



**Max-Planck-Institut für Metallforschung
Stuttgart**

Untersuchungen zur Plastizität und Versetzungs- anordnung von Strontiumtitanat

Shahram Taeri-Baghbadorani

Dissertation
an der
Universität Stuttgart

Bericht Nr. 126
Juni 2002

Untersuchungen zur Plastizität und Versetzungsanordnung von Strontiumtitanat

Von der Fakultät Chemie der Universität Stuttgart
zur Erlangung der Würde eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr.rer.nat)
genehmigte Dissertation

Vorgelegt von
Shahram Taeri-Baghdadorani
aus Esfahan / Iran

Hauptberichter: Prof. Dr. M. Rühle
Mitberichter: Prof. Dr. E. Arzt
Tag der Prüfung: 10. Juni 2002

Max-Planck-Institut für Metallforschung Stuttgart

2002

Inhaltsverzeichnis

Summary	1
Zusammenfassung	6
1 Einleitung und Aufgabenstellung	10
2 Kenntnisstand und Literaturübersicht zur Plastizität von Strontiumtitanat (STO)	12
2.1 <i>Kristallstruktur von Strontiumtitanat</i>	12
2.2 <i>Grundlagen der Plastizität</i>	14
2.2.1 Einleitende Bemerkungen.....	14
2.2.2 Ermittlung der kritischen Fließspannung	16
2.2.3 Versetzungsmultiplikationsmechanismus	17
2.2.4 Wechselwirkungen der Versetzungen auf parallelen Ebenen.....	17
2.2.5 Schneidprozesse der Versetzungen	19
2.2.6 Versetzungsbewegung.....	22
2.2.7 Das Aktivierungsvolumen	24
2.2.8 Die Aktivierungsenergie.....	25
2.2.9 Temperaturempfindlichkeit der lokal wirkenden Schubspannung	25
2.2.10 Experimentelle Bestimmung von Geschwindigkeitsempfindlichkeit der lokal wirkenden Schubspannung	26
2.2.11 Versetzungsstruktur plastisch verformter Einkristalle	26
2.2.12 Energie einer Versetzung	27
2.2.13 Versetzungsaufspaltung und Stapelfehlerenergie	28
2.3 <i>Versetzungsaufspaltung in STO</i>	29
2.3.1 Aufspaltung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen auf der Gleitebene.....	29
2.3.2 Selbsthafte Aufspaltung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen	31
2.3.3 Aufspaltung der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen auf der Gleitebene.....	32
2.3.4 Kletteraufspaltung der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen.....	33
3 Probenherstellung	34
3.1 <i>STO-Einkristalle und Proben für Druckexperimente</i>	34
3.1.1 Lieferanten von STO-Einkristallbirnen und Präparation von Druckproben.....	34
3.1.2 Reinheitsgrad der verwendeten Druckproben.....	36
3.2 <i>Präparation der TEM-Proben</i>	37
3.2.1 Standardtechnik der Präparation keramischer TEM-Proben	38

3.2.2	Querschnittspräparation.....	39
3.2.3	FIB-Präparation.....	41
4	Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführung.....	42
5	Mikroskopische Untersuchungsmethoden	46
5.1	<i>Verfahren zur Oberflächenuntersuchung.....</i>	<i>46</i>
5.1.1	Lichtmikroskop (LM).....	46
5.1.2	Rasterelektronenmikroskop (REM).....	47
5.1.3	Rasterkraftmikroskopie (AFM).....	48
5.2	<i>Verfahren zur Untersuchung des Kristallinnern.....</i>	<i>50</i>
5.2.1	Aufbau und Funktionsprinzip des TEM.....	50
5.2.2	Kontrast- und Beugungsentstehung im TEM	52
5.2.3	Berücksichtigung der Präparationseinflüsse bei TEM-Aufnahmen.....	55
5.2.4	Burgersvektorbestimmung von Versetzungen mittels CTEM	56
6	Experimentelle Ergebnisse der Druckversuche	59
6.1	<i>Verformung entlang der <001>-Druckachse.....</i>	<i>59</i>
6.1.1	Verformungskurven	59
6.1.2	Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung und der Bruchspannung.....	67
6.1.3	Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit.....	69
6.1.4	Bestimmung der Geschwindigkeitsempfindlichkeit.....	69
6.1.5	Berechnung der Aktivierungsparameter für den Bereich C.....	71
6.2	<i>Verformungen entlang der Druckachsen <011>, <112> und <345></i>	<i>72</i>
6.2.1	Verformungskurven	72
6.2.2	Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung und der Bruchspannung.....	78
6.2.3	Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung.....	80
6.2.4	Bestimmung der Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung.....	81
6.2.5	Berechnung der Aktivierungsparameter für den Bereich C.....	83
6.2.6	Auf die Gleitebene bezogene Spannungs-Temperatur-Diagramm.....	85
6.3	<i>Spezielle Experimente mit <001>-Proben.....</i>	<i>86</i>
6.3.1	Temperaturwechselfersuche	86
6.3.1.1	Im Bereich A.....	86
6.3.1.2	Innerhalb von zwei Bereichen (A↔C).....	87
6.3.1.3	Einfluß der Vorbelastung im Bereich B auf Verformung in Bereichen A bzw. C.....	87
6.3.2	Verformung der reduzierten Proben.....	88
7	Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchungen.....	90
7.1	<i>Einleitende Bemerkungen.....</i>	<i>90</i>

7.1.1	TEM–Untersuchungen an unverformten Proben.....	91
7.1.1.1	Bestimmung der Versetzungsdichte unverformter Proben.....	92
7.1.2	TEM–Untersuchungen im Bereich A.....	93
7.1.2.1	Verformung bei 197K.....	93
7.1.2.2	Verformung bei Raumtemperatur	94
7.1.2.3	Verformung bei 845K.....	96
7.1.3	TEM–Untersuchungen im Bereich B.....	98
7.1.3.1	Mikroverformung bei 1260K	98
7.1.3.2	Mikroverformung bei 1483K	105
7.1.4	TEM–Untersuchungen im Bereich C.....	106
7.1.4.1	Verformung bei 1512K.....	106
7.1.4.2	Verformung bei 1558K.....	107
7.1.4.3	Verformung bei 1810K.....	109
7.1.5	Berechnung der Stapelfehlerenergie der verformten Proben	111
7.2	<i>Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen</i>	112
7.2.1	Bereich A.....	112
7.2.1.1	Untersuchungen an $\langle 001 \rangle$ –Proben	112
7.2.1.2	Untersuchungen an $\langle 011 \rangle$ –Proben	115
7.2.1.3	Untersuchungen an $\langle 112 \rangle$ –Proben	118
7.2.2	Bereich B.....	120
7.2.3	Bereich C.....	121
7.2.3.1	Untersuchungen an $\langle 001 \rangle$ –Proben	121
7.2.3.2	Untersuchungen an $\langle 011 \rangle$ –Proben	122
7.2.3.3	Untersuchungen an $\langle 112 \rangle$ –Proben	123
7.3	AFM–Untersuchungen an den bei RT verformten $\langle 001 \rangle$ –Proben	127
8	Interpretationen und Diskussion der Ergebnisse	129
8.1	<i>Vergleiche zwischen den Ergebnissen aus der Literatur und denen der vorliegenden Arbeit über die Plastizität von STO–Einkristallen</i>	129
8.1.1	Mechanische Messungen und Gleitsysteme	129
8.1.2	Die in der vorliegenden Arbeit analysierten Gleitsysteme einachsialer Druckverformung.....	132
8.1.3	Verformungsverfestigung im Bereich A.....	134
8.1.4	$\langle 001 \rangle$ –Versetzungsgleitung in verformten $\langle 001 \rangle$ –Proben im Temperaturbereich $1500\text{K} < T < 1650\text{K}$	135
8.2	<i>Interpretation: Vorstellung des Modells zur Beschreibung des Gleitverhaltens der $\langle 011 \rangle$–Versetzenen</i>	137
8.2.1	Grundlegende Definitionen für das Modell.....	138
8.3	<i>Überprüfung des Modells mit Hilfe der experimentellen Ergebnissen</i>	143
8.3.1	Beschreibung des Verformungsverhaltens von $\langle 001 \rangle$ –Proben.....	144
8.3.1.1	Übertragung des Modells auf den Bereich A	144

8.3.1.2 Übertragung des Modells auf den Bereich B	147
8.3.1.3 Übertragung des Modells auf den Bereich C.....	149
8.3.2 Evidenzen aus TEM–Untersuchungen zur Bestätigung der Existenz unterschiedlicher Versetzungskernkonfigurationen	149
8.3.3 Ausblick auf weitere Untersuchungsmethoden zur experimentellen Bestätigung des Modells	151
8.4 Stapelfehlerenergie.....	152
8.5 Versetzungsdichte.....	152
Anhang.....	154
Literaturverzeichnis.....	165
Danksagung	
Lebenslauf	

Summary

The mechanical behaviour of ceramic materials –especially those with ionic structure (except a few e.g. MgO [Appel1], NaCl [Appel3])– is characterized by a transition from brittle to ductile fracture for increasing temperature. So far it is believed that Strontium titanate (SrTiO_3 abb. **STO**) belongs also to this class of ceramics and is known to be fragile and brittle below about 1400K [Koiz1]. Although the findings of our study result in different observations.

STO crystallizes in the cubic perovskite structure and no phase transition occurs at temperature higher than 107K. STO has many applications in electronic devices; such as resistors with a non-linear response (varistors), grain boundary layer capacitors, or resistive oxygen sensors. In addition, single crystals STO is being used as an appropriate substrate for various thin film materials such as high-temperature superconductors (YBaCuO).

According to the mineralogical models of the Earth's lower mantle ([Iiu1], [Ande1]), the dominant mineral phase is $(\text{Mg,Fe})\text{SiO}_3$ perovskite. Even in the perovskite-poor models ([Ring1], [Weid1]) there is at least an 80 vol % perovskite phase in the Earth's lower mantle. Therefore, it is extremely important and interesting to investigate about the deformation behaviour and mechanisms of the perovskites.

Due to the fact that all perovskites have cubic structure at ambient pressure and sufficient high temperature, strontium titanate offers a worthy basis for investigations of mechanical properties of the oxide perovskites owing to its cubic structure over a large temperature range.

The single crystals of strontium titanate were grown by the Verneuil technique. The compression specimens of STO used in this study are of quadrangular shape, $2.5 \times 2.5 \times 6 \text{ mm}^3$ in dimension. The long axis of the crystals is parallel to the following crystallographic axes: $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ and $\langle 345 \rangle$. All surfaces of the specimens were polished to a quality appropriate for preliminary investigations by the polarized light. The compression tests were performed at temperatures between 78K and 1810K for the specimens with $\langle 001 \rangle^\#$ axis, while for those of the other aforementioned axes, between room temperature (RT) and 1810K. Three regimes of

[#] The notation „ $\langle hkl \rangle$ specimens“ will be used in describing specimens with $\langle hkl \rangle$ axis in subsequent parts of this chapter.

different plastic behaviour can be distinguished depending on temperature. These regimes will be described in the following:

Regime A — ductile ($T < 1000\text{K}$):

Regime A encompasses all investigated deformation axes below about 1000K. Plastic deformation could be found in this regime. The critical resolved shear stress (CRSS) increases as temperature decreases from RT. Above RT, the CRSS stays at a constant value of about 50MPa.

A characteristic of the stress–strain curves is a plateau of constant stress followed by a region of significant work hardening. Plastic deformation decreased gradually as the temperature increased. The evidence is given from the shortening of the plateau length resulting as increase in the work–hardening rate. Plastic deformation up to strains of 7% is possible at RT deformation for $\langle 001 \rangle$ axis, whereas it reduces to about 1% at 950K.

Altering the strain rate by almost one order of magnitude has no significant influence neither on the CRSS nor on the work–hardening rate or the length of plateau in the strain–stress curves.

Another characteristics of deformation in regime A represents the inhomogeneity of plastic deformation which is generated by terminated shear bands which producing distinctive surface steps. The surface steps are responding for the birefringence bands can be observed directly by the eye.

Extensive transmission electron microscopy (TEM) studies showed that the dominant slip system for all of the investigated axes is $\langle 011 \rangle \{011\}$. The glide dislocations cluster into dense bundles at intermediate temperatures for $\langle 001 \rangle$ specimen deformed at 845K to 1% plastic strain. However, clustering in such a manner was not observed in specimens deformed either at RT or at 196K.

Regime B — brittle (for $\langle 001 \rangle$ specimens: $1000\text{K} < T < 1500\text{K}$; for the rest: $1000\text{K} < T < 1250\text{K}$):

For increasing temperatures beyond the range of regime A, the specimens undergo a transition to a brittle behaviour, an inverse ductile to brittle transition. In regime B fracture occurs spontaneously while loading within the elastic range of the strain–stress curves. No plasticity could be observed in regime B for $T > 1100\text{K}$, while plastic deformation below 1100K is very small ($\epsilon_p < 0.2\%$). Astonishingly, the fracture stress

increases with increasing temperature. Again, a change of strain rate has a minimal effect on the fracture stresses.

Regime C — ductile (for $\langle 001 \rangle$ specimens: $T > 1500\text{K}$; for the other specimens: $T > 1250\text{K}$):

In regime C, the CRSS for the $\langle 001 \rangle$ specimens is much higher compared to that in regime A. It depends strongly on temperature and increases with decreasing temperature. In contrast to the $\langle 001 \rangle$ specimens, the CRSS of the other specimens are generally very low but do have the same magnitude. This difference is caused by the operation of different slip systems in $\langle 001 \rangle$ specimens compared to the other specimens. TEM and light microscopy investigations have shown that in the $\langle 001 \rangle$ specimens, the Burgers vectors of the glide dislocations are parallel to a $\langle 011 \rangle$ direction and in the other investigated specimens parallel to $\langle 001 \rangle$.

Obviously on dislocations with $\langle 001 \rangle$ Burgers vector acts a smaller Peierls barrier than on those with a $\langle 011 \rangle$ Burgers vector. This conclusion stems from a comparison of the CRSS for $\langle 001 \rangle$ specimens with those from the specimens with different correlation. In addition, at lower temperatures $\langle 001 \rangle$ dislocations can glide easier, after being thermally activated, than the $\langle 011 \rangle$ dislocations. Nevertheless the $\langle 001 \rangle$ dislocations can not contribute to plastic deformation in $\langle 001 \rangle$ specimens as a result of Schmid's law. The strong temperature dependence of CRSS in regime C can be interpreted as a consequence of thermally activated glide processes which correspond to the thermally activated formation of double kink in the dislocation line as suggested in ionic-covalent ceramics [Mits1]. Hence plastic deformation could be achieved due to the motion of dislocations.

At temperatures between 1500K to 1650K, the $\langle 001 \rangle$ specimens behave ductile, though not with such a large plastic deformation as those for the other specimens under investigation. There was no work hardening in regime C.

Dislocations with $\langle 011 \rangle$ Burgers vectors are responsible for the plastic deformation in both regime A (at low temperatures) and regime C (at high temperature) respectively for the $\langle 001 \rangle$ specimens, however the glide processes are totally different. This suggests that two different core structures exist for the moved $\langle 011 \rangle$ dislocations. The core structures are not similar, based on their mobilities at different temperatures. The one which is responsible for plastic deformation in regime A can glide easily on its glide plane with minimal thermal activation and low stresses, and

therefore is referred to in this study as *easy moving (or agile)*. A dislocation with the other core structure has a much higher Peierls barrier and requires correspondingly higher stresses at greater thermal activation. This one is referred to as *difficult moving (or inert)* in the present study.

The results can be interpreted under the above mentioned assumption in the following way.

Ductility in regime A— At sufficiently low temperatures and the whole range of regime A the agile core structure dominates. The rate of transmutation of the core structure from agile to inert increases with increasing temperature, hence leading to a decrease in dislocation mobility. In this case glide dislocations begin to form clusters like those shown in TEM images from a deformed $\langle 001 \rangle$ specimen at 845K. The CRSS does not increase with increase in the inert core share in dislocations between room temperature and about 950K, due to the synchronous raising of the thermal activation energy for mobility of those dislocation parts with agile core structure.

Brittleness in regime B,— At intermediate temperatures (regime B) $\langle 011 \rangle$ dislocations can consist of innumerable quantities of both core structures in random distribution. The parts of dislocations with inert core structure provoke restraints on plastic deformation. When this occurs, dislocations which are not able to glide appreciably far from their sources and so result in no macroscopic plastic deformation. Those parts of dislocations which have the agile core structure may bulge and hence tend to pile up at barriers. Impacted piled-up dislocations produced by high local stresses form a microcrack nucleus that can lead to brittle fracture [King1].

Ductility in regime C for $\langle 001 \rangle$ specimens,— Further temperature increase leads to an increase in the density of dislocation parts with inert core structure. This implies that those parts of dislocations with agile core structure are too short, so that they can not bulge and therefore unable to induce a microcrack by piling-up mechanism. Because of sufficiently high thermal activation and very high stresses, dislocations with inert core structure are now able to glide at temperatures from about 1500K upwards.

Evidences of existing two core structures of <011> dislocations

Glide dislocations of <011> Burgers vector from regime C observed in TEM are relatively straight in comparison with those of regime A. Necessarily this means that the Peierls barrier for the same dislocations are higher at high temperatures than at low temperatures.

Another evidence for the existence of two different core structures for <011> dislocations has been given by TEM investigations from dislocation arrangement of a loaded <001> specimen in regime B. For this purpose the fracture stress at 1260K was determined by several compression experiments. It was around 400MPa. One of such experiments involved the loading of a specimen at 1260K to 350MPa (about 88% of its fracture stress) for 30 seconds and then chilled to room temperature after unloading. TEM images of the specimen revealed a high population of densely packed dislocation clusters. „Normal“ glide dislocations were not observed, suggesting that dislocations may have been limited to their source area.

These findings advocate for the reassessment of the character of dislocations, with respect to their mobility, for materials with ionic structure.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden mittels dynamischer Druckversuche das plastische Verformungsverhalten von *Strontiumtitanat*-Einkristallen^(#) untersucht, deren Druckachse parallel zu folgenden kristallographischen Richtungen lag: $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$. Die Proben mit $\langle 001 \rangle$ -Druckachse wurden im Temperaturbereich zwischen 78K und 1810K verformt und die mit den anderen o.g. Orientierungen zwischen RT und 1810K. Die Dehngeschwindigkeit von 10^{-4} s^{-1} wurde bei *Grundgeschwindigkeit* für alle Verformungen angewandt. Zur Bestimmung von Aktivierungsparametern (Aktivierungsvolumen, Aktivierungsenergie) wurden jedoch auch andere Dehngeschwindigkeiten eingesetzt.

Bei genügend hohen Temperaturen lassen sich die STO-Einkristalle plastisch verformen, wie es i.A. bei Keramiken der Fall ist. Mit Abnahme der Verformungstemperatur setzt innerhalb eines relativ engen Temperaturintervalls (etwa 50K) sprödes Verhalten ein. Das spröde Verhalten geht allerdings bei tieferen Verformungstemperaturen für alle untersuchten Orientierungen erneut in ein duktiler über. Aus den „*wahren Spannungs-Dehnungs-Diagrammen*“ ließ sich die kritische Fließspannung s_c und die Bruchspannung s_{Br} bestimmen. Im folgenden werden die wichtigen Ergebnisse dieses temperaturabhängigen Verformungsverhaltens zusammengefaßt.

1. Bereich A — duktil ($T < 1000\text{K}$):

Der Bereich A umfaßt die Temperaturen von 78K bzw. RT bis etwa 1000K. Unterhalb RT nimmt die kritische Schubspannung mit sinkender Temperatur zu. Dagegen wurde etwa oberhalb RT bis nahezu zum Ende des Bereiches A keine Temperaturabhängigkeit für die kritische Schubspannung gefunden.

Der Betrag der plastischen Dehnung hängt im Bereich A von der Probenorientierung und der Verformungstemperatur, aber nicht von der Dehngeschwindigkeit ab. Beispielsweise lassen sich die $\langle 001 \rangle$ -Proben bei RT bis 7% plastisch verformen, bevor sich durch Bildung vieler kleiner Risse das Versagen der Probe ankündigte. Im Gegensatz dazu lassen sich die untersuchten Proben anderer Orientierungen bei RT nur um weniger als 2% plastisch verformen. Die Untersuchungen ergaben, daß sich die $\langle 001 \rangle$ -Proben am stärksten plastisch verformen lassen.

^(#) Strontiumtitanat wird in folgenden als STO abgekürzt.

Die plastische Verformbarkeit nimmt mit steigender Temperatur ab (z.B. maximale plastische Dehnung von $\langle 001 \rangle$ -Proben bei 78K ist etwa 9%, bei 950K nur noch weniger als 2%).

Das primäre Gleitsystem im Bereich A ist $\langle 011 \rangle \{0\bar{1}1\}$. Die Versetzungsgleitung ist allerdings sehr inhomogen, es bilden sich relativ hohe Gleitstufen auf den Seitenflächen der Druckproben aus („jerky flow“). Die inneren Spannungsfelder zwischen den $\{011\}$ -Gleitebenen sind in $\langle 001 \rangle$ -Proben selbst mit bloßem Auge sichtbar. Für die leichte Gleitfähigkeit der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen, deren große Beweglichkeit der Grund für die Plastizität im Bereich A ist, sprechen die relativ niedrigen Schubspannungen. Ein weiteres Merkmal der Verformung im Bereich A ist, daß die Verformung zwischen RT und etwa 900K mit einem *Spannungsplateau* beginnen, dessen Ausdehnung sich mit steigender Temperatur reduziert. Eine Verformungsverfestigung schließt sich dem Spannungsplateau an. Die Verfestigungsrate nimmt mit steigender Temperatur zu.

2. Bereich B — spröde (für $\langle 001 \rangle$ -Druckachse: $1000K < T < 1500K$; für alle anderen Druckachsen: $1000K < T < 1250K$):

Der Bereich B beginnt bei etwa 1000K und endet für die $\langle 001 \rangle$ -Proben mit bei etwa 1500K und für die anderen untersuchten Druckachsen bei etwa 1250K. STO ist im Bereich B stets spröde. Die Proben brechen hier bereits noch im elastischen Teil der Verformung. Die Bruchspannung nimmt erstaunlicherweise mit steigender Temperatur zu. Die beim Bruch entstehenden Stücke sind umso kleiner, je höher die Temperatur bzw. die Bruchspannung ist.

Das Gleiten der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen reicht nicht aus, um eine makroskopische Plastizität zu schaffen. Jedoch bilden sich auf den $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen lokale Ausbauchungen. Die Versetzungsaufstauungen an den starken, durch die Versetzungen nicht zu überwindenden Hindernissen führen zum Bruch im Bereich B.

3. Bereich C — duktil (für $\langle 001 \rangle$ -Druckachse: $T > 1500K$; für weitere Druckachsen: $T > 1250K$):

Der Bereich C beginnt für die $\langle 001 \rangle$ -Proben bei etwa 1500K, für alle anderen Proben bei ungefähr 1250K. Ein weiterer markanter Unterschied zwischen den $\langle 001 \rangle$ -Proben und den Proben mit anderen Orientierungen besteht darin, daß die kritische Schubspannung bei $\langle 001 \rangle$ -Proben extrem höher ist als die bei anderen Proben. Der Grund für die o.g. Unterschiede ist, daß im Bereich C ein anderes Gleitsystem bei

den $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben tätig wird, nämlich das mit der $\langle 001 \rangle$ -Gleitrichtung. Die $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen haben oberhalb etwa 1250K geringere Peierls-Barriere als die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen und daher gleiten sie schon durch eine geringere thermische Aktivierung bei niedrigeren Spannungen.

Die $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen können in den $\langle 001 \rangle$ -Proben nicht gleiten, da für diese Konfiguration der entsprechende Schmidfaktor gleich Null ist. Für die $\langle 001 \rangle$ -Proben ist immer noch $\langle 011 \rangle \{0\bar{1}1\}$ das primäre Gleitsystem.

Vergleicht man die kritische Schubspannung bei $\langle 001 \rangle$ -Proben in den Bereich A und C, so stellt man erstaunlicherweise fest, daß die Aktivierung des $\langle 011 \rangle \{0\bar{1}1\}$ -Gleitsystems bei den hohen Verformungstemperaturen wesentlich höhere Schubspannungen benötigt.

Diese Beobachtung kann durch die bisher bekannten Mechanismen der Versetzungsbewegung und -wechselwirkung mit anderen Versetzungen und/oder mit Gitterdefekten in Einkristallen interpretiert werden. Die allmähliche Abnahme der Mobilität der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen mit steigender Temperatur im Bereich A, ist die Ursache für den duktil-spröden Übergang der Strontiumtitanat-Einkristalle. Die Mobilitätsabnahme kann durch die bei hohen Temperaturen ablaufenden Umwandlungsprozesse des $\langle 011 \rangle$ -Versetzungskerns begründet werden. In der vorliegenden Arbeit wurde für die Beschreibung dieses Vorgangs angenommen, daß für die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen zwei Kernkonfigurationen vorliegen:

- 1) *leichtbeweglich*
- 2) *schwerbeweglich*.

Versetzungen mit leichtbeweglicher Kernkonfiguration haben geringere Peierls-Barriere als die mit schwerbeweglicher. Auch wird vorausgesetzt, daß auf einer $\langle 011 \rangle$ -Versetzung bei einer bestimmten Temperatur *gleichzeitig* Segmente der beiden Kerne auftreten. Mit steigender Temperatur nehmen letztendlich nur die Dichte und Lebensdauer der Segmente mit dem schwerbeweglichen Kern zu. Dadurch hängt die Beweglichkeit der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen stark von Temperatur ab.

Ab RT bis fast zum Ende des Bereiches A, an dem die kritische Schubspannung nahezu unabhängig von der Temperatur ist, verursacht die Überlagerung der folgenden zwei konkurrierenden Prozesse die Konstanz der kritischen Schubspannung. Zum einen erfordert die Zunahme der bremsenden Wirkung aufgrund des steigenden Anteils an schwerbeweglichen Segmenten größere Schubspannungen. Zum andern

nimmt die Schubspannung aufgrund der thermisch aktivierten Bewegung der leichtbeweglichen Versetzungen ab.

Die Dichte und die Lebensdauer der schwerbeweglichen Segmente sind im Bereich B ausreichend groß, so daß die Bewegung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzung stark behindert ist. Die leichtbeweglichen Segmente bauchen sich infolge der angelegten Schubspannung aus. Würden sie sich an einem Hindernis (z.B. schwerbewegliche Segmente anderer Versetzungen) aufstauen, so würden sie lokal hohe Spannungen erzeugen. Mikrorißkeime könnten dann aufgrund der lokalen Spannungsspitzen auftreten. Durch instabile Ausbreitung mehrerer Mikrorisse bricht die Probe ohne sich vorher plastisch verformen zu lassen auseinander.

Im Bereich C können die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen erneut, jedoch mit schwerbeweglichem Kern, infolge hoher thermischer Aktivierung und ausreichend hoher Schubspannungen gleiten und somit zur plastischen Verformung beitragen.

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Das weitläufig bekannteste mechanische Merkmal der keramischer Materialien ist ihre extreme Sprödigkeit bei mechanischer Belastung. Diese negative Eigenschaft steht den günstigen Eigenschaften der Keramiken, wie hoher Hochtemperaturfestigkeit, Härte, Verschleißfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit und niedriger Dichte gegenüber. Die Ursache der Sprödigkeit liegt im Fehlen einer ausreichenden Mikroplastizität, die die auftretenden Spannungsspitzen durch Gefügefehlerstellen abbauen kann. Die plastische Verformung einkristalliner keramischer Materialien wird in den meisten Fällen durch die Bewegung von Versetzungen getragen. Die extremen Unterschiede in mechanischen Verhalten liegt in deren unterschiedlichen Bindungsverhältnissen in Keramiken und Metallen. Während die Atome der Metalle von Elektronenwolken umgeben sind, sind die Gitterbausteine der Keramiken Ionen, die sich jeweils mit Ionen entgegengesetzter Ladung umgeben. Eine Annäherung gleichgeladener Ionen infolge der Verschiebung einer Versetzung in kristall führt zur Erschwerung der Versetzungsbewegung durch die Abstoßungskräfte. Überdies kommt die Behinderung der Gleitung aufgrund unterschiedlichen Größen der Kationen und Anionen hinzu. Aus diesen Gründen existieren bei Keramiken nur in Ausnahmefällen (z.B. MgO [Appe1], [Appe2]) einige wenige aktive Gleitsysteme, so daß ihre Einkristalle unter Druckbeanspruchung eine gewisse Plastizität von einigen Prozent Bruchdehnung bei Raumtemperatur zeigen. Bei ausreichend hoher thermischer Aktivierung können Versetzungen einfacher und unter anderem sich auch auf zusätzliche Gleitebenen bewegen.

Die realen Bruchspannungen bei Keramiken liegen weit unter den theoretischen Werten, die über die Höhe der Bindungskräfte abgeschätzt werden. Die Ursache dieses Phänomens liegt in den lokalen, rißauslösenden, mechanischen Spannungsspitzen im Gefüge begründet. Dies wurde dadurch bestätigt, daß die realen Bruchspannungen der defektfreien Keramik-Whiskern in vergleichbaren Größenordnung der theoretischen Werte waren [King1].

Die Kenntnisse über die plastische Verformung von Perowskiten sind nicht nur deshalb von großem Interesse, da verschiedene mineralogische Modelle davon ausgehen, daß die unteren Erdschichten zum größten Teil aus Perowskiten bestehen [Ring1], [Weid1], [Liu1] und [Ande1] sondern auch weil viele Perowskite aufgrund ihrer vielfältigen elektronischen Eigenschaften in der Industrie eine besondere An-

stellung gefunden haben [Newn1], [Sett1]. Als Beispiel findet Strontiumtitanat STO (SrTiO_3) als Elektrokeramik eine breite Anwendung in der elektronischen Industrie. Aus Strontiumtitanat lassen sich Widerstände mit nicht linearen Kennlinien (Varistoren), Thermowiderstände mit positivem Temperaturkoeffizienten (PTC), Sperrschichtkondensatoren und resistive Sauerstoffsensoren bauen. Einkristallines Strontiumtitanat findet auch als ein geeignetes Substrat für Hochtemperatursupraleiter Verwendung. Deshalb sind Kenntnisse über sein mechanisches Verhalten für die Bearbeitung, Herstellung und Belastbarkeit sowie Vorhersagen über die Lebensdauer der Bauteile aus diesem Material von außerordentlicher Bedeutung.

Da Strontiumtitanat seine ideal-kubische Struktur über ein breites Temperaturintervall zwischen 107K und seiner Schmelztemperatur (2353K) erhält, bietet es sich als Modellsubstanz für die mechanischen Untersuchungen der Perowskite der Summenformel ABO_3 an. Alle Perowskite haben bei dem Umgebungsdruck (1bar) und ausreichend hohen Temperaturen kubische Struktur [Poir1].

Die bisher einzige Veröffentlichung über die Druckverformung von Strontiumtitaneinkristallen ist von Koizumi et al. [Koiz1]. Sie haben Druckversuche für Proben mit den Druckachsen $\langle 001 \rangle$ und $\langle 011 \rangle$ im Temperaturbereich $1200^\circ\text{C} < T < 1500^\circ\text{C}$ ($1473\text{K} < T < 1773\text{K}$) durchgeführt. Sie berichteten, daß die $\langle 001 \rangle$ -Proben so gut wie gar nicht (!) plastisch verformbar waren und haben deshalb ihre Untersuchungen nur für die $\langle 011 \rangle$ -Proben fortgesetzt.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit bestand darin, das plastische Verhalten von einkristallinem Strontiumtitanat in Abhängigkeit von Temperatur, Dehngeschwindigkeit und Probenorientierung in dynamischen Druckversuchen zu untersuchen. Desweiteren sollte die Mikrostruktur von unverformten und verformten Einkristallen mit Hilfe der Durchstrahlungselektronenmikroskopie untersucht und daraus Rückschlüsse auf die Verformungsvorgänge und -mechanismen gezogen werden.

2 Kenntnisstand und Literaturübersicht zur Plastizität von Strontiumtitanat (STO)

2.1 Kristallstruktur von Strontiumtitanat

Strontiumtitanat kristallisiert in der *Perowskitstruktur* mit der Summenformel $A^{2+}B^{4+}O_3$ (A=Sr, B=Ti, O=Sauerstoff) und weist bei Temperaturen oberhalb 107K [Okaz1] kubische Symmetrie auf, deren Raumgruppe $Pm\bar{3}m$ ist. Seine Gitterkonstante beträgt bei 293K (20°C): $a_0 = 0,39049\text{nm}$ [Tayl1]. Bild 2.1 zeigt zwei schematischen Darstellungen der kubischen Elementarzelle, die sich nur dadurch unterscheiden, daß die Elementarzelle von Bild 2.1(b) um $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ gegenüber den Koordinatenursprung (Würfelmitte in Bild 2.1(a)) verschoben ist. Die Elementarzelle in Bild 2.1(a) ist so aufgebaut, daß im kubisch-primitiven Bravais-Gitter das Titanion mit einem Radius $r=0,075\text{nm}$ das Zentrum des Würfels $[0,0,0]$ besetzt, Sauerstoffionen ($r=0,126\text{nm}$) die Flächenmitten: $[1/2,0,0]$, $[0,1/2,0]$, $[0,0,1/2]$ belegen und schließlich die Strontiumionen ($r=0,132\text{nm}$) auf den Ecken: $[1/2,1/2,1/2]$ sitzen.

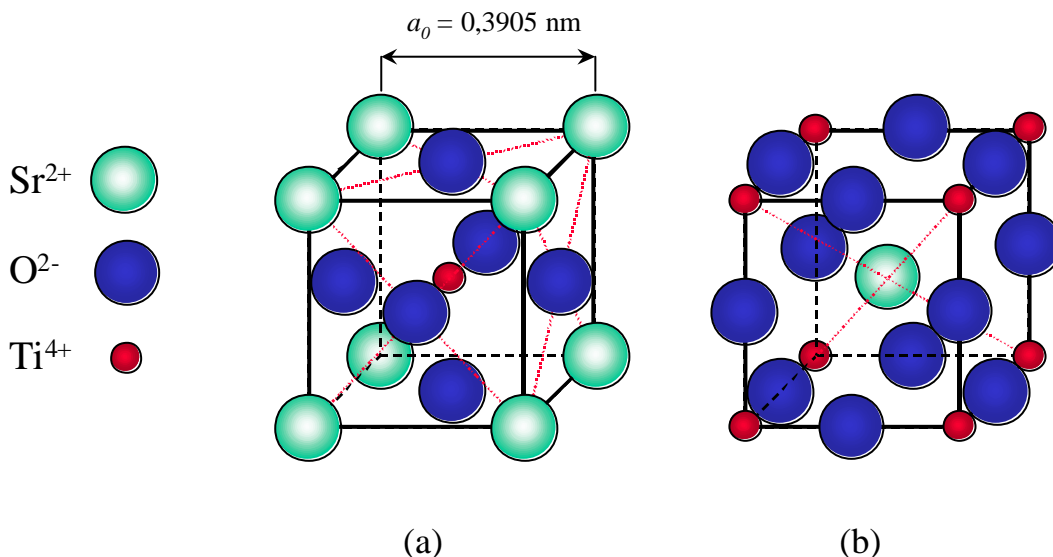


Bild 2.1: Alternative Darstellungen der kubischen Perowskitstruktur STO . (a) Ti-Ion sitzt in der Würfelmitte, (b) Sr-Ion belegt die Würfelmitte.

Unterhalb 107K erfolgt einen Phasenübergang von der kubischen zur tetragonalen Perowskitstruktur (Raumgruppe $I4/mcm$) [Hell1]. Bei 65K erfolgt ein weiterer

Phasenübergang von der tetragonalen zur orthorhombischen Symmetrie [Tayl1]. Bild 2.2 zeigt den Temperaturgang der Gitterkonstanten der orthorhombischen bzw. tetragonalen und der kubischen Struktur zwischen 17K und 300K [Okaz1].

Tabelle 2.1 enthält einige Literaturdaten von elastischen Konstanten von STO. Die Poisson-Zahl ν beträgt nach Ledbetter et al. $\nu = 0,232$ [Ledb1] und nach Fischer et al. $\nu = 0,24$ [Fisch1].

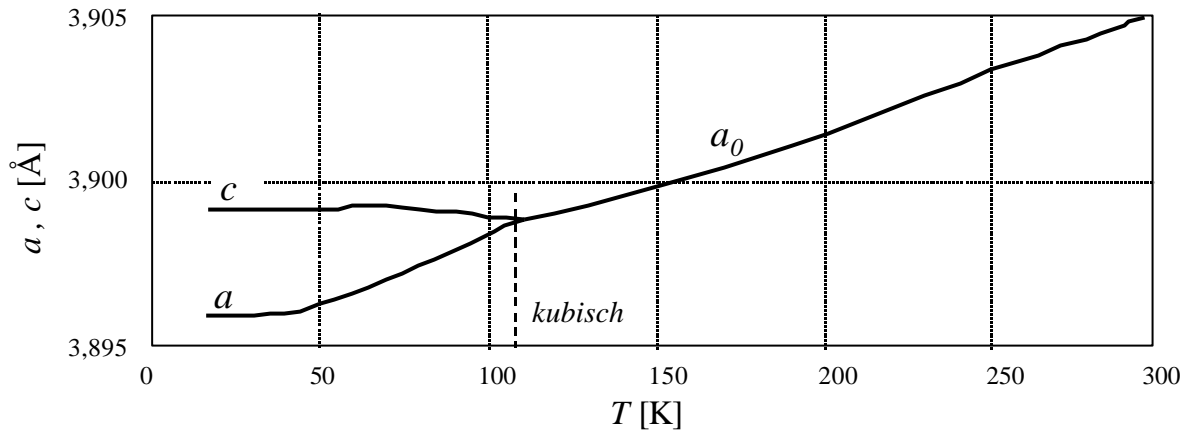


Bild 2.2: Temperaturabhängigkeit der Gitterkonstanten von STO zwischen 17K und 300K (entnommen aus [Okaz1]). Der Phasenübergang tetragonal–kubisch geschieht bei 107K.

Tabelle 2.1: Die elastischen Konstanten von STO . Die Angaben stammen aus experimentellen Werten bei einer Temperatur von 298K (25°C) [Wach1].

S_{11}	S_{12}	S_{44}	C_{11}	C_{12}	C_{44}	$E_{\langle 001 \rangle}$	$G_{\langle 001 \rangle}$
[$10^{-12} \text{ m}^2 \text{ N}^{-1}$]			[GPa]				
3,772	-0,926	8,233	315,6	102,7	121,5	265	121,5

Den Youngschen Modul E und den Schubmodul G kann man als Funktion der normalen sphärischen Polarwinkel q und f aus den elastischen Konstanten mittels folgender Gleichungen berechnen [Wach1]:

$$1/E = S_{11} - d \sin^2 q \cos^2 q - (d/4) \sin^4 q \sin^2 2f, \quad (2.1)$$

$$1/G = S_{44} + 2d \sin^2 q \cos^2 q + (2) \sin^4 q \sin^2 2f, \quad (2.2)$$

mit:
$$\mathbf{d} = 2S_{11} - 2S_{12} - S_{44}.$$

2.2 Grundlagen der Plastizität

2.2.1 Einleitende Bemerkungen

Unter einer *dynamischen Versuchsführung* versteht man die Durchführung eines Verformungsexperimentes mit konstanter *Dehngeschwindigkeit*, $\dot{\mathbf{e}} = d\mathbf{e} / dt$, bei konstanter Temperatur, T . Alle Verformungsexperimente in dieser Arbeit sind in dynamischen Druckversuchen durchgeführt worden.

In Bild 2.3 ist die *wahre Fließspannung* s_w als Funktion der plastischen Dehnung e_p aufgetragen. s_w läßt sich laut Gleichung (2.3) für die Druckversuche berechnen:

$$s_w = s(1 - e_p). \quad (2.3)$$

Darin ist e_p die *plastische Dehnung*, auch *plastische Verformung*^(#) genannt und wird hier auch bei Druckversuchen als positiv angenommen. s ist die *Nennspannung* auch *Ingenieurspannung* genannt, die sich aus der *angelegten äußeren Kraft* K dividiert durch den Anfangsquerschnitt der Probe A_0 ergibt. Für e_p gilt die Beziehung $e_p = e_t - e_{el}$, in der e_t die *Gesamtdehnung* und e_{el} deren *elastischer Anteil* ist. Die Gesamtdehnung ist aus der Beziehung $e_t = \Delta l / l_0$ zu berechnen, wobei Δl die *Gesamtverkürzung* der Probe und l_0 die *Anfangslänge* der Probe sind.

Die mechanische Spannung, bei der makroskopisches plastisches Fließen im Kristall einsetzt, wird als *kritische Fließspannung* $s_c = K / A_0$ bezeichnet. Zur Bestimmung der kritischen Fließspannung wurden in der Literatur verschiedene Methoden, je nach Verformungsverhalten des Werkstoffes, vorgeschlagen. Im nächsten Kapitel wird die s_c -Bestimmung für verschiedene Typen der Spannungs-Dehnungs-Kurven der vorliegenden Arbeit abgehandelt.

Wird die kritische Fließspannung auf die Gleitebene bezogen, spricht man von der *kritischer Schubspannung* t_c . Sie wird durch das Schmid'sche Schubspannungsgesetz, aus der kritischen Fließspannung s_c und dem Schmidfaktor m_s , laut Gleichung (2.4) berechnet:

^(#) Korrekterweise soll man sie bei Druckverformungen „*plastische Stauchung*“ bezeichnen.

$$t_c = m_s s_c. \quad (2.4)$$

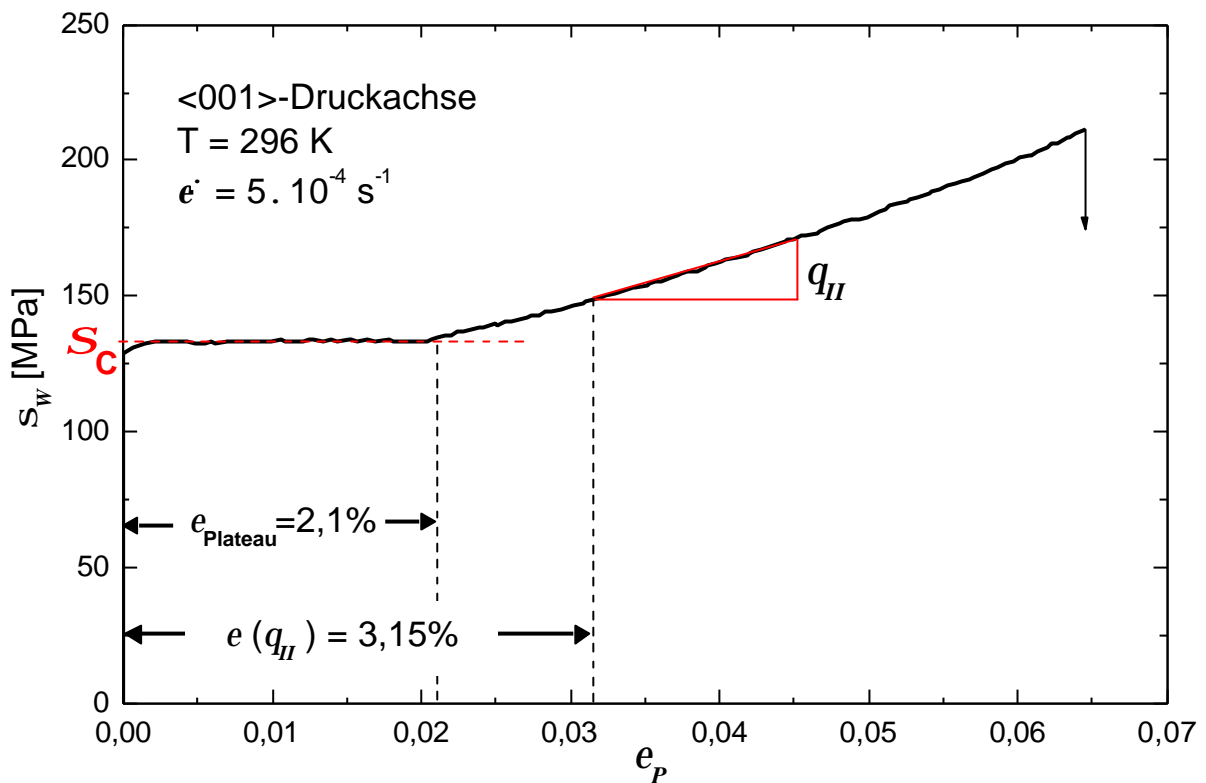


Bild 2.3: Die Verfestigungskurve einer bei RT mit Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ verformten Probe mit der Druckachse <001>. Die Verformungsverfestigung setzt nach einer plastischen Dehnung von $e_{\text{plateau}} = 2,1\%$ ein. Der Verfestigungskoeffizient q_{II} wurde hier bei einer plastischen Verformung von $e(q_{II}) = 3,15\%$ gemessen.

Der Schmidfaktor ist nach der Gleichung (2.5) definiert als:

$$m_s = \cos c_0 \cos I_0. \quad (2.5)$$

Hierin ist c_0 der Winkel zwischen der Gleitebenennormale und der Stabachse, und I_0 der Winkel zwischen der Gleitrichtung und der Stabachse zu Verformungsbeginn. Beide Winkel ändern sich mit der plastischen Dehnung.

Die Verfestigungskurve stellt den Zusammenhang zwischen der im Gleitsystem angelegten Schubspannung t und der zugehörigen plastischen Dehnung dar. Der Zusammenhang zwischen Fließspannung s_w und plastischer Dehnung e_p ist in Bild 2.3 für eine bei RT verformten STO-Proben mit der Druckachse parallel zu <001>-Richtung

dargestellt. Er wird jedoch noch von der Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und der Temperatur T beeinflusst.

Ein Maß für die Verformungsverfestigung ist der *Verfestigungskoeffizient* q . Er läßt sich durch die Steigung der Spannungs–Dehnungs–Kurve bestimmen als:

$$q = \frac{\eta t}{\eta e} \quad (2.6)$$

und ist für ein Spannungsplateau Null (z.B. siehe Bild 2.3).

Die Grundaufgabe einer Verfestigungstheorie besteht darin, die kritische Schubspannung t_c zu berechnen. Hierbei geht die Versetzungsanordnung als entscheidender Faktor in die Theorie ein.

2.2.2 Ermittlung der kritischen Fließspannung

Bei STO–Einkristallen zeichnet sich das Einsetzen der plastischen Verformung in Abhängigkeit von Temperatur T auf unterschiedliche Weise in der Spannungs–Dehnungs–Kurve ab. In Bild 2.4 sind typische Verformungskurven schematisch dargestellt, wobei s_w gegen die Gesamtdehnung aufgetreten ist. Kurve (a) zeigt nach Abbiegen von der elastischen Geraden plastisches Fließen, das durch ein Plateau und anschließende Verformungsverfestigung gekennzeichnet ist.

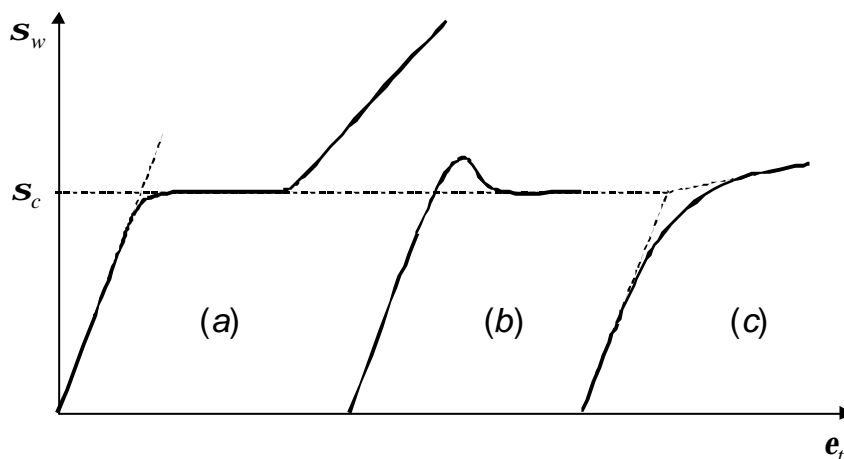


Bild 2.4: Schematische Darstellung von typischen Spannungs–Dehnungs–Kurven von STO–Einkristallen, die bei unterschiedlichen Temperaturen auftreten.

Dagegen tritt bei Kurve (b) das Plateau erst nach einer Streckgrenzenüberhöhung auf. In Kurve (c) verfestigt sich die Probe direkt im Anschluß an die elastische Verformung mit einer geringen Verfestigungskoeffizienten.

Die kritischen Fließspannungen s_c wurden bei den einzelnen Kurven der vorliegenden Arbeit als Schnittpunkt zwischen der Verlängerung des linearen elastischen Bereichs und der Rückextrapolation des Plateaus (im Falle (a) und (b)) bzw. linearen Anteil (im Falle (c)) der plastischen Verformungskurven bestimmt.

2.2.3 Versetzungsmultiplikationsmechanismus

Bei Einkristallen beruht die plastische Verformung auf der Bewegung von Gitterversetzungen. Die Versetzungen wandern unter dem Einfluß einer angelegten Schubspannung durch den Kristall und treten an der Oberfläche aus. Sie können dann nicht mehr zur plastischen Verformung beitragen. Somit sind zur Aufrechterhaltung der Verformung ständig neue Versetzungen im Innern des Kristalls zu bilden. Ein Mechanismus zur fortlaufenden Erzeugung von Versetzungen ist der sog. *Frank–Read–Mechanismus* [Frank1]. Da dieser Mechanismus weitläufig bekannt ist, wird hier auf seine detaillierte Beschreibung verzichtet. Zur Aufrechterhaltung der Tätigkeit der Frank–Read–Quelle ist eine *Aktivierungsspannung* von

$$t \geq t_{F.R.} = Gb/l \quad (2.7)$$

notwendig. Hierin ist b der Burgersvektor der Versetzung, G der Schubmodul und l der Abstand zwischen den Verankerungspunkten (die sog. *Maschenweite*). Inwiefern die kritische Schubspannung t_c durch $t_{F.R.}$ bestimmt wird, hängt von der Maschenweite l ab [Seeg1].

2.2.4 Wechselwirkungen der Versetzungen auf parallelen Ebenen

Eine aus vielen parallelen Versetzungen gebildete Versetzungsstruktur (*Versetzungsnetzwerk*) erzeugt nach Seeger [Seeg1] ein *inneres Spannungsfeld* im Kristall, dessen Spannungsmaxima eine Wellenlänge von der Größenordnung des Versetzungsabstandes R_0 besitzen, wie Bild 2.5 zeigt.

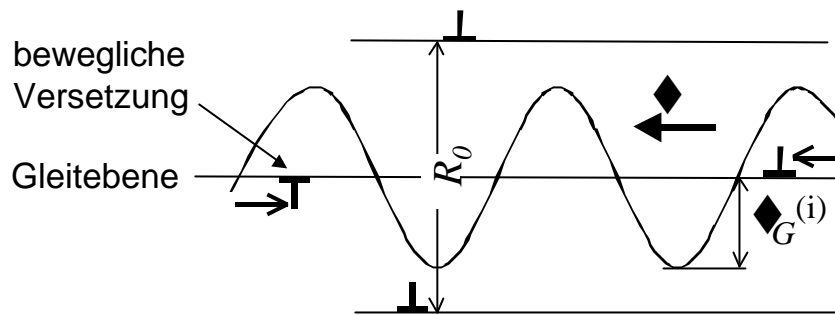


Bild 2.5: Gleitversetzungen bewegen sich zwischen zwei Versetzungen gleichen Vorzeichens hindurch [Seeg1].

Um eine Stufenversetzung, wie in Bild 2.6 dargestellt, zwischen zwei gleichnamigen Versetzungen mit dem Abstand R_0 voneinander hindurchzubewegen, ist eine Schubspannung

$$t_G^e = \frac{1}{2p(1-\nu)} \frac{Gb}{R_0} \quad (2.8)$$

aufzuwenden [Seeg1]. Im Falle einer Schraubenversetzung gilt:

$$t_G^s = \frac{1}{2p} \frac{Gb}{R_0} \quad (2.9)$$

Wegen der großen Wellenlänge dieses Spannungsfeldes spielt die thermische Aktivierung (siehe Kapitel 2.2.5) bei der Überwindung von Hindernissen keine Rolle, vielmehr wird die Temperaturabhängigkeit der Schubspannung indirekt über die elastischen Konstanten, z.B. Schubmodul G bestimmt^(#). Deshalb werden diese Spannungsfelder in der Literatur auch mit *weitreichende Spannungsfelder* bezeichnet.

Tetelmann [Tete1] untersuchte den Spezialfall von sich kreuzenden Versetzungen auf parallelen Gleitebenen, die zur Dipolbildung führt. Aus energetischen Gründen legen sich beide Versetzungen längs einer Strecke l_R parallel, wie in Bild 2.6(a), (b) gezeigt. Entlang dieser Strecke können sie ihre elastischen weitreichenden Spannungsfelder abbauen. Danach bildet sich infolge Quergleitung an den Punkten P und P' ein schwerbeweglicher Versetzungsdipol mit der Länge l_R und die jeweils mit einem Versetzungssprung behafteten Versetzungslinien AB' und BA' (siehe Bild 2.6(c)).

^(#) Daher kommt der Index G in t_G .

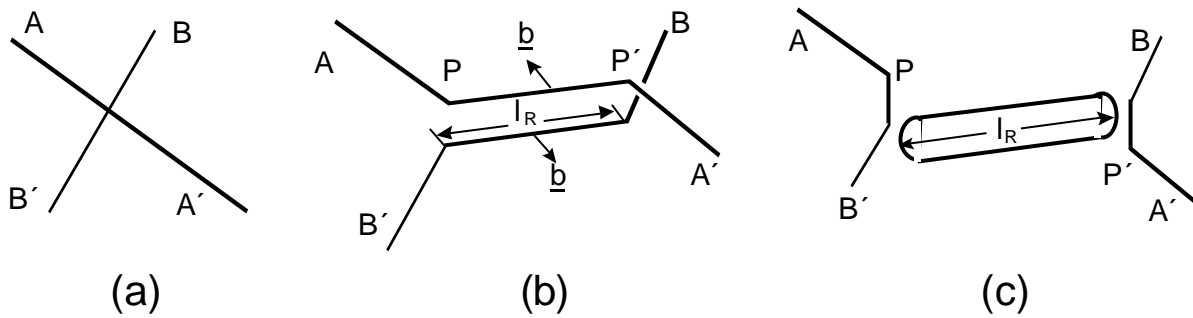


Bild 2.6: (a) Versetzungen AA' und BB' bewegen sich auf parallelen Gleitebenen. (b) Durch Aneinanderlegen entstehen teilweise parallele Versetzungsteilstücke zwischen PP' (c) Zum Schluß bildet sich ein seßhafter Versetzungsdipol durch Quergleiten bei P und P' und zwei sprungbehaltete Versetzungsstücke AB' und BA' .

Falls sich zwei Versetzungen mit entgegengesetzten Burgersvektoren auf parallelen Gleitebenen unter einem kleineren Abstand als dem *Gleichgewichtsabstand* treffen, kommt es zur Bildung von *Versetzungsdipolen*.

2.2.5 Schneidprozesse der Versetzungen

Während der Bewegung einer Versetzung über lokale Hindernisse, wie Bildung von Einschnürung in aufgespaltenen Versetzungen beim Durchschneiden einer Waldversetzung, Erzeugung atomarer Fehlstellen durch bewegte Versetzungssprünge und Durchschneidung von kohärenten Ausscheidungen in Mischkristallen, sowie bei Kinkpaarbildungsprozessen treten in atomaren Dimensionen ablaufende Prozesse auf. Sie sind im Gegensatz zu der in Gleichungen (2.8) und (2.9) beschriebenen weitreichenden elastischen Wechselwirkung zwischen parallelen Versetzungen, durch eine kurzreichende Wechselwirkung charakterisiert. Bei diesen Vorgängen kann ein Teil der erforderlichen Energie durch thermische Schwingungen des Kristallgitters aufgebracht werden.

Die von der Versetzung auf das Hindernis ausgeübte Kraft K ist dann eine Funktion der *lokal wirkenden Schubspannung* t_s . Deshalb kann die Energie $H(K)$, die durch thermische Schwingungen aufgebracht werden muß, als $H(t_s)$ aufgefaßt werden. Nach Seeger [Seeg2] ist t_s , auch als *effektive* oder *thermische Schubspannungskomponente* bezeichnet, die Differenz zwischen der angelegten Schubspannung t und der *athermischen Spannungskomponente* t_G herrührt:

$$t_s(T, \dot{\epsilon}) = t - t_G. \quad (2.10)$$

Die beiden Schubspannungen t_s und t_G unterscheiden sich besonders in ihrer Temperaturabhängigkeit. t_G hängt nur schwach (indirekt über den Schubmodul G) von der Temperatur ab. Sie beschreibt die weitreichende elastische Wechselwirkung zwischen den gleitenden Versetzungen und weitreichenden elastischen Spannungsfeldern und ist unabhängig von der Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$.

Da mit zunehmender Temperatur die Schneidprozesse leichter ablaufen, wird der Verformungsprozeß immer mehr von den weitreichenden Spannungsfeldern beherrscht. Wirkt die lokale Schubspannung t_s an geradlinigen Versetzungsstücken mit dem Burgersvektor b während eines Schneidprozesses⁽¹⁾, so gilt für die *erforderliche Aktivierungsenergie zur thermisch aktivierten Überwindung des Hindernisses* durch folgende Beziehung [Mott1]:

$$\Delta H(t_s) = \Delta H_0 - bldt_s. \quad (2.11)$$

Dabei ist l die mittlere Länge der Versetzung zwischen Hindernissen. d ist ein Maß für die Länge des zu überwindenen Hindernisses (*Aktivierungslänge*⁽²⁾), oder im Falle von Durchschneiden aufgespaltener Versetzungen, die Aufspaltungsweite der geschnittenen Waldversetzung (siehe Bild 2.7). d und l hängen von der lokal wirkenden Schubspannung t_s ab [Seeg1].

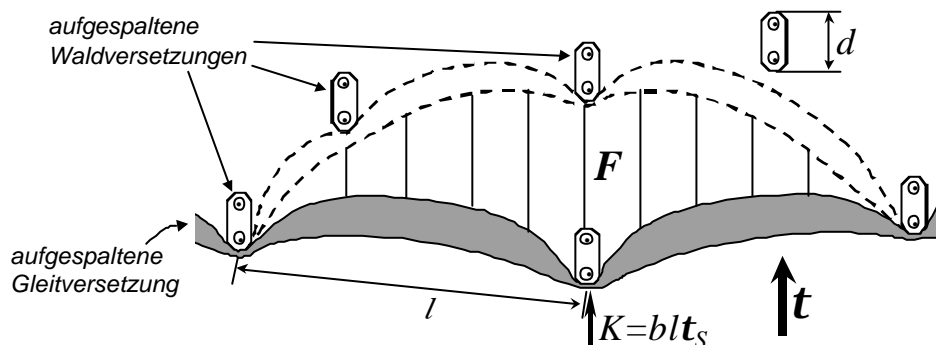


Bild 2.7: Schematische Darstellung eines Schneidvorganges von aufgespaltenen Waldversetzungen durch eine aufgespaltene Gleitversetzung infolge einer äußeren Schubspannung t . Gestrichelte Linien stellen die

⁽¹⁾ Z.B. Sprungbildung beim Überkreuzen von Versetzungslinien auf den gleichen Gleitebene.

⁽²⁾ Für unaufgespaltene Versetzungslinie ist $d=b$.

aufgespaltene Gleitversetzung nach Überwindung eines Hindernisses. F ist die insgesamt pro Aktivierung überstrichene Fläche (vertikal schraffiert) und K die Kraft, mit der die Versetzung an dem Hindernis gedrückt wird.

Bei erhöhter lokal wirkenden Schubspannung wölben sich die Versetzungen aus und somit steigt die Wahrscheinlichkeit, daß mehr Hindernisse, z.B. Waldversetzungen, angetroffen werden, was zur Verringerung der mittleren Länge der Versetzungen führt.

Bestimmen thermisch aktivierte Prozesse die Versetzungsbewegung, so wird bei Vorliegen eines einfachen Aktivierungsprozesses die *plastische Dehngeschwindigkeit* $\dot{\epsilon}$ durch die folgende *Arrhenius-Gleichung* beschrieben:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta H(t_S)}{kT}\right), \quad (2.12)$$

wobei k die *Boltzmann-Konstante* und T die absolute Temperatur sind und für $\dot{\epsilon}_0$ gilt:

$$\dot{\epsilon}_0 = NFb\mathbf{n}_0 \exp\left(\frac{\Delta S}{k}\right). \quad (2.13)$$

Hierin ist N die Zahl der Schneidprozesse pro cm^3 , F die insgesamt von der Versetzungslinie pro Schneidprozeß überstrichene Fläche (siehe Bild 2.7), ΔS die Entropieänderung des Schneidprozesses und \mathbf{n}_0 eine Schwingungsfrequenz, die etwa zwei Größenordnung kleiner ist als die Debye-Frequenz.

Wenn keine äußere Kraft wirksam ist, setzt sich der durch die thermischen Schwingungen aufgebrauchte Energiebetrag DH_0 im Falle aufgespaltener Versetzungen aus zwei Teilen DH_γ und DH_j zusammen:

$$\Delta H_0 = \Delta H_g + \Delta H_j. \quad (2.14)$$

Die *Einschnürungsenergie* DH_γ ist die erforderliche Arbeit um eine in der Gleitebene aufgespaltene Versetzung an einem Hindernis bzw. an einer Waldversetzung einzuschnüren, während die *Sprungbildungsenergie* DH_j die zur Bildung des Versetzungssprungs an der geschnittenen Waldversetzung erforderliche Energie ist. Für DH_j liegt eine Abschätzung von Seeger [Seeg3] vor. Somit kann bei bekanntem DH_j und experimentell bestimmtes DH_0 die Einschnürungsenergie gemäß Gleichung (2.14) und damit die Stapelfehlerenergie g_{SF} des betreffenden Metalls bestimmt werden.

2.2.6 Versetzungsbewegung

Bewegen sich n Versetzungen mit dem Burgersvektor b jeweils um den Weg dL im Kristall, so wird er um

$$d\epsilon = rbdL \quad (2.15)$$

abgeschert. Nach der Differentiation der Gleichung (2.15) über die Zeit ergibt sich (*Orowan-Beziehung*):

$$\dot{\epsilon} = r\bar{v}, \quad (2.16)$$

wobei $\dot{\epsilon}$ die *makroskopische Dehngeschwindigkeit*⁽¹⁾, r die Versetzungsdichte und \bar{v} die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit, die von der Temperatur und der thermischen Komponenten der Schubspannung t_s abhängt.

Häufig wird angenommen, daß die durch thermische Aktivierung zu überwindende Potentialschwelle⁽²⁾ (*Peierls-Potential*) bei Abwesenheit einer äußeren Spannung durch ein Sinusfunktion dargestellt werden kann [Ilsch1]:

$$H(x) = \frac{\Delta H_0}{2} \left(1 + \sin \left[2p \left(\frac{x}{a} - \frac{1}{4} \right) \right] \right), \quad (2.17)$$

wie in Bild 2.8(a) schematisch dargestellt. Die Versetzungsbewegung kann nun aufgrund der Überlagerung einer lokal wirkenden Spannung t_s in der Gleitebene erfolgen. Die dadurch geleistete Arbeit A läßt sich aus dem Produkt Kraft K mal Weg x , mit Hilfe von *Peach-Koehler-Formel* ($K = bt_s$) [Peach1] bestimmen (siehe Bild 2.7):

$$A = bt_s x, \quad (2.18)$$

Die anlaufende Versetzung erfährt in der beliebigen Position x die Potentialschwelle $H(x)$ abzüglich dem Energiebetrag aus dem Spannungsfeld $bt_s x$. Durch die angelegte Spannung wird die Potentialschwelle in der in Bild 2.8(a) gezeigten Form verändert, denn es gilt dann für $H(t_s)$:

$$H(t_s) = H(x) - bt_s x. \quad (2.19)$$

⁽¹⁾ In vorliegender Arbeit nur „Dehngeschwindigkeit“ genannt.

⁽²⁾ *Überwindung einer Potentialschwelle* kann auch ein elementarer Kletterschritt durch die Emission oder Absorption einer Leerstelle an einem Sprung sein.

Der resultierende Potentialverlauf der anlaufenden Versetzung $H(t_S)$ ist stark verzerrt, jedoch bleibt immer noch eine thermisch zu aktivierende Schwelle der Höhe $DH(t_S) < DH_0$ übrig, wie Bild 2.8(a) zeigt.

Durch die Differentiation der Gleichung (2.19) nach dem Weg x erhält man den Kraftverlauf für $\frac{dH(t_S)}{dx}$ und $\frac{dH(x)}{dx}$ (siehe Bild 2.8(b)). Letzterer hat bei $a/4$ ein Maximum, welches dem Wendepunkt w im Potentialverlauf entspricht. Um die Versetzung über diese Lage hinwegzubringen, ist eine maximale Kraft K_{\max} aufzubringen. Solange die Versetzung über die Länge l die Kraft $K = blt_S < K_{\max}$ erfährt, kann sie sich nur bis zur Koordinate x_1^* dem Hindernis nähern (siehe Bild 2.8(c)). Zur Überwindung der Potentialschwelle fehlt noch die Arbeit:

$$\Delta H(t_S) = \int_{x_1^*}^{x_2^*} \frac{dH(t_S)}{dx} dx, \quad (2.20)$$

die durch thermische Aktivierung aufgebracht werden kann. $\Delta H(t_S)$ ist in Bild 2.8(b) bzw. 2.5(c) als horizontal schraffierte Fläche dargestellt. Die vertikal schraffierte Fläche entspricht der durch die lokal wirkende Schubspannung t_S aufgebrachten Arbeit:

$$blt_S a = \int_0^{a/2} \frac{dH(x)}{dx} dx - \int_{x_1^*}^{x_2^*} \frac{dH(t_S)}{dx} dx = \Delta H_0 - \Delta H(t_S). \quad (2.21)$$

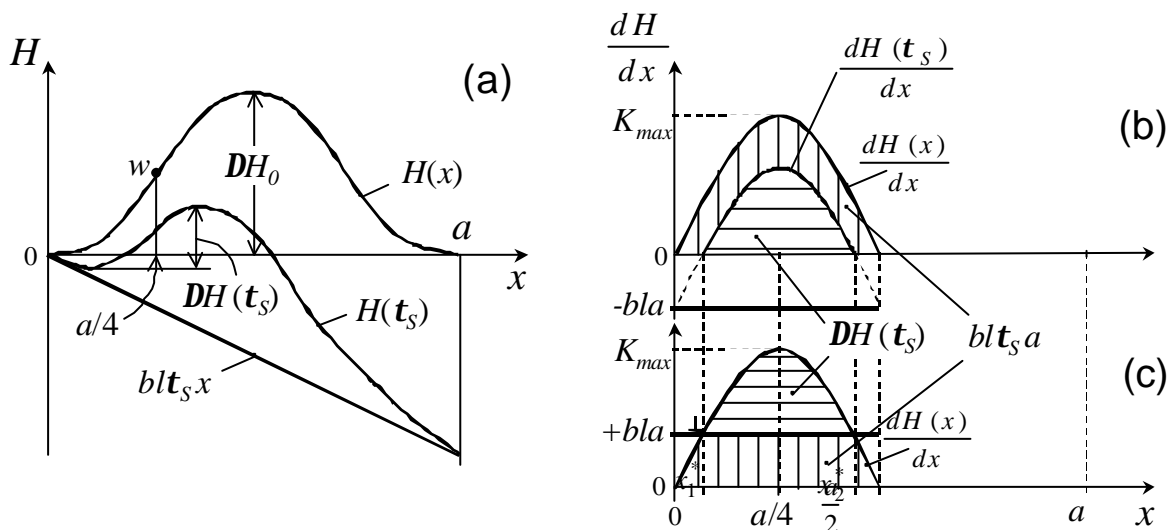


Bild 2.8: Thermische Aktivierung in Gegenwart eines Spannungsfeldes (schematisch) [Ilsch1]. Ausführliche Erläuterung siehe Text.

2.2.7 Das Aktivierungsvolumen

Das in Gleichung (2.11) auftretende Produkt bld hat die Dimension eines Volumens und wird als *Aktivierungsvolumen* V bezeichnet:

$$V = bld \quad (2.22)$$

Damit lässt sich Gleichung (2.11) in der folgenden Form schreiben:

$$\Delta H(\mathbf{t}_S) = \Delta H_0 - V \mathbf{t}_S. \quad (2.23)$$

Das *effektive Aktivierungsvolumen* V' ist thermodynamisch definiert:

$$V' = - \left. \frac{\partial H(\mathbf{t}_S)}{\partial \mathbf{t}_S} \right|_T \quad (2.24)$$

Gilt Gleichung (2.12) für $H(\mathbf{t}_S)$, so folgt für V' bei konstantem e_θ die Beziehung:

$$V' = kT \left(\frac{\partial \mathbf{t}_S}{\partial \ln \dot{\mathbf{e}}} \right)_T^{-1} \quad (2.25)$$

V' kann zur Charakterisierung thermisch aktivierter Prozesse verwendet werden. Es besteht folgende Relation zwischen V und V' [Kronm1]:

$$V' = \frac{2}{3} V. \quad (2.26)$$

Das effektive Aktivierungsvolumen V' kann nach Gleichung (2.25) experimentell aus *Geschwindigkeitswechselfersuchen* oder *Spannungsrelaxationsversuchen* bestimmt werden (siehe Kapitel 6.1.3).

2.2.8 Die Aktivierungsenergie

Die Arrhenius-Gleichung (2.12) lässt sich umschreiben in die Form:

$$\Delta H(\mathbf{t}_S) = -kT \ln \left(\frac{\dot{\mathbf{e}}}{\dot{\mathbf{e}}_0} \right), \quad (2.27)$$

d.h. bei konstanter Dehngeschwindigkeit ist die Aktivierungsenergie proportional zu Temperatur. Von Schoeck [Scho1] wurde für die Bestimmung der Aktivierungsenergie die Formel:

$$\Delta H(t_s) = -kT^2 \frac{\left. \frac{\partial t_s}{\partial T} \right|_{\dot{\epsilon}}}{\left. \frac{\partial t_s}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_T} \quad (2.28)$$

abgeleitet.

In der Literatur werden der Zähler und der Nenner der Gleichung (2.28) mit *Temperaturempfindlichkeit* („Temperature Sensitivity“, TS), bzw. *Geschwindigkeitsempfindlichkeit* („Strain Rate Sensitivity“, SRS) der effektiven Spannung t_s bezeichnet. Durch Bestimmung dieser Größen, was in den folgenden Kapiteln beschrieben wird, kann die Aktivierungsenergie mit Hilfe der Gleichung (2.28) experimentell bestimmt werden.

2.2.9 Temperaturempfindlichkeit der lokal wirkenden Schubspannung

Differenziert man die Gleichung (2.27) nach der Temperatur T , gelangt man zu folgender Beziehung:

$$\left. \frac{\partial H(t_s)}{\partial t_s} \right|_T \cdot \left. \frac{\partial t_s}{\partial T} \right|_{\dot{\epsilon}} = -k \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \quad (2.29)$$

Durch Einsetzen der Gleichung (2.24) erhält man für die Temperaturempfindlichkeit (TS) der thermischen Komponenten t_s :

$$\left. \frac{\partial t_s}{\partial T} \right|_{\dot{\epsilon}} = \frac{k}{V'} \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \quad (2.30)$$

Bei dieser Ableitung ist vorausgesetzt, daß die Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ unabhängig von der Temperatur ist. TS kann negative Werte besitzen, weshalb sie später in der vorliegenden Arbeit (siehe Bilder 6.11 und 6.21) mit Minuszeichen dargestellt wird.

2.2.10 Experimentelle Bestimmung von Geschwindigkeitsempfindlichkeit der lokal wirkenden Schubspannung

Die Geschwindigkeitsempfindlichkeit (SRS) der thermischen Komponenten t_s kann experimentell auf zwei Arten bei konstanter Temperatur bestimmt werden.

(a) Aus den *Geschwindigkeitswechselfersuchen* (GWV) bei dynamischen Zug- bzw. Druckversuchen.

(b) Mit Hilfe der *Spannungsrelaxationsexperimente (SRE)*. Der Nenner von Gleichung (2.28) läßt sich folgendermaßen umschreiben:

$$\left. \frac{\partial \mathbf{t}_s}{\partial \ln(-\dot{\mathbf{t}}_s)} \right|_T, \quad (2.31)$$

wenn die Gültigkeit folgender Beziehung vorausgesetzt wird [Guiu1]:

$$\dot{\mathbf{e}} = -M \dot{\mathbf{t}}_s. \quad (2.32)$$

Hierin ist M eine elastische Konstante der Verformungsmaschine und der Probe. \mathbf{t} gewinnt man durch Differentiation des im Spannungsrelaxationsexperiment gemessenen Spannungsabfalles nach der Zeit gemäß:

$$\dot{\mathbf{t}}_s = \frac{d\mathbf{t}_s}{dt}. \quad (2.33)$$

2.2.11 Versetzungsstruktur plastisch verformter Einkristalle

Bei mehreren gleichberechtigten Gleitsystemen tritt die Versetzungsgleitung bevorzugt in jenem Gleitsystem auf, in dem die größte Schubspannung wirksam ist (*Schmid'sches Schubspannungsgesetz*). Dies wird als *primäres Gleitsystem* bezeichnet. Die restlichen nennt man *Nebengleitsysteme*. Durch eine bestimmte Wahl der Kristallorientierung kann man erreichen, daß ein Gleitsystem gegenüber allen anderen so ausgezeichnet wird, daß die Versetzungsgleitung nur in diesem Gleitsystem (bei nicht so hohen Verformungsgraden) angeregt wird [Cour1].

Tritt eine Versetzung an der Oberfläche des Kristalls aus, hinterläßt sie dort eine *Gleitstufe* mit der Höhe des Burgersvektors b .

2.2.12 Energie einer Versetzung

Für die Verlängerung einer Versetzungslinie um die Längeneinheit benötigt man einen Energiebetrag, der als *Linienenergie* bezeichnet wird [Seeg2]. Diese, auch sog. *Gesamtenergie E einer Versetzung* pro Längeneinheit, setzt sich additiv aus der *Energie des Versetzungskerns E_{Kern}* und der *elastischen Energie der Versetzung E_{el}* jeweils pro Längeneinheit zusammen, die durch die folgenden Beziehungen wiedergegeben werden [Gott1], [Naba1]:

$$E_{el} = \frac{Gb^2}{4\mathbf{p}(1-\mathbf{n})} \ln \frac{R_0}{r_0}, \quad (2.34)$$

$$E_{Kern} = \frac{Gb^2}{4\mathbf{p}(1-\mathbf{n})}, \quad (2.35)$$

wobei r_0 die Größe des Versetzungskerns und R_0 etwa die Kristallgröße angeben.

Damit lässt sich die Gesamtenergie einer Versetzung, je nachdem, ob sie Stufen- oder Schraubencharakter hat, aus folgenden Gleichungen berechnen:

$$\text{Stufe:} \quad E^e = \frac{Gb^2}{4\mathbf{p}(1-\mathbf{n})} \left(\ln \frac{R_0}{r_0} + 1 \right), \quad (2.36)$$

$$\text{Schraube:} \quad E^s = \frac{Gb^2}{4\mathbf{p}} \left(\ln \frac{R_0}{r_0} + 1 \right). \quad (2.37)$$

Wie zu erkennen ist, hängt die Versetzungsenergie logarithmisch von der Kristallgröße R_0 ab. Da das Verhältnis R_0/r_0 sehr groß ist, ist die Änderung von E^e oder E^s mit R_0 nur vernachlässigbar klein. Daher kann man in guter Näherung für die Gesamtenergie einer Versetzung pro Längeneinheit schreiben:

$$E^e \approx E^s \equiv E \cong \frac{1}{2} Gb^2. \quad (2.38)$$

2.2.13 Versetzungsaufspaltung und Stapelfehlerenergie

Eine Versetzung kann ihre Energie verringern, indem sie in Teilversetzungen zerfällt. Nach Gleichung (2.38) ist ihre Energie proportional zum Quadrat ihres Burgersvektors. Versetzungen mit einem großen Burgersvektor haben deshalb eine dementsprechend große Energie, was zu ihrer Instabilität führt [Bohm1]. Versetzungen spalten sich demnach unter Energiegewinn (*Stapelfehlerenergie* g_{SF}) auf. Zwischen den Teilversetzungen ist ein Stapelfehler mit der Energie g_{SF} ausgespannt.

Eine Methode zur Bestimmung der Stapelfehlerenergie erfolgt aus der Messung der Breite des Stapelfehlerbandes zwischen den Halbversetzungen, die sog. *Aufspaltungsweite* w . Sie kann mit Hilfe von CTEM (konventionelle Durchstrahlungselektronenmikroskopie) oder HRTEM (Hochauflösungstransmissionselektronenmikroskopie) bestimmt werden. Da sich der Verzerrungscontrast einer

Versetzung i.allg. mit einer Breite von mehr als 10nm aus Hellfeldabbildungen abbilden läßt, besteht eine Einschränkung für die Verwendbarkeit von CTEM. Eine Aufspaltungsweite herunter bis etwa 10nm läßt sich mit Hilfe von Weak-Beam-Abbildungen bestimmen [Mao1].

Voraussetzung hierzu ist ein genügend breites Stapelfehlerband (bzw. geringe Stapelfehlerenergie). Die Stapelfehlerweite niedriger Breite (bzw. hohe Stapelfehlerenergie) von Stufenversetzungen kann man mit Hilfe von HRTEM bestimmen. Dies erfolgt durch Aufzählung der Atomsäulen zwischen den Halbversetzungen einer senkrecht durch die Folie verlaufenden Stufenversetzung.

Für die Berechnung der Energie eines Stapelfehlers g_{SF} zwischen zwei Halbversetzungen mit den Burgersvektoren b_1 und b_2 , die sich in einem Abstand w voneinander befinden kann man die Gleichung (2.39) nach Read (1953) für elastisch isotrope unendlich ausgedehnte Kristalle verwenden [Hirt2]:

$$g_{SF} = \frac{G\eta b_2}{2pw} \left[\cos^2 a + (\sin^2 a)(1-n) \right] \quad (2.39)$$

a ist der Winkel zwischen dem Gesamt-Burgersvektor und der Versetzungslinie. Für einen elastisch anisotropen Kristall läßt sich g_{SF} aus der Beziehung:

$$g_{SF} = \frac{G\eta b_2}{8pw} \left[K_s (1 + 2\cos 2a) + K_e (1 - 2\cos 2a) \right] \quad (2.40)$$

berechnen. Darin sind K_s und K_e folgendermaßen aus den elastischen Konstanten C_{ij} zu berechnen [Hirs1]:

$$K_s = \left[\frac{C_{44}}{2} (C_{11} - C_{12}) \right]^{1/2},$$

$$K_e = (\bar{C}_{13} + C_{13}) \left[\frac{C_{44} (\bar{C}_{13} - C_{13})}{C_{33} (\bar{C}_{13} + C_{13} + 2C_{44})} \right]^{1/2},$$

wobei $\bar{C}_{13} = (C_{11}C_{33})^{1/2}$.

2.3 Versetzungsaufspaltung in STO

Änderungen der Geometrie bzw. Ausdehnung vom Versetzungskern oder das Aufspalten von Versetzungen in Teilversetzungen (auf der Gleit- oder Kletterebene) beeinflussen das Verformungsverhalten von Einkristallen [Poir1], [Poir2].

Ein wichtiges Kriterium für die Aufspaltung einer Versetzung ist, daß die Gesamtenergie der Versetzung durch Aufspalten reduziert wird. Die Gesamtenergie einer Versetzung hängt quadratisch von der Größe des Burgersvektors nach Gleichung (2.38) ab.

2.3.1 Aufspaltung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzen auf der Gleitebene

In diesem Kapitel wird auf verschiedene Aufspaltungsreaktionen, die aus der Literatur für Perowskite bekannt sind, eingegangen.

A) Spaltet sich eine $\langle 011 \rangle$ -Versetzung in zwei Halbversetzungen mit den Burgersvektoren $b_2=b_1/2$ auf, gemäß:

$$a_0 \langle 011 \rangle \rightarrow \frac{1}{2} a_0 \langle 011 \rangle + \frac{1}{2} a_0 \langle 011 \rangle, \quad (2.41)$$

so verringert sich die Gesamtenergie. Für die Aufspaltungsreaktion nach Gleichung (2.41) ist die Gesamtenergie E_2 pro Längeneinheit des aufgespaltenen Teilversetzungspaars halb so groß wie die Gesamtenergie E_1 der unaufgespaltenen Einzelversetzung:

$$E_2 \cong 2 \cdot \frac{1}{2} G \left(\frac{b_1}{2} \right)^2 = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{2} G b_1^2 \right) \cong \frac{1}{2} E_1. \quad (2.42)$$

Poirier et al. [Poir3] berichteten, daß diese Aufspaltung auf den $\{011\}$ - bzw. $\{001\}$ -Ebenen auftreten kann, wobei auf den zuletzt genannten Ebenen eine günstigere räumliche Verteilung der gleichsinnigen Ladung existiert. Den Beobachtungen der vorliegenden Arbeit nach liegt die Stapelfehlerebene der $\langle 011 \rangle$ -Teilversetzungen sowohl auf der $\{001\}$ - (bei $T=1260\text{K}$), als auch auf der $\{011\}$ -Ebene (bei RT).

Durch Bestimmung der Stapelfehlerweite von $\langle 011 \rangle$ -Halbversetzungen mit Hilfe von CTEM haben Mao und Knowles [Mao1] die Stapelfehlerenergie von dotiertem, in reduzierender Atmosphäre bei 1593K gesinterten und anschließend bei 1373K oxidierten STO für eine Aufspaltungsreaktion nach Gleichung (2.41) berechnet. Sie

betragen für Gleit- und Kletterkonfiguration der Aufspaltungen jeweils $145 \pm 15 \text{ mJm}^{-2}$ bzw. $245 \pm 30 \text{ mJm}^{-2}$.

Matsunaga et al. [Mats1] berechneten die Stapelfehlerenergie für STO-Einkristalle, die durch einen Vickers-Indentor bei Raumtemperatur verformt wurden, nach Gleichung (2.41) unter der Annahme, daß STO isotrop ist. Sie rechtfertigen dies damit, daß der Anisotropie-Faktor A („Anisotropy Ratio“) für STO nahe eins ist ($A=1,1414$, siehe Tabelle 2.1 eingesetzt). Dieser Faktor wird berechnet gemäß:

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}. \quad (2.43)$$

Die von Matsunaga et al. berechnete Stapelfehlerenergie aus Gleichung (2.41) betrug $(136 \pm 15) \text{ mJm}^{-2}$. Sie gehen davon aus, daß es sich nur um Gleitkonfiguration der aufgespaltenen Versetzungen (aufgrund einer Raumtemperaturverformung) handelt.

B) Eine weitere Aufspaltungsreaktion, die zur Erzeugung von Versetzungen mit vollständigem Burgersvektor führt, ist:

$$a_0 \langle 011 \rangle \rightarrow a_0 \langle 010 \rangle + a_0 \langle 001 \rangle. \quad (2.44)$$

Allerdings ändert die Aufspaltung nach Gleichung (2.44) das Energieniveau der Versetzungen vor und nach der Aufspaltung laut Gleichung (2.38) nicht.

Nishigaki et al. [Nish1] und Mao und Knowles [Mao1] wiesen darauf hin, daß eine Aufspaltungsreaktion nach Gleichung (2.44) existieren könnte, jedoch konnte es durch ihre mikroskopische Beobachtungen nicht bewiesen werden. Durch die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit wurden ebenfalls keine Indizien gefunden, die auf die Existenz einer Aufspaltung nach Gleichung (2.44) schließen.

2.3.2 Seßhafte Aufspaltung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen

Abgesehen von den Aufspaltungsreaktionen, die den Partialversetzungen eine gleitfähige Konfiguration verleihen, wurde in der Literatur noch von seßhaften Aufspaltungskonfigurationen in Perowskiten berichtet. Diese gewonnenen Ergebnisse werden hier in Kürze berichtet. Es sind drei Mechanismen bisher bekannt, die zu den seßhaften Versetzungen führt, nämlich:

A) $\langle 011 \rangle$ -Schraubenversetzungen können in Shockley-Partialversetzungen (ähnlich wie bei kfz-Metallen) auf den $\{111\}$ -Ebenen aufspalten, gemäß folgender Beziehung:

$$a_0[110] \rightarrow \frac{1}{6}a_0[121] + \frac{1}{3}a_0[210] + \frac{1}{6}a_0[12\bar{1}]. \quad (2.45)$$

Bild 2.9 zeigt schematisch wie eine solche Aufspaltung auf den $\{111\}$ -Ebenen aussieht.

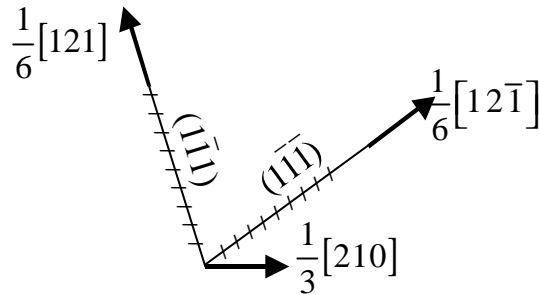


Bild 2.9: Seißhafte Aufspaltung einer $\langle 011 \rangle$ -Schraubenversetzung auf den $\{111\}$ -Ebenen nach Poirier et al. [Poir1], [Poir3]. Pfeile zeigen die Richtung des Burgersvektors.

B) Die zweite Möglichkeit zur Bildung einer seißhaften Aufspaltung erfolgt bei Stufenversetzungen. Es ist bewiesen, daß in zahlreichen Strukturen Kletteraufspaltungen vorkommen, die für eine paradoxe Festigkeitssteigerung mit steigender Temperatur verantwortlich sind [Poir2]. Es kann sein, daß eine Teilversetzung ihre Gleitebene verläßt, indem sie durch Diffusionsprozesse der Leerstellen und/oder Zwischengitteratome klettert, laut folgender Beziehung:

$$a_0\langle 011 \rangle \rightarrow \frac{1}{2}a_0\langle \bar{1}11 \rangle + \frac{1}{2}a_0\langle 111 \rangle. \quad (2.46)$$

Bild 2.10 zeigt die nach Gleichung (2.46) erfolgende Kletteraufspaltung einer $\langle 011 \rangle$ -Versetzung.

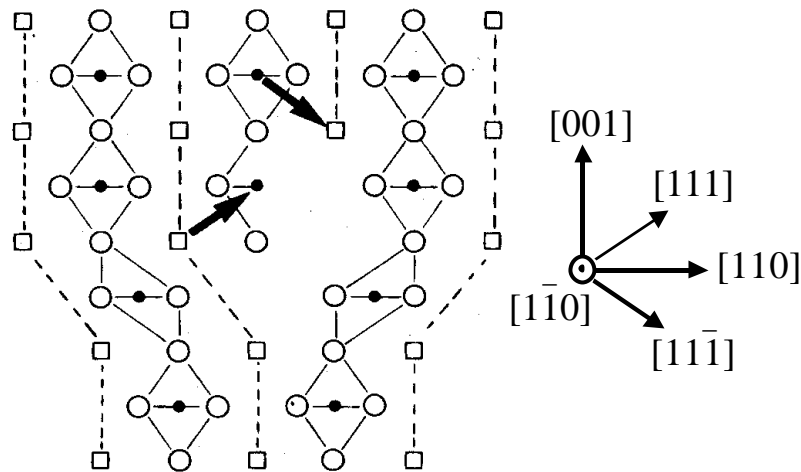


Bild 2.10: Aufspaltung einer $\langle 011 \rangle$ -Stufenversetzung (unrelaxiert) auf ihrer $\{011\}$ -Kletterebene [Poir3]. Pfeile verdeutlichen die Richtung der Burgersvektoren, Quadrate die A-Kationen, kleine Vollkreise die B-Kationen und große leere Kreise die Sauerstoffionen.

2.3.3 Aufspaltung der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen auf der Gleitebene

Die $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen können sich in zwei Teilversetzungen, analog zu Gleichung (2.41), gemäß folgender Beziehung aufspalten:

$$a_0 \langle 001 \rangle \rightarrow \frac{1}{2} a_0 \langle 001 \rangle + \frac{1}{2} a_0 \langle 001 \rangle. \quad (2.47)$$

Diese Aufspaltungsreaktion ist mit einer Reduzierung der Versetzungsenergie (siehe Gleichung (2.42)) verbunden.

Takeuchi et al. [Take2] berichteten anhand von HREM-Untersuchungen, daß einige Versetzungen in STO mit $\vec{b} = a \langle 001 \rangle$ aufgespalten sind. Die aufgespaltenen Versetzungen zeigen eine Aufspaltungsweite von einigen Atomabständen, unter dem Vorbehalt, daß der leichte Neigungswinkel zwischen Versetzung und Foliennormale die Ursache der geringen beobachteten Spaltungsweite sein könnte.

2.3.4 Kletteraufspaltung der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen

Für die Perowskitstrukturen ist es vorstellbar, daß sich die $\langle 001 \rangle$ -Stufenversetzungen auf ihren Kletterebenen aufspalten, gemäß folgender Reaktion:

$$a_0 \langle 001 \rangle \rightarrow \frac{1}{2} a_0 \langle 101 \rangle + \frac{1}{2} a_0 \langle \bar{1}01 \rangle. \quad (2.48)$$

Diese Kletteraufspaltung ist in Bild 2.11 nach Poirier et al. [Poir1] gezeigt.

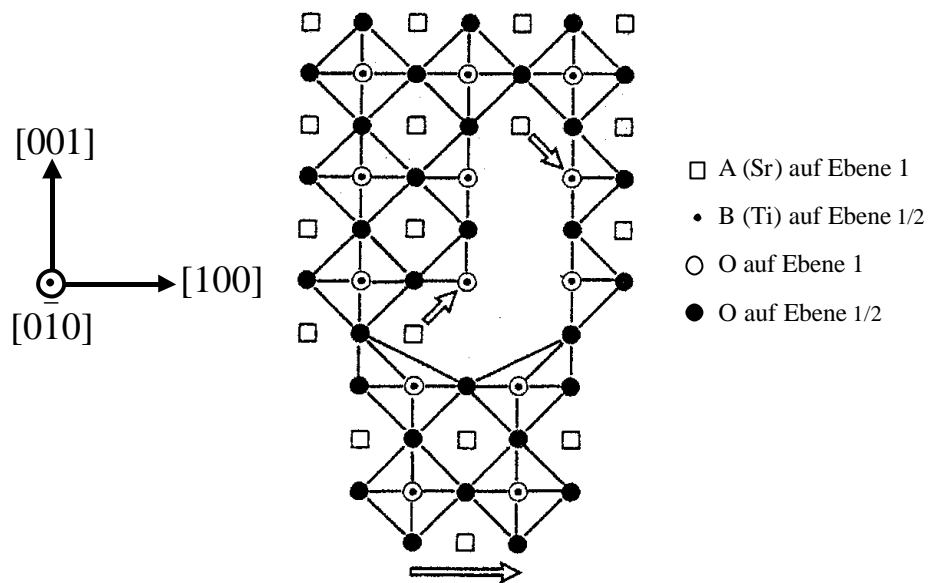


Bild 2.11: Kletteraufspaltung (unrelaxiert) einer $\langle 100 \rangle$ -Versetzung auf $\{001\}$ -Gleitebene in zwei Teilversetzungen nach Gleichung (2.48). Pfeile verdeutlichen die Richtung der Burgersvektoren, Quadrate die A-Kationen, kleine Vollkreise die B-Kationen ($\frac{1}{2}$ -Ebene tiefer) und große leere Kreise die darüberliegenden Sauerstoffionen auf der ersten Ebene und die große Vollkreise die O-Ionen auf $\frac{1}{2}$ -Ebene tiefer [Poir1].

3 Probenherstellung

3.1 STO–Einkristalle und Proben für Druckexperimente

Nomenklatur: „Druckproben“

Unter der Bezeichnung „Druckprobe“ ist in der vorliegenden Arbeit ein einkristalliner Quader aus Strontiumtitanat (STO) der Länge $l = 6\text{mm}$ und mit einem quadratischen Querschnitt von $a^2 = 2,5 \times 2,5\text{mm}^2$ mit definierten Flächennormalen zu verstehen, der für Druckexperimente verwendet wird. Abhängig von den Präparationsbedingungen können geringfügige Abweichungen von diesen Abmessungen auftreten.

3.1.1 Lieferanten von STO–Einkristallbirnen und Präparation von Druckproben

Informationen über die Herkunft der birnenförmigen Einkristalle, sog. „Einkristallbirnen“ und die Präparationsorte der verwendeten Druckproben ergibt sich aus Tabelle 3.1, in der Druckproben mit den Buchstaben A bis D gekennzeichnet sind. Durch die Kennzeichnung der Druckproben kann der Einfluß unterschiedlicher Vorgeschichte bzw. Herkunft berücksichtigt werden.

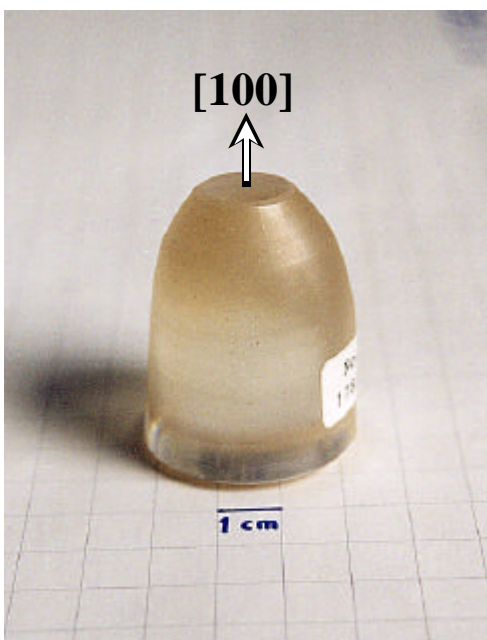
Tabelle 3.1: Kennzeichnung der für Verformungsexperimente in der vorliegenden Arbeit verwendeten Druckproben. F&S GmbH bedeutet „Frank und Schulte GmbH“ und MPI–FKF steht für „Kristallpräparation, Max–Planck–Institut für Festkörperforschung–Stuttgart“.

Kennzeichen	A	B	C	D
geliefert als:	Einkristallbirne	Fertige $\langle 011 \rangle$ – Druckproben	Einkristallbirne	Fertige $\langle 112 \rangle$ – Druckproben
Lieferant	F&S GmbH	Crystal GmbH	Crystal GmbH	Crystal GmbH
Präpariert bei:	MPI–FKF	Crystal GmbH	MPI–FKF	Crystal GmbH

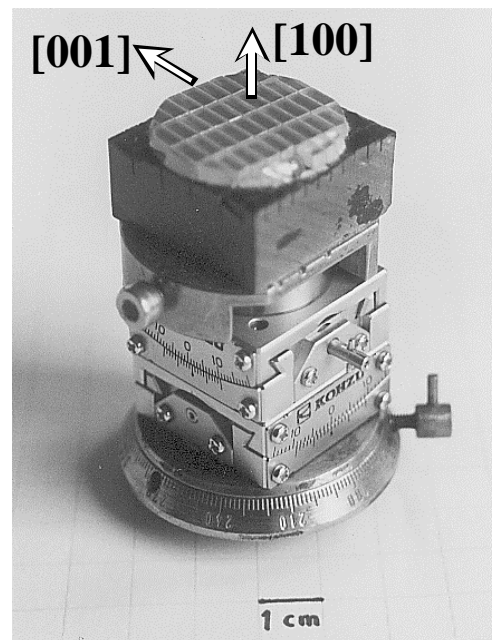
Bild 3.1(a) zeigt eine von der Firma Crystal GmbH, Berlin, gelieferte STO–Einkristallbirne. Für die Herstellung der STO–Einkristallbirnen wurde, nach Angaben der Lieferanten, das *Verneuil–Verfahren* [Vern1] eingesetzt. Näheres zu diesem Kristallzucht–Verfahren ist ausführlich in der Literatur [Wilk1], [Bric1] beschrieben.

Die Einkristallbirnen werden in einer Größe von etwa 7 cm Länge und 3 bis 4 cm Durchmesser gezogen. Die Wachstumsrichtung der Birnen lief parallel zur $\langle 001 \rangle$ -Richtung. Aufgrund der hohen Wachstumsgeschwindigkeit beim Verneuil-Verfahren entstehen in den Einkristallbirnen große innere Spannungen, die zu einer hohen Dichte von Versetzungen führen [Pala1] und [Pala2].

Nach der Zucht einer Einkristallbirne erfolgt eine Verringerung der dabei entstandenen inneren Spannungen durch Glühung über mehrere Tage unter Sauerstoffatmosphäre [Merk1]. Zusätzlich dient diese Glühung zur Herstellung einer stöchiometrisch zusammengesetzten STO-Einkristallbirne [Merk1].



(a)



(b)

Bild 3.1: (a) STO-Einkristallbirne in geliefertem Zustand von der Firma Crystal GmbH. (b) Goniometer mit abgetrennten STO-Druckproben auf einer keramischen Unterlage, deren Druckachsenorientierung parallel zu $[001]$ - und Flächennormale parallel $[100]$ -Richtung ist.

Die Herstellung der Druckproben erfolgte teilweise in der Kristallpräparation des Max-Planck-Instituts (MPI-FKF). Es kamen verschiedene Arbeitsgänge zum Einsatz, die im folgenden kurz beschrieben werden. Die auf einem *Goniometer* fixierte Einkristallbirne wird nach einer Orientierungsbestimmung mittels Laue-Verfahren in die gewünschte Richtung gebracht. Danach werden in mehreren Arbeitsgängen die Druckproben mit Hilfe einer *Innendurchmessersäge*

herausgeschnitten. Bild 3.1(b) zeigt eine auf einer keramischen Unterlage aufgeklebte Scheibe nach dem Sägen in mehreren Druckproben. Anschließend erfolgt ein Läppen der Seiten- bzw. bei manchen Kristallen an Stirnflächen der zurechtgeschnittenen Proben und ein Hochglanzpolieren mit Diamantpasten verschiedener Korngröße. Die Hochglanzpolitur ist dann erforderlich, wenn das Oberflächenrelief nach der Verformung mittels verschiedener Methoden untersucht werden soll.

3.1.2 Reinheitsgrad der verwendeten Druckproben

Da die Fremdatome bei Verformungsexperimenten eine bedeutende Rolle spielen können, ist es wichtig, deren Konzentration in den zu verformenden Proben sehr genau zu bestimmen. Hierzu wurde die chemische Zusammensetzung, bzw. die häufigst vorkommenden Verunreinigungselemente der gelieferten Einkristallbirnen mit der ICP–OES Methode (Induktiv gekoppeltes Plasma–Argon Plasma, Optisches Emissionsspektrum) analysiert. Die Ergebnisse zeigten (siehe Tabelle 3.2), daß es sich um „reine Einkristalle“ handelt. Die Bestandteile von Strontium und Titan betragen jeweils $47,7\pm 0,4$ bzw. $26,6\pm 0,3$ Gew. %.

Tabelle 3.2: Verunreinigungsbestandteile von verwendeten undotierten STO–Einkristallbirnen. Analysenmethode: ICP–OES durchgeführt im MPI.

Lieferfirma	Fremdatomgehalt [ppm]										
	Ca	Ba	Mg	Cr	Fe	Cu	Ni	Zn	Al	Nb	Ta
F&S GmbH	200	140	50	20	50	20	–	–	–	50	10
Crystal GmbH	30	20	30	20	5	30	30	30	50	–	–

Tabelle 3.3: Verunreinigungsbestandteile nach Angaben der Firma Crystal GmbH von deren undotierten STO–Einkristallen.

Fremdatomgehalt [ppm]						
Ca	Ba	Al	K	Si	Na	Fe
14	19	10	2	<2	<2	<2

Von Firma Crystal GmbH existiert ebenfalls eine chemische Analyse ihrer Einkristallbirnen mit der Analysenmethode ICP. Tabelle 3.3 zeigt die Ergebnisse dieser Analyse.

3.2 Präparation der TEM–Proben

Überblick

Wie aus Bild 3.2 zu sehen ist, baucht sich eine Druckprobe während einer Druckbeanspruchung aufgrund der Reibungskräfte zwischen ihr und den zur Druckapparatur gehörenden Stempeln aus. Dies führt zur Entstehung eines mehrachsigen Spannungszustandes in Probenbereichen nahe den Stempeln [Arzt1]. Da in der vorliegenden Arbeit der Effekt des einachsigen Spannungszustandes auf die Vesezungsstruktur von Interesse ist, kommen für Untersuchungen an einem Durchstrahlungselektronenmikroskop nur Folien aus der Mitte der Druckprobe (in Bild 3.2 schraffierter Bereich) in Frage.

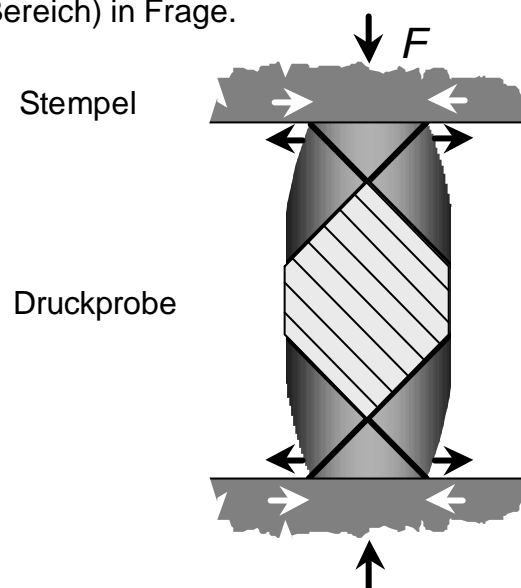


Bild 3.2: Schematische Darstellung einer verformten Druckprobe zwischen den Druckstempeln. Die Probenbereiche unmittelbar an den Stempeln erfahren, aufgrund der Reibungskräfte, Druckbeanspruchung in der zur Lastrichtung

senkrechten Ebene. Der schraffierte Bereich in der Mitte wurde in der vorliegenden Arbeit für TEM–Untersuchungen verwendet.

Um die Durchstrahlbarkeit einer Folie im TEM zu gewährleisten, sollte die Probendicke möglich unter 100nm sein. In den folgenden Kapiteln werden die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Präparationsmethoden zur Herstellung dieser TEM–Proben vorgestellt.

3.2.1 Standardtechnik der Präparation keramischer TEM–Proben

Damit aus einer Druckprobe eine geeignete Folie für die Durchstrahlung im TEM entsteht, die im folgenden mit „TEM–Probe“ bezeichnet wird, sind einige Arbeitsschritte erforderlich. Diese Arbeitsschritte für die sog. *Standardtechnik* sind im folgenden beschrieben.

1. Zunächst wird die gewünschte Foliennormale aus der verformten Druckprobe mit Hilfe des Laue–Verfahrens eingestellt. Dazu klebt man die Probe auf eine keramische Unterlage mit Hilfe von *Thermokleber (crystalbond)*.
2. Danach werden Segmente mit einer Dicke von etwa 300µm mittels *Diamantdrahtsäge* abgetrennt.
3. Aus diesen abgetrennten Scheiben werden mit Hilfe eines *Ultraschallbohrers* kreisförmige Scheiben mit einem Durchmesser von 3mm herausgeschnitten.
4. Diese werden dann mit einem *Diamantschleifer* auf eine Dicke von etwa 100µm geschliffen. Dabei ist zu beachten, daß von beiden Seiten ungefähr gleich viel abgetragen wird und damit die gewünschte Foliennormale erhalten bleibt.
5. Daran schließt sich das *Dimpeln* an. In der Mitte der Scheibe wird durch einen sog. *Dimpler* eine Kuhle erzeugt. Die TEM–Proben in dieser Arbeit wurden jeweils von beiden Seiten gedimpelt, so daß eine Restdicke an der dünnsten Stelle von etwa 30µm übrigbleibt.
6. Die gedimpelte Probe wird dann in einem *Ionendünngerät* bis zum Durchbruch (*Perforation*) gedünnt. Dabei bombardiert man die Probe mit Argon–Ionenstrahlen unter einem Ionenstrahlwinkel zwischen 4° bis 6° zur Folienebene [Stre1]. In den Ionendünngeräten, wie das *GATAN PIPS*–Gerät oder das *BALTEC*–Gerät, ist der Durchmesser des Ionenstrahls relativ klein. Dagegen dünnt man mit vergleichsweise breiterem Ionenstrahl in einem *Gatan Duo Mill*–Gerät. Mit dem zuletzt genannten Gerät erfolgt eine schonendere Dünnung möglich, einerseits aufgrund des schwächeren Ionenbeschusses und andererseits wegen des

besseren Wärmetransportes durch den metallischen Probenhalter vom Duo Mill–Gerät, im Vergleich zu dem aus Graphit angefertigten Probenhalter des PIPS–Geräts.

Zur Präparation der TEM–Proben in der vorliegenden Arbeit kommen beide Verfahren zum Einsatz. Letztlich wurde das PIPS–Gerät vorgezogen, womit eine bessere Beobachtung der Probe während des Dünnens ermöglicht wurde und die Dünnung erfolgte wesentlich schneller.

Bild 3.3 zeigt eine schematische Darstellung einer TEM–Probe nach erfolgter Präparation.

7. *Aufdampfen* einer dünnen Kohlenstoffschicht auf die TEM–Probe, die eine Aufladung während der Untersuchungen im TEM verhindert.

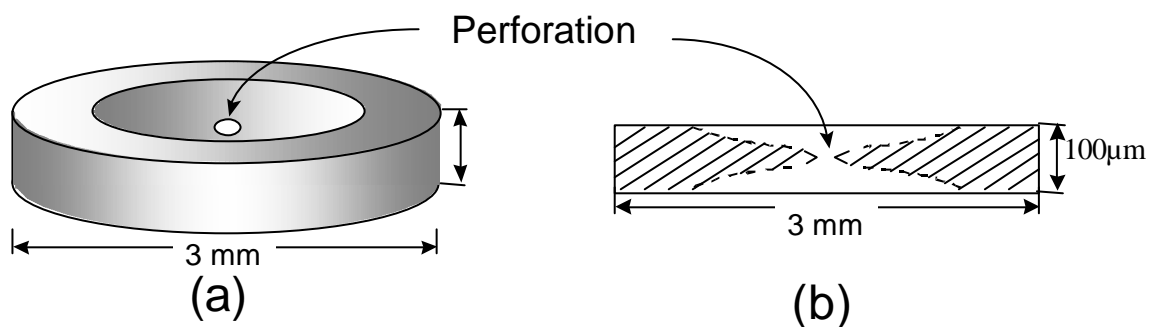


Bild 3.3: Schematische Darstellung einer TEM–Folie, die beidseitig gedimpelt wurde. (a) 3–dimensionale Darstellung. (b) Einen Querschnitt durch die Perforation. In der Mitte ist die Durchbruchstelle (Perforation) nach Ionendünnen zu erkennen.

3.2.2 Querschnittspräparation

Eine Alternative zum eben beschriebenen Verfahren der Standardtechnik für die Herstellung der TEM–Proben aus massivem Material („*bulk*“) bietet das Verfahren der Herstellung von *Querschnittsproben*. Dieses Verfahren hat sich bei den vorliegenden Untersuchungen bewährt, obwohl es ursprünglich für die Präparation von Materialien mit Schichtstrukturen entwickelt wurde [Stre2].

Da STO spröde ist und nach plastischen Verformungen noch spröder wird (besonders nach Tieftemperaturverformung), ist das Querschnittspräparationsverfahren eine geeignete Methode zur Herstellung von

TEM–Proben. Außerdem weist eine verformte Druckprobe innere Spannungsfelder auf. Denn durch Verkleinern der Probendimensionen verringert sich die den Präparationsbelastungen ausgesetzte Fläche, was seinerseits zur Reduzierung der Entstehung von Rissen und Brüchen im STO führt.

Bei einer Querschnittspräparation wird der im Kapitel 3.2.1 beschriebene Arbeitsschritt 1 durch die folgenden 1a bis 1e ersetzt.

- 1a. Die Foliennormale der zu untersuchenden TEM–Probe liegt in der Ebene des abzutrennenden Segments. Bild 3.4(a) zeigt als Beispiel die $\langle 001 \rangle$ –Richtung, die die Foliennormale der künftigen TEM–Probe sein wird (siehe Bild 3.4(e)).
 - 1b. Das Segment ist so abzutrennen und anschließend vorsichtig so zu schleifen, daß es im Schlitz eines zylindrischen Stabes aus Aluminiumoxid (Al_2O_3), der einen Durchmesser von 2mm hat, ohne Spielraum fest sitzt (siehe Bild 3.4(b)). Dieser Halter verleiht der Probe die notwendige Festigkeit, die für die weiteren Präparationsvorgänge erforderlich ist.
 - 1c. Die Einheit aus dem Probenstreifen und Halter (Sandwich System) wird in ein zylindrisches Aluminiumoxidrohr eingeführt. Durch Zuführen eines hoch–viskosen *Epoxidharzklebers (M–Bond AE 10/15)* in das Rohr (siehe Bild 3.4(c)) wird die Probe *eingebettet*.
 - 1d. Bild 3.4(d) zeigt einen eingebetteten Probenstreifen in den Aluminiumoxidhaltern.
 - 1e. Zum Schluß werden mit einer Diamantdrahtsäge dünne Scheiben von etwa 500µm Dicke von dem Aluminiumoxidhalter abgetrennt, wie Bild 3.4(e) zeigt.
- Damit entfällt der in Kapitel 3.2.1 besprochene Arbeitsschritt 3, da die aus dem zylindrischen Aluminiumoxidhalter abgetrennten Scheiben bereits rund sind.

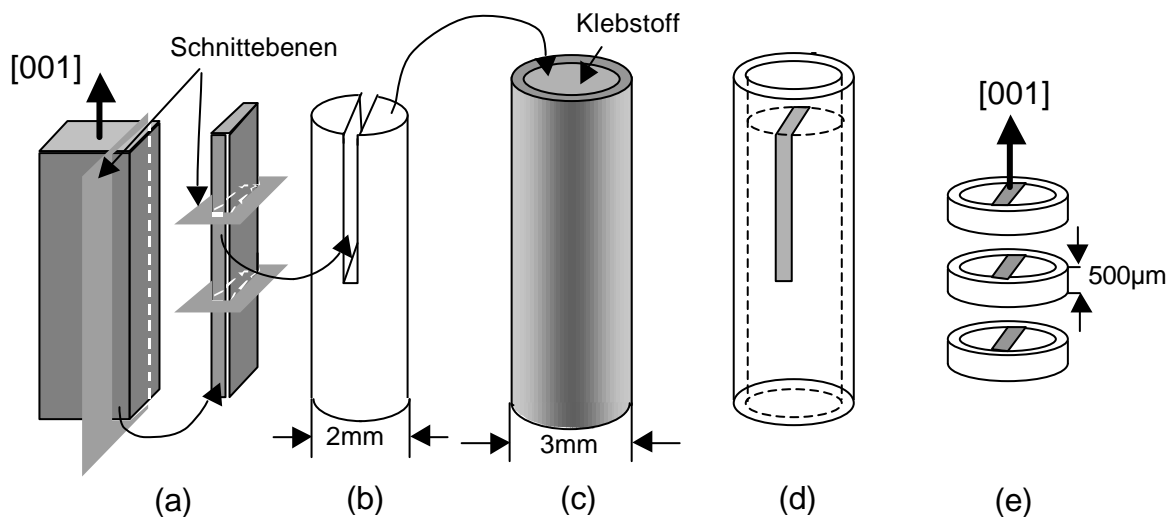


Bild 3.4: Schematische Darstellung einer Querschnittspräparation: (a) zeigt verschiedene Schnittebenen an einer von der Druckprobe abgeschnittenen Scheibe. (b) Das abgeschnittene Segment wird in den Schlitz eines zylindrischen Stabes eingepasst. (c) Die in (b) erstellte Einheit wird in ein Aluminiumoxidrohr gesteckt und dort mit Hilfe vom Klebstoff M-Bond AE 10/15 eingebettet; (d) zeigt die komplette Einheit. (e) Mit Hilfe einer Diamantdrahtsäge abgetrennte Scheiben mit einer Dicke von etwa 500µm und Foliennormale [001].

3.2.3 FIB-Präparation

Eine weitere Präparationsmethode, die ebenso ein geeignetes Verfahren für mehrschichtige bzw. spröde Materialien ist, stellt die Dünnung mit einem *FIB*-Gerät („*Focused Ion Beam*“) dar. Im *FIB*-Gerät *FEI FIB 200* werden durch einen fokussierten Gallium-Ionenstrahl sehr feine Lamellen aus dem Probenstreifen (Dicke etwa 100µm), der auf einem Kupferring von 3mm Durchmesser geklebt ist, herausgeschnitten. Dafür wird der Ionenstrahl über einen gewissen Probenbereich gerastert. Der Probenstreifen muß bei dieser Präparationsmethode, wie bereits in Kapitel 3.2.1 bei Standardtechnik beschrieben ist, so geschnitten werden, daß die gewünschte Gitterrichtung zugleich die Foliennormale ist. Eine schematische Darstellung einer mit *FIB*-Methode präparierten TEM-Probe zeigt Bild 3.5.

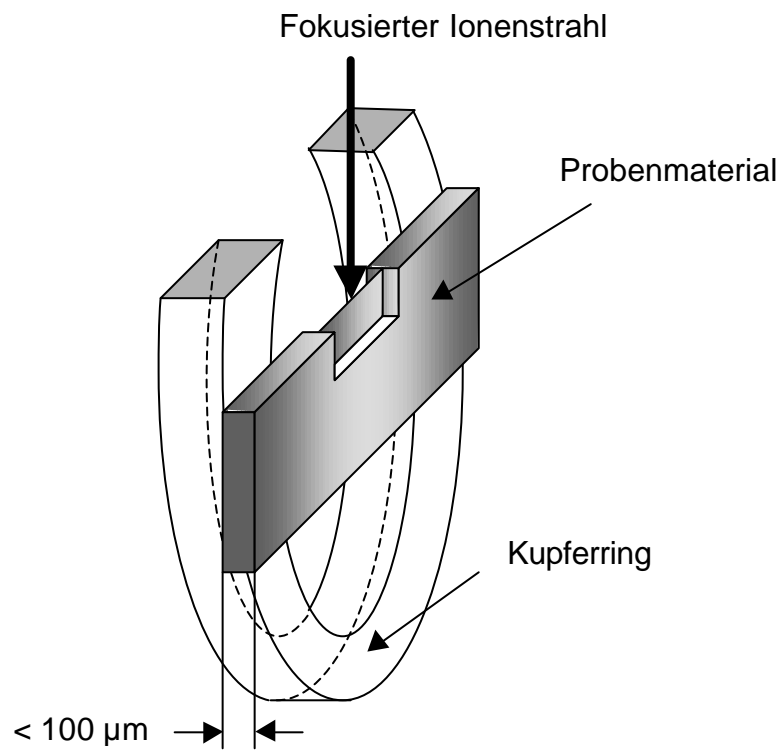


Bild 3.5: Schematische Darstellung einer durch FIB-Verfahren präparierten TEM-Probe.

4 Versuchseinrichtungen und Versuchsdurchführung

In der vorliegenden Arbeit wurden zur Durchführung der dynamischen Druckversuche zwei Verformungsmaschinen verwendet, die in verschiedenen Temperaturbereichen zum Einsatz kamen:

1. Für $T \geq RT$: INSTRON 1253,
2. Für $T \leq RT$: INSTRON 4502.

In der Verformungsmaschine 1253 (schematische Darstellung siehe Bild 4.1 (a)) war eine Druckapparatur für Hochtemperaturversuche der Firma MAYTEC eingebaut. Sie besteht im wesentlichen aus zwei Druckrohren aus Al_2O_3 -Rohren, die an dem zur Probe hin gerichteten Ende durch jeweils einen SiC-Stempel abgeschlossen sind, zwischen denen die Verformung der Druckprobe erfolgt. Spezielle Einspannköpfe am oberen Querhaupt und am unteren Kolben am jeweils anderen Rohrende sorgen für eine Zentrierung der beiden Al_2O_3 -Rohre. Die Verformungseinrichtung wird angetrieben von einem lagegesteuerten hydraulisch bewegten Kolben, der bei Aufwärtsbewegung die Probe belastet.

Die Druckrohre mit der Probe ragen in einen sog. Miniöfen der Fa. MAYTEC hinein, der —wie in Bild 4.1(a) gezeigt— zur Probenaufnahme aufgeklappt werden kann. Entsprechend der Konstruktion des Ofens konnten die Druckversuche hier nur in Luft durchgeführt werden.

Vorversuche ergaben, daß bei Temperaturen oberhalb etwa 1000 K heftige Reaktionen zwischen den $SrTiO_3$ -Einkristallen und den SiC-Stempeln einsetzten, die zu einer chemischen Zersetzung der Einkristalle führten. Deshalb wurde für Verformungstemperaturen oberhalb RT verschiedene keramische Materialien untersucht, welche die Einkristalle von den SiC-Stempeln trennen sollten. Dies führte nach ausgiebigen Versuchen letztendlich zu Scheibchen aus $Al_2O_3^{(\#)}$ der Firma FRIATEC, die aus Al_2O_3 Stäben mit einem Durchmesser von 6mm und einer Dicke von 5mm präpariert wurden. Die Druckfestigkeit von Al_2O_3 in Abhängigkeit von der Temperatur zeigt Bild 4.2.

Bild 4.1(b) zeigt schematisch die Anordnung im zusammengeklappten Miniöfen, wie sie bei der Versuchsdurchführung gegeben ist. Der 2-Zonen-Ofen, beheizt von stromdurchflossenen SiC-Stäben, läßt Temperaturen bis etwa 1850K zu. Ein Programmreg-

^(#) Interne Bezeichnung der Firma FRIATEC für technischer Al_2O_3 mit 99,7% Al_2O_3 .

ler der Fa. EUROTHERM (Typ 818) regelt die Temperatur im Ofen mit einer relativ guten Konstanz. Bei Temperaturen oberhalb 1000K waren die Temperaturschwankungen im Ofen in der Größenordnung von $\pm 1\text{K}$.

Der möglichst genauen Bestimmung der Probertemperatur diene ein Thermoelement (von der Firma THERMOCOAX; Typ B: Pt/Rh30%–Pt/Rh6%). Es wurde durch das untere Al_2O_3 -Rohr und den SiC-Stempel in dem Miniofen eingeführt und in unmittelbarer Probennähe positioniert und fixiert (siehe Bild 4.1(b)).

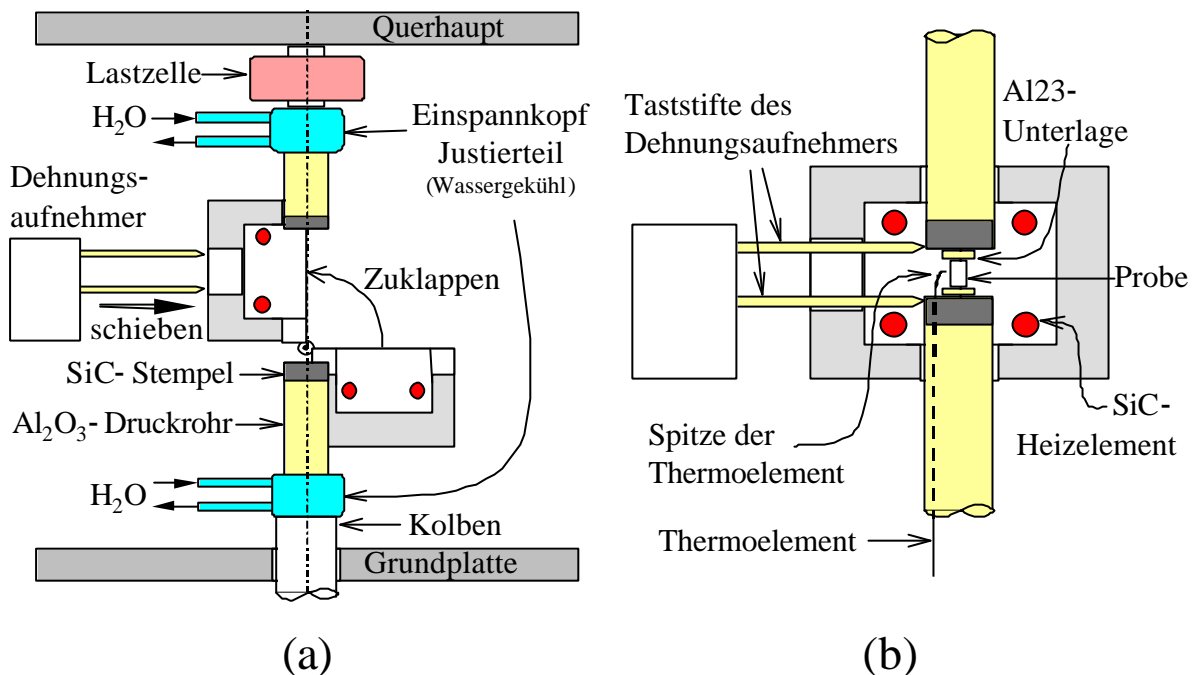


Bild 4.1: (a) Schematische Darstellung des Miniofens (aufgeklappt) und der Druckapparatur bei der Verformungsmaschine INSTRON 1253. (b) Vergrößerter Abschnitt des geschlossenen Miniofens zusammen mit der Probe und den Al_2O_3 -Unterlagen. Das Thermoelement geht durch das untere Al_2O_3 -Druckrohr und den Druckstempel. Seine Spitze ist sehr nahe an der Probe positioniert. Der Dehnungsaufnehmer misst die Änderung des Abstandes zwischen den SiC-Stempeln während der Verformung der Probe.

Die Verschiebung des Kolbens misst ein induktiver Wegaufnehmer (LVDT *Linear Variable Differential Transducer*), der auch der Steuerung der Verformungsmaschine im *Closed-Loop-Betrieb* dient. Die Verschiebung des unteren Druckrohres gegen das obere, und damit die Stauchung der Probe, wurde durch einen kapazitiven Dehnungsaufnehmer der Firma MAYTEC erfaßt (siehe Bild 4.1(b)). Dabei ragen zwei dünne Al_2O_3 -Stäbe mit geschliffenen Spitzen in den Ofen und werden an den der Probe zugewandten

Enden der SiC–Stempel angepresst (Anpressdruck etwa 3N). Dies erlaubt eine repräsentative Ermittlung der Stauchung der Druckprobe. Mehrere Versuche bei unterschiedlichen Temperaturen und Spannungen haben gezeigt, daß die Meßdaten dieser Dehnungsaufnehmer sehr gut mit denen des induktiven Wegaufnehmers der Verformungsmaschine übereinstimmen. Dies läßt den Schluß zu, daß die elastische Nachgiebigkeit der Druckeinrichtung und der Verformungsmaschine vernachlässigbar klein sind, weshalb zur Bestimmung der plastische Dehnung der Probe nur die Daten des induktiven Wegaufnehmers benutzt wurden.

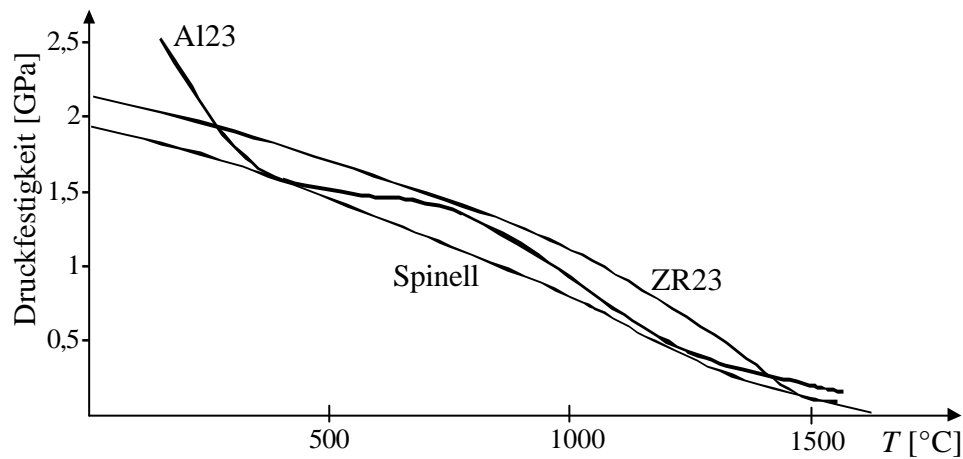


Bild 4.2: Druckfestigkeit von Al23, ZR23 und Spinell in Abhängigkeit von der Temperatur (aus den Produktinformationen der Firma FRIATEC).

Für Druckversuche bei RT und ebenfalls bei tieferen Temperaturen (198K und 78K) kam eine andere Verformungsmaschine (INSTRON 4502) zum Einsatz. Diese Maschine kann einen Druckrahmen aus Edelstahl aufnehmen in den ein Druckstempel hineinragt, wie in Bild 4.3 skizziert. Diese Konstruktion erlaubt, daß die Probe in ein Dewar mit verschiedenen Kühlmitteln getaucht werden kann. Durch Abwärtsbewegung des Querhaupts der elektromechanisch angetriebenen Verformungsmaschine wird die Druckprobe gestaucht und damit verformt. Als Kühlmittel dienten hier ein Gemisch aus Trockeneis und Alkohol (196K) sowie flüssiger Stickstoff (78K). Auch hier wurde die Dehnung der Probe aus der gemessenen Querhauptbewegung ermittelt.

Maschinenbedingt können mit dieser Druckvorrichtung nur Querhauptgeschwindigkeiten bis 0,05mm/min gefahren werden, während die Maschine 1253 wesentlich niedrigere Geschwindigkeiten erlaubt.

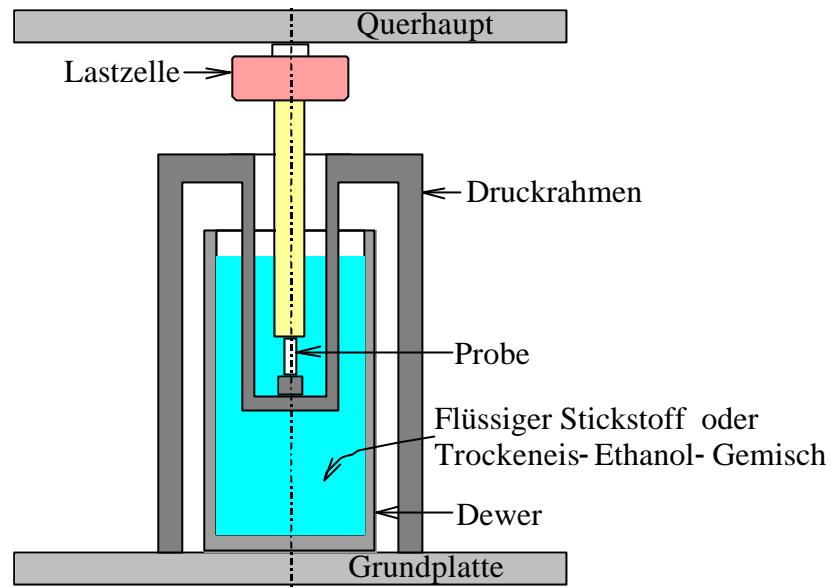


Bild 4.3: Schematischer Aufbau der Versuche im flüssigen Stickstoff oder im Trockeneis–Ethanol–Gemisch in INSTRON 4502. Die Verformung geschieht, indem das Querhaupt nach unten fährt.

5 Mikroskopische Untersuchungsmethoden

Um Informationen über das Gefüge (Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit: *Versetzungsanordnung*) von Festkörpern (hier *plastisch verformte*) zu erhalten, bedient man sich verschiedener mikroskopischer Methoden. Diese Untersuchungsmethoden, die z.B. zur Charakterisierung des Verformungsablaufes herangezogen werden können, liefern dabei einerseits Informationen über die Oberflächenbeschaffenheit, welche durch zur Oberfläche ausgetretene Versetzungen entstanden sind, andererseits über die Anordnung der noch im Innern der Probe existierenden Versetzungen, die nach dem Versuchsende erhalten geblieben sind.

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen zur Erforschung der Versetzungsstruktur plastisch verformter STO–Einkristalle umfassen sowohl die Oberflächentopographie als auch das Kristallinnere.

5.1 Verfahren zur Oberflächenuntersuchung

Die nach einer plastischen Verformung an den Oberflächen einer STO–Druckprobe entstandenen Gleitstufen wurden in der vorliegenden Arbeit mittels verschiedener mikroskopischer Methoden, die nachfolgend beschrieben werden, untersucht. Die zwischen Gleitebenen erzeugten Verzerrungen wurden mittels einer spannungsoptischen Methode (Polarisationskontrast siehe Kapitel 5.1.1) bestimmt. Desweiteren erfolgte die Bestimmung von Gleitstufenhöhen mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie (siehe Kapitel 5.1.3). Eine weitere Anwendung der Oberflächenmikroskopie lag in der Bestimmung der Versetzungsdichte mittels Auszählen der Durchstoßpunkte von Versetzungen, welche durch geeignete Ätztechniken in Form von Ätzgrübchen sichtbar gemacht wurden [Wils2].

5.1.1 Lichtmikroskop (LM)

Eine gängige Methode zur Untersuchung des Oberflächenreliefs von Festkörpern ist die Lichtmikroskopie [Fran1], [Beye1]. In der vorliegenden Arbeit wurden folgende Verfahren für die lichtmikroskopischen Untersuchungen eingesetzt:

- Hellfeldabbildung;
- Polarisationskontrast; zum Sichtbarmachen innerer Verzerrungsfelder bei hochglanzpolierten, durchsichtigen STO–Proben nach plastischer Verformung.

- Differential Interferenz Kontrast („*Differential Interference Contrast*“, DIC); zur Sichtbarmachung der Oberflächenrauigkeit und Topographie der Gleitlinien.

Aufgrund der Wellenlänge der Lichtstrahlen und der numerischen Apertur der Objektivlinsen ist das Auflösungsvermögen der Lichtmikroskope begrenzt. Die Auflösungsgrenze liegt im Bereich von 250nm – 500nm (Lichtwellenlänge: 400nm –800nm).

Die für die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit verwendeten Lichtmikroskopen waren von den Firmen ZEISS, Modell: AXIOPHAT, bzw. LEICA, Modell: DMRM.

5.1.2 Rasterelektronenmikroskop (REM)

Eine ausführliche Darstellung zur *Rasterelektronenmikroskopie* findet sich unter anderem im Lehrbuch von Reimer [Reim2]. Hier soll lediglich eine kurze Beschreibung erfolgen. In einem REM wird die Oberfläche mit einem fokussierten Elektronenstrahl abgerastert. Die aus der Oberfläche austretenden Sekundärelektronen oder Rückstreuielektronen werden von einem Detektor aufgefangen. Die Intensität des Signals steuert die Helligkeit einer Bildröhre, deren Ablenssystem mit dem des primären Elektronenstrahls synchronisiert ist. Die Helligkeit, also die Intensität der von einer bestimmten Stelle ausgehenden und aufgefangenen Sekundärelektronen, hängt vom lokalen Oberflächenrelief und im geringen Maß vom Material der Probe ab. Somit kann eine qualitative Untersuchung der Topographie einer Festkörperoberfläche erfolgen.

Eine örtliche chemische Analyse der Probe ist bei stehendem Elektronenstrahl möglich, indem die charakteristische Röntgenstrahlung der vom Primärstrahl getroffenen und ionisierten Atome mit einem Kristallspektrometer detektiert und anschließend analysiert wird.

Aufgrund der lokalen Aufladung der nichtleitenden Proben unter dem Elektronenstrahl wurden die Proben vor der Untersuchung mit Kohlenstoff oder Gold bedampft.

Das für die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit verwendete Rasterelektronenmikroskop ist von der Firma JEOL 6300F, dessen Auflösungsgrenze bei etwa 4nm liegt.

5.1.3 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Bisher wurde über qualitative Untersuchungen von Oberflächenprofilen mittels Licht- bzw. Rasterelektronenmikroskopen unterschiedlicher Auflösungen berichtet. Eine quantitative Bestimmung der Stufenhöhen kann mit Hilfe von *Latexkugeln* [Wils1] in den o.g.

Mikroskopen erfolgen. Dafür hat man früher häufig *Oberflächenabdrücke* verwendet [Reim1], deren Auflösung in manchen Fällen bis in die atomaren Dimensionen vorangetrieben wurde [Beth1], [Beth2]. Die Abdruckmethode hat aufgrund technischer Fortschritte und neuer Entwicklungen in der Mikroskopie von Oberflächen an Bedeutung verloren. Heutzutage erfolgen die Untersuchungen an Oberflächenprofilen mit Hilfe von *Rastersondenmikroskopen* („*Scanning Probe Microscopy*“ SPM) bis in atomare Dimensionen [Binn1]. Damit kann die Bestimmung von Stufenhöhen durch vergleichsweise einfache und direkte, aber genaue Messungen erfolgen. Von zahlreichen Ausführungen von SPM wurde in der vorliegenden Arbeit das *Rasterkraftmikroskop* („*Atomic Force Microscope*“ AFM) eingesetzt. Es besteht aus einem leicht biegsamen Balken, dem sog. *Cantilever*, auf dem eine Spitze aus Silizium (Si) oder Siliziumnitrid (Si_3N_4) unterschiedlicher Ausführungen angebracht ist. Diese Spitze rastert in engem Kontakt den zu untersuchenden Oberflächenbereich ab.

Die Funktion eines Rasterkraftmikroskops beruht auf der Wechselwirkung zwischen zwei konkurrierenden Kräften, die zwischen der Spitze und der Probenoberfläche auftreten. Diese sind eine starke *ionische Abstoßungskraft* mit einem Maximum, das bei einer Entfernung von etwa 20\AA von der Probenoberfläche entsteht, und eine *Van–der Waals Anziehungskraft*, deren Reichweite mehr als 100\AA beträgt [Meye1].

Die resultierende Kraft zwischen den Probenoberflächenmolekülen und denen der Spitze verursacht eine Verbiegung des Cantilevers, dessen vertikale Ablenkung mit Hilfe eines Laserstrahls und eines Detektors gemessen und anschließend in einem Rechner ausgewertet wird. Der Rechner steuert dann die Verschiebung des Cantilevers mit Hilfe von Piezostellgliedern um die Auslenkung aufzuheben („*Constant Force Mode*“) [Colt1]. Die z–Auslenkung ergibt zusammen mit den x–y–Koordinaten ein topographisches Bild der Probenoberfläche. Bild 5.1 zeigt das schematische Funktionsprinzip des AFMs. Das resultierende Bild hängt von der Spitzengeometrie und der Proben-topographie ab. Die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit mittels eines Rasterkraftmikroskops von der Firma DIGITAL INSTRUMENTS, Modell: NANOSCOPE [Digi1], wurden im „*Tapping Mode*“ durchgeführt. Bei dieser Betriebsart vibriert die Spitze oberhalb der Probenoberfläche. Eine atomare Auflösung kann damit nicht erreicht werden, wohl aber eine gute Auflösung, falls die Vibrationsamplitude möglichst klein gewählt wird. Die in dieser Arbeit verwendete Spitze ermöglichte für die ausgewählten Proben, eine Höhenauflö-

sung im Ångstrom-Bereich und eine laterale Auflösungsgrenze von etwa 2nm. Damit lassen sich sowohl die Gleitstufenhöhen der plastisch verformten STO-Proben als auch die Oberflächenrauhtiefe unverformter Proben ermitteln. In Kapitel 7 (*Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchungen*) sind einige dieser Ergebnisse aufgeführt.

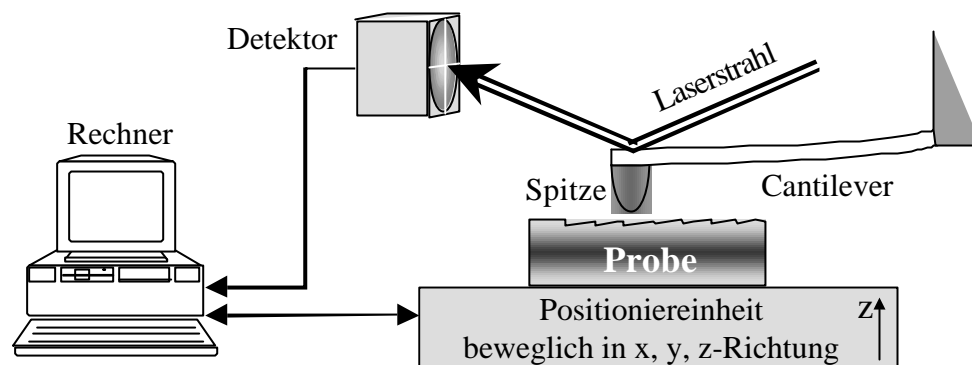


Bild 5.1: Schematische Darstellung des Meßprinzips eines Rasterkraftmikroskops: Die an dem Cantilever befestigte Spitze rastert über die Probenoberfläche. Der Abstand zwischen der Spitze und der Oberfläche ist konstant. Die z-Auslenkung des Cantilevers wird mittels eines Laserstrahls durch einen Detektor gemessen und in einem Rechner aufgenommen. Der Rechner steuert dann die z-Lage der Positioniereinheit (mit Hilfe von Piezoelementen) so, daß die Spitze nach einer Auslenkung auf ihrer ursprünglichen Höhe zurückkehrt. Schließlich kann der Rechner durch die Spannungsveränderungen der Piezokristalle die Topographie der Oberfläche in Bildern erfassen.

5.2 Verfahren zur Untersuchung des Kristallinnern

Die Durchstrahlung dünner Folien in einem *Durchstrahlungselektronenmikroskop* (TEM: „*Transmission Electron Microscope*“) ermöglicht Aussagen über die Verteilung und die Anordnung der Versetzungen, z.B. innerhalb der Gleitebene. Die *konventionelle Transmissionselektronenmikroskopie* (CTEM) dient zur Abbildung und Analyse von Gitterdefekten, wie Versetzungen, Stapelfehlern, Zwillingsgrenzen etc., im Kristall, wodurch z.B. eine Bestimmung des Burgersvektors von Versetzungen erfolgen kann. Die dazu wichtigsten Methoden sind die *Hellfeld–* (HF) und *Dunkelfeldabbildung* (DF), die *Feinbereichbeugung* (SAD), sowie die *Weak–Beam–Technik* (WB).

In Tabelle 5.1 sind die für der vorliegenden Arbeit verwendeten TEM–Geräte aufgelistet.

Tabelle 5.1: Die hier aufgelisteten Mikroskope wurden in der vorliegenden Arbeit für CTEM–Untersuchungen verwendet.

Mikroskop	Hersteller	Beschleunigungsspannung [kV]
JEM 200 CX	JEOL	200
JEM 2000 FX	JEOL	200
JEM 4000 EX	JEOL	400
ZEISS EM 912 Ω	ZEISS	120

Es gibt zahlreiche Lehrbücher über TEM, in denen eine ausführliche Beschreibung der verschiedenen Abbildungsschritte erfolgen, z.B.: [Reim3], [Heim1], [Good1] und [Will1]. Deshalb wird in der vorliegenden Arbeit nur ein Überblick zum Funktionsprinzip vermittelt und in Kürze über einige für die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit wichtige Methoden berichtet.

5.2.1 Aufbau und Funktionsprinzip des TEM

Bild 5.2 zeigt den Aufbau eines Durchstrahlungselektronenmikroskops. Eine *Elektronenquelle* erzeugt die Elektronen im Hochvakuum typischerweise durch *thermische Emission* aus einer Kathode aus Wolfram–Draht oder aus einem LaB₆–Einkristall. Die

erzeugten Elektronen werden durch den sog. *Wehneltzylinder* gebündelt und auf die Anode beschleunigt.

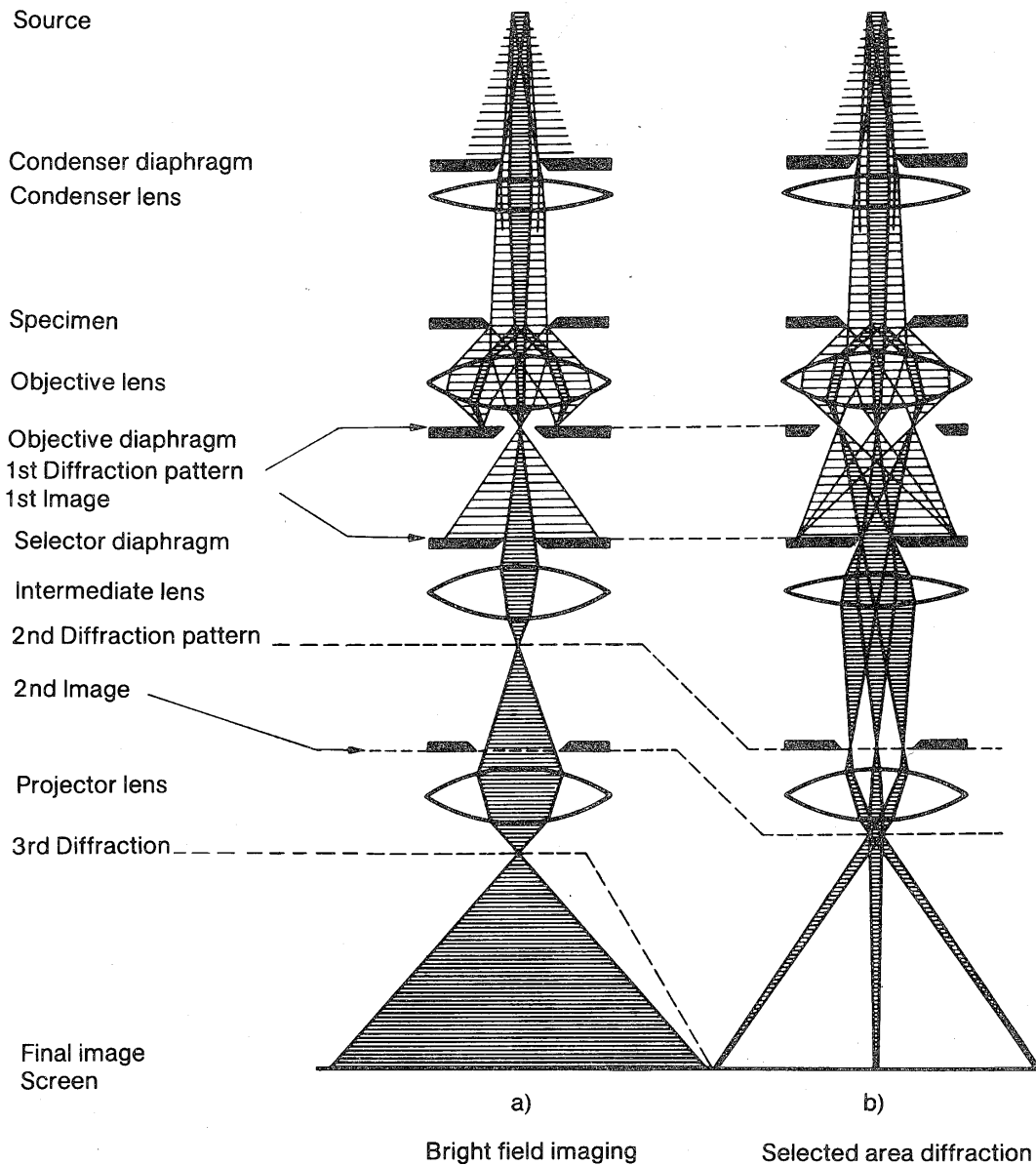


Bild 5.2: Schematische Darstellung vom Strahlengang im konventionellen Transmissionselektronenmikroskop (CTEM), entnommen aus [Reim3]; (a) Hellfeldabbildung, (b) Beugung (SAD).

Danach fokussieren die *Kondensoren* die Elektronen auf das Präparat. Die Elektronenstrahlen können je nach Kondensorenenergie *parallel* oder *konvergent* auf die Probe fallen. Der typische Durchmesser des Strahlflecks bei Beleuchtung der Probe mit parallelem Elektronenstrahl beträgt einige μm , mit fokussiertem Elektronenstrahl etwa

10nm. Bei Untersuchungen im Bereich der konventionellen TEM werden in der Regel parallele Elektronenstrahlen verwendet.

Da die Objektivlinse parallele Strahlenbündel in ihre hintere Brennebene fokussiert, entsteht dort ein *Beugungsbild*. Man kann es mit dem Leuchtschirm abbilden. Durch Fokussierung des Elektronenstrahls oder mit Hilfe der *Selektorblende* sind Beugungsbilder von sehr kleinen Probenbereichen erhältlich. Man spricht dann von *Selected Area Diffraction* (SAD).

Das erste vergrößerte Zwischenbild entsteht in der Bildebene der *Objektivlinse* aus den durchgelassenen Strahlen. *Zwischenlinse* und *Projektivlinse* dienen der weiteren Vergrößerung des Zwischenbildes. Am Ende der Mikropkopsäule dient ein *Leuchtschirm* zur Sichtbarmachung des Bildes.

5.2.2 Kontrast- und Beugungsentstehung im TEM

Zur Entstehung der TEM-Bilder werden die Elektronen beim Durchgang durch die Probe gestreut. Bild 5.3 gibt alle aus einer mit Elektronen durchstrahlten Probe erzeugten Signale an. Zwischen den schnellen Elektronen und dem Untersuchungsobjekt treten *inelastische* und *elastische Streuprozesse* auf.

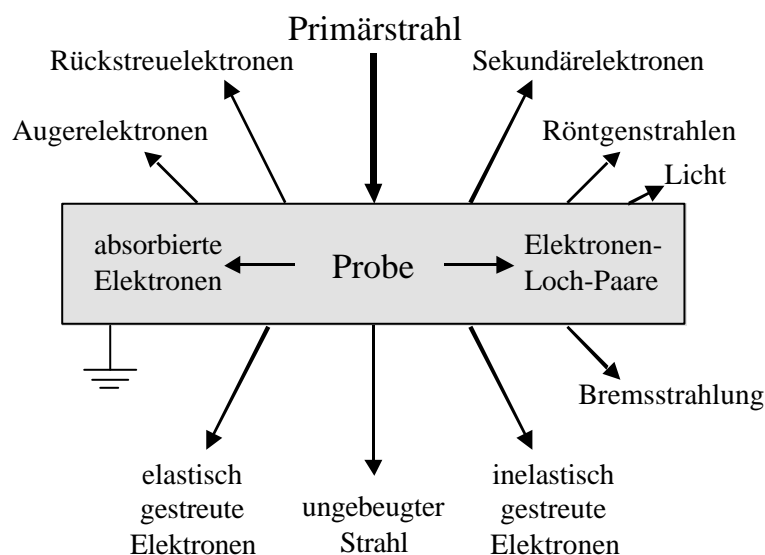


Bild 5.3: Verschiedene Arten von Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahlen und der Probe [Rühl1].

Als *inelastische Streuung* bezeichnet man jene Vorgänge, bei denen die Strahlelektronen einen Teil ihrer Energie beim Durchgang durch Materie verlieren. Dabei wechselwirkt beispielsweise ein einfallendes Strahlelektron mit einem Hüllenelektron unter Ü-

beitrag eines gewissen Energiebeitrags, der nötig ist, um z.B. ein Elektron des Atoms von einem niedrigen auf ein höheres Energieniveau anzuregen.

Für die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Methoden ist die *elastische Streuung* wesentlich. Sie leistet den Hauptbeitrag zum Kontrast in CTEM- und Beugungsbildern. Hierbei überträgt das schnelle Elektron lediglich einen Impuls, jedoch keine meßbaren Energiebeitrag auf die Probe. In kristallinen Materialien führt die elastische Streuung zur Entstehung von *Bragg-Reflexen*. Die Braggsche Beugung ist die Voraussetzung für den Kontrast in der Abbildung und für die Ausbildung von Beugungsbildern. Dabei werden die Strahlelektronen an den Netzebenen der kristallinen Probe in definierte Richtungen gebeugt (siehe Bild 5.4), wobei Interferenzmaxima (*Konstruktive Interferenz*) gemäß der *Braggschen Gleichung* entstehen:

$$2d_{hkl} \sin q_B = n\lambda \quad (5.1)$$

Hierbei ist d_{hkl} der Gitterabstand der reflektierenden Netzebenen, q_B der halbe Ablenkwinkel (Bragg- oder Glanzwinkel), λ die Wellenlänge der verwendeten Strahlung und n eine ganze Zahl.

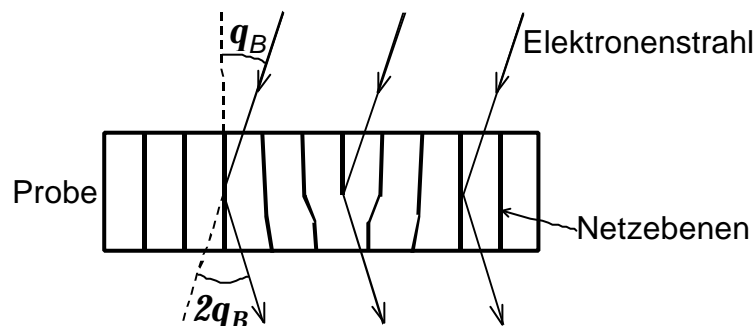


Bild 5.4: Erfüllt der Winkel q_B zwischen dem einfallenden Elektronenstrahl und den Netzebenen einer Gitterebnenschar die Bragg-Bedingung, so wirken die Gitterebenen wie (teildurchlässige) Spiegel [Erns1].

Aus der Braggschen Gleichung folgt, daß wegen der kurzen Wellenlänge der Elektronen ($0,004\text{nm} < \lambda < 0,007\text{nm}$) der Winkel q_B sehr kleine Werte annimmt ($< 5^\circ$). Für kleine Winkel reduziert sich die Braggschen Gleichung (5.1) zu:

$$2d_{hkl} q_B = n\lambda \quad (5.2)$$

Bei der *Hellfeldabbildung* werden die abgebeugten Elektronen von der in der Ebene des Beugungsbildes (hintere Brennebene des Objektivs) angeordneten Kontrastblende

abgefangen, indem die Objektivblende auf den ungebeugten Strahl zentriert ist (siehe Bild 5.5(a)). Dabei erscheinen stark beugende Probendetails dunkel und schwach beugende hell. Normalerweise ist die Probe so gekippt, daß die Bragg-Bedingung für eine Reihe von Netzebenen erfüllt ist. Bei der *Dunkelfeldabbildung* erzeugt ein abgebeugter Strahl das Bild, indem er die Objektivblende passiert, wogegen der Primärstrahl ausgeblendet wird (siehe Bild 5.5(b)). Dabei erscheinen nur Bereiche der Probe hell, die Elektronen in diesen Strahl beugen. Mit einem speziellen Verfahren der Dunkelfeldabbildung, dem sog. *Weak-Beam-Verfahren*, das zum ersten mal im Jahre 1969 durch Cockayne et al. [Cock2] vorgestellt wurde, kann man die Gitterdefekte mit einer höheren Auflösung (1,5nm) als mit der normalen Dunkelfeldabbildung untersuchen [Cock1].

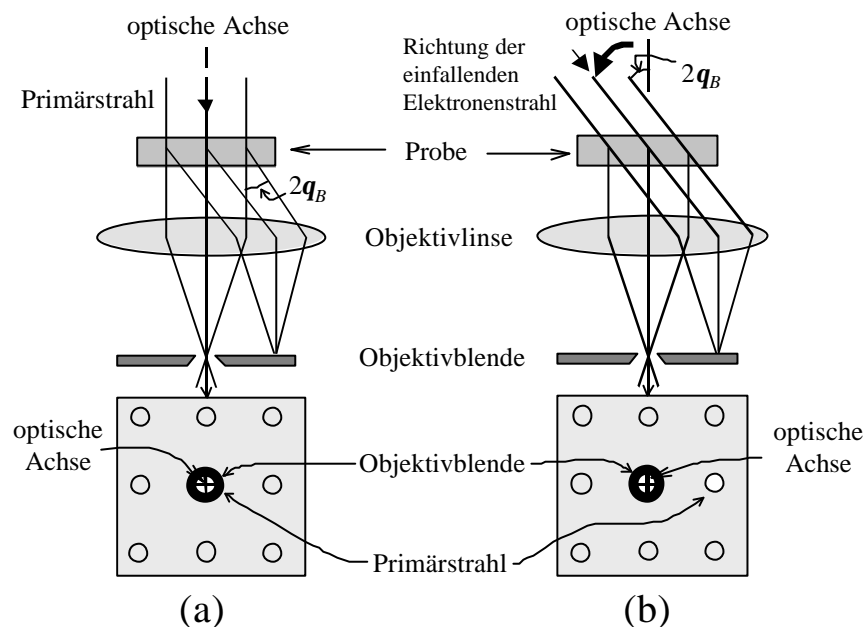


Bild 5.5: Schematische Darstellung von Strahldurchgang: (a) Bei Hellfeldabbildung, Blende ist auf den ungebeugten Strahl zentriert. (b) Bei Dunkelfeldabbildung ist der Primärstrahl so gekippt, daß der zur Dunkelfeldabbildung benutzte Strahl auf die Mikroskopachse fällt [Will1].

Dabei wird im Gegensatz zur normalen DF-Abbildung nicht g (der reziproke Gittervektor), sondern $3g$ in *Ewaldscher Konstruktion* angeregt (siehe Bild 5.6(c)) [Rühl1]. Dadurch wird eine kontrastreiche Abbildung von Verzerrungsfeldern und damit eine deutlich bessere Auflösung im Bild erreicht. Dies hängt damit zusammen, daß nur noch Netzebenen in unmittelbarer Umgebung des Versetzungskerns in Bragg-Lage sind (siehe Bild 5.7(b)).

Ausführliche Beschreibungen der Weak-Beam-Methode sind hinsichtlich der theoretischen Aspekte durch Cockayne in [Cock3], de Ridder und Amelinckx in [Ridd1] und Sandstrom in [Sand1] und hinsichtlich der experimentellen Aspekte durch Cockayne in [Cock4] und [Cock5] eingeführt worden.

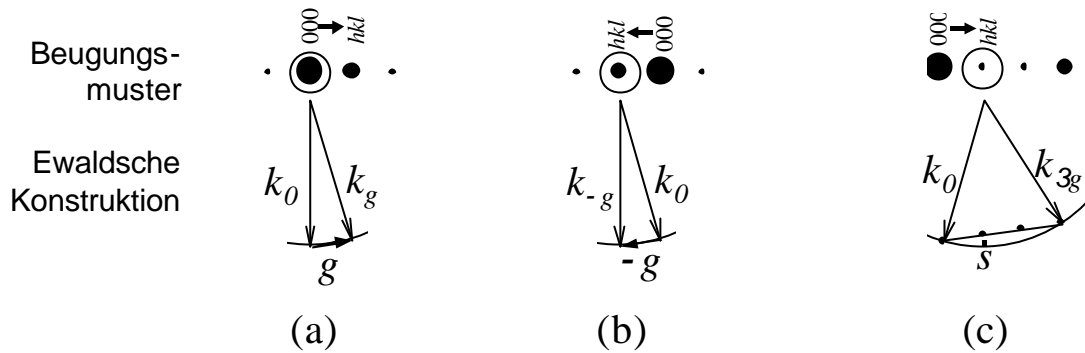


Bild 5.6: Ewald-Konstruktion mit Beugungsmustern für: (a) Hellfeldabbildung, (b) Dunkelfeldabbildung und (c) Weak-Beam-Dunkelfeldabbildung [Rühl1].

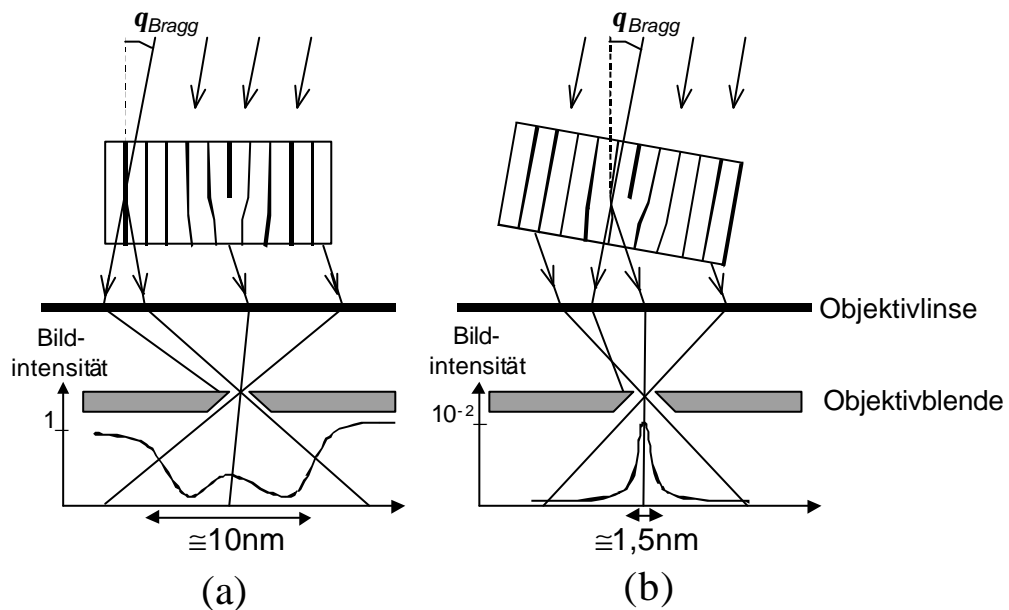


Bild 5.7: Geometrie der Streuung des Strahles beim Erzeugen einer Dunkelfeldabbildung infolge des Durchgangs von: (a) „Strong-Beam“ und (b) „Weak-Beam“ nach Cockayne [Cock2].

5.2.3 Berücksichtigung der Präparationseinflüsse bei TEM–Aufnahmen

Aufgrund der starken elastischen und inelastischen Wechselwirkung zwischen Elektronen und Materie ist für die Durchstrahlung einer Probe im TEM bei einer Beschleunigungsspannung von 200kV eine maximale Dicke von wenigen 100nm zulässig.

Weiterhin ist zu beachten, daß aus den TEM–Bildern einer dünnen Folie allein nicht zu erkennen ist, ob eine abgebildete Versetzungsanordnung in derselben Weise wiedergegeben ist, wie sie im massiven Material (unendlich ausgedehnte Probe) vorhanden war. Dies beruht hauptsächlich auf folgende Effekte [Made1]:

1. Beim Entlasten der Probe können die Versetzungen relaxieren.
2. Während der Präparation der Folie werden Versetzungen infolge Materialabtrag entfernt, wodurch das Gleichgewicht in weitreichenden inneren Spannungsfeldern zerstört wird. Dies gibt ebenfalls Anlaß zur Bewegung bzw. Quergleitung der Versetzungen.
3. Von der Oberfläche einer gedünnten Folie aus wirken Kräfte auf Versetzungen. Diese besitzen bei dünnen Folien eine Reichweite, die von der Größenordnung der Reichweite der bei der plastischen Verformung angelegten Schubspannung sind. Sie können Versetzungsbewegungen, vor allem aber Quergleitung von Schraubenversetzungen (da sie durch ihre Quergleitung Gleitebenen auswählen können, die aus der Folie herausführen), bewirken.

Besitzt der Kristall eine kleine Stapelfehlerenergie, so wird das Quergleiten der Schraubenversetzungen in beiden obengenannten Fällen erschwert. Denn dazu muß erst der Stapelfehler zwischen den Halbversetzungen aufgehoben werden, was um so schwerer ist je kleiner die Stapelfehlerenergie ist, da der Abstand der Halbversetzungen mit sinkender Stapelfehlerenergie zunimmt. Bei bestimmten Anordnungen von Versetzungen, wie z.B. *polygonisierten Strukturen*, die keine weitreichenden Spannungsfelder aufbauen, ist nicht mit einer Umordnung der Versetzungen infolge von Dünnen der Folie zu rechnen.

5.2.4 Burgersvektorbestimmung von Versetzungen mittels CTEM

Die Bestimmung des Burgersvektors^(#) einer Versetzung beruht darauf, daß diese bei bestimmten Abbildungsbedingungen keinen Kontrast liefern. Liegt der Burgersvektor einer Schraubenversetzung parallel zur reflektierenden Netzebene, so ist sie im Falle des *Zweistrahlfalls* unsichtbar. Dabei ist das innere Produkt Null:

$$g \cdot b = 0. \quad (5.3)$$

Hierin ist g der Beugungsvektor und b der Burgersvektor. Gleichung (5.3) liefert die Grundlage für das Verfahren zur Bestimmung des Burgersvektors. Für den Fall einer vollständig ausgelöschten Stufenversetzung kommt zusätzlich die Bedingung hinzu, daß der Beugungsvektor orthogonal zum Burgersvektor ist. Sind b und g parallel, gewinnt die Versetzung ihren Maximalkontrast (siehe Bild 5.8(a)). Für den Fall, daß b orthogonal zu g steht, sind die reflektierenden Netzebenen sehr wenig verzerrt, weshalb die Versetzung keinen Kontrast liefert (siehe Bild 5.8(b)).

Ist b weder parallel noch senkrecht zu g , so ist die Stufenversetzung nicht vollständig ausgelöscht, selbst wenn Gleichung (5.3) erfüllt ist. Daß der Kontrast einer Stufenversetzung voll verschwindet, muß die folgende Gleichung zusätzlich erfüllt sein:

$$g \cdot (b \times u) \leq 0,6, \quad (5.4)$$

wobei u die Linienrichtung der Versetzung ist. Eine ausführliche Beschreibung über die Bestimmung des Versetzungsburgersvektors und des Charakters von Versetzungsringen ist in weiteren Lehrbüchern zu finden [Hirs1]. Danach muß man das Präparat so lange kippen, bis das Versetzungsbild verschwindet und dann durch eine Beugungsaufnahme feststellen, welche Netzebenenschar nahezu in Reflexionsstellung steht.

^(#) Aufgrund der einfacheren Schreibweise werden hier alle Vektoren kursiv (z.B. b) dargestellt und wird auf die übliche, vektorielle Darstellung mit Pfeil (z.B. \vec{b}) verzichtet.

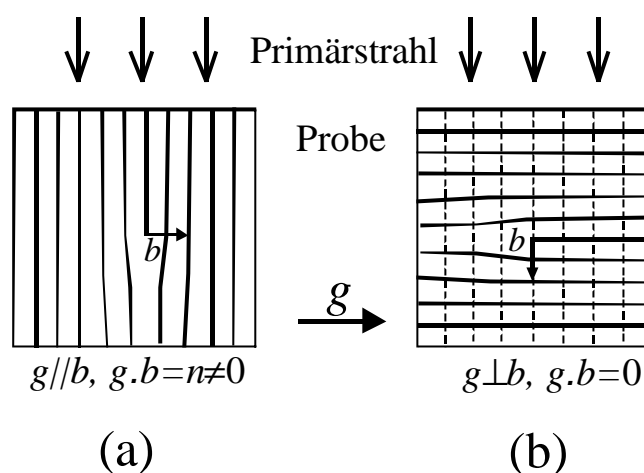


Bild 5.8: Eine Stufenversetzung, die sich mit Maximalkontrast abbilden lässt (a), und eine, deren reflektierende Netzebene, gestrichelt, sehr wenig verzerrt sind, weshalb die Versetzung fast ohne Kontrast ist (b).

Da ein elektronenmikroskopisches Bild eine Projektion eines dreidimensionalen Objekts auf einer Fläche darstellt, braucht man zur Bestimmung der Linienrichtung von Versetzungen mindestens zwei aus unterschiedlichen Richtungen aufgenommene Bilder. Hierzu wird die Probe in einen kristallographischen Pol gekippt und das Versetzungsbild zusammen mit dem dazugehörigen Beugungsbild aufgenommen. Das Kreuzprodukt der zur Versetzungslinie orthogonalen Vektoren v_1 und v_2 ergibt die Richtung der Versetzungslinie u laut: $u = v_1 \times v_2$. Falls v_1 und v_2 parallel sind, benötigt man eine Aufnahme bei einem weiteren Pol. Aus dem Kreuzprodukt der Versetzungslinie und Versetzungsburgersvektor lässt sich die Gleitebene einer Versetzung bestimmen.

6 Experimentelle Ergebnisse der Druckversuche

6.1 Verformung entlang der $\langle 001 \rangle$ -Druckachse

Nomenklatur:

Die Bezeichnung „ $\langle hkl \rangle$ -Proben“ bedeutet in der vorliegenden Arbeit Proben mit der Druckachse parallel zur Richtung $\langle hkl \rangle$ “ des STO-Kristalls.

6.1.1 Verformungskurven

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse aus den dynamischen Druckexperimenten für Temperaturen zwischen 78K und 1810K für $\langle 001 \rangle$ -Proben beschrieben. Je nach Verformungsverhalten werden diese Ergebnisse als Funktion der Temperatur in folgende drei Bereiche unterteilt: *duktil* (Bereich A: $78\text{K} < T < 1000\text{K}$), *spröd* (Bereich B: $1000\text{K} < T < 1500\text{K}$) und *duktil* ($1500\text{K} < T < 1810\text{K}$).

A) Bereich A: $78\text{K} < T < 1000\text{K}$

Bild 6.1 zeigt den Einfluß der Temperatur auf die Spannungs-Dehnungs-Kurven im Bereich A. Aus technischen Gründen* sind die Verformungen bei Temperaturen 78K und 197K mit der Verformungsgeschwindigkeit $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ anstatt der Grundgeschwindigkeit durchgeführt worden. In der bei 197K verformten Probe haben sich schon zu Beginn der plastischen Verformung kleine Risse in der Probe gebildet, die mit zeitgleichem Lastabfall beobachtet wurden. Dies lag vermutlich an einem unerwünschten Kippen dieser Probe in der Trockeneismasse noch bevor die Probe unter Last gegangen war.

Aus Bild 6.1 folgt:

- Die Spannungs-Dehnungs-Kurve bei 78K zeigt deutlich zwei Bereiche unterschiedlicher Verformungsverfestigung, die mit Verfestigungskoeffizienten q_I und q_{II} bezeichnet sind. Die Verfestigungskoeffizienten q_I und q_{II} sind in Bild 6.2 sowie in Anhang A aufgeführt.
- Bei Temperaturen oberhalb 296K hängt der durch die kritische Fließspannung s_c gekennzeichnete Verformungsbeginn sehr schwach von der Temperatur ab.

* Siehe Kapitel: *Experimentelle Einrichtungen*.

- Die Verformungskurven bei und oberhalb RT beginnen mit einem Spannungsplateau, dessen Länge mit steigender Temperatur abnimmt. Es erstreckt sich bei 296K etwa 2%. Dagegen beginnt bei 903K die plastische Verformung direkt mit Verformungsverfestigung, ohne das Auftreten eines Spannungsplateaus.
- Mit steigender Temperatur nimmt die plastische Verformbarkeit ab. Bild 6.2 zeigt die maximale plastischen Dehnung einiger Versuche. Als Kriterium für die Bestimmung der maximalen plastischen Verformung diente die instabile Rissausbreitung in den Proben, die mit bloßem Auge während der Verformung erkennbar war.

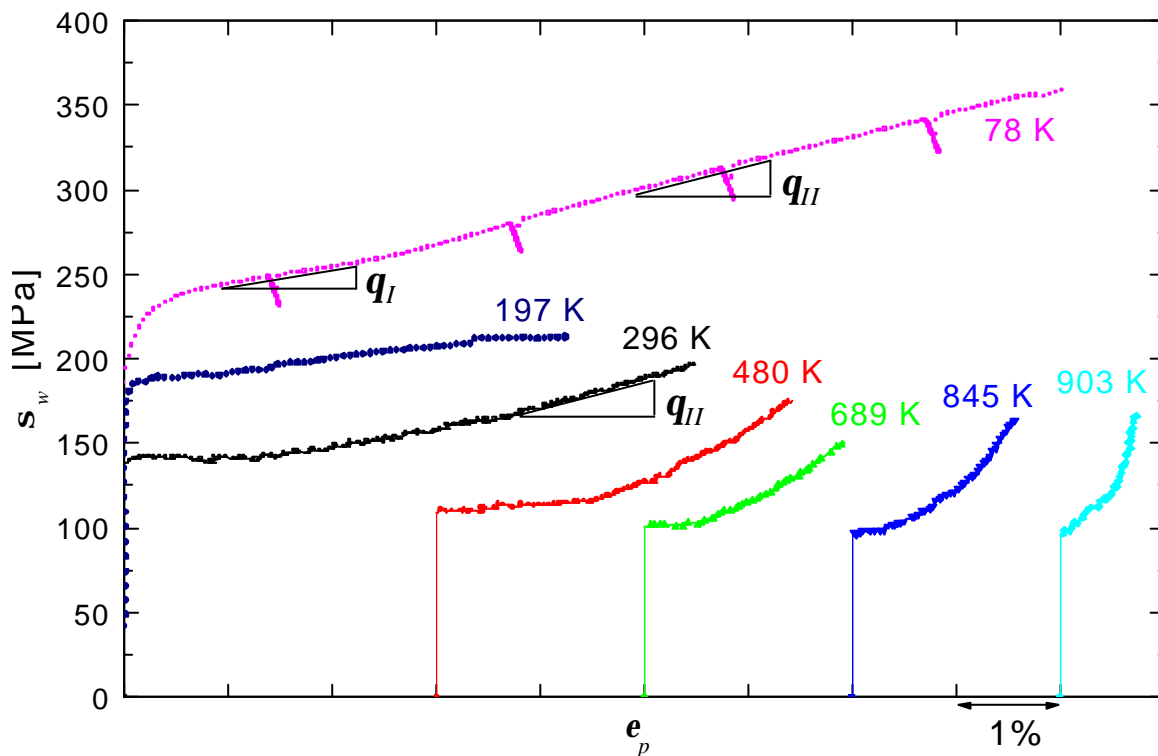


Bild 6.1: Spannungs–Dehnungs–Kurven für einige Temperaturen im Bereich A. Die Verfestigungskoeffizienten q_I und q_{II} sind schematisch dargestellt.

Die Verformungsverfestigung nimmt bei Temperaturen $T > 296\text{K}$ mit steigender Temperatur zu und dies um so stärker, je höher die Temperatur (siehe Bild 6.3). Deshalb ist es sinnvoll eine Normierung für den Verfestigungskoeffizienten q_{II} festzulegen. Nach dieser Normierung wird die Steigung immer bei einer plastischen Dehnung vom 1,5 fachen der Länge des Plateaus bestimmt, gemäß der Formel:

$$e(q_{II}) = 1,5e_{\text{Plateau}} \quad (6.1)$$

Diese Größe ist in Bild 6.3 dargestellt. Dieses Verfahren zur Bestimmung des Verfestigungskoeffizienten q_{II} ist auch in Bild 2.3 schematisch dargestellt.

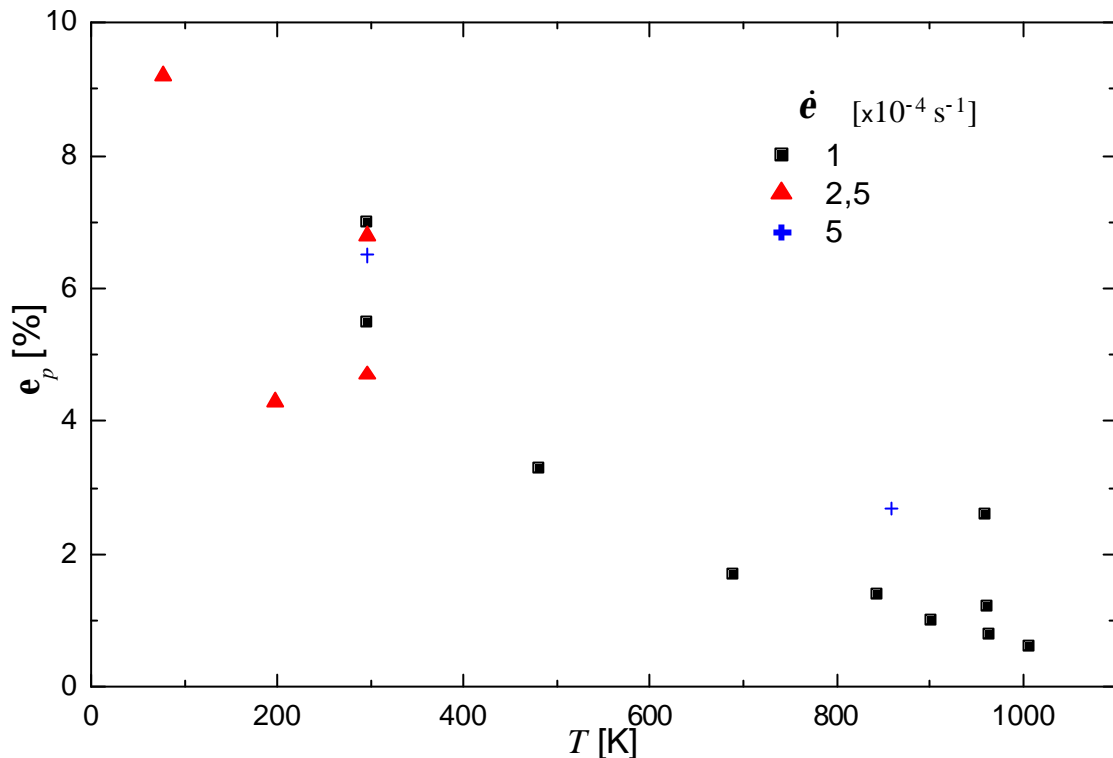


Bild 6.2: Maximale plastische Dehnung (vor der instabilen Rissausbreitung) als Funktion der Temperatur.

In den vor Verformungsbeginn durchsichtigen Proben beobachtet man mit zunehmender plastischer Verformung eine zunehmende Dichte von feinen, winzigen Rissen, die die Probe an der betreffender Stelle undurchsichtig machen. Die ersten feinen Risse traten bei RT-Versuchen ungefähr nach 445% plastischer Verformung auf, während sie ab 900K gleich zu Beginn der plastischen Dehnung zu sehen sind. Die Versuche wurden dann beendet, wenn sich größere Risse in den Proben ausgebreitet hatten. Die Ausbreitung instabiler Risse wurden durch zeitgleiche Lastabfälle in Spannungs-Dehnungs-Kurven registriert.

Bild 6.4 zeigt den Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit zwischen 10^{-4} s^{-1} und $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ auf die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raumtemperatur. Die Verformungsgeschwindigkeit hat einen geringen Einfluß auf die Verfestigungskoeffizienten q_{II} und die Ausdehnungslänge e_{plateau} des Spannungsplateaus (siehe auch Anhang A). Bei RT variiert die Länge des Spannungsplateaus zwischen 2% und 3%.

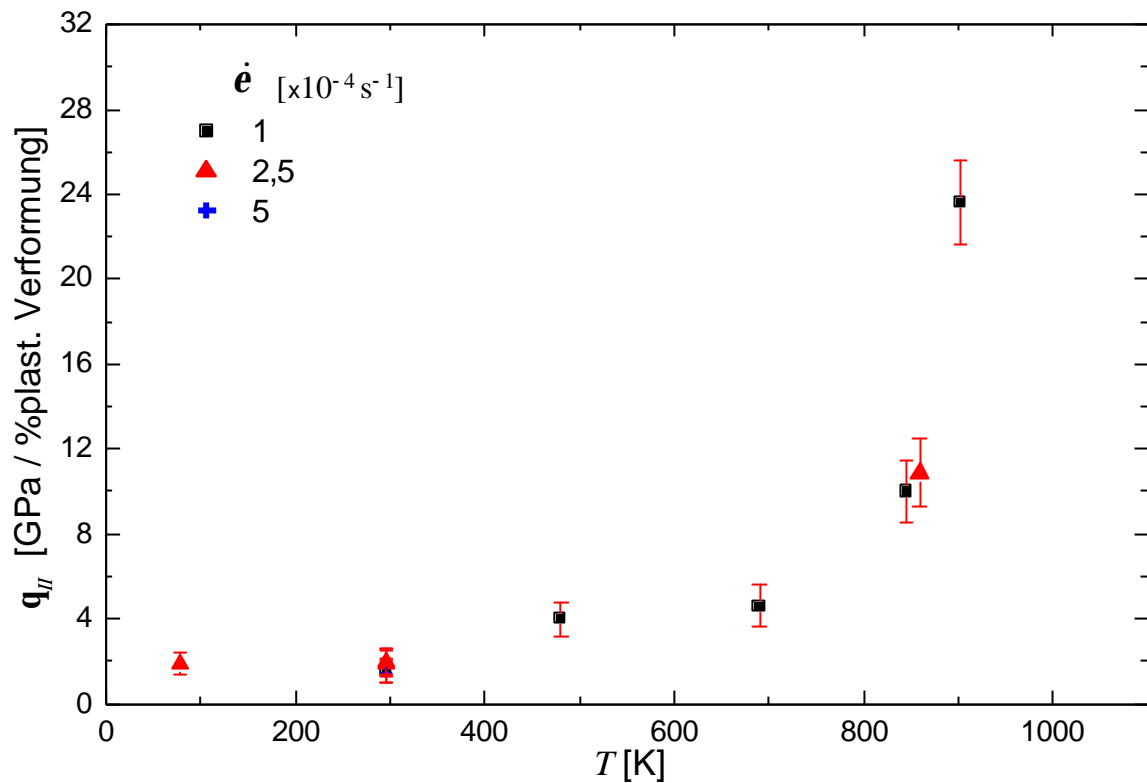


Bild 6.3: Die Temperaturabhängigkeit der mit Hilfe der Gleichung (6.1) bestimmten Verfestigungskoeffizienten im Bereich A.

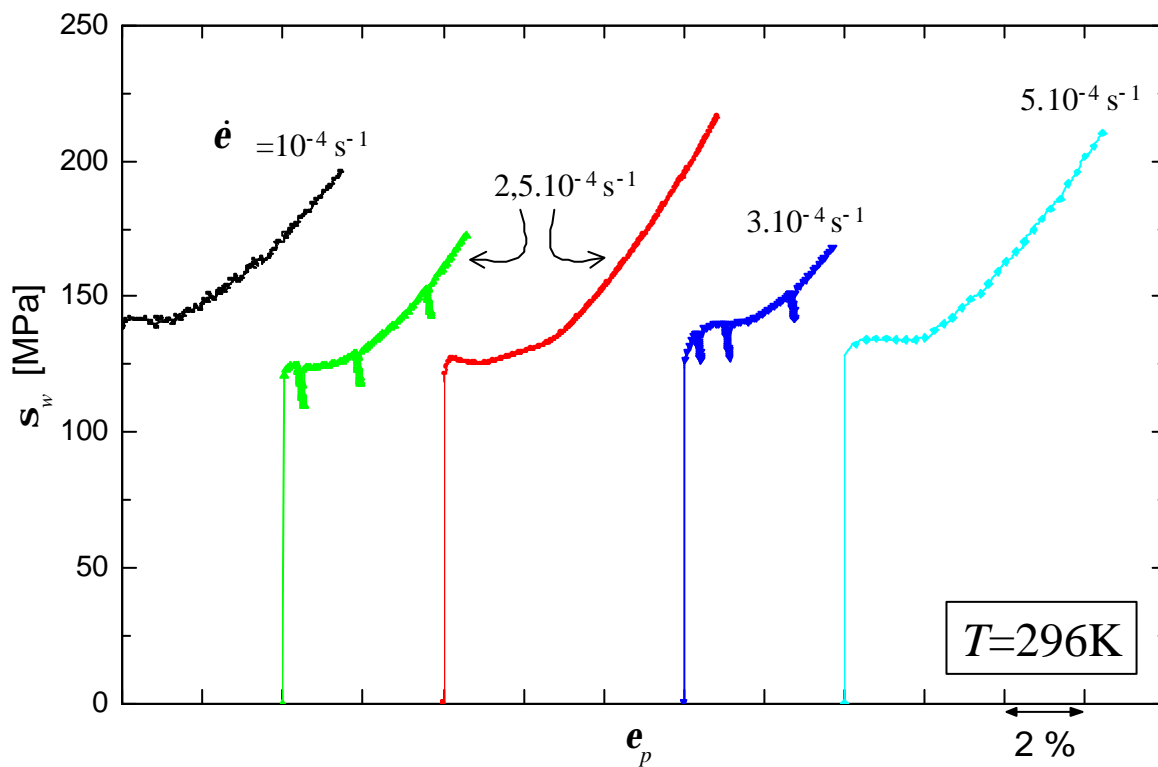


Bild 6.4: Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Verformungskurven bei RT

Die Abhängigkeit der kritischen Fließspannung von der Verformungsgeschwindigkeit im Bereich A ist vernachlässigbar klein und verschwindet unter Berücksichtigung der Schwankungen der Meßergebnisse, wie in Bild 6.5 für Verformungen bei RT und 850K gezeigt.

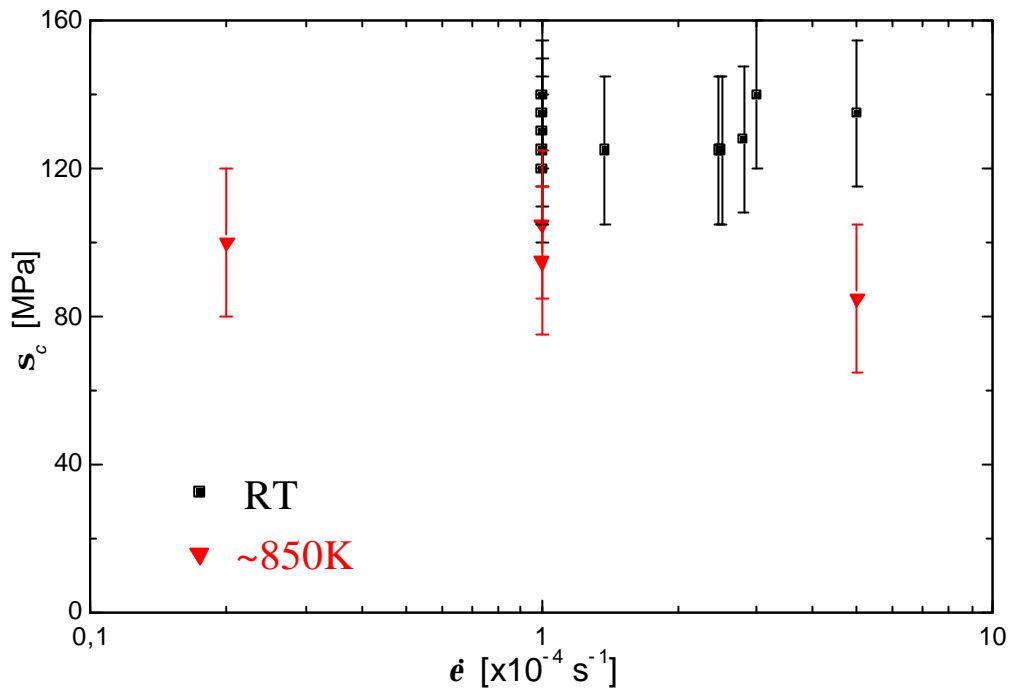


Bild 6.5: Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die kritische Fließspannung im Bereich A für die Verformungen bei RT und 850K

B) Bereich B: 1000K < T < 1500K

Sprödverhalten der Proben ist für den Temperaturbereich zwischen etwa 1000K und 1500K (*Bereich B*) charakteristisch. Bild 6.6 zeigt für einige Temperaturen die wahre Nennspannung als Funktion der Gesamtdehnung ϵ_r . Es ist zu erkennen, daß sich die Proben bei den Anfangstemperaturen dieses Bereiches (<1110K) nur geringfügig plastisch verformen lassen, was aus dem kurzen Abweichen der Messkurve von der elastischen Geraden zum Ausdruck kommt. Dabei breiteten sich Risse aus, die in den Kurven durch kurze Spannungsabfälle zu erkennen sind. Bei Temperaturen oberhalb 1110K tritt der Bruch bereits im elastischen Bereich der Verformung auf. Die x-Markierungen kennzeichnen die Spannungen, bei denen die Probe völlig zerbrach. Diese Spannung wird als Bruchspannung definiert.

Beim Bruchvorgang zerfällt die Probe in viele kleine Stücke. Die Größe der Bruchstücke der Einkristalle sind von der Bruchspannung abhängig. Je höher die Bruchspannung, desto kleiner sind die Bruchscherben (siehe Bild 7.31).

Die Bestimmung der Orientierung von Bruchflächen ist aufgrund der Unebenheit der Bruchfläche nicht möglich. Allerdings konnte bei vielen Stücken, die einseitig poliert waren, festgestellt werden, daß deren Längsachse parallel zur Druckachse der Probe $\langle 001 \rangle$ ausgerichtet war.

Die Schwankungen der bei konstanter Temperatur an mehreren Proben gemessenen Bruchspannung können dabei Werte, je nach Verformungstemperatur, zwischen etwa 50MPa bis 120MPa annehmen und sind damit deutlich größer als die der kritischen Fließspannung im Bereich A.

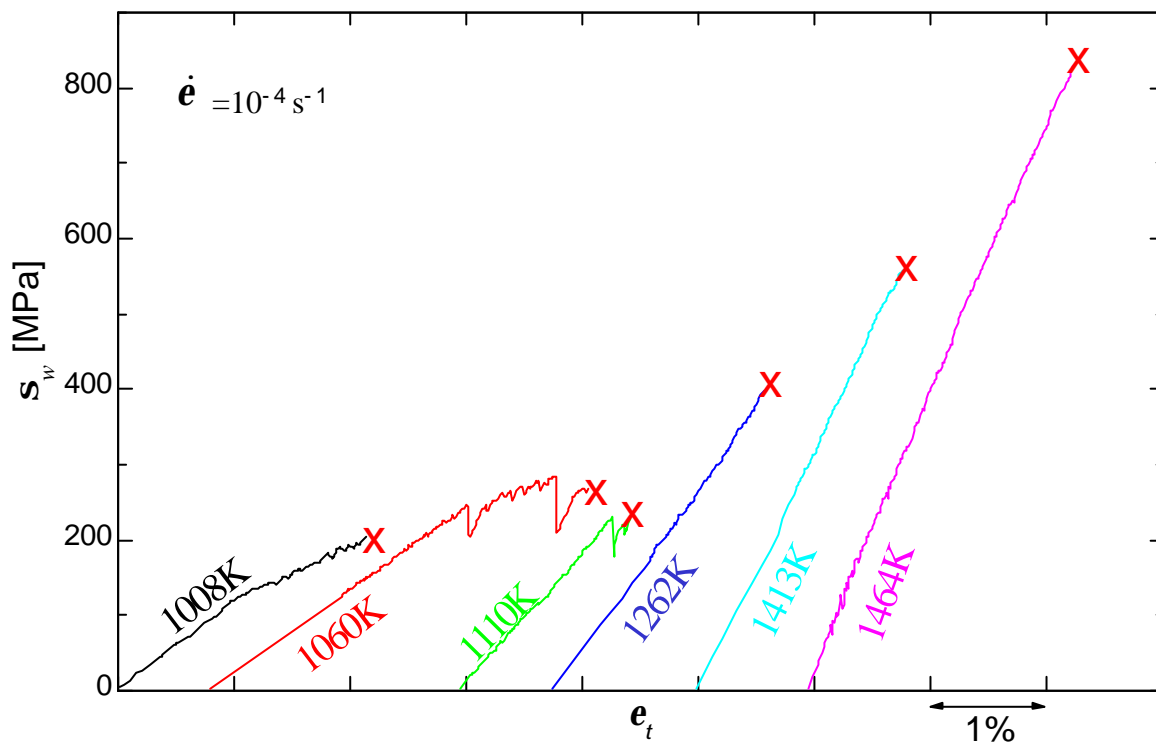


Bild 6.6: Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven im Bereich B. Als Dehnung ist hier die Gesamtdehnung e_t aufgetragen.

Bild 6.7 zeigt den Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Bruchspannung bei 1060K und 1260K. Wie deutlich zu erkennen ist schwanken die Werte für 1260K zwischen etwa 400MPa bis 600MPa.

Zusammenhängend seien hier die wichtigsten Merkmale des Bereiches B genannt:

- Die Bruchspannung nimmt mit steigender Temperatur zu.

- Bei den Anfangstemperaturen im Bereich B ($1000\text{K} < T < 1100\text{K}$) tritt meistens vor dem Bruch eine geringe plastische Verformung auf, die mit der Ausbreitung von Rissen (in Bild 6.6 bei 1060K und 1110K durch die abrupten Spannungsabfälle gekennzeichnet) im Zusammenhang steht.
- Bei höheren Temperaturen ($> 1262\text{K}$) findet der Bruch an den mit x markierten Stellen (siehe Bild 6.6) sehr spontan statt, noch während sich die Probe im elastisch verformen läßt. Die Spannungs–Dehnungs–Kurven zeigen vor dem Bruch keinerlei Abweichungen von der elastischen Geraden.

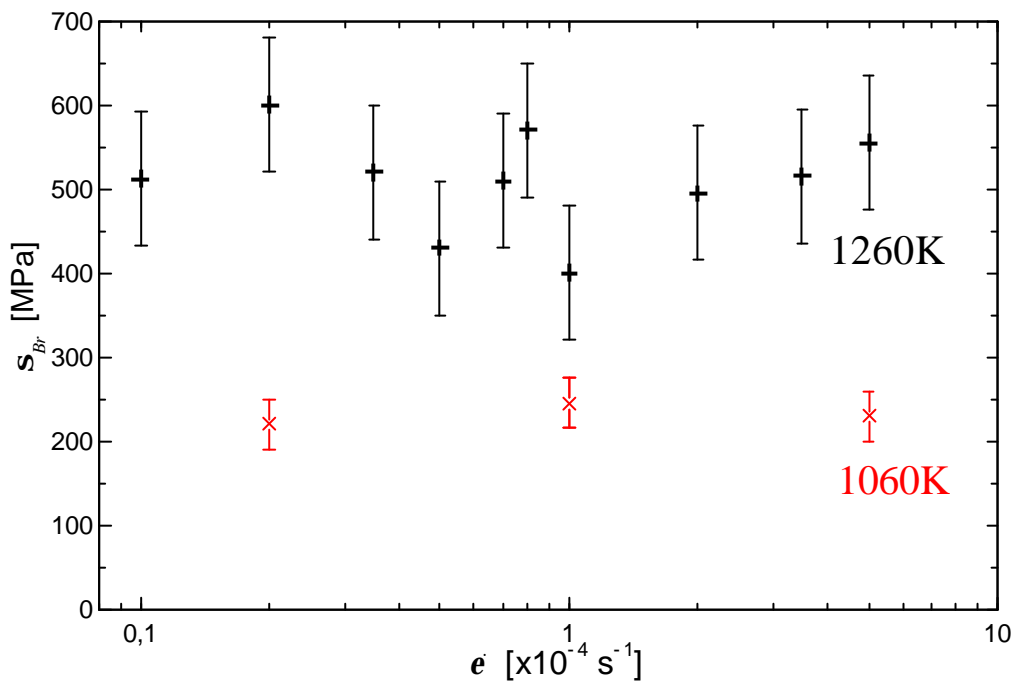


Bild 6.7: Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Bruchspannung im Bereich B für die Temperaturen 1060K und 1260K

C) Bereich C: $1500\text{K} < T < 1810\text{K}$

Die Verformungskurven von Druckexperimenten im Temperaturbereich zwischen $1500\text{K} < T < 1810\text{K}$ zeigt Bild 6.8. Auffallend für diesen Bereich ist die starke Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung bzw. des Spannungsniveaus der einzelnen Verformungskurven. Über den gesamten Bereich C bei Verformungskurven tritt kaum Verformungsverfestigung auf.

Bild 6.8 zeigt nur den Teil der Verformungskurven, bei dem die Proben mit der Grundgeschwindigkeit verformt wurden. Im weiteren Verlauf der Verformung erfolgten Geschwindigkeitswechsel und/oder Spannungsrelaxationsexperimente, die in diesem

Diagramm nicht gezeigt werden. Mit ihrer Hilfe wird die Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung bestimmt, auf die später im Kapitel 6.1.4 eingegangen wird.

Die aus Geschwindigkeitswechseln ermittelte Abhängigkeit der kritischen Fließspannung von Verformungsgeschwindigkeit bei verschiedenen Temperaturen zeigt Bild 6.9. Aus diesem Bild ist zu entnehmen, daß die kritische Fließspannung zum einen mit steigender Verformungsgeschwindigkeit zunimmt und zum andern diese Zunahme um so stärker ist, je niedriger die Temperatur ist.

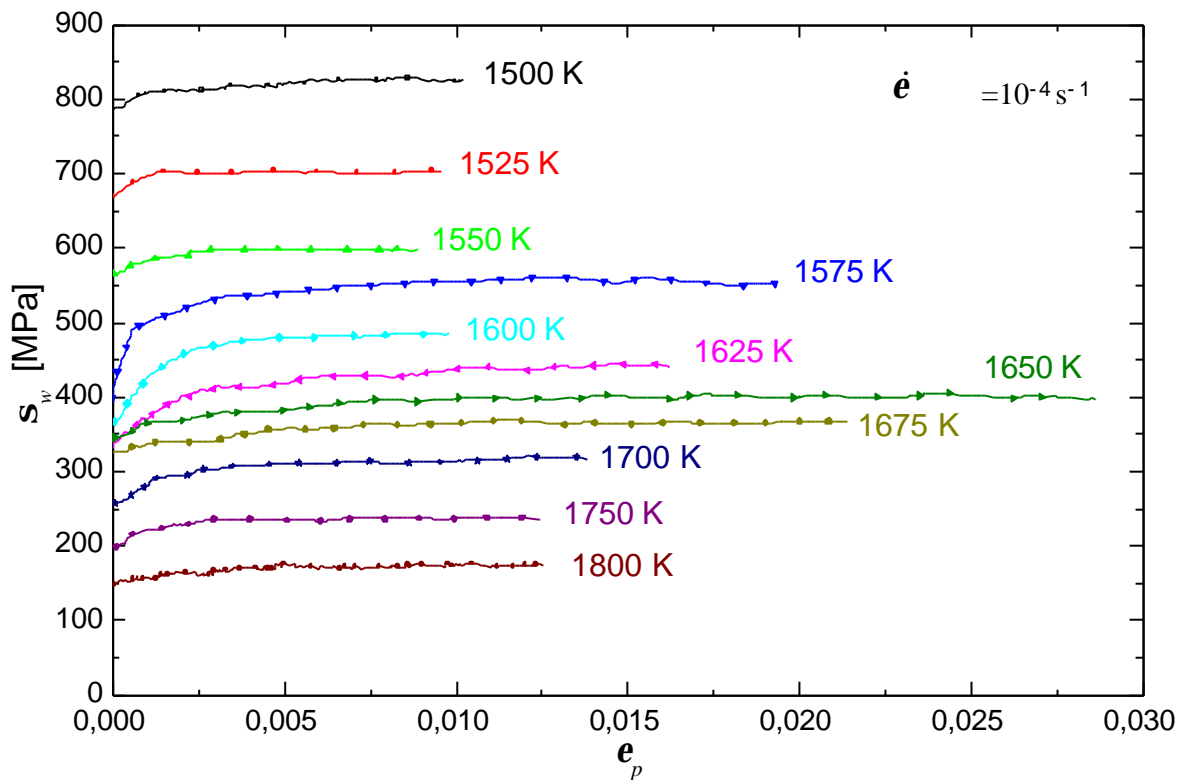


Bild 6.8: Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven im Bereich C ($1500\text{K} < T < 1810\text{K}$) für die $\langle 001 \rangle$ -Proben.

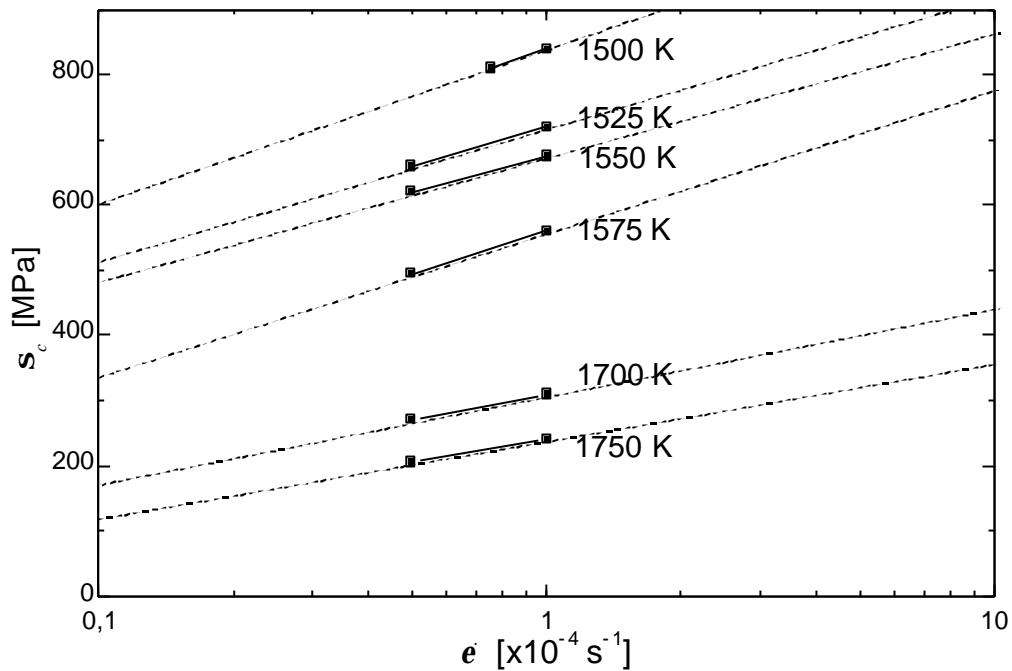


Bild 6.9: Die Abhängigkeit der kritischen Fließspannung von der Verformungsgeschwindigkeit im Bereich C

6.1.2 Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung und der Bruchspannung

Die aus den Druckexperimenten an $\langle 001 \rangle$ -Proben gewonnenen Werte der kritischen Fließspannung s_c und Bruchspannung s_{Br} sind im Bild 6.10 als Funktion der Temperatur aufgetragen. Die Ordinate weist für Bereiche der Verformbarkeit (Bereiche A und C) auf die kritische Fließspannung s_c und für den Bereich des Sprödverhaltens (Bereich B) auf die Bruchspannung s_{Br} hin.

Das herausragende Merkmal dieses Diagramms ist das Auftreten eines für keramische Werkstoffe völlig uncharakteristischen Bereich plastischer Verformbarkeit vor einem Sprödbereich.

Von großer Bedeutung ist, daß bei hohen Temperaturen, im Bereich C, ($T/1500\text{K} \approx 0,63T_m$) größere kritische Fließspannungen zur plastischen Verformung erforderlich sind, als bei wesentlich tieferen Temperaturen im Bereich A.

Im Bereich A nimmt die kritische Fließspannung zwischen 78K und RT stärker mit steigender Temperatur ab, als oberhalb RT in diesem Bereich, wo eher ein Fließspannungsplateau beobachtet wird.

Am Übergang vom Bereich A zum B erfolgt eine Überlappung vom Fließ- und Bruchverhalten. Aus den Spannungs-Dehnungs-Kurven im Übergangsgebiet kann eine geringe plastische Verformung im Anschluß an die elastische Gerade nachgewiesen werden (siehe Bild 6.6).

Die Bruchspannung nimmt im Bereich B mit steigender Temperatur zu. Am Ende dieses Bereiches bei etwa 1480K ist die Bruchspannung vergleichbar mit der kritischen Fließspannung am Anfang des Bereiches C bei 1510K. Der Übergang von Bereich B in Bereich C erfolgt für eine nahezu gleiche Spannung von ungefähr 830MPa in einem engen Temperaturintervall von nur etwa 20K.

Die Ausdehnung der Bereiche A und B sind innerhalb der Meßgenauigkeit unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit.

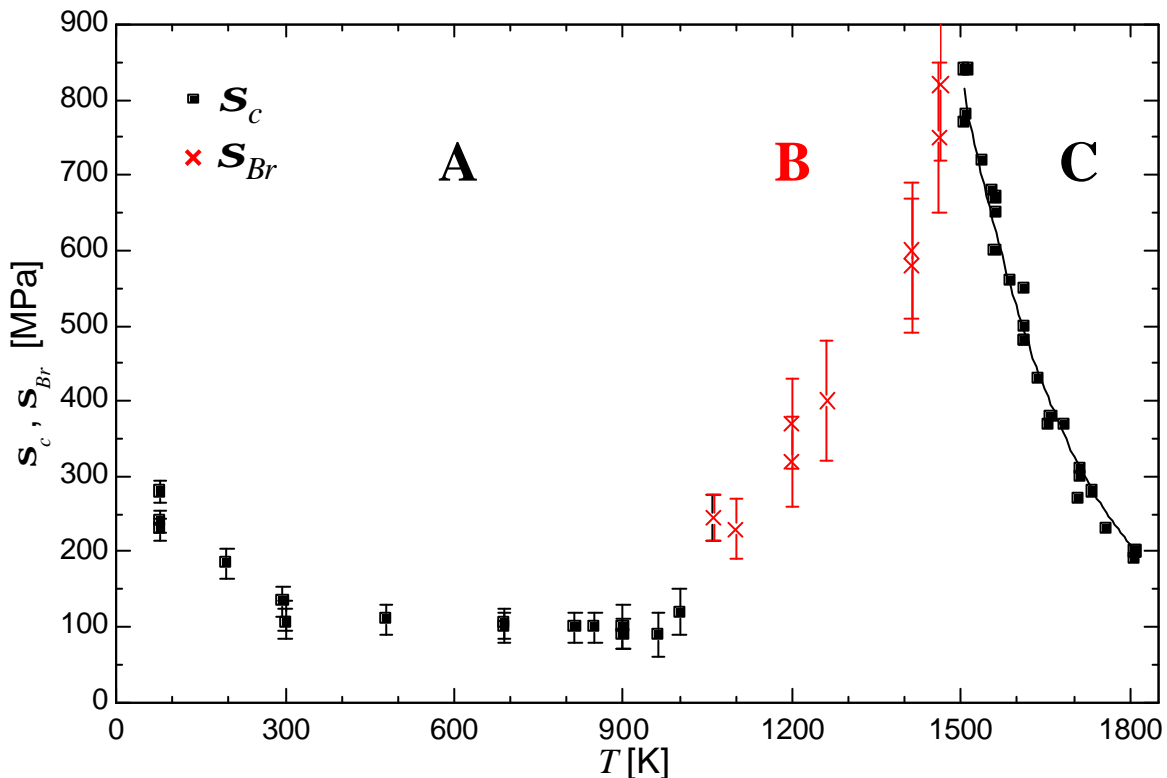


Bild 6.10: Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung s_c und der Bruchspannung s_{Br} für $\langle 001 \rangle$ -Proben. Die Dehngeschwindigkeit beträgt $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ für $T < RT$ und 10^{-4} s^{-1} für $T \geq RT$. Drei Bereiche A (duktil), B (spröd) und C (duktil) sind gekennzeichnet.

Im Bereich C nimmt die kritische Fließspannung sehr stark mit steigender Temperatur ab. In Bild 6.10 sind die Meßdaten des Bereiches C durch eine passende Fitkurve dargestellt. Aus Übersichtlichkeitsgründen ist in diesem Bereich auf Eintragen von Fehler-

balken verzichtet worden. Jedoch sind den Meßwerten des Anfangsbereiches etwa $\pm 30\text{MPa}$ bis $\pm 40\text{MPa}$ und denen des Endbereiches ungefähr $\pm 20\text{MPa}$ bis $\pm 30\text{MPa}$ Schwankungen zuzuschreiben.

6.1.3 Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit

Die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung TS (temperature sensitivity) wurde durch Differentiation der Spannung nach Temperatur für eine konstante Verformungsgeschwindigkeit bestimmt (siehe auch Kapitel 2.2.9). Bild 6.11 zeigt die Temperaturempfindlichkeit für die Verformungen mit den $\langle 001 \rangle$ -Proben für den Bereich C. Dafür wurde die angefitete Kurve in Bild 6.10 verwendet.

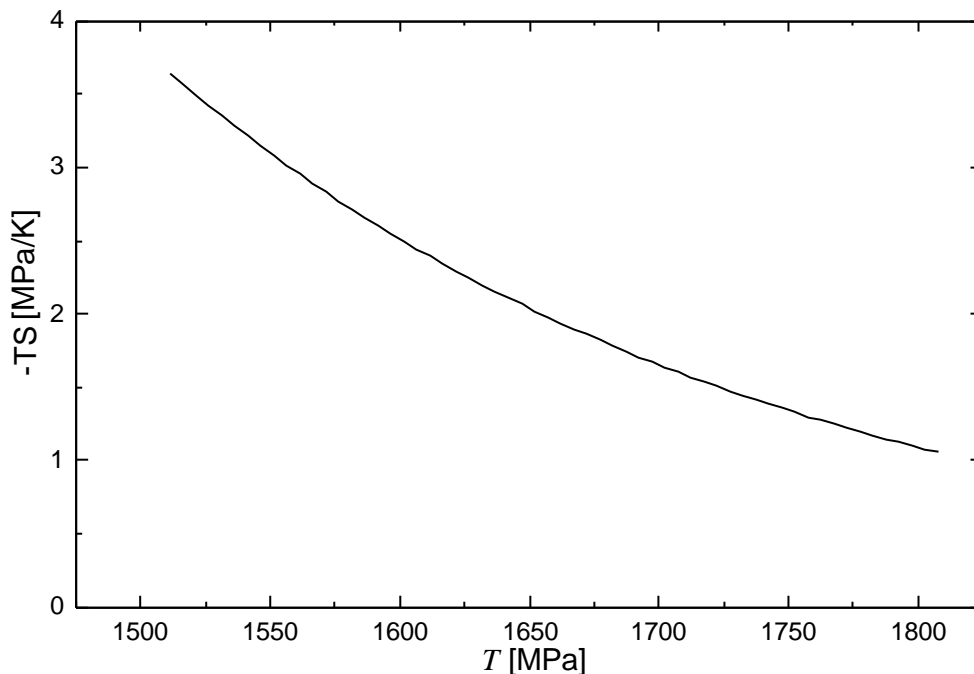


Bild 6.11: Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung im Bereich C als Funktion der Temperatur.

6.1.4 Bestimmung der Geschwindigkeitsempfindlichkeit

In Bild 6.12 ist die kritische Fließspannung für die Grundgeschwindigkeit und eine um den Faktor zwei niedrigere Verformungsgeschwindigkeit ($\dot{\epsilon}_2 = 0,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) zusammen mit den Fitkurven über der Temperatur aufgetragen. Daraus läßt sich die Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung SRS aus den Geschwindigkeitswechselfersuchen bei konstanter Temperatur bestimmen, die in Bild

6.13 über der Temperatur dargestellt ist. Wie zu erkennen ist, nimmt die Geschwindigkeitsempfindlichkeit im Bereich C mit steigender Temperatur ab.

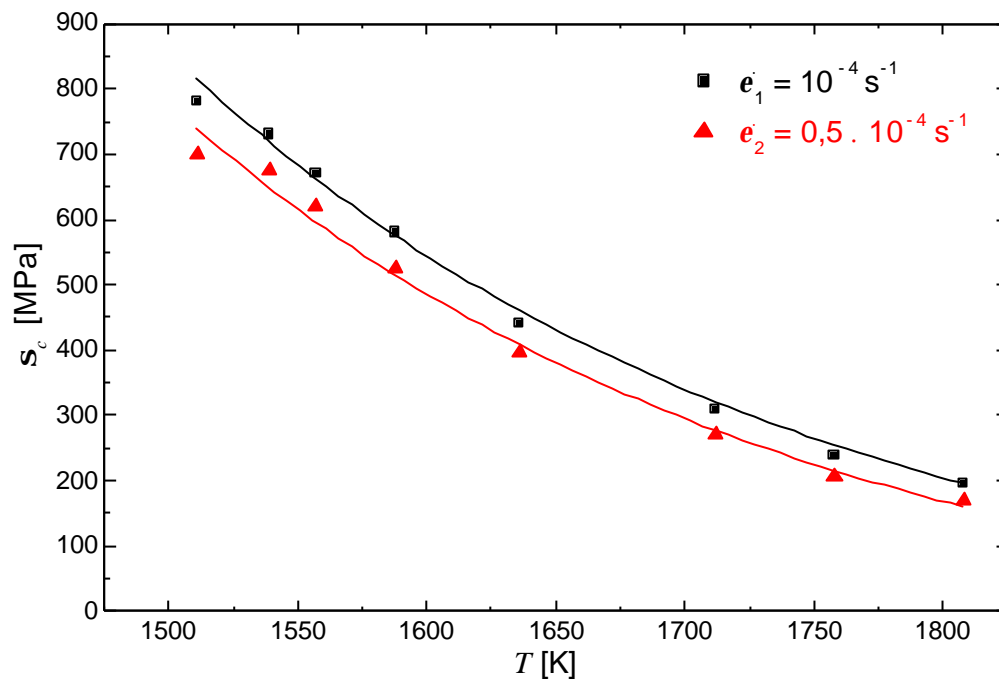


Bild 6.12: Kritische Fließspannungs-Temperatur-Diagramm vom Bereich C für Grundgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_1$ und die Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_2$.

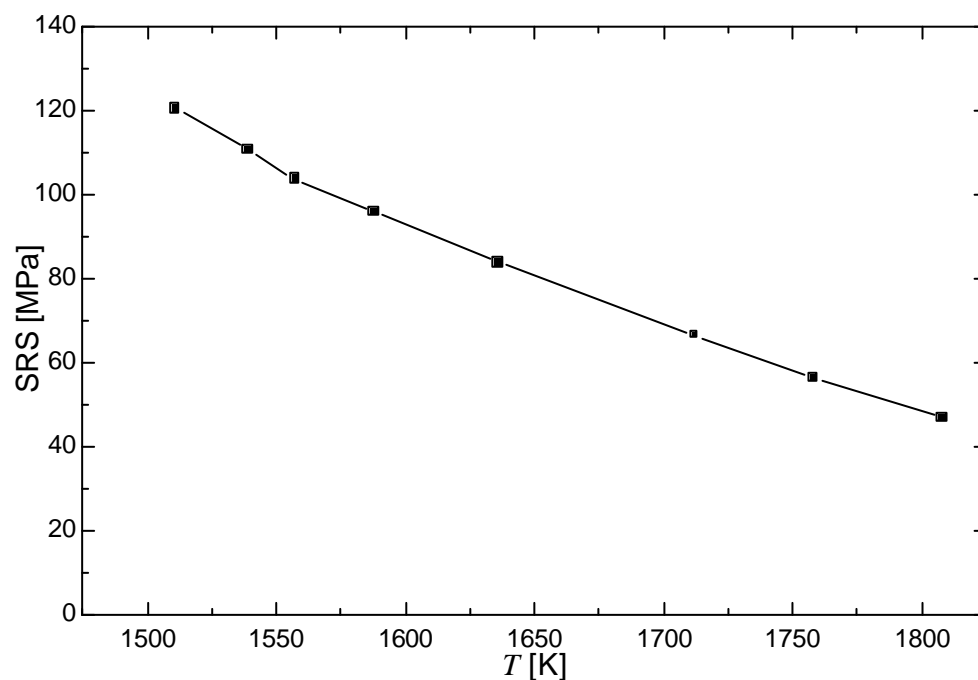


Bild 6.13: Die Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung als Funktion der Temperatur im Bereich C.

6.1.5 Berechnung der Aktivierungsparameter für den Bereich C

Die Aktivierungsenthalpie kann mit Hilfe der Werte für TS und SRS nach Gleichung (2.28) berechnet werden. Das Ergebnis zeigt Bild 6.14, in dem die Aktivierungsenthalpie als Funktion der Temperatur aufgetragen ist.

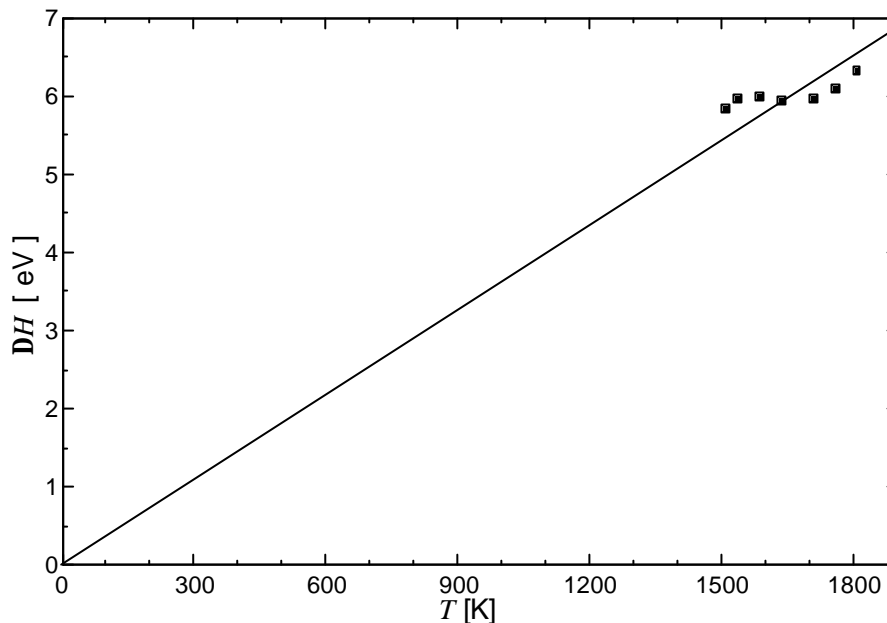


Bild 6.14: Aktivierungsenthalpie über der Temperatur für den Bereich C, berechnet aus der Gleichung (2.28).

Da bei der Berechnung der Aktivierungsenthalpie die Gültigkeit der Arrhenius-Gleichung vorausgesetzt wird, muß die Aktivierungsenthalpie proportional zur Temperatur sein. Bild 6.14 zeigt einen Versuch, eine Gerade, die durch den Nullpunkt geht und die Meßwerte trifft. Es ist zu erkennen, daß die berechnete DH -Werte nicht exakt auf dieser Geraden liegen. Die Abweichungen von der Geraden sind gering und auf das Auswertungsverfahren zurückzuführen. Aus der Steigung dieser Geraden, die gleich $\Delta H/kT$ ist, läßt sich die wichtige Größe:

$$L_0 = \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right) \quad (6.2)$$

bestimmen. Hier ergibt sich ein Wert von $L_0^{<001>} = 41$.

Das Aktivierungsvolumen V' wird mit Hilfe von Gleichung (2.25) berechnet. Hierzu wird die Spannung im Gleitsystem, t_c , benötigt, die sich mit Hilfe von Gleichung (2.4) bei Kenntnisnahme des Schmidfaktors berechnen läßt.

Für $\langle 001 \rangle$ -Proben ist $\langle 011 \rangle \{0 \bar{1} 1\}$ das primäre Gleitsystem, wie durch die konventionellen transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen gezeigt wird (siehe Kapitel 7.1.4). Damit ergibt sich nach Gleichung (2.5) der Schmidfaktor $m_s=0,5$. Die Temperaturabhängigkeit des Aktivierungsvolumens ist in Bild 6.15 dargestellt.

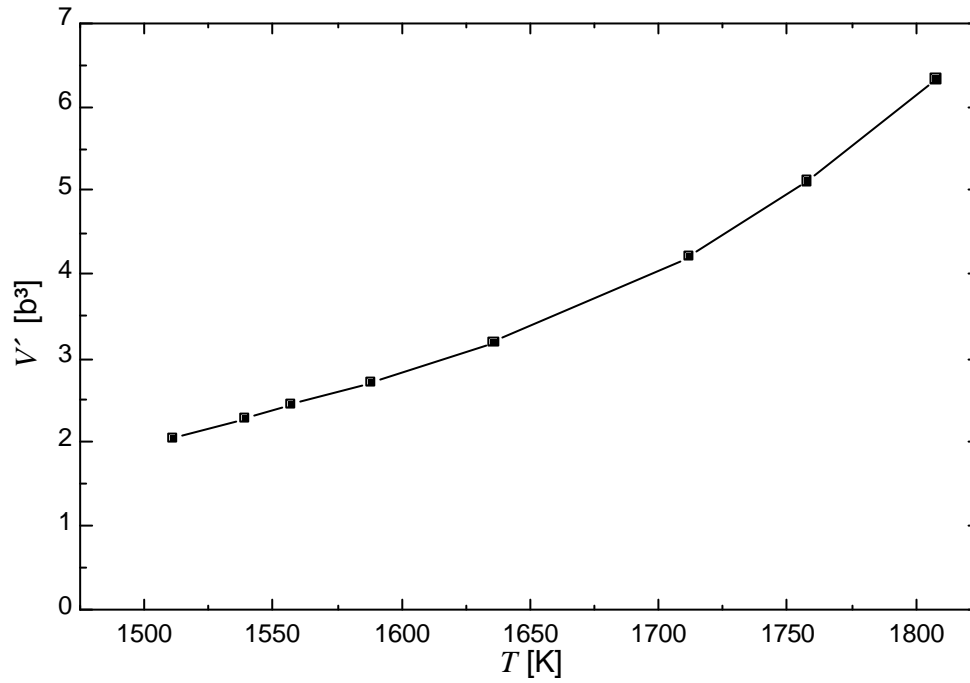


Bild 6.15: Aktivierungsvolumen aufgetragen über der Verformungstemperatur im Bereich C, nach Gleichung (2.25).

6.2 Verformungen entlang der Druckachsen $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$

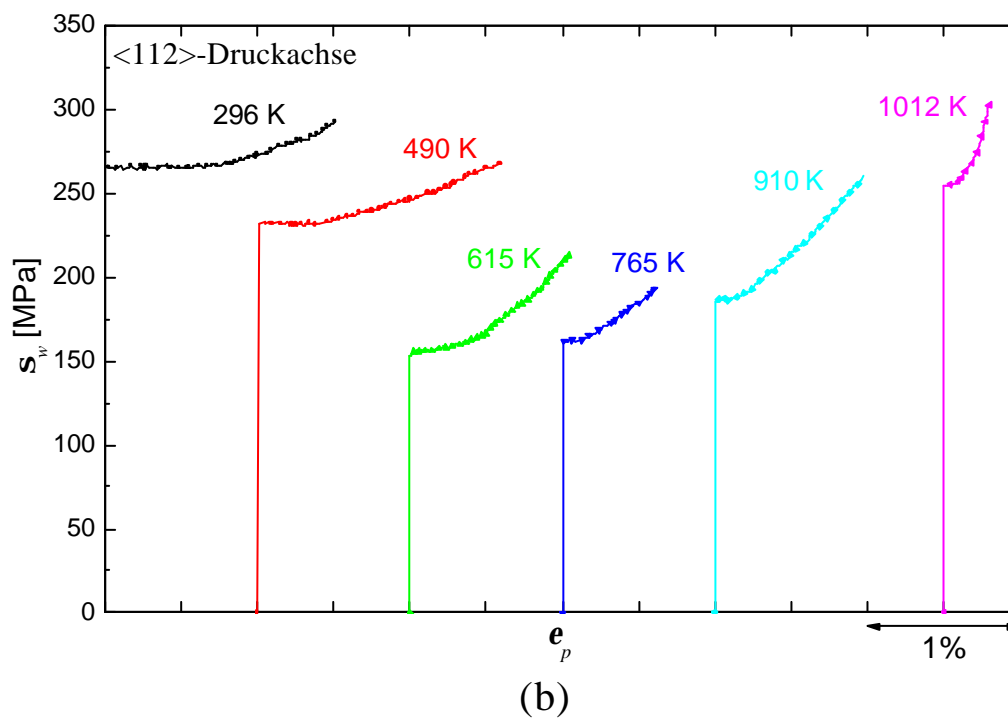
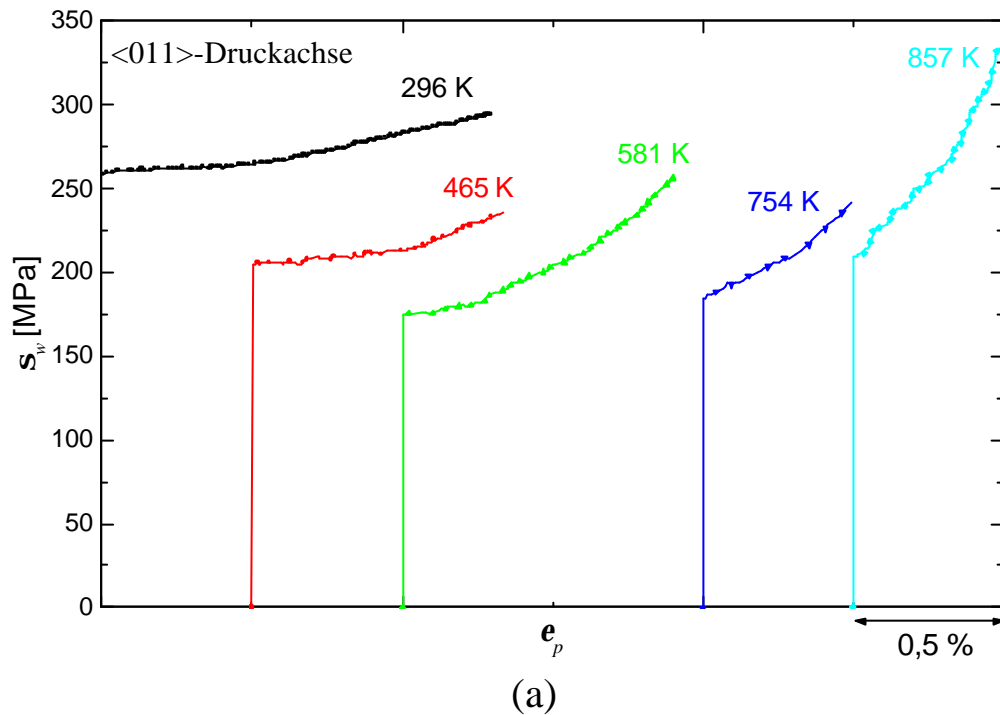
Analog der in Kapitel 6.1 eingefügten Definition werden hier „Proben mit Druckachsen parallel zu Richtungen $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$ “ mit der vereinfachten Schreibweise „ $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben“ bezeichnet.

Aufgrund des ähnlichen plastischen Verformungsverhaltens von $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben wird hier auf die Beschreibung der einzelnen Ergebnisse verzichtet, und ihre Ergebnisse werden zusammen dargestellt. Dadurch wird ein effektiveres Diskutieren der Ergebnisse in Kapitel 8 ermöglicht.

6.2.1 Verformungskurven

A) Bereich A: $RT < T < 1000\text{K}$

Die Spannungs–Dehnungs–Kurven im Bereich A ($RT < T < 1000\text{K}$) sind für $\langle 011 \rangle$ –, $\langle 112 \rangle$ – und $\langle 345 \rangle$ –Proben in Bild 6.16(a) bis (c) aufgetragen.



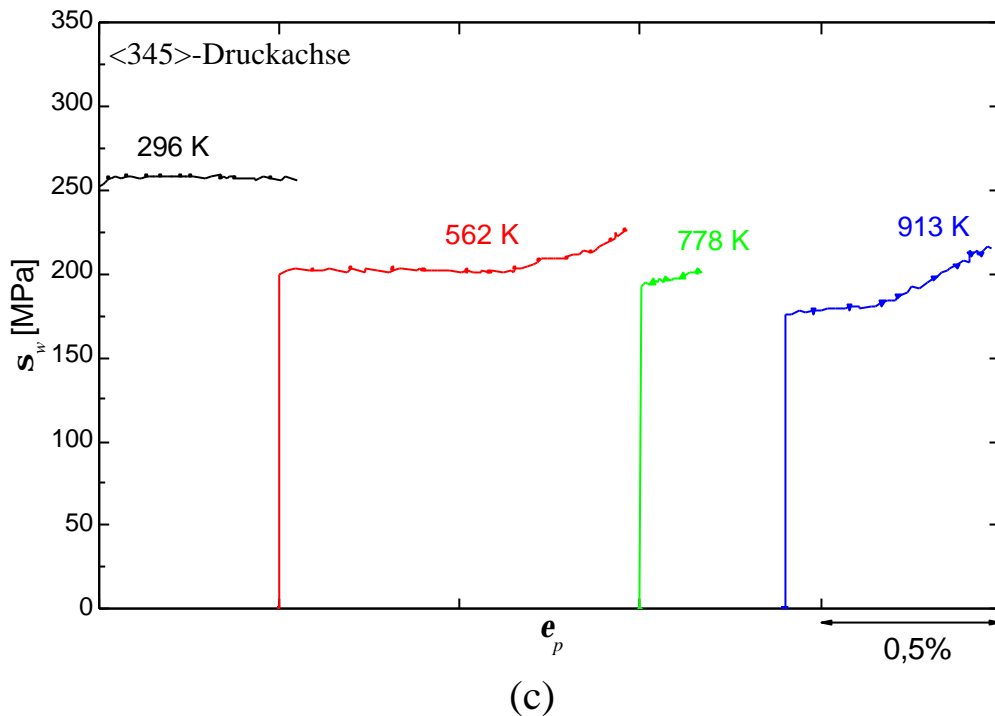


Bild 6.16: Temperaturabhängigkeit der wahren Spannungs–Dehnungs–Kurven des Bereiches A für die Druckachsen: (a) $\langle 011 \rangle$, (b) $\langle 112 \rangle$ und (c) $\langle 345 \rangle$.

Wie bei den Verformungen mit $\langle 001 \rangle$ –Proben treten zu Verformungsbeginn Fließspannungsplateaus auf, welche bei zunehmender Verformung in eine Verformungsverfestigung übergehen. Am ausgeprägtesten tritt dies bei $\langle 345 \rangle$ –Proben auf. Die Abnahme der Plateauausdehnung mit gleichzeitigem Anstieg des Verfestigungskoeffizienten q_{II} bei steigender Temperatur steht im Einklang mit den Ergebnissen der $\langle 001 \rangle$ –Proben. Die Verformbarkeit nimmt bei allen drei Probenorientierungen mehr oder weniger stark mit steigender Temperatur ab. Jedoch lassen sich die Proben der verschiedenen Orientierungen unterschiedlich lang verformen. Die maximale plastische Verformung im vergleichbaren Temperaturintervall lag bei $\langle 112 \rangle$ –Proben bei ungefähr 2%. Die $\langle 011 \rangle$ – bzw. $\langle 345 \rangle$ –Proben ließen sich jeweils bis nahezu 1,5% bzw. 1% plastisch verformen (siehe Bild 6.16(a) und (c)). Die Ergebnisse sind für Bereich A aller vier untersuchten Probenorientierungen schematisch in Bild 6.17 dargestellt.

Die Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung ist für alle hier beschriebenen Probenorientierungen näherungsweise gleich. Oberhalb RT sinkt zunächst die kritische Fließspannung bis zu mittleren Temperaturen des Bereiches A (etwa 600K), dann steigt sie mit zunehmender Temperatur wieder an. Eine ausführliche Beschreibung erfolgt im Kapitel 6.2.2.

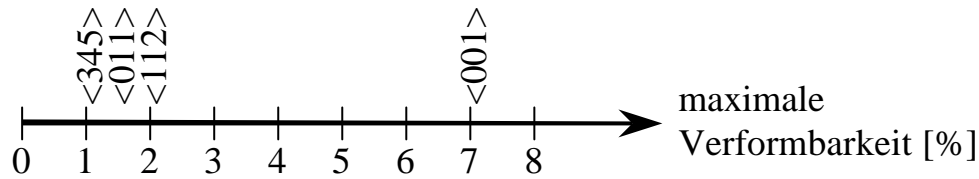


Bild 6.17: Schematische Darstellung des Einflusses der Probenorientierung auf die maximale Verformbarkeit ϵ_p im Bereich A. Der Temperatureinfluß wurde hier nicht berücksichtigt.

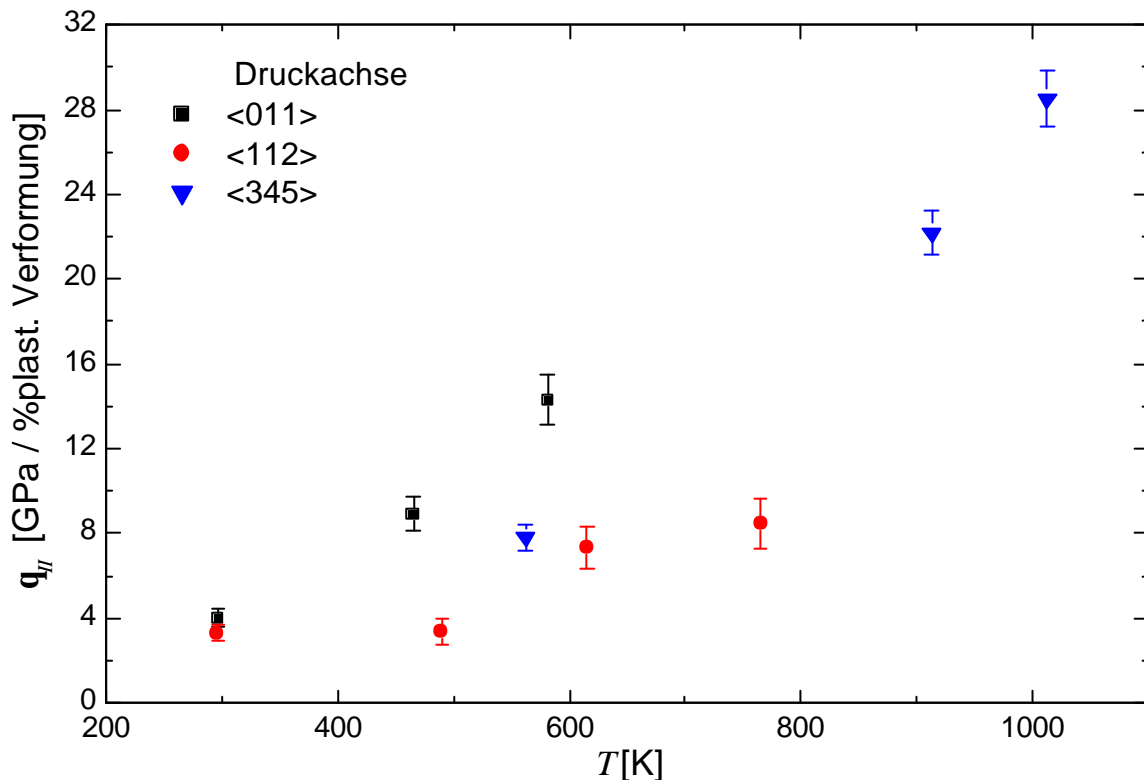


Bild 6.18: Temperaturabhängigkeit des Verfestigungskoeffizienten q_{II} für die Druckachsen <011>, <112> und <345> im Bereich C.

Die Abhängigkeit der Verfestigungskoeffizienten q_{II} von der Verformungstemperatur ist in Bild 6.18 dargestellt. Der Verfestigungskoeffizient q_{II} nimmt mit ansteigender Temperatur zu.

B) Bereich B: 1000K < T < 1250K

Der Bruchbereich beginnt für die <011>-, <112>- und <345>-Proben bei Temperaturen um etwa 1000K und endet bei ungefähr 1250K. Er ist also auf ein enges Temperaturintervall als bei <001>-Proben beschränkt (siehe Bild 6.20).

Die Verformungen der obengenannten Proben im Bereich B zeigen große Ähnlichkeiten hinsichtlich des Bruchvorganges und der Geometrie der Bruchstücke mit denen der $\langle 001 \rangle$ -Proben. Diese Ähnlichkeiten sind unter anderem:

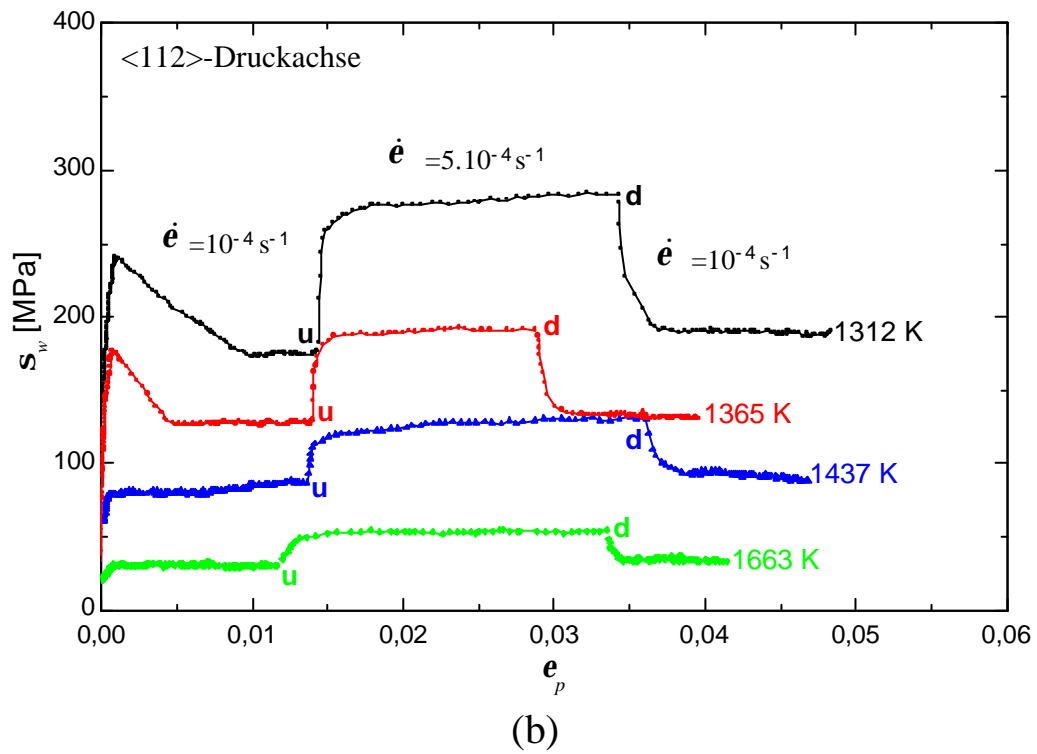
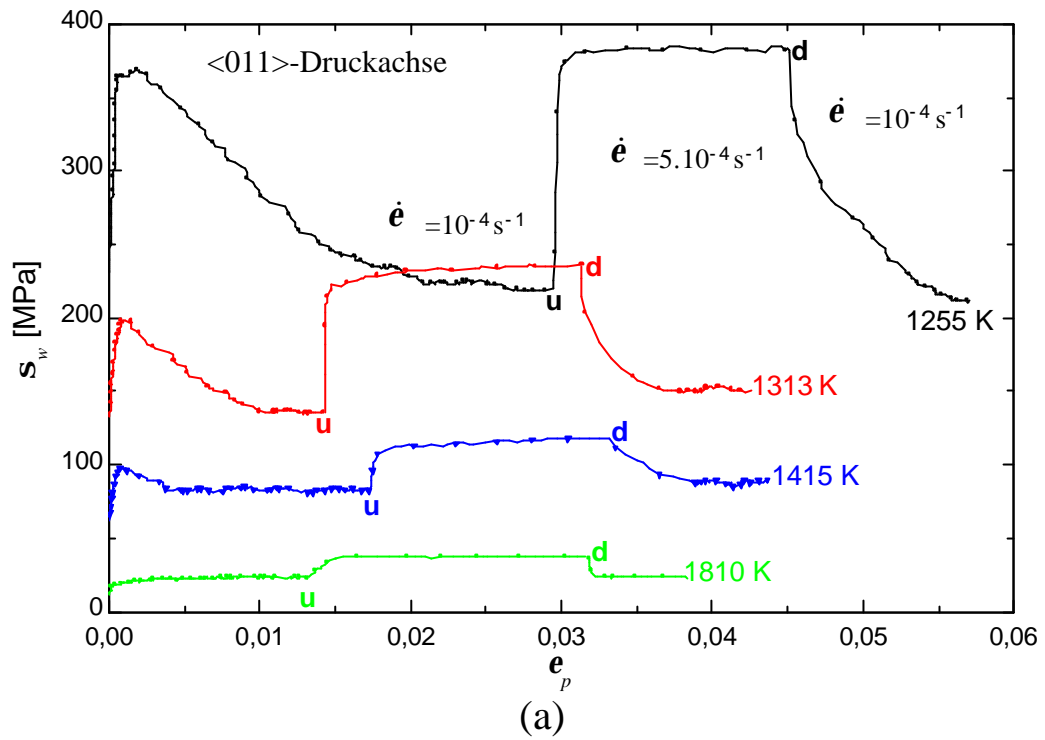
- Das Auftreten einer geringen plastischen Verformung vor dem Bruch bei den Experimenten zum Beginn des Bereiches B. Ein stufenartiger Spannungsabfall in der Verfestigungskurve wird beobachtet, der langsam zum Versagen der Probe führt. Dieser beruht auf der lokalen Erzeugung und Ausbreitung von Rissen in der Probe, welche zum stückweisen Brechen der Probe während der Verformung führen.
- Dagegen brechen auch diese Proben mit steigender Temperatur bereits während der elastischen Verformung.
- Bei höheren Temperaturen ($\diamond 1050\text{K}$) scheint der Bruch explosionsartig zu erfolgen. Dabei fällt die Spannung schlagartig auf Null.

C) Bereich C: $1250\text{K} < T < 1810\text{K}$

Für die untersuchten $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven zwischen 1250K und etwa 1810K in Bild 6.19(a) bis (c) aufgetragen. Für diesen Temperaturbereich wird ebenfalls die Bezeichnung „Bereich C“ verwendet, die bereits im Kapitel 6.1.1 für den Hochtemperaturbereich der $\langle 001 \rangle$ -Probe eingeführt worden ist. Die dargestellten Verformungskurven wurden zunächst mit der Grundgeschwindigkeit 10^{-4} s^{-1} bis zur Stelle, die mit dem Buchstabe **u** gekennzeichnet ist, aufgenommen. Danach wurde die Verformung nach einem Geschwindigkeitswechsel auf die Verformungsgeschwindigkeit $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ fortgesetzt, (bis zum Punkt **d**), hier wurde erneut ein Geschwindigkeitswechsel zur Grundgeschwindigkeit durchgeführt.

Ein Unterschied zum Spannungs-Dehnungs-Diagramm von $\langle 001 \rangle$ -Probe besteht darin, daß hier bei Temperaturen zwischen 1250K und 1450K bei Fließbeginn ein *Streckgrenzeneffekt* auftritt, der mit steigender Temperatur abnimmt.

Für die Bestimmung der kritischen Fließspannung wird das Fließspannungsplateau nach der Streckgrenzenüberhöhung (die untere Streckgrenze s_u) verwendet, das normalerweise mit der kritischen Fließspannung identifiziert wird (siehe Bild 2.4).



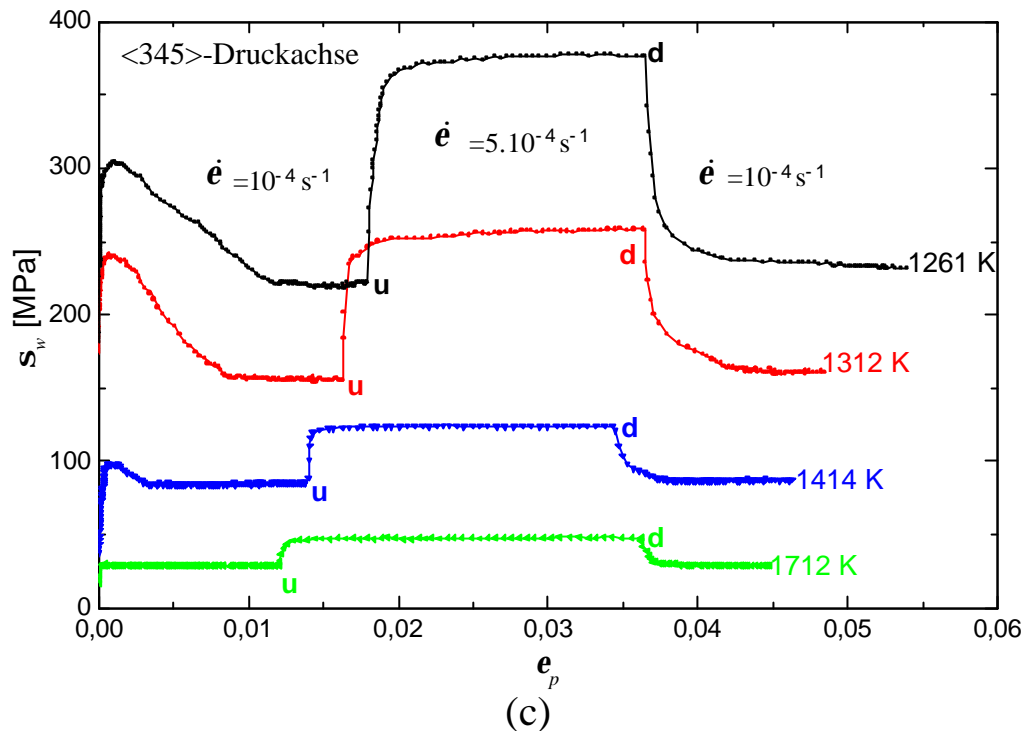


Bild 6.19: Wahre Spannungs–Dehnungs–Kurven im Bereich C ($1250\text{K} < T < 1810\text{K}$) für die Druckachsen: (a) $\langle 011 \rangle$, (b) $\langle 112 \rangle$ und (c) $\langle 345 \rangle$.

Wie aus Bild 6.19(a) bis (c) zu entnehmen ist, hängt Streckgrenzenüberhöhung^(#), von der Probenorientierung und Verformungstemperatur ab.

Diese ist für $\langle 011 \rangle$ –Proben am stärksten ausgeprägt im Vergleich zu den $\langle 112 \rangle$ – und $\langle 345 \rangle$ –Proben. Bei letzteren zeigen die $\langle 112 \rangle$ –Proben den kleineren Streckgrenzeneffekt.

Ein quantitativ vergleichbares Verhalten des Streckgrenzeneffektes erkennt man bei den $\langle 112 \rangle$ – und $\langle 345 \rangle$ –Proben.

6.2.2 Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung und der Bruchspannung

Der Einfluß der Temperatur auf die kritische Fließspannung und Bruchspannung ist für die $\langle 011 \rangle$ –, $\langle 112 \rangle$ – und $\langle 345 \rangle$ –Proben in Bild 6.20 dargestellt.

Die drei Bereiche: duktil–spröd–duktil erstrecken sich für alle obengenannten Probenorientierungen über den Temperaturbereich zwischen 78K und 1810K.

^(#) Gemeint ist dabei die Spannungsdifferenz zwischen oberer und unterer Streckgrenze ($s_o - s_u$).

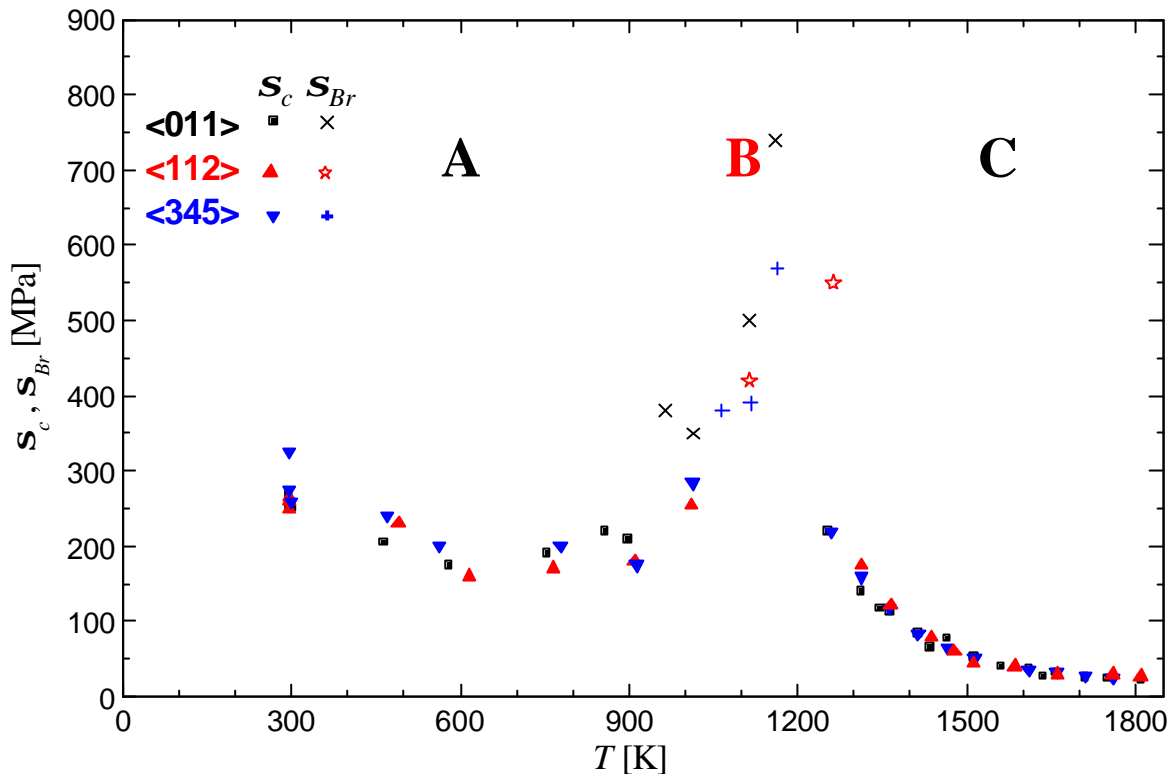


Bild 6.20: Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung für die Druckachsen $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$. Die Dehngeschwindigkeit beträgt 10^{-4} s^{-1}

Der Vergleich zwischen Bild 6.20 und Bild 6.10 zeigt folgendes:

- Der Bereich A endet bei allen untersuchten Proben bei ungefähr 1000K.
- Die kritische Fließspannung im Bereich A nimmt bei $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben mit steigender Temperatur oberhalb RT zunächst ab und oberhalb Temperaturen von etwa 600 K wieder zu. Ein Unterschied zwischen den letztgenannten Proben und den $\langle 001 \rangle$ -Proben besteht einerseits im niedrigeren Niveau der kritischen Fließspannung im Bereich A, andererseits darin, daß bei $\langle 001 \rangle$ -Proben der Bereich A durch ein Fließspannungsplateau gekennzeichnet ist.
- Der Bereich B erstreckt sich für $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$ -Proben zwischen etwa 1000K und 1250K und ist damit kleiner als die der $\langle 001 \rangle$ -Proben.
- Im Rahmen der Meßgenauigkeit stimmen die Daten aus dem Bruchbereich aller drei obengenannten Probenorientierungen überein.
- Während die Bruchspannung am Ende des Bereiches B sehr hoch ist (in Größenordnung 800MPa) reduziert sich die kritische Fließspannung zum Beginn des Bereiches C (bei etwa 1250K) drastisch (bis zu 400MPa). Dabei ist zu beachten, daß unterhalb etwa 1400K im Bereich C die Verformung durch Streckgrenzeneffekte ge-

kennzeichnet ist und die untere Streckgrenze s_u als kritische Fließspannung gewählt wurde. Selbst wenn die obere Streckgrenze s_o betrachtet wird, so findet man, daß diese für alle Orientierungen ($\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$) zu Beginn des Bereiches C erheblich geringer ist (um etwa Faktor 2), als die Bruchspannung am Ende des Bereiches B (vergleiche Bild 6.19).

- Im Bereich C nimmt die kritische Fließspannung für alle drei Orientierungen mit steigender Temperatur bis etwa 1500K monoton ab. Oberhalb 1550K hängt die kritische Fließspannung sehr schwach von der Temperatur ab.

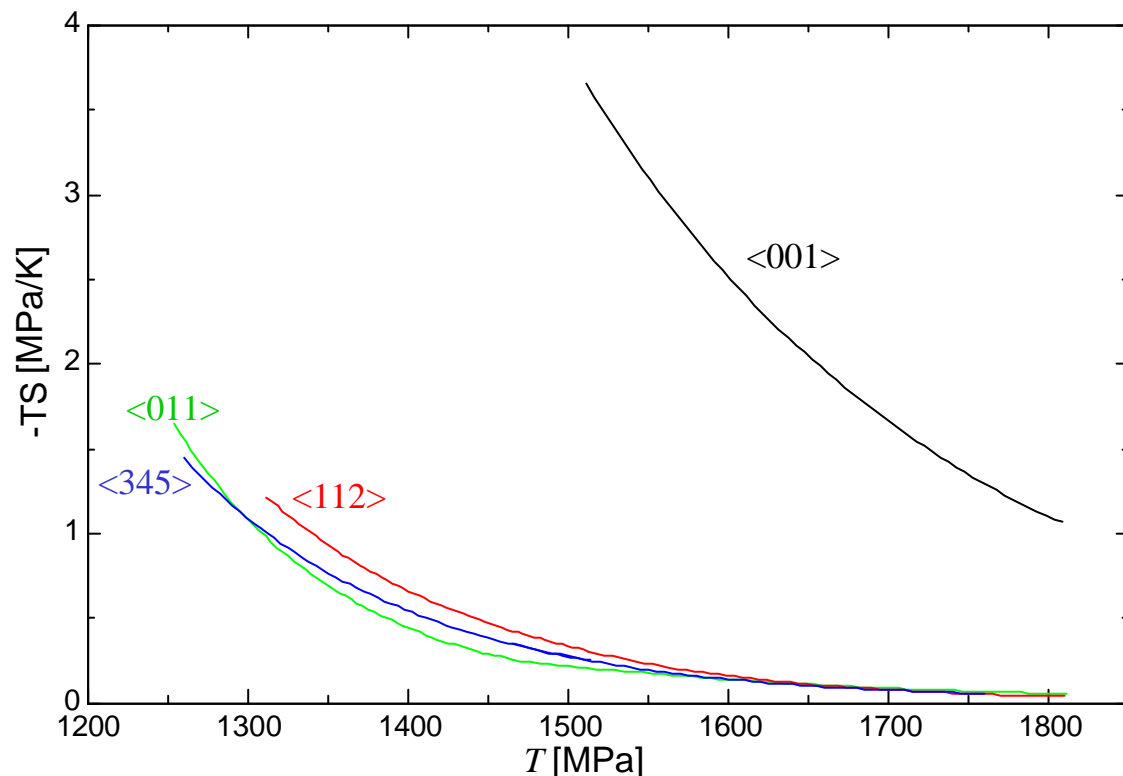


Bild 6.21: Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung aller untersuchten Proben bei der konstanter Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-4} s^{-1}

6.2.3 Bestimmung der Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung

Die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung für alle drei Probenorientierungen wurde –wie im Kapitel 6.1.3 beschrieben– durch Differentiation der Spannung nach Temperatur bestimmt. Bild 6.21 zeigt die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung aller untersuchten Proben. Aus diesem Bild sind folgende Merkmale zu erkennen:

- Bei Temperaturen oberhalb 1550K ist die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung sehr gering und alle drei Kurven liegen ungefähr aufeinander. Für die Temperaturen oberhalb 1750K ist die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung nahezu Null.
- Unterhalb 1550K hat die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung eine größere Zunahme mit sinkender Temperatur, als bei den Temperaturen oberhalb 1550K.
- Die Temperaturempfindlichkeit der kritischen Fließspannung für $\langle 001 \rangle$ -Proben ist im Vergleich mit anderen Druckachsen sehr groß und nimmt stärker mit steigender Temperatur ab.

6.2.4 Bestimmung der Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung

Bild 6.22 zeigt die Ergebnisse der Geschwindigkeitswechselfersuche an den $\langle 011 \rangle$ - $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben. In diesem Bild sind die kritischen Fließspannungen jeweils für zwei Verformungsgeschwindigkeiten als Funktion der Temperatur aufgetragen. Aus Übersichtlichkeitsgründen wurden nur die aus den realen Kurven gemittelten Fitkurven aufgetragen. Die eigentlichen Meßpunkte für die Verformungen mit der Grundgeschwindigkeit wurden bereits in Bild 6.20 dargestellt.

Aus Bild 6.22 ist zu erkennen, daß oberhalb 1700K annähernd ein Spannungsplateau erreicht ist. Aus Bild 6.22 läßt sich die Fließspannungsdifferenz für zwei verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten bei konstanter Temperatur bestimmen, woraus sich die Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung berechnen läßt. Sie ist in Bild 6.23 über der Temperatur aufgetragen.

Man erkennt, daß unterhalb 1400K die Geschwindigkeitsempfindlichkeit (SRS) sehr stark mit zunehmender Temperatur abnimmt. Zwischen 1600K und 1810K ist sie nahezu unabhängig von der Temperatur und beträgt etwa 10MPa.

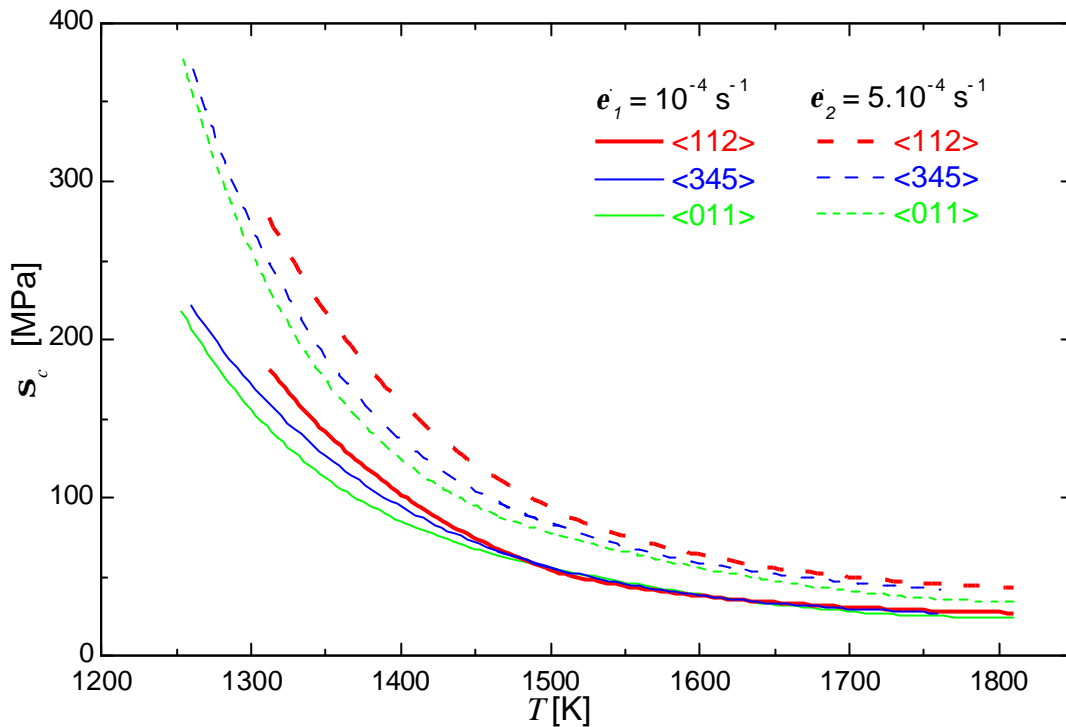


Bild 6.22: Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung bei zwei Verformungsgeschwindigkeiten im Bereich A für die $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben.

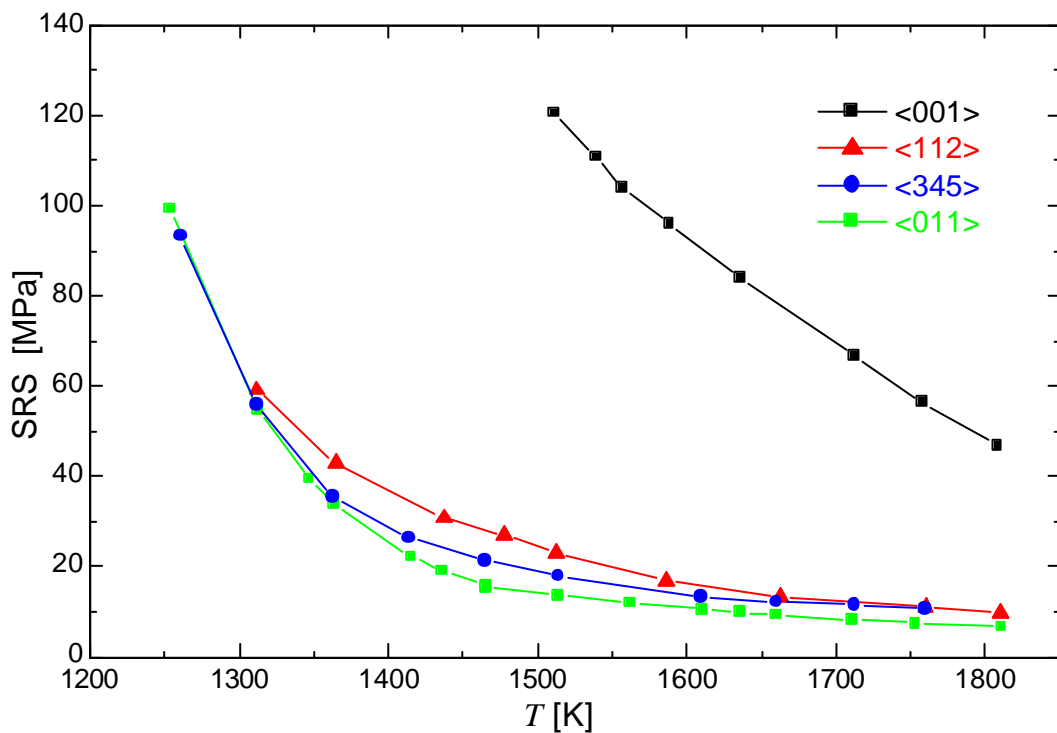


Bild 6.23: Temperaturabhängigkeit der Geschwindigkeitsempfindlichkeit der kritischen Fließspannung im Bereich C für die Druckachsen $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$ im Vergleich zu der für die $\langle 001 \rangle$ -Druckachse.

6.2.5 Berechnung der Aktivierungsparameter für den Bereich C

Die Aktivierungsenthalpie läßt sich nun mit den Werten für TS und SRS aus Gleichung (2.28) berechnen. Sie ist für die $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben in Bild 6.24 als Funktion der Verformungstemperatur aufgetragen. Zugleich sind in diesem Diagramm die Werte für die $\langle 001 \rangle$ -Proben aufgetragen. Man sieht, daß die Aktivierungsenthalpie für die $\langle 001 \rangle$ -Proben wesentlich größer ist.

Da oberhalb von etwa 1600K die Geschwindigkeitsempfindlichkeit (SRS) nahezu konstant ist und die Temperaturempfindlichkeit (TS) gegen Null geht, macht eine Berechnung der Aktivierungsenthalpie nach Gleichung (2.28) keinen Sinn.

Die aus der Steigung der gestrichelt eingezeichneten Geraden bestimmte Größe L_0 ist für die $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben etwa $L_0=23$. In Kapitel 6.1.5 wurde diese Größe für die $\langle 001 \rangle$ -Proben mit ungefähr $L_0^{\langle 001 \rangle}=41$ bestimmt.

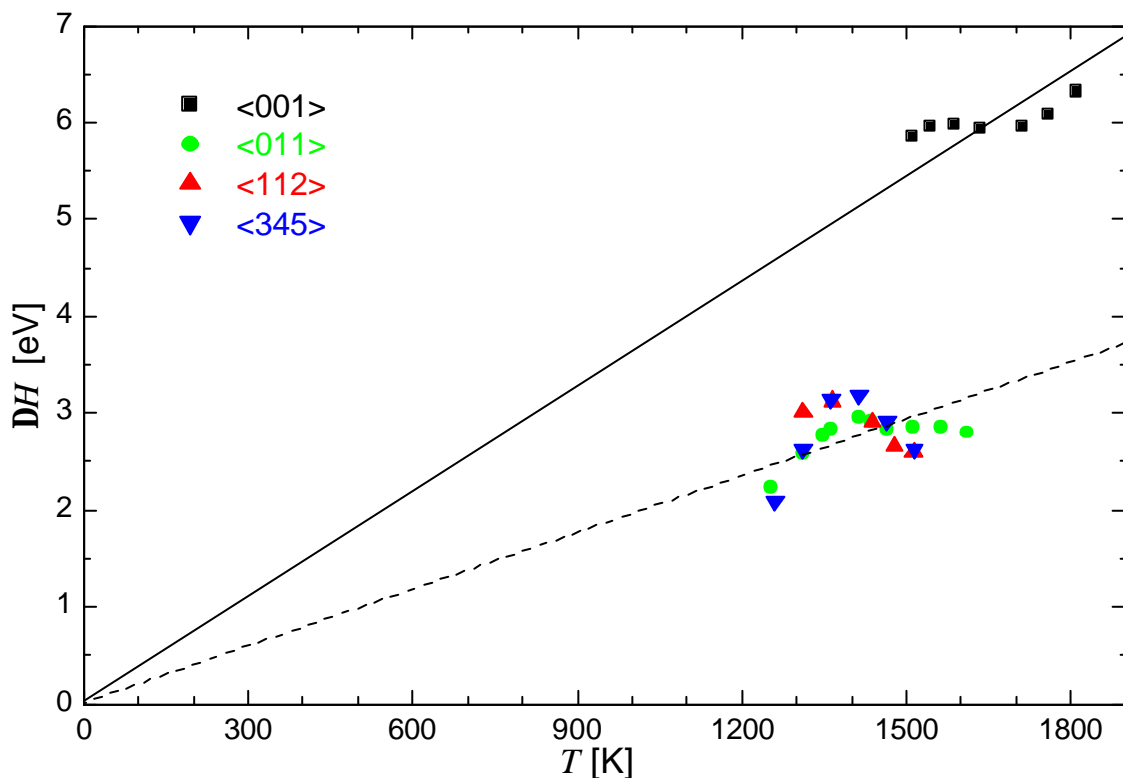


Bild 6.24: Temperaturabhängigkeit der Aktivierungsenthalpie im Bereich C für die Druckachse $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ und $\langle 345 \rangle$.

Für die Berechnung des Aktivierungsvolumens aus der Gleichung (2.25) ist die Kenntnis über das (bzw. die) Gleitsystem(e) erforderlich. Wie später in Kapitel 7.2.3 anhand lichtmikroskopischer Untersuchungen gezeigt wird, ist das primäre Gleitsystem im Be-

reich C für die $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben, jeweils $\langle 001 \rangle\{010\}$ und $\langle 001 \rangle\{110\}$. Damit beträgt der Schmidfaktor der $\langle 011 \rangle$ -, bzw. $\langle 112 \rangle$ -Druckachsen mit Hilfe der Gleichung (2.4) jeweils 0,5 bzw. 0,47.

Die eindeutige Bestimmung des primären Gleitsystems für die $\langle 345 \rangle$ -Proben war aus den lichtmikroskopischen Untersuchungen nicht möglich.

Bild 6.25 zeigt die Temperaturabhängigkeit des Aktivierungsvolumens (gemessen in b^3) für die $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ - Proben. Zusätzlich sind die Aktivierungsvolumina der $\langle 001 \rangle$ -Proben gegen die Temperatur aufgetragen.

Im vergleichbaren Temperaturintervall ($1510\text{K} < T < 1810\text{K}$) sind die Aktivierungsvolumina der $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben erheblich größer als diejenigen der $\langle 001 \rangle$ -Proben.

Man erkennt, daß die Aktivierungsvolumina der $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben unