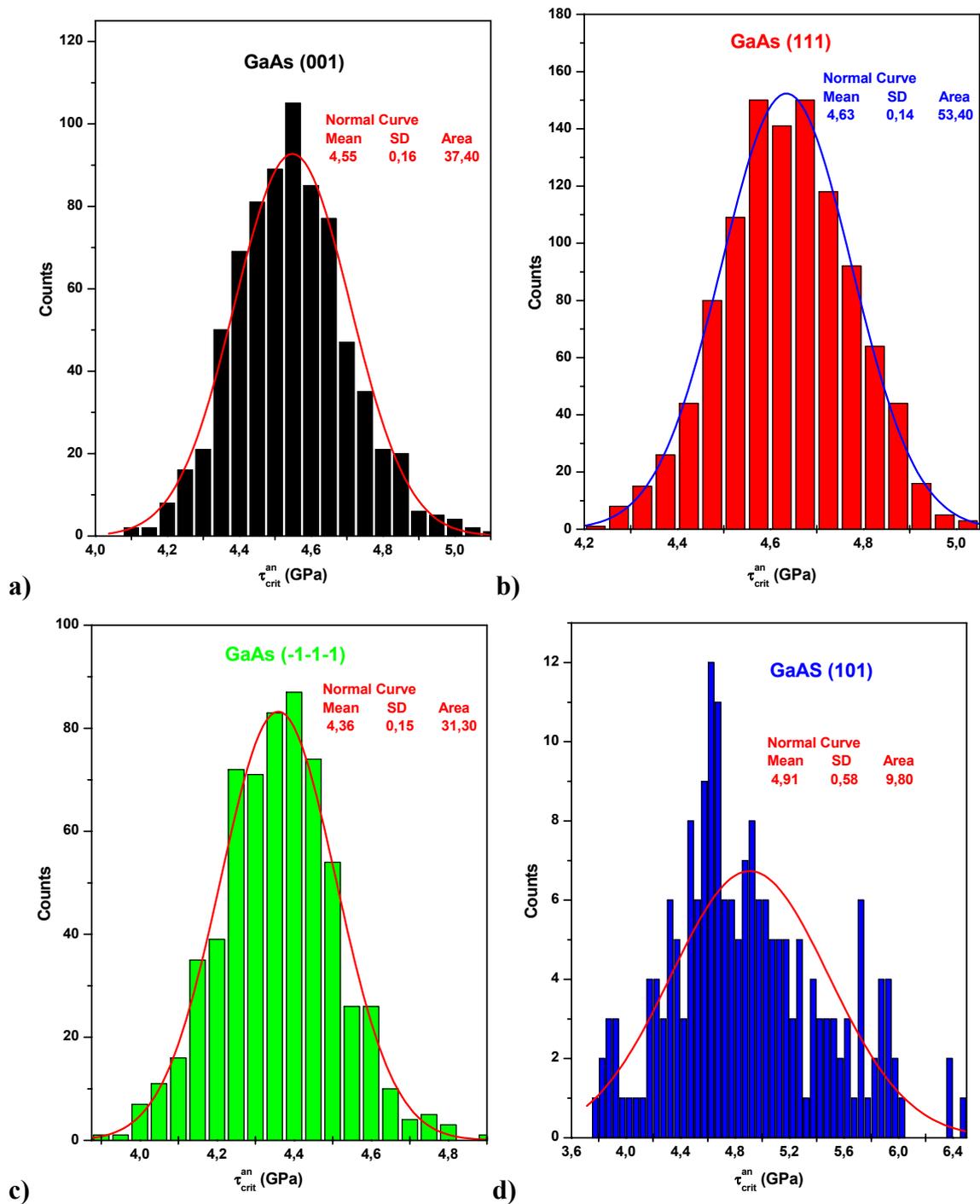


Abbildung 7.2-5; Verteilungen der erreichten kritischen Scherspannungen für die untersuchte **a)** (001), **b)** (111), **c)** ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) und **d)** (101) Oberfläche

Im Weiteren werden die in den Abbildungen 7.2-5 a-d dargestellten statistischen Verteilungen der erreichten kritischen Scherspannungen betrachtet. Dazu wurden alle Messkurven mit der in Abschnitt 7.2.1 beschriebenen Auswerteprozedur behandelt und für jede Messkurve aus dem erhaltenen Fit-Parameter B und der kritischen Kraft F_P die wirksame maximale Scherspannung mit dem elastisch anisotropen Model bestimmt. Dadurch erfolgt eine Krümmungskorrektur, welche die Einflüsse der Oberflächenqualität des Kontaktgebietes berücksichtigt. Es muss allerdings beachtet werden, dass zum einen die Messkurven vom Typ II sind, womit

keine Korrektur der thermischen Drift möglich ist, und zum anderen kleine Abweichungen der B-Parameter vom Mittelwert B_m vorhanden sind. Dadurch ergeben sich natürlich geringe Unterschiede zu den Ergebnissen in Abbildung 7.2-4, die ausschließlich aus B_m ermittelt wurden.

Bis auf die (101) orientierte Probe, die durch ihre schlechte Oberflächenqualität aus dem Rahmen fällt, besitzen alle Proben normalverteilte kritische Scherspannungen. Interessanterweise ist die durch die Standardabweichung (SD in Abbildung 7.2-5 a – c) charakterisierte Streubreite bei diesen Proben mit etwa 0,15 GPa identisch. Dies lässt den Schluss zu, dass diese Verteilung durch die Schwankungen der kritischen Scherspannung, die mit thermischen Fluktuationen in Zusammenhang stehen (kanonische Energieverteilung), bestimmt ist.

Da die Übereinstimmung dieser Streubreiten nur für die aus der elastisch anisotropen Rechnung folgenden kritischen Scherspannungen gilt, ist dies wiederum ein Indiz für die Gültigkeit der in dieser Arbeit vorgestellten anisotropen Näherung.

7.2.3 Reproduzierbarkeit bei veränderter Indenter-Spitzenkontur

Wesentlich geht in das Modell die Indenterspitzenverrundung ein, die sich mit dem Verschleiß des Indenters ändert [11]. Deshalb wurde zur Sicherstellung der Reproduzierbarkeit der Untersuchungen nach Abschluss aller bisher vorgestellten Experimente eine weitere Versuchsserie am gleichen Probenmaterial durchgeführt. Zwischenzeitlich waren von anderen Nutzern des Nanoindenters verschiedene weitere Experimente mit zum Teil hohen Lasten (F_{max} ca. 500 mN) an harten Materialien (Silizium, Glas) durchgeführt worden. Die routinemäßige Überprüfung der Indenterspitze führte zu einem verringerten Verrundungsradius. Dies spricht für eine Spitzenveränderung, bei dem möglicherweise eine Abplattung am Indenter stattgefunden hat, welche die durchgeführten Experimente mit hohen Maximallasten verursacht haben könnten. Eine andere Erklärung ist die Anlagerung oder Entfernung von Materialpartikeln an der Indenterspitze, was ebenfalls solch eine Krümmungsveränderung bewirken kann.

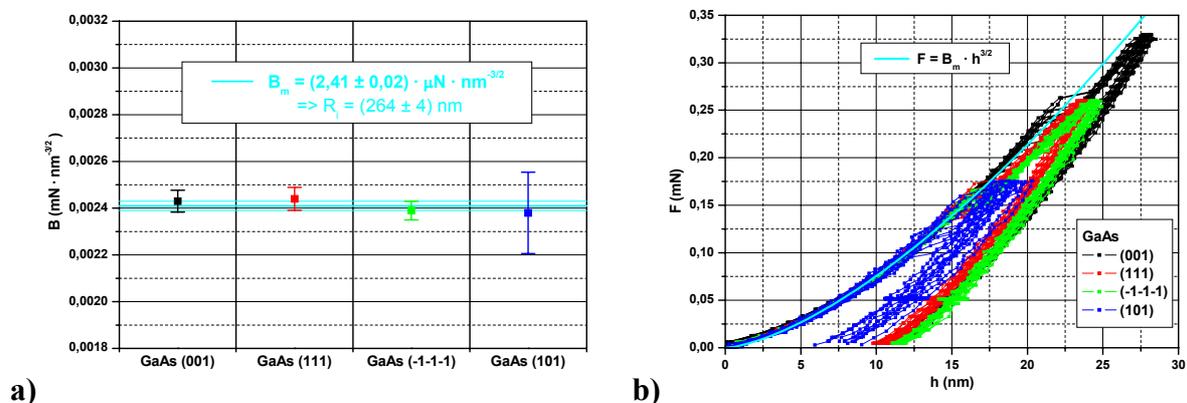


Abbildung 7.2-6; a) Darstellung der durch Anpassung von Gleichung (7.2-1) bestimmte B-Parameter für die einzelnen Oberflächenorientierungen und der resultierende Mittelwert B_m mit Fehler für Messserie 2 **b)** Messkurven aus Messserie 2 mit eingezeichnetem aus B_m folgendem elastischen Kurvenverlauf

Die Ergebnisse der zweiten Serie, die aus je 15 Experimenten vom Typ I mit den in Tabelle 7.2-1 angegebenen Parametern durchgeführt wurden, ergaben systematisch kleinere kritische Kräfte F_p .

In Abbildung 7.2-6 a sind die analog dem vorigen Abschnitt bestimmten Fit-Parameter B mit ihrer Standardabweichung und der resultierende Mittelwert B_m zur Beschreibung des Verlaufs der Belastungskurve im elastischen Bereich dargestellt. Der aus B_m folgende Verrundungsradius ist demnach mit (264 ± 4) nm erwartungsgemäß kleiner als der in Messserie I ermittelte. Abbildung 7.2-6 b zeigt die erhaltenen nullpunkts- und thermodriftkorrigierten Messkurven dieser Serie mit dem aus B_m folgenden elastischen Kurvenverlauf. Die großen Streuungen der (101) orientierten Probe sind dort wiederum erkennbar. Die erreichten Eindringtiefen sind bei qualitativ gleichem Verlauf, wie in Messserie I, stets geringfügig größer, was bei einem „schärferen“ Indenter auch erwartet wird.

Oberfläche	B_{SD} ($\mu\text{N}/\text{nm}^{3/2}$)	$ \Delta R^* $ (nm)	$\Delta(1/R_{HR})$ (10^4 m^{-1})
(001)	0,046	10	15
(111)	0,049	11	15
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	0,040	9	13
(101)	0,174	38	55

Tabelle 7.3-2; Gemäß den Gleichungen (7.2-4 a-b) aus den Standardabweichungen B_{SD} der B-Parameter von Messserie 2 abgeschätzte Parameter $\Delta(1/R_{HR})$ zur Charakterisierung der Oberflächenkrümmung ($R^* \approx R_i = 264 \text{ nm}$, $\Delta R_i \approx 0$)

Die analog zu Abschnitt 7.2 aus den Standardabweichungen der B-Parameter der einzelnen Oberflächen ermittelten oberflächenkrümmungsspezifischen Parameter $\Delta(1/R_{HR})$ sind in Tabelle 7.2-3 dargestellt. Die Krümmungen stimmen bis auf die der (111) Oberfläche mit den in Tabelle 7.2-2 dargestellten Ergebnissen aus Messserie I überein. Die Abweichung der (111) orientierten Probe kann darauf zurückgeführt werden, dass möglicherweise ein besonders unebener Probenbereich während der ersten Messserie erfasst wurde. Jetzt zeigen alle industriell bearbeiteten Oberflächen vergleichbare Krümmungen, was bei gleichartiger Präparation auch zu erwarten ist. Die (101) Oberfläche besitzt in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Messserie I deutlich stärkere Oberflächenkrümmungen, was bereits mit der schlechteren Qualität der Oberflächenbehandlung erklärt wurde.

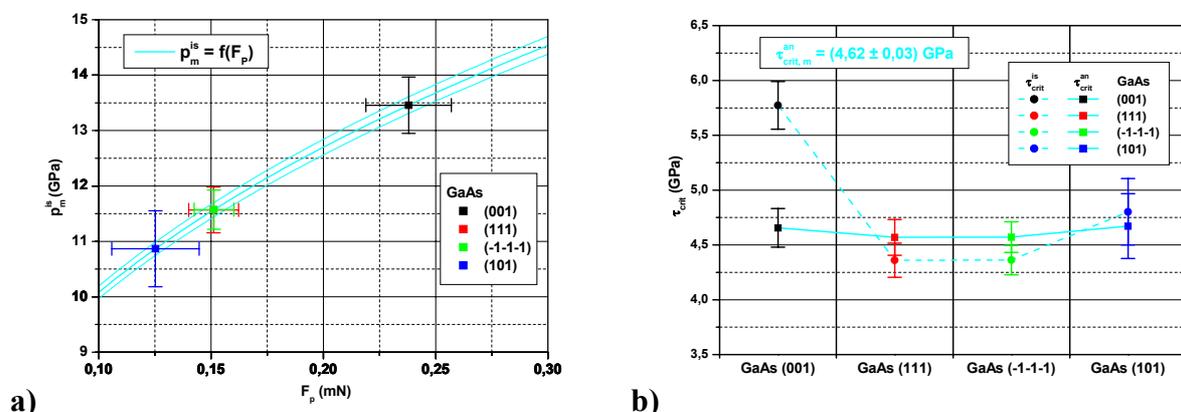


Abbildung 7.2-7; a) Darstellung der zur Einleitung des Pop-In-Sprunges notwendigen kritischen Kräfte F_p und die daraus folgenden erreichten mittleren „isotropen“ Kontaktdrücke für die verschiedenen Oberflächen aus Messserie 2 b) Erreichte wirksame kritische Scherspannungen in den maximal belasteten Gleitsystemen bei elastisch isotroper und anisotroper Rechnung für Messserie 2

Die erreichten mittleren „isotropen“ Kontaktdrücke und die folgenden kritischen Scherbelastungen in den maximal belasteten Gleitsystemen sind in den Abbildungen 7.2-7 a und b dargestellt. Auch diese Ergebnisse sind mit Ausnahme der kritischen Kräfte F_p in Übereinstimmung mit den in Abschnitt 7.4 Vorgestellten von Messserie I.

Die Ergebnisse dieser zweiten Messserie, die für einen Indenter mit anderer Spitzenkontur ermittelt wurden, untermauern die Leistungsfähigkeit der in dieser Arbeit vorgeschlagenen anisotropen Näherung zur Beschreibung der homogenen Versetzungsnukleation, da sie zu den gleichen Materialeigenschaften führen, die bereits in der ersten Messserie ermittelt wurden.

7.3 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen

Beim Vergleich der transmissionselektronenmikroskopischen Abbildungen der Versetzungen, welche durch die in Abschnitt 7.2.2 beschriebenen Experimente erzeugt wurden, mit den in Abschnitt 6.3 aus den Kontaktspannungsfeldern vorhergesagten Konfigurationen muss beachtet werden, dass die transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen die Struktur der Versetzungsrosette nach Entlastung darstellen, während die berechneten Anordnungen für rein elastischen Kontakt und unter Belastung ermittelt wurden.

Relaxationsprozesse, die während der Entlastung zum teilweisen Rückgleiten der Versetzungen führen, bedingen eine Konfigurationsänderung der Versetzungsrosette. Dieser Vorgang wird maßgeblich durch das Restspannungsfeld bestimmt. Dieses wird vom Versetzungsnetzwerk direkt unter dem Eindruckgebiet initiiert, welches auf Grund seiner komplexen Struktur nach Entlastung nicht vollständig relaxieren kann. Wegen der dichten Netzwerkstruktur ist die Bestimmung der Anzahl der erzeugten Versetzungsringe auf keiner der aufgenommenen Abbildungen in sinnvoller Weise möglich, weshalb auf diese verzichtet wird.

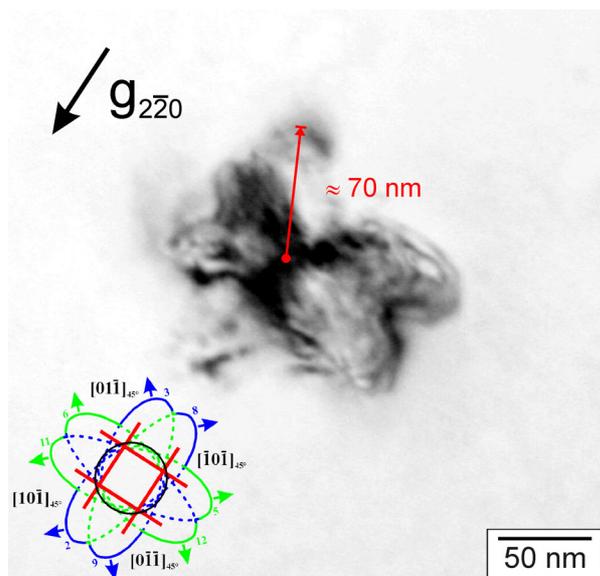


Abbildung 7.3-1; Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme der durch Indentierung der (001) orientierten GaAs Oberfläche erzeugten Versetzungsrosette

In den Abbildungen wurde jeweils der die Größe der Versetzungsrosette charakterisierende Radius R_{VR} (= rote Strecke) und die in Abschnitt 6.3 aus den Spannungsverteilungen bestimmte Konfiguration der maximal belasteten Gleitsysteme eingezeichnet (Orientierung angepasst!).

Zunächst wird die (001) orientierte Probe betrachtet, deren vom Eindruckexperiment erzeugte Defektstruktur in Abbildung 7.3-1 dargestellt ist. Die Übereinstimmung mit den mittels Spannungsanalyse bestimmten Strukturen ist erkennbar, wobei die Vermutung nahe liegt, dass die ausgedehnteren Strukturen von den mobileren Versetzungen gebildet werden. Der mittlere Radius

der erzeugten Versetzungsringe wurde zu etwa 50 nm durch Vergleich mit der eingezeichneten Struktur abgeschätzt. Die Ausdehnung der plastischen Zone (Versetzungrosette) ist durch einen Radius von ca. 70 nm (rote Strecke) charakterisiert. Die hier aufgenommenen Abbildungen sind noch nicht völlig symmetrisch ausgebildet, wie das beispielsweise in den entsprechenden elektronenmikroskopischen Aufnahmen einer indentierten (001) orientierten GaAs Probe in [69] der Fall ist.

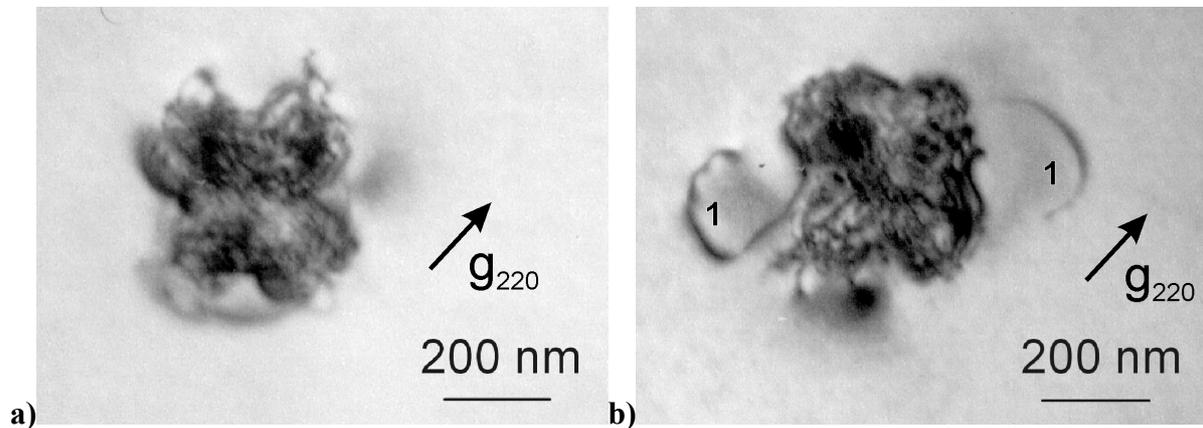


Abbildung 7.3-2; Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahmen der durch Nanoindentierung eines (001) orientierten GaAs-Einkristalls erzeugten Versetzungsrosetten aus [69] **a)** eindeutige Bestätigung der in Abschnitt 6.3 vorhergesagten Strukturen für diese Oberfläche **b)** Formation von prismatischen Versetzungsringen (1)

Diese Aufnahmen sind in den Abbildungen 7.3-2 a und b dargestellt. Sie belegen die hier angegebene Interpretation eindrucksvoll und stützen eindeutig die Strukturvorhersagen aus Abschnitt 6.3. Abbildung 7.3-2 b (siehe 1 in dieser Abbildung) zeigt deutlich den Übergang von den embryonal gebildeten Versetzungsringen (Burgers-Vektoren in der Ringebene) zu prismatischen Versetzungsringen (Burgers-Vektoren normal zur Ringebene, die nach Indentierungsexperimenten mit höheren Lasten beobachtet werden [70].

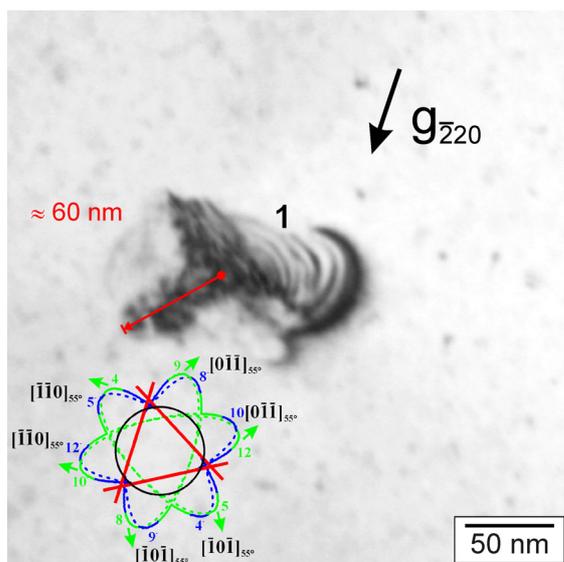


Abbildung 7.3-3; Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme der durch Indentierung der (111) orientierten GaAs Oberfläche erzeugten Versetzungsrosette

ringsexperimenten mit höheren Lasten beobachtet werden [70].

In Abbildung 7.3-3 und 7.3-4 sind die Aufnahmen der (111) und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ orientierten Proben dargestellt. Die (111) Probe zeigt typischerweise ein dominantes Gleitsystem (siehe 1 in Abbildung 7.3-3), in dem die erkennbaren Versetzungsringe besonders deutlich ausgeprägt sind. Deren Strukturen entsprechen den Konfigurationen, die aus den Spannungsverteilungen bestimmten wurden. Im Gegensatz zu den untersuchten (001) und (101) Orientierungen müssen sich die Versetzungsringe im Falle der {111} Orientierung zur Bildung der vorhergesagten Struktur schneiden, was zur Entstehung von unbeweg-

lichen Versetzungen (Lomer-Cottrell-Lock) [67] führt. Dies liefert eine Erklärung für die Betonung eines einzelnen Gleitsystems. Demnach finden die nukleierten Versetzungsringe im ersten aktivierten Gleitsystem einen intakten Kristallbereich vor und können sich noch ungestört ausbreiten, während die Folgenden an ihrer Ausbreitung gehindert werden. Die Ecken der charakteristischen dreieckigen Struktur des Versetzungsnetzwerkes im Zentrum des Kontaktgebietes korrelieren mit denen des Dreiecks, das aus den Schnittlinien der Gleitebenen mit der Oberfläche gebildet wird (rotes Dreieck der eingezeichneten Struktur). Gemäß der Spannungsverteilung in Abbildung 6.3-10 b werden die Versetzungsringe in der Nähe der Mittelpunkte der Dreiecksseiten nukleiert. Die ins Material gleitenden Versetzungsringanteile werden dann durch das ausgebildete Netzwerk blockiert, während die Richtung Oberfläche gleitenden Versetzungsringanteile diese entlang der Dreiecksseiten durchstoßen, was auch die in diesen Gebieten verschwinden Kontraste erklärt.

Abbildung 7.3-3 liefert für die (111) orientierte Probe eine plastisch deformierte Zone mit einem Radius von etwa 60 nm (rote Strecke) und im Vergleich mit der aus der Spannungsanalyse bestimmten Struktur bei Vernachlässigung der stark ausgedehnten Versetzungsringe einen mittleren Versetzungsringradius von ungefähr 40 nm.

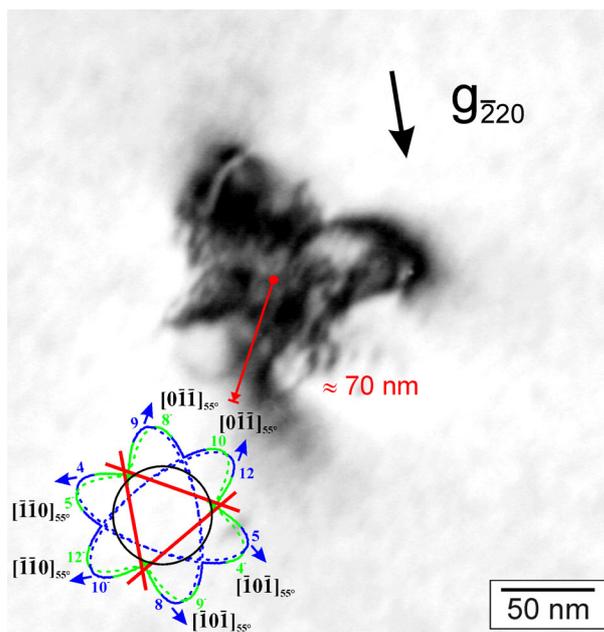


Abbildung 7.3-4; Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme der durch Indentierung der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ orientierten GaAs Oberfläche erzeugten Versetzungsrosette

Die $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ orientierte Probe besitzt gemäß Abbildung 7.3-4 eine etwas anders strukturierte Versetzungsrosette als die (111) orientierte. Das ist ein direkter Beweis für die unterschiedlichen Mobilitäten von α - und β - Versetzungen. Die Dreiecksform des Versetzungsnetzwerkes ist zwar wiederum erkennbar, aber im Gegensatz zur (111) orientierten Probe ist keines der Gleitsysteme so signifikant ausgeprägt. Eine mögliche Erklärung dafür kann der Begründung entnommen werden, die in [67] für die unterschiedlichen Härten von verschiedenen polaren $\{111\}$ Oberflächen angegeben ist. Diese beruht auf der Tatsache, dass in n-Type GaAs die α -Versetzungen beweglicher als die β -Versetzungen sind. Da die

Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zum gleichen Härteverhalten führen, müssen auch die Beweglichkeitsunterschiede vergleichbar sein. Demnach sind hier die β -Versetzungen, die sich bei der betrachteten $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ Fläche in das Material bewegen, unbeweglicher, womit die Ausbildung des Versetzungsnetzwerkes verlangsamt wird und in keinem der Gleitsysteme so ausgedehnte Versetzungsringe, wie im Falle der (111) Orientierung beobachtet werden können. Der mittlere Versetzungsringradius beträgt etwa 60 nm und die Größe der plastisch de-

formierten Zone kann mit einem Radius von ungefähr 70 nm beschrieben werden. Mit der zuvor angegebenen Interpretation gleiten die mobileren α -Versetzungen ungestört in Richtung Oberfläche, womit die größere Ausdehnung der plastisch deformierten Zone (auch die geringere Härte) im Vergleich zur (111) orientierten Probe erklärbar ist, bei der die unbeweglicheren β -Versetzungen diesen Part übernehmen.

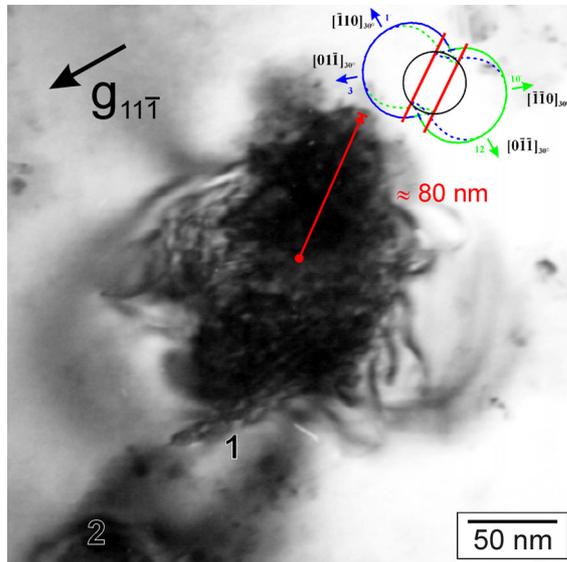


Abbildung 7.3-5; Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme der durch Indentierung der (101) orientierten GaAs Oberfläche erzeugten Versetzungsrosette

möglich ist. In diesem Falle bewirkt die angenommene höhere Beweglichkeit der α -Versetzungen im Vergleich zu den β -Versetzungen auch ein stärkeres Rückgleiten beim Entlastungsprozess, was die geringere Kontrastintensität in dem Bereich bedingt, in den sich die α -Versetzungen bewegen. Während bisher nur die Strukturen der maximal belasteten Gleitsysteme nachgewiesen werden konnten, wurde hier auch ein weiteres Gleitsystem (1 in Abbildung 7.3-5) identifiziert, dessen Struktur mit denen korreliert, die in den Abbildungen 6.3-16 dargestellt sind. Der mittlere Versetzungsringradius kann aus dieser Abbildung auf ca. 50 nm abgeschätzt und die plastische Zone mit einem Radius von etwa 80 nm charakterisiert werden. Die erkennbaren punktförmigen Strukturen (z.B. 2 in Abbildung 7.3-5) sind auf Ablagerungen zurückzuführen, die während des Poliervorganges nicht vollständig entfernt wurden. Dies begründet auch die im Vergleich zu den anderen Oberflächen deutlich größere Streuung der erhaltenen Ergebnisse.

In Tabelle 7.3-1 sind die aus den transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen bestimmten Abmessungen der Versetzungsrosetten R_{VR} und die abgeschätzten mittleren Versetzungsringradien $R_{m, Loop}$ zusammengefasst.

Die durch Indentierung der (101) Probe erzeugte Defektstruktur ist in Abbildung 7.3-5 angegeben. Die strukturelle Übereinstimmung mit der in Abschnitt 6.3 Vorhergesagten ist ersichtlich. Das dichte Versetzungsnetzwerk wird durch die sich schneidenden Richtung Oberfläche gleitenden Versetzungsringanteile gebildet. Der unterschiedliche Typ der Versetzungsringanteile, die in den verschiedenen maximal belasteten Gleitsystemen nukleiert werden, begründen die Asymmetrie der in Abbildung 7.3-5 dargestellten Strukturen und liefern ein weiteres Indiz dafür, dass das unterschiedliche Verhalten der Versetzungen vom α - und β -Typ mit den hier angestellten Betrachtungen

Oberfläche	$R_{m, Loop}$ (nm) ca.	R_{VR} (nm) ca.
(001)	50	70
(111)	40	60
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	60	70
(101)	50	80

Tabelle 7.3-1; Zusammenstellung der aus den transmissi-
onselektronenmikroskopischen Aufnahmen bestimmte Radien
 R_{VR} der erzeugten Versetzungsrosetten und der abgeschätzten
mittleren Versetzungsringradien $R_{m, Loop}$

In allen hier analysierten Versetzungsrosetten konnten nur perfekte Versetzungen mit Burgers-Vektoren $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ nachgewiesen werden. Selbst durch Heizen (in-situ) der Proben auf bis zu 450°C (bis zu 1h) war es in Übereinstimmung mit [69] nicht möglich dissoziierte Versetzungen oder Stapelfehler zu identifizieren. Untersuchungen der Plastizität von III-V-Halbleitern in [68] und Modellrechnungen in [71, 72] für Silizium führten zur Annahme, dass die Gleitprozesse bei geringen Temperaturen im shuffle-set (Abschnitt 2.3.4) stattfinden, in dem nur perfekte Versetzungen möglich sind. Diese Vermutung wird durch die hier vorgestellten Ergebnisse gestützt.

Die aus den differierenden Beweglichkeiten der Versetzungstypen folgenden Strukturunterschiede der Versetzungsrosetten belegen, dass die nukleierten Versetzungen abhängig von ihrem Typ unterschiedliche Beweglichkeiten besitzen. Die Vermutung, dass in n-Type GaAs für die hier durchgeführten Indentierungsexperimente bei Raumtemperatur die α - Versetzungen auch (im shuffle-set?) beweglicher als die β -Versetzungen sind, ist begründet, da sie die konsistente Erklärung der untersuchten Versetzungsrosetten-Konfigurationen ermöglicht.

Die Struktur der bei Indentierung mit hoher Last (ausgedehnte plastische Zone) beobachtbaren prismatischen Versetzungsringe kann mit dem in [70] vorgestellten generalisierten Gleitprismen-Modell beschrieben werden. Aus den in der vorliegenden Arbeit angestellten theoretischen (Abschnitt 6.3) und experimentellen Strukturbetrachtungen kann einheitlich der Übergang von den elementaren Nukleationsprozessen zu diesem Gleitprismen-Modell erklärt werden.

7.4 Energetische Diskussion

7.4.1 Betrachtung der dissipierten Energie

Aus der beim Indentierungsexperiment dissipierten Energie E_D und der verbleibenden plastischen Eindringtiefe h_f sollen hier unter den in Abschnitt 5.4 vorgestellten Vereinfachungen Aussagen bezüglich der Struktur der Versetzungsrosette getroffen werden.

Die beim Indentierungsexperiment dissipierte Energie E_D entspricht der Fläche zwischen Belastungs- und Entlastungskurve.

Da hier die genaue Ermittlung der Eindringtiefe bedeutsam ist und die Bestimmung des Integrals eine Entlastungskurve mit ausreichend vielen Messpunkten erfordert, wurden Experimente vom Typ I mit den in Tabelle 7.2-1 beschriebenen Parametern durchgeführt. Die verbleibende plastische Eindringtiefe h_f wurde durch lineare Extrapolation der Verbindung

zwischen den letzten zwei Messpunkten der Entlastungskurve bestimmt. In den Abbildungen 7.4-1 a-d sind die mittleren Messkurven mit dem aus der Standardabweichung der Eindringtiefe folgenden Streubereich, die dissipierte Energie E_D und die mittleren maximalen und plastisch verbleibenden Eindringtiefen h_{max} bzw. h_f dargestellt.

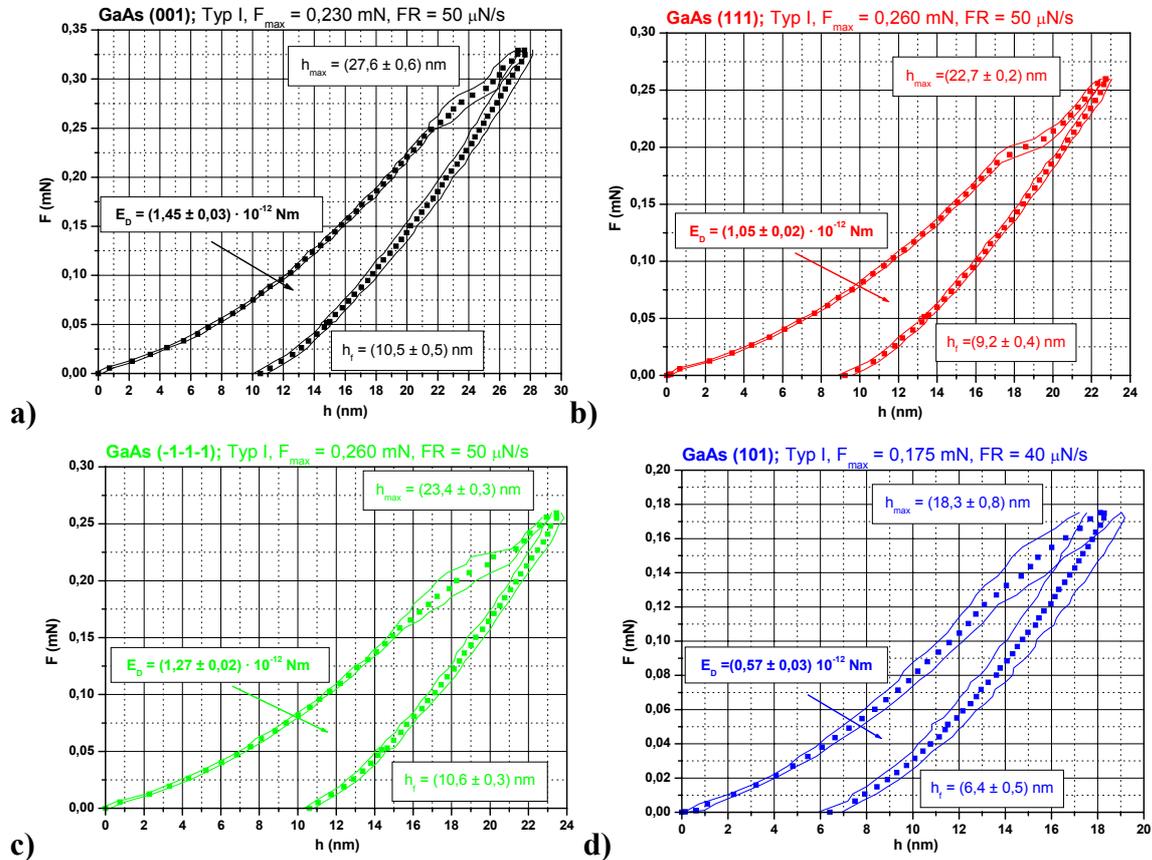


Abbildung 7.4-1; Messkurven der Experimente vom Typ I, die mit den in Tabelle 7.3-1 angegebenen Parametern für die **a)** (001), **b)** (111), **c)** ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) und **d)** (101) Oberfläche erhalten wurden

In Tabelle 7.4-1 sind die Anzahlen der geometrisch notwendigen Versetzungsringe N_{geo} , die aus den in Tabelle 6.4-1 aufgeführten Verhältnissen und den plastischen Eindringtiefen h_f folgen, die dissipierten Energien E_D und die resultierenden mittleren Energien pro Versetzungsring $E_{m, Loop} = E_D/N_{geo}$ angegeben.

Tabelle 7.4-1; Aus der verbleibenden plastischen Eindringtiefe und der beim Experiment dissipierten Energie abgeschätzte Energien pro Versetzungsring, (h_f ...finale plastische Eindringtiefe, a_f ...,„plastischer“ Kontaktradius, N_{geo} ...Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe, E_D ...gesamte beim Eindruckexperiment dissipierte Energie, $E_{m, Loop}$...mittlere Energie pro Versetzungsring)

Oberfläche	h_f (nm)	a_f (nm)	N_{geo} perfekt partial	E_D (10^{-12} Nm)	$E_{m, Loop} = E_D/N_{geo}$ (10^{-15} Nm)
					perfekt partial
(001)	$10,5 \pm 0,5$	79 ± 3	297 ± 14 514 ± 25	$1,45 \pm 0,03$	$4,88 \pm 0,33$ $2,82 \pm 0,19$
(111)	$9,2 \pm 0,4$	74 ± 3	168 ± 7 292 ± 13	$1,05 \pm 0,02$	$6,24 \pm 0,39$ $3,60 \pm 0,23$
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$10,6 \pm 0,3$	80 ± 2	194 ± 5 336 ± 10	$1,27 \pm 0,02$	$6,54 \pm 0,29$ $3,78 \pm 0,17$
(101)	$6,4 \pm 0,5$	62 ± 3	128 ± 10 221 ± 17	$0,57 \pm 0,03$	$4,45 \pm 0,44$ $2,57 \pm 0,26$

Die Tatsache, dass die aus der verbleibenden plastischen Eindringtiefe h_f bestimmten Kontaktradien a_f außer im Falle der (101) orientierten Probe größer als die in Tabelle 7.3-1 dargestellten Radien der Versetzungsrosetten (TEM-Untersuchung) sind, wird mit Fehlern durch die näherungsweise Bestimmung von h_f begründet. Die lineare Approximation aus den letzten

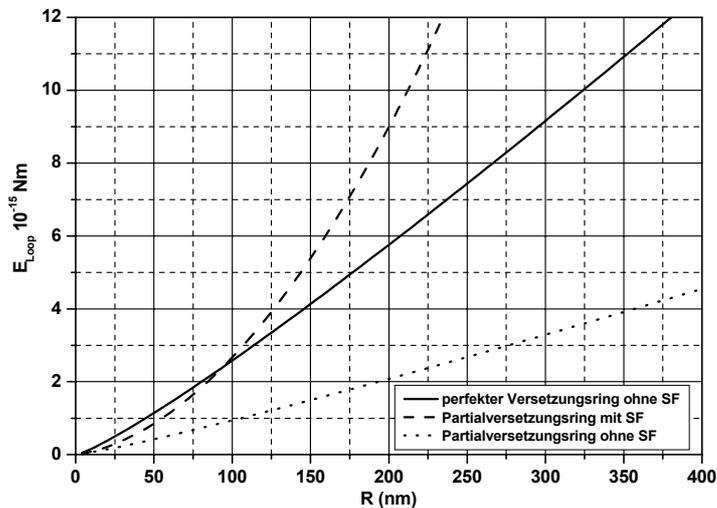


Abbildung 7.4-2; Zusammenhang der elastischen Energie von Versetzungsringen in verschiedenen Konfigurationen in Abhängigkeit von seinem Radius für GaAs

beiden Messpunkten der nichtlinearen Entlastungskurve führt zur systematischen Überbestimmung von h_f . Diese bedingt entsprechend eine größere Anzahl von Versetzungsringen und somit auch eine kleinere Energie pro Versetzungsring. Abbildung 7.4-2 ist die umskalierte Abbildung 2.3-3 und erlaubt die Abschätzung der in Tabelle 7.4-2 angegebenen mittleren Ringradien $R_{m, Loop}$ aus den mittleren Energien pro Versetzungsring. Es wurden wieder die drei bereits in Abschnitt 6.4 betrachteten Konfigurationen in Form eines perfekten Versetzungsringes, eines Partialversetzungsringes mit Stapelfehler und eines Paares von Partialversetzungsringen ohne Stapelfehler, der näherungsweise den dissoziierten Versetzungsring beschreiben soll, betrachtet.

Oberfläche	$R_{m, Loop}$ (nm) perfekt	$R_{m, Loop}$ (nm) partial mit SF	$R_{m, Loop}$ (nm) partial ohne SF
(001)	173 ± 10	103 ± 5	260 ± 15
(111)	215 ± 11	133 ± 7	325 ± 20
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	223 ± 9	139 ± 6	340 ± 15
(101)	160 ± 14	98 ± 7	240 ± 20

Tabelle 7.4-2; Aus den in Tabelle 7.4-1 angegebenen mittleren Energien pro Versetzungsring durch Vergleich mit Abbildung 7.4-2 abgeschätzte Versetzungsringradien für die verschiedenen betrachteten Konfigurationen

Demnach ergeben sich im Falle der {111} Oberflächen ähnliche Ringgrößen, während die (001) und (101) orientierten Proben, die vergleichbare Ringradien besitzen, kleinere Ringdurchmesser aufweisen. Der Vergleich dieser Ergebnisse mit den in Tabelle 6.4-2 dargestellten Abschätzungen zeigt, dass für keine der Konfigurationen eine systematische Übereinstimmung zwischen den Radien, die unter der wirksamen kritischen Last erwartet werden, und den aus der dissipierten Energie Abgeschätzten, die durch das Restspannungsfeld charakterisiert sind, besteht. Daraus folgt, dass das elastisch-plastische Deformationsverhalten bei den verschiedenen Oberflächenorientierungen qualitativ verschieden und die rein elastische Beschreibung hier nicht mehr hinreichend geeignet ist.

Der Vergleich mit den Ringradien, die aus den elektronenmikroskopischen Aufnahmen (Tabelle 7.3-1) abgeschätzt wurden, zeigt ebenfalls keine verwertbaren Gemeinsamkeiten, wobei die erwarteten Ringgrößen nach Tabelle 7.4-2 stets wesentlich größer sind. Dies ist unter anderem auf die Vernachlässigung von thermischen Verlusten und von jeglichen Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen zurückzuführen (siehe Abschnitt 5.4).

Die Zunahme der Oberflächenenergie ist vernachlässigbar, wie die Abschätzung einer oberen Grenze dafür zeigt. Die Oberflächenvergrößerung, die sich aus der Differenz ΔA der eingedrungenen Polkappenfläche $A_{\text{Polkappe}} = 2\pi \cdot R \cdot h$ und der zugehörigen projizierten Fläche $A_{\text{proj}} = \pi \cdot a^2 = 2\pi(R \cdot h - h^2)$ ergibt, ist durch $\Delta A = \pi \cdot h^2$ bestimmt. Mit der ungünstigsten Annahme, dass die maximal erreichte Eindringtiefe der hier betrachteten Experimente, die ca. 30 nm beträgt, rein plastisch wäre, resultiert eine maximale Zunahme der Oberflächenenergie für die (001) Oberfläche, welche mit $220 \cdot 10^{-6} \text{ Jcm}^{-2}$ die größte Oberflächenenergie innerhalb der hier untersuchten GaAs Proben besitzt, von höchstens $6,6 \cdot 10^{-15} \text{ Nm}$. Dieser Anteil beträgt in dieser sehr großzügigen oberen Abschätzung weniger als 30 % vom kleinsten Fehler der bestimmten dissipierten Energien und ist folglich vernachlässigbar.

Im Folgenden werden die thermischen Verluste betrachtet. Die komplette Umsetzung der maximal dissipierten Energie von ca. $1,5 \cdot 10^{-12} \text{ Nm}$ (Tabelle 7.4-1) für die (001) orientierte Probe würde zu einer Erwärmung von ca. 80 K führen, wenn ein Bezugsvolumen in Form eines Zylinders, mit dem Radius und der Höhe von ca. 150 nm angenommen wird (Dichte von GaAs: $5,315 \text{ g cm}^{-3}$). Das entspricht etwa der doppelten Ausdehnung der transmissionselektronenmikroskopisch vermessenen plastischen Zonen. Da auf keinen Fall die gesamte Energie in Wärme transformiert wird und die abgeschätzte maximale Temperaturänderung ohne weiteres im Material auftreten kann, ist also eine deutliche thermische Energieaufnahme bei resultierenden realistischen Temperaturänderungen möglich und sollte bei Betrachtung der gesamten beim Eindruckexperiment dissipierten Energie den wesentlichen Energieverlustterm darstellen. Die Abschätzung dieser Verluste sollte mit der zusätzlichen Detektierung der Änderung des erzeugten Phononenspektrums bzw. der lokalen Temperaturänderung beim Eindruckexperiment möglich sein und würde wertvolle Informationen bezüglich dieses Anteils bringen.

Die in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse zeigen, dass die energetische Betrachtung mit den einfachen in Abschnitt 5.4 beschriebenen Annahmen nicht hinreichend ist. Zur erfolgreichen energetischen Diskussion stellen insbesondere die Beschreibung des während der plastischen Deformation erzeugten komplexen Versetzungsnetzwerkes (Belastung und Entlastung!) und die Beachtung von thermischen Energieverlusten wesentliche in dieser Arbeit ungelöste Herausforderungen dar.

7.4.2 Verrichtete Arbeit während des Pop-In-Sprunges

In diesem Abschnitt sollen die Anzahl und die mittlere Größe von Versetzungsringen ermittelt werden, die durch die verrichtete Arbeit während des Pop-In-Sprunges formiert werden kön-

nen. Dazu wird aus dem Produkt von mittlerer Sprungweite h_{Sprung} und der mittleren kritischen Kraft F_P die verrichtete Arbeit ($W_{\text{Sprung}} = h_{\text{Sprung}} \cdot F_P$) bestimmt. Die Energie pro Versetzungsring ergibt sich dann aus dem Quotient der Sprungarbeit W_{Sprung} und der Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe N_{geo} (siehe Abschnitt 5.4), die aus der mittleren Sprungweite h_{Sprung} folgen. In Tabelle 7.4-3 sind die so bestimmten verrichteten Arbeiten W_{Sprung} und die folgenden Energien pro Versetzungsring angegeben.

Tabelle 7.4-3; Aus der erreichten kritischen Kraft F_P und der Sprungweite h_{Sprung} abgeschätzte Energien pro Versetzungsring, (N_{geo} ...Anzahl der geometrisch notwendigen Versetzungsringe, W_{Sprung} ...geleistete Arbeit während des Pop-In-Sprunges, $E_{m, \text{Loop}}$...mittlere Energie pro Versetzungsring)

Oberfläche	F_P (mN)	h_{Sprung} (nm)	W_{Sprung} (10^{-12} Nm)	N_{geo} perfekt partial	$E_{m, \text{Loop}} = W_{\text{Sprung}}/N_{\text{geo}}$ (10^{-15} Nm) perfekt partial
(001)	$0,281 \pm 0,028$	$1,72 \pm 0,37$	$0,48 \pm 0,15$	48 ± 11 84 ± 18	10 ± 5 6 ± 3
(111)	$0,193 \pm 0,015$	$1,80 \pm 0,40$	$0,35 \pm 0,10$	33 ± 7 57 ± 13	10 ± 5 6 ± 3
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$0,205 \pm 0,022$	$1,66 \pm 0,39$	$0,34 \pm 0,11$	31 ± 7 53 ± 12	11 ± 6 6 ± 4
(101)	$0,140 \pm 0,014$	$1,31 \pm 0,32$	$0,18 \pm 0,06$	26 ± 1 45 ± 11	7 ± 3 4 ± 2

Das qualitative Verhalten der aus der verrichteten Arbeit und Abbildung 7.4-2 folgenden Ringgrößen ist mit dem aus den Berechnungen in Abschnitt 6.4 (Tabelle 6.4-2) vergleichbar, wobei systematisch größere Ringradien aus der Arbeit W_{Sprung} folgen. Mögliche Ursachen dafür sind neben den in den Abschnitten 5.4 und 7.4.1 angesprochenen Restriktionen, dass die Annahme eines konstanten Kraftverlaufs während der Nukleation nicht zutrifft. Die Zunahme der Oberflächenenergie, die hier gemäß der Abschätzung im vorigen Abschnitt bzgl. des Fehlers der ermittelten Sprungarbeiten einen noch geringeren prozentualen Anteil ausmacht, wurde auch hier als unwesentliche Komponente vernachlässigt.

Simulationsrechnungen in [59, 63, 57] zeigen, dass die Kraft während des Sprunges in der Tat nicht konstant ist, was zu einer signifikant geringeren Sprungarbeit im Vergleich zu der hier Bestimmten führt. Messtechnisch konnte der Kraftverlauf jedoch während des Pop-In-Ereignisses mit dem zur Verfügung stehenden Equipment nicht verfolgt werden. Selbst wenn vereinzelt Messpunkte während des Eindringtiefsprunges aufgezeichnet wurden, die für eine konstante Kraft sprechen, muss beachtet werden, dass diese Messpunkte daraus resultieren, dass in einem kraftgesteuerten Belastungssegment steuerungstechnisch keine kleiner werdenden Kräfte erlaubt sind. Der Versuch den Kraftverlauf während des Pop-In-Sprunges mit weggesteuerten Experimenten zu erfassen scheitert daran, dass die Steuerungssoftware des Nanoindenter® II auch bei diesen Experimenten im Belastungssegment keine Krafterniedrigung zulässt. Nur die Durchführung reiner weggesteuerter Experimente könnte Aufschluss über den wirklichen Kraftverlauf beim Sprung und somit der verrichteten Arbeit liefern.

Im Falle der kompletten thermischen Umsetzung der maximalen Sprungarbeit W_{Sprung} von ca. $0,5 \cdot 10^{-12}$ Nm (Tabelle 7.4-3), die bei Indentierung der (001) Oberfläche geleistet wird, ergibt sich bei Betrachtung des gleichen Zylindervolumens, wie im vorigen Abschnitt ($R = h = 150$ nm), eine Erwärmung von ca. 35 K. Diese geringe maximal mögliche Temperaturerhöhung

belegt ebenfalls, dass signifikante thermische Energieverluste bei moderaten Temperaturänderungen möglich sind.

Beide vernachlässigten Anteile stellen bei Betrachtung der Sprungarbeit vermutlich die wesentlichen Komponenten dar, welche die systematische Überbestimmung der mittleren Versetzungsringgrößen aus der Sprungarbeit erklären.

Die in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse geben Anhaltspunkte dafür, dass die in Abschnitt 5.4 vorgestellten Annahmen in diesem frühen Stadium nach der Nukleation und unter Belastung noch ausreichend erfüllt sind, wenn die Energieverluste für alle betrachteten Oberflächenorientierungen prozentual vergleichbar sind. Weil die Zuordnung des Anteils der Sprungarbeit, der zur Formation der Versetzungen genutzt wurde, mit den durchgeführten Untersuchungen nicht möglich ist, kann aus diesen Betrachtungen keine Aussage bezüglich des Typs der nukleierten Versetzungsringe getroffen werden.

8 Zusammenfassung

In dieser Arbeit konnte erstmals eine Modifizierung des Modells zur homogenen Versetzungsnukleation bei Nanoindentierungsexperimenten erarbeitet werden, welche die Berücksichtigung der anisotropen Materialeigenschaften von kubischen Systemen ermöglicht. Dazu wurde neben der plastischen Anisotropie, welche durch die Gleitsysteme charakterisiert wird, auch die elastische Anisotropie mittels einer Näherung berücksichtigt, die vom isotropen elastischen Hertz'schen Kontakt ausgehend das anisotrope Spannungsfeld in analytischer Form beschreibt (lineare Elastizitätstheorie). Dadurch wurde eine umfassende Spannungsanalyse im elastischen Kontaktbereich vor Initiierung des Pop-In-Effektes ermöglicht.

Aus den Spannungsverteilungen der gleitsystemspezifischen wirksamen Scherspannungen wurden, neben der Bestimmung der auftretenden Maxima auch Vorhersagen bezüglich der Struktur der nukleierten Versetzungsringe unter Verwendung des kontinuumstheoretischen Volterra-Versetzungsmodells getroffen. Dies ermöglichte außerdem energetische Betrachtungen, die im Zusammenhang mit der Bestimmung der geometrisch notwendigen Versetzungen zur Realisierung der plastischen Deformation erfolgten.

Am Beispiel von Galliumarsenid in den Oberflächenorientierungen (001), (111), ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) und (101) wurde das entwickelte anisotrope Modell überprüft. Dazu wurden bei Raumtemperatur Nanoindentierungsexperimente (Nanoindenter[®] II) durchgeführt, um die kritischen Spannungen und die während der Deformation vom Material dissipierte Energie zu bestimmen.

Die erzeugten Versetzungsrosetten aller Oberflächenorientierungen konnten systematisch transmissionselektronenmikroskopisch abgebildet werden, womit die Diskussion der getroffenen strukturellen und energetischen Vorhersagen möglich war.

Im Folgenden werden die wesentlichen Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen zusammengefasst:

- Die erreichten kritischen Scherspannungen in den jeweiligen maximal belasteten Gleitsystemen sind bei Beachtung der elastischen Anisotropie unabhängig von der Kristallorientierung. Für die hier untersuchten GaAs-Proben wurde eine kritische Scherspannung zur Initiierung der homogenen Nukleation eines Versetzungsringes von $(4,58 \pm 0,10)$ GPa bestimmt. Experimentelle Widersprüche, die im Falle der elastisch isotropen Betrachtung insbesondere für die (001) orientierte Oberfläche folgten, konnten mit dem anisotropen Modell erklärt werden und untermauern die Notwendigkeit der richtungsabhängigen elastischen Beschreibung. Ein weiterer Schluss aus obigem Ergebnis ist, dass die maximal belasteten Gleitsysteme den Einsatzpunkt des Pop-In-Effektes unabhängig von der Anzahl dieser Systeme bestimmen.
- Die experimentell ermittelte wirksame kritische Scherspannung ist vergleichbar mit denen, die das Volterra-Versetzungsmodell für gleitfähige Versetzungsringe in GaAs

liefert (Partialversetzungsring mit Stapelfehler: 4,44 GPa; perfekter Versetzungsring: 4,90 GPa). Wegen der Näherungen im Rahmen der elastischen Versetzungstheorie, die zu Fehlern von bis zu 20 % führen können, ist anhand dieser kritischen Spannungen keine eindeutige Typzuordnung der nukleierten Versetzungsringe möglich. Temperaturabhängige Kontaktexperimente, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden konnten, sollten die Aufklärung bezüglich der Struktur der nukleierten Versetzungsringe anhand der erreichten kritischen Scherspannungen erlauben, da diese unterschiedliche Temperaturabhängigkeiten aufweisen.

- Die Spannungsanalyse mit dem in dieser Arbeit entwickelten Modell gestattet die experimentelle Abschätzung der versetzungsringsspezifischen inneren Abschneideradien, wenn der Typ der nukleierten Versetzungsringe und die elastischen Eigenschaften der untersuchten Materialien bekannt sind.
- Die Anfertigung von großen Eindruck-Feldern (1200 Eindruckpositionen) erlaubte die statistische Betrachtung der erreichten kritischen Scherspannungen. Diese sind - außer im Falle der (101) orientierten Probe - normalverteilt und durch die gleiche Streuung gekennzeichnet. Die Normalverteilung ist die Konsequenz für thermisch aktivierte Prozesse und resultiert aus den energetischen Fluktuationen (kanonische Energieverteilung). Die Gleichheit der Streuungen wird somit begründbar, da alle Experimente bei Raumtemperatur durchgeführt wurden. Die Abweichung der (101) orientierten Probe resultiert aus ihrem schlechten Oberflächenzustand, der ein Fehlerspektrum verursacht, welches die Einflüsse der thermischen Fluktuationen überdeckt.
- Die transmissionselektronenmikroskopischen Abbildungen der Versetzungsrosetten konnten mit den in dieser Arbeit vorhergesagten Strukturen erklärt werden, wobei die Relaxation der Versetzungen während der Entlastung beachtet werden muss. Diese bewirkt eine Veränderung der Konfiguration der Versetzungsrosette, die in den rein elastischen Berechnungen nicht berücksichtigt wurde. Das Versetzungsnetzwerk bildet sich in den Bereichen aus, in denen Schneidprozesse von Versetzungen verschiedener Gleitsysteme stattfinden. Es bestimmt maßgeblich das Restspannungsfeld und damit die Relaxation während der Entlastung. In allen Fällen konnten die abgebildeten Defektstrukturen im Wesentlichen mit den maximal belasteten Gleitsystemen erklärt werden. In den kontaktinduzierten Versetzungsrosetten des (101) orientierten GaAs-Kristalls konnte auch die Gruppe von Gleitsystemen nachgewiesen werden, welche durch die zweitgrößte angreifende Schubspannung belastet wird.
- In den transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen konnten nur perfekte Versetzungen mit Burgers-Vektoren $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ nachgewiesen werden. Selbst nach Heizen der Proben auf 450 °C (bis 1h) wurden keine aufgespalteten Versetzungen oder Stapelfehler identifiziert. Dies legt die Vermutung nahe, dass hier perfekte Versetzungen im Shuffle-Set vorliegen.

- Es wurden Beweglichkeitsunterschiede zwischen den Versetzungen verschiedener Polarität anhand der abgebildeten Versetzungsringe erkannt, die zur Vermutung führen, dass die α -Versetzungen beweglicher als die β -Versetzungen sind.
- Die transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen zum Teil den Übergang der Versetzungsringstruktur von isolierten Versetzungsringen mit Burgers-Vektoren in der Ringebene zu prismatischen Versetzungsringen deren Burgers-Vektoren senkrecht zur Ringebene orientiert sind. Die kontaktinduzierte Struktur dieser prismatischen Versetzungsringe wurde bereits von anderen Arbeitsgruppen untersucht und mit einem generalisierten Gleitprismenmodell beschrieben. Der strukturelle Übergang zu diesem Modell ist mit den in dieser Arbeit angestellten Untersuchungen des elastischen kontaktinduzierten Spannungsfeldes für alle Kristallorientierungen konsistent erklärbar.
- Die Energie, die während des „Pop-In-Sprunges“ vom Material dissipiert wird, zeigt tendenziell Übereinstimmung mit der elastischen Energie der nukleierten Versetzungsringe. Letztere wurde aus der geometrisch notwendigen Anzahl von Versetzungsringen, die aus der Sprungweite des Pop-In-Sprunges abgeleitet wurde, und einer mittleren Versetzungsringenergie bestimmt. Die Abschätzung der mittleren Versetzungsringenergie erfolgte durch Gleichgewichtsbetrachtungen zwischen dem Abfall des kontaktinduzierten Spannungsfeldes und der „Rückstellspannung“, die den Versetzungsring zusammenzieht. Die aus der Sprungarbeit folgenden Energien pro Versetzungsring sind deutlich größer als die aus der vorigen Abschätzung Resultierenden. Dies lässt sich mit der während des Sprunges als konstant angenommenen Kraft, thermischen Verlusten und der Vernachlässigung jeglicher Wechselwirkungen zwischen den nukleierten Versetzungsringen erklären. Der abgeschätzte Energiebeitrag, der aus der plastischen Oberflächenvergrößerung resultiert, ist unerheblich und bei Diskussion der hier durchgeführten Nanoindentierungsexperimente vernachlässigbar.
- Die beim gesamten Experiment dissipierte Energie kann mit dem in dieser Arbeit benutzten Modell nicht hinreichend charakterisiert werden. Ursache dafür ist neben den thermischen Verlusten auch die komplexe Struktur des erzeugten Versetzungsnetzwerkes (Nach Entlastung!), wodurch wesentliche dem Modell zu Grunde liegende Annahmen nicht erfüllt sind, welche insbesondere die Symmetrie der erzeugten Versetzungsrosetten und die Vernachlässigung der Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen darstellen.

Für die weitere Untersuchung des Prozesses der homogenen Versetzungsnukleation sollten insbesondere verbesserte experimentelle Techniken eingesetzt werden. Zur Ermöglichung einer genaueren energetischen Analyse würden insbesondere die Detektierung der Erwärmung im Kontaktgebiet (Phononen), temperaturabhängige Nanoindentierungsexperimente und die Realisierung echter weggesteuerter Experimentführungen beitragen.

Strukturelle und dynamische Betrachtungen des Prozesses der homogenen Versetzungsnukleation in einer neuen Qualität könnten durch in-situ Beobachtungen im Transmissionselektronenmikroskop während der kontaktinduzierten Einleitung des Pop-In-Effektes realisiert werden.

Zur genauen Interpretation solcher weiterführenden Untersuchungen wird die in dieser Arbeit vorgestellte anisotrope Erweiterung zur Beschreibung des Pop-In-Effektes ein wichtiges Werkzeug sein.

9 Literaturverzeichnis

- [1] B.W. Mott
Micro-indentation hardness testing
Butterworths London 1956
- [2] H. Bückle
Mikrohärteprüfung und ihre Anwendung
Berliner Union Stuttgart 1965
- [3] W. Weiler
Beitrag zur Abhängigkeit der Vickershärte von der Prüfkraft bei
verschiedenartiger Oberflächenbehandlung
Materialprüfung 7 (1965) 337
- [4] V.P. Alekhin, G.S. Berlin, A. V. Isaev, G.N. Kalei et al.
Micromechanical testing of materials by microimpression
Ind. Lab. 38 (1972) 619
- [5] F. Fröhlich, P. Grau, W. Grellmann
Performance and Analysis of Recording Microhardness Tests
phys. stat. sol. (a) 42 (1977) 79
- [6] D. Dengel, E. Kroeske
Vorlastfreie digitale Härtemessung mit dem Vickers-Eindringkörper zur Ermittlung der
Härtekennzahl unter Last
VDI-Ber. 308 (1978) 63
- [7] M.F. Doerner, W.D. Nix
A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments
J. Mater. Res. 1(1986) 601
- [8] W. C. Oliver, G. M. Pharr
An improved technique for determining hardness and elastic modulus
using load and displacement sensing indentation experiments
J. Mater. res. 7 (1992) 1564
- [9] N.A. Burnham, R.J. Colton
Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials
using an atomic force microscope
J. Vac. Sci. Technol. A 7 (1989) 2906
- [10] N.A. Burnham, R.J. Colton, HM Pollock
Interpretation of force curves in force microscopy
Nanotechnology 4 (1993) 64
- [11] D. Lorenz
Untersuchungen zur homogenen Versetzungsnukleation mittels Nanoindentierung
Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg, FB Physik (2001)
- [12] A. B. Mann, J. B. Pethica
The effect of tip momentum on the contact stiffness and yielding during nanoindentation
testing
Phil. Mag. A. 79 (1999) 577

- [13] Ch. Kittel
Einführung in die Festkörperphysik
R. Oldenbourg Verlag 1993
- [14] W. Voigt
Lehrbuch der Kristallphysik
B.G Teubner Verlagsgesellschaft Stuttgart 1966
- [15] J.F. Nye
Physical Properties of Crystals
Their Representation by Tensors and Matrices
Oxford University Press 1957, 1985
- [16] E. Hornbogen, H. Warlimont
Metallkunde
3. Aufl. Springer-Verlag Berlin - Heidelberg 1996
- [17] H. G. Hahn
Elastizitätstheorie
B. G. Teubner, Stuttgart 1985
- [18] G. Caré, A.C. Fischer-Cripps
Elastic-plastic indentation stress fields using the finite-element method
J. Mater. Sci. **32** (1997) 5653
- [19] M. Fivel, M. Verdier, G. Canova
3D simulation of a nanoindentation test at mesoscopic scale
Mater. Sci. Eng. **A234-236** (1997) 923
- [20] H. P. Stüwe
Mechanische Anisotropie
Springer-Verlag Wien - New York 1974
- [21] J.P. Hirth, J. Lothe
Theory of dislocations (second edition 1982)
Wiley New York 1982
- [22] H. Hertz
Über die Berührung fester elastischer Körper
J. Reine Angew. Math. **92** (1881) 156
- [23] M.M. Chaudhri
A note on a common mistake in the analysis of nanoindentation data
J. Mater. Res **16** (2001) 336
- [24] A.C. Fischer-Cripps
The Hertzian contact surface
J. Mater. Sci. **34** (1999) 129
- [25] S. P. Timoshenko, J. N. Goodier
Theory of Elasticity (Third Edition)
McGraw-Hill Book Company, Inc., Singapore 1970
- [26] K. L. Johnson
Contact Mechanics
Cambridge University Press 1985

- [27] D. Maugis
Contact, Adhesion and Rupture of elastic solids
Springer-Verlag Berlin - Heidelberg 2000
- [28] U. D. Schwarz, H. Hölscher
Reibung auf der Nanometerskala - Nanotribologie mit dem Rasterkraftmikroskop
Phys. Bl. **54** (1998) 1127
- [29] I. N. Sneddon
The relation between load and penetration in the axialsymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile
Int. J. Engng. Sci. **3** (1965) 47
- [30] N. Schwarzer, F. Richter, G. Hecht
The elastic field in a coated half-space under Hertzian pressure distribution
Surface and Coatings Technology **114** (1999) 292
- [31] E.W. Wong, P.E. Sheehan, Ch.M. Lieber
Nanobeam Mechanics: Elasticity, Strength and Toughness of Nanorods and Nanotubes
SCIENCE **277** (1997) 1971
- [32] J. Friedel
Dislocations
Addison-Wesley 1964
- [33] F. Prinz, A. Korner, H.O.K. Kirchner
Core energies and core tensions of dissociated and partial dislocations
in fcc and hcp metals
Phil. Mag. A **47** (1983) 441
- [34] S. V. Kamat, J. P. Hirth
Dislocation injection in strained multilayer structures
J. Appl. Phys. **67** (1990) 6844
- [35] G. Schoeck
The Peierls Dislocation: Line Energy, Line Tension, Dissociation and Deviation
Acta. Mater. **45** (1997) 2597
- [36] H. Alexander, P. Haasen
Dislocations and plastic flow in the diamond structure
Sol. State Phys. **22** (1968) 28
- [37] Freiburger Compound Materials GmbH
General Specifications of Gallium Arsenide Wafers
- [38] S. Takeuchi, K. Suzuki, K. Maeda, H. Iwanaga
Stacking-fault energy of II-VI compounds
Phil. Mag. A **50** (1984) 171
- [39] K. Sumino, I. Yonemura
Dislocation dynamics and mechanical behaviour of elemental compound semiconductors
phys. stat. sol. (a) **138** (1993) 573
- [40] D. Allwood, R. Carline, N. Mason, C. Pickering, B.K. Tanner, P. Walker
Characterization of oxide layers on GaAs substrates
Thin Sol. Films **364** (2000) 33

- [41] Vornorm: E DIN EN ISO 14577-1 (Juni 2000)
- [42] P. Grau, G. Berg, W. Fränzel, H. Meinhard
Recording Hardness Testing:
Problems of Measurement at small Indentation Depths
phys. stat. sol. (a) **146** (1994) 537
- [43] T. Chudoba
Registrierende Härtemessung:
Ein neues Modell zur Bewertung von Ergebnissen
Materialprüfung **39** (1997) 357
- [44] S. Enders
Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften von spröden Schicht- und
Kompaktsystemen durch Deformation kleiner Volumina
Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg, FB Physik (1998)
- [45] Nano-Indenter® II Operating Instructions Version 2.0
Nano Instruments, Inc. 1994
- [46] T. Chudoba, N. Schwarzer, F. Richter
Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements
with a spherical indenter
Surface and Coatings Technology **127** (2000) 9
- [47] T. Chudoba
Spitzenkorrektur bei Härteprüfkörpern
Materialprüfung **38** (1996) 380
- [48] Y. Sun, S. Zheng, T. Bell, J. Smith
Indenter Tipp radius and load frame compliance calibration using
nanoindentation loading curves
Phil. Mag. Lett. **79** (1999) 649
- [49] P. Grau, G. Berg, H. Meinhard, S. Mosch
Strain Rate Dependence of the Hardness of Glass and Meyer's Law
J. Am. Ceram. Soc. **81** (1998) 1557-1564
- [50] B. N. Lucas, W. C. Oliver, G. M. Pharr, J.-L. Loubet
Time Dependent Deformation during Indentation Testing
Materials Research Society Symposium, San Francisco Apr. 1996
- [51] W. D. Nix, H. Gao
Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity
J. Mech. Phys. Solids **46** (1998) 411
- [52] H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix
Modeling Plasticity at the Micrometer Scale (review article)
Naturwissenschaften **86** (1999) 507
- [53] T. Chudoba, F. Richter
Neue Möglichkeiten der mechanischen Oberflächencharakterisierung
mit Indentermethoden
HTM **56** (2001) 403

- [54] J.B. Pethica, W.C. Oliver
Mechanical Properties of nanometre volumes of material: use of the elastic response of small area indentations
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **130** (1989)
- [55] T. A. Michalske, J. E. Houston
Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contact
Acta mater. Vol. **46** (1998) 391
- [56] D. F. Bahr, D. E. Wilson, D. A. Crowson
Energy considerations regarding yield points during indentation
J. Mater. Res. **14** (1999) 2269
- [57] E. B. Tadmor, R. Miller, R. Phillips, M. Ortiz
Nanoindentation and incipient plasticity
J. Mater. Res. **14** (1999) 2233
- [58] D. F. Bahr, C. M. Watkins, D. E. Kramer, W. W. Gerberich
Yield Point Phenomena During Indentation
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **522** (1998)
- [59] C. L. Kelchner, S. J. Plimpton, J. C. Hamilton
Dislocation nucleation and defect structure during surface indentation
Phys. Rev. B **58** (1998) 11085
- [60] S. A. Syed Asif, J. B. Pethica
Nanoindentation creep of single-crystal tungsten and gallium arsenide
Phil. Mag. A **76** (1997) 1105-1118
- [61] G. Xu, A. S. Argon
Homogeneous nucleation of dislocation loops under stress in perfect crystals
Phil. Mag. Lett. **80** (2000) 605-611
- [62] H. Johansen, D. Lorenz, P. Grau
Comparative characterization of differently prepared surfaces of single crystalline calcium fluoride by DUV laser irradiation and microhardness measurements
Opt. Eng. (eingereicht April 2001)
- [63] R. Phillips, D. Rodney, V. Shenoy, E. Tadmor, M. Ortiz
Hierarchical models of plasticity: dislocation nucleation and interaction
Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. **7** (1999) 769
- [64] A. Kailer
Lokale Schädigung von Oberflächen und Phasenumwandlungen in harten, spröden Materialien verursacht durch mechanischen Kontakt
Tübinger Geowissenschaftliche Arbeiten (TGA), Reihe E: Mineralogie, Petrologie und Geochemie Band 7/99
Shaker Verlag, Aachen 1999
- [65] A. Kailer, Y. G. Gogotsi, K. G. Nickel
Phase transformations of silicon caused by contact loading
J. Appl. Phys. **81** (1997) 3057

- [66] J.J. Vlassak, W.D. Nix
Measuring Elastic Properties of Anisotropic Materials by Means
of Indentation Experiments
J. Mech. Phys. Solids **42** (1994)1223
- [67] P.B. Hirsch, P. Pirouz, S.G. Roberts and P.D. Warren
Indentation plasticity and polarity of hardness on {111} faces of GaAs
Phil. Mag. B **52** (1985) 759
- [68] T. Suzuki, T. Yasutomi, T. Tokuoka, I. Yonenaga
Plasticity of III-V compounds at low temperatures
phys. stat. sol. (a) **171** (1999) 47
- [69] H. S. Leipner, D. Lorenz, A. Zeckzer, P. Grau
Dislocation-Related Pop-In Effect in Gallium Arsenide
phys. stat. sol. (a) **183** (2001) R4
- [70] J. Schreiber, L. Höring, H. Uniewski, S. Hildebrandt, H.S. Leipner
Recognition and Distribution of A(g) and B(g) Dislocations in Indentation Deformation Zones
on {111} and {110} Surfaces of CdTe
phys. stat. sol (a) **171** (1999) 89
- [71] M. S. Duesbery, B. Joós
Dislocation motion in silicon: the shuffle-glide controversy
Phil. Mag. Lett. **74** (1995) 253
- [72] Q. Ren, B. Joós, M. S. Duesbery
Test of the Peierls-Nabarro model for dislocations in silicon
Phys. Rev. B **52** (1995) 253

Anhang

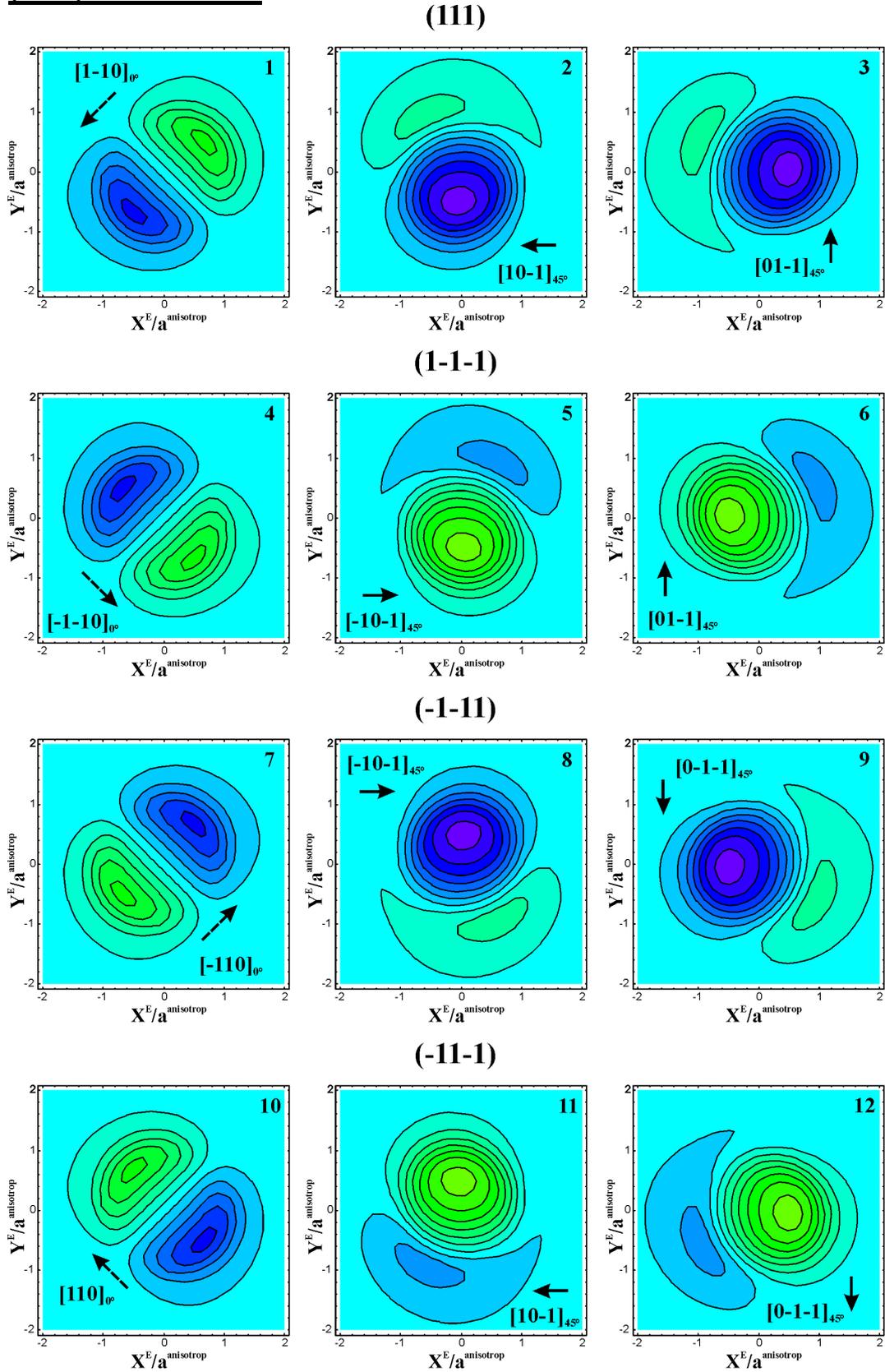
AI Beziehungen zwischen den isotropen elastischen Moduln

(E...Elastizitätsmodul; G...Schermodul; ν ...Querkontraktionszahl; K...Kompressionsmodul; μ, λ ...Lemésche Konstanten)

Elastischer Modul	ausgedrückt mit						
	G, E	G, ν	E, ν	K, E	K, ν	K, G	μ, λ
E	E	$2 \cdot G \cdot (1 + \nu)$	E	E	$3 \cdot K \cdot (1 - 2 \cdot \nu)$	$\frac{9 \cdot K \cdot G}{3 \cdot K + G}$	$\frac{\mu \cdot (3 \cdot \lambda + 2 \cdot \mu)}{\mu + \lambda}$
G = μ	G	G	$\frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)}$	$\frac{3 \cdot K \cdot E}{9 \cdot K - E}$	$\frac{3 \cdot K \cdot (1 - 2 \cdot \nu)}{2 \cdot (1 + \nu)}$	G	μ
ν	$\frac{E}{2 \cdot G} - 1$	ν	ν	$\frac{1}{2} - \frac{E}{6 \cdot K}$	ν	$\frac{3 \cdot K - 2 \cdot G}{6 \cdot K + 2 \cdot G}$	$\frac{\lambda}{2 \cdot (\lambda + \mu)}$
K	$\frac{G \cdot E}{9 \cdot G - 3 \cdot E}$	$\frac{2 \cdot G \cdot (1 + \nu)}{3 \cdot (1 - 2 \cdot \nu)}$	$\frac{E}{3 \cdot (1 - 2 \cdot \nu)}$	K	K	K	$\lambda + \frac{2}{3} \cdot \mu$
λ	$\frac{G \cdot (E - 2 \cdot G)}{3 \cdot G - E}$	$\frac{3 \cdot G \cdot \nu}{1 - 2 \cdot \nu}$	$\frac{E \cdot \nu}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2 \cdot \nu)}$	$\frac{3 \cdot K \cdot (3 \cdot K - E)}{9 \cdot K - E}$	$\frac{3 \cdot K \cdot \nu}{1 + \nu}$	$K - \frac{2}{3} \cdot G$	λ

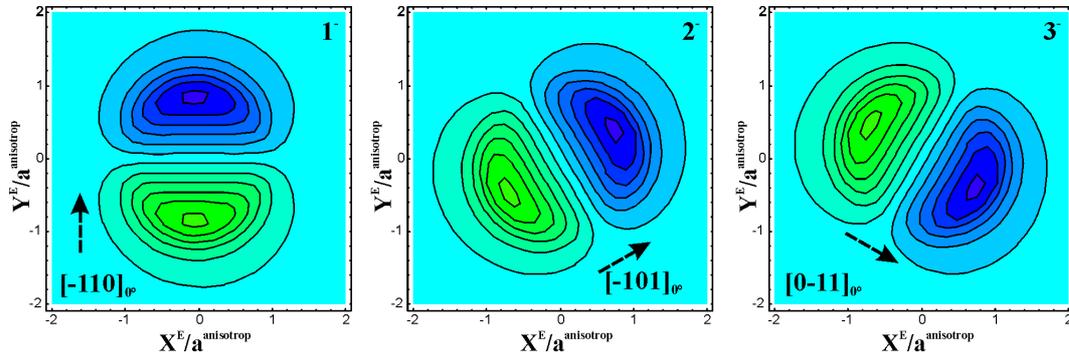
A II Wirksame Scherspannungen in den Gleitsystemen bei Hertz'schem Kontakt im elastisch anisotropen Modell (Legende und Indizierung siehe Abschnitte 6.2 und 6.3)

(001) Oberfläche

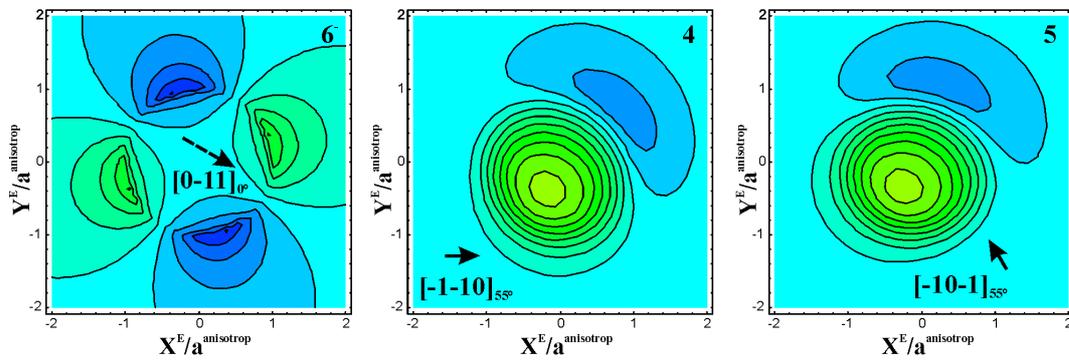


(111) Oberfläche

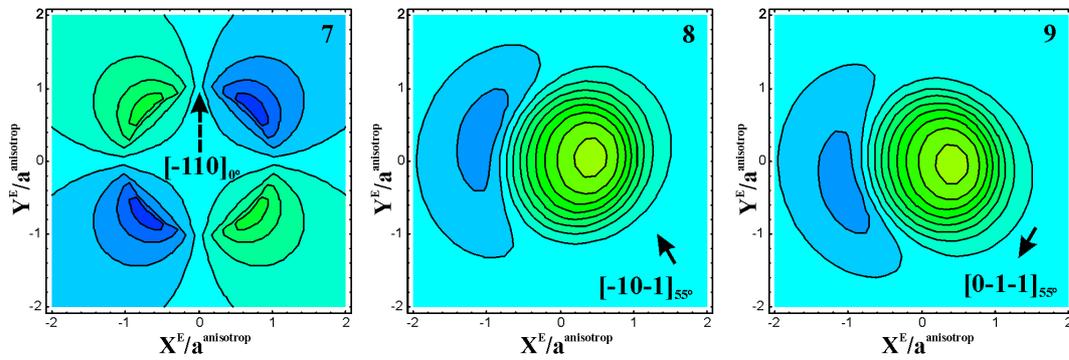
(111)



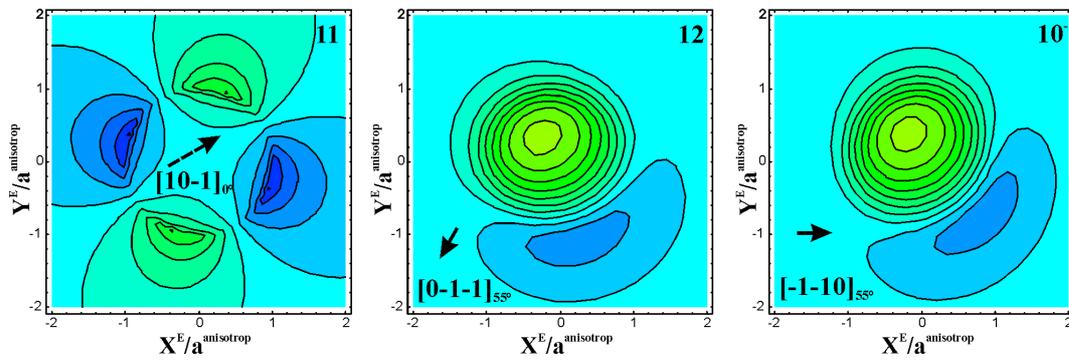
(1-1-1)



(-1-11)

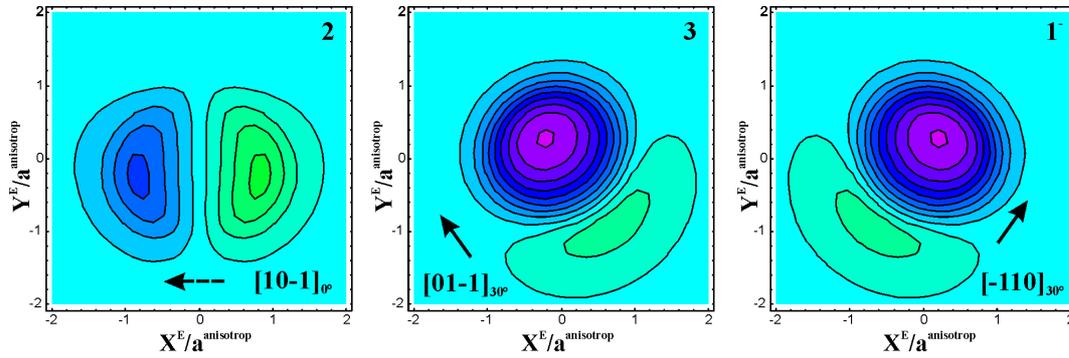


(-11-1)

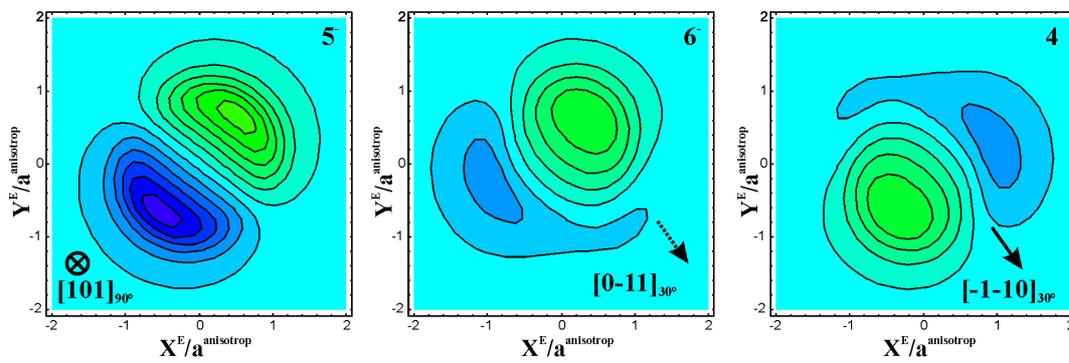


(101) Oberfläche

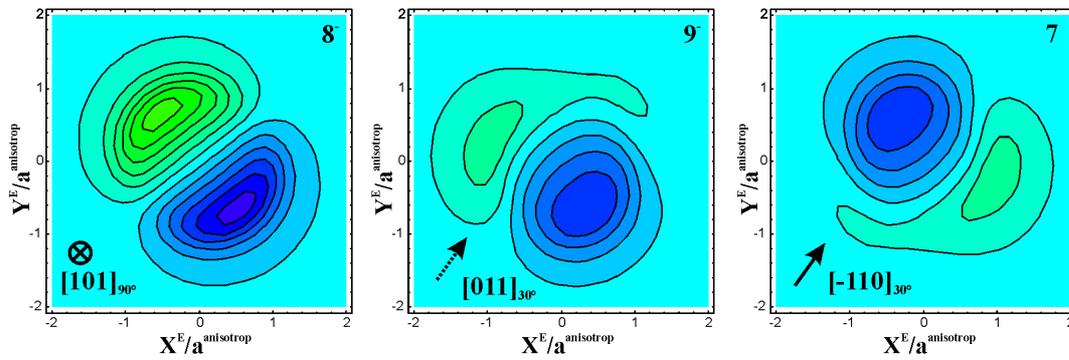
(111)



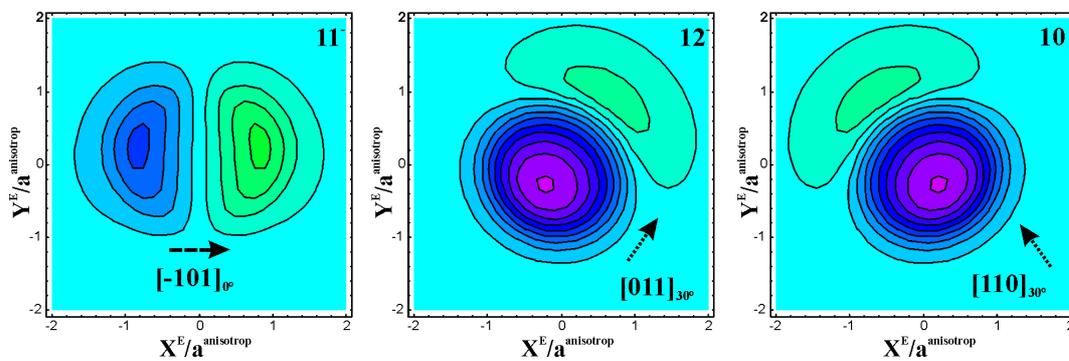
(1-1-1)



(-1-11)



(-11-1)



Danksagung

Ich möchte mich ganz herzlich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Mein besonderer Dank gilt dabei

den Herren Prof. Dr. P. Grau und PD Dr. H. S. Leipner für die Übernahme der Betreuung dieser Arbeit sowie die vielen konstruktiven Diskussionen und Anregungen

den Mitwirkenden des Graduiertenkollegs 415 „Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften“, speziell Herrn Prof. Dr. H.-R. Höche für die ausgiebige Förderung meiner wissenschaftlichen Tätigkeit im Graduiertenkolleg und den Herren Dr. J. Schreiber, Dipl.-Phys. U. Hilpert und Dr. N. Engler für die vielseitigen Hinweise und Anregungen zur Untersuchung der Versetzungsstrukturen und Probeneigenschaften

den Mitarbeitern der Fachgruppe Experimentelle Physik I für ein angenehmes Arbeitsklima und die sofortige und freundliche Hilfe bei jeglichen Problemen, speziell Herrn Dr. D. Lorenz für seine wertvollen Beiträge zur Diskussion

meiner Familie für deren umfassende Unterstützung, die mir das Studium erheblich erleichtert hat

Frau Diana Mohrholz für das Redigieren dieser Arbeit

Angaben zur Person und zum Bildungsgang

Name: Zeckzer
Vorname: André
Geburtsdatum: 27. Juni 1974 in Dessau
Familienstand: ledig
Staatsangehörigkeit: deutsch

Schulbildung:

09/81 - 08/91 Zehnklassige allgemeinbildende Polytechnische Oberschule Dessau
1.-9. Klasse: 18. POS
10. Klasse: Leistungsklasse an 11. POS
Abschluss: 10. Klasse mit Prädikat "sehr gut"
09/91 - 06/93 Abitur Gymnasium „Walter Gropius“ in Dessau
Abschluss: Abitur mit Durchschnittsnote 1,3

Studium:

09/93 - 09/95 Grundstudium im Diplomstudiengang Physik an der
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Note Vordiplom: gut
10/95 – 02/99 Hauptstudium mit Spezialisierung Festkörpermechanik
Diplomprüfungen mit Prädikat "sehr gut"
seit 3/99 Promotionsstudium
an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
als Stipendiat des Graduiertenkollegs 415 „Defektstrukturbestimmte
physikalische Eigenschaften“

Halle, den 11.02.2002

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Diese Arbeit hat in dieser oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen.

Halle, den 11.02.2002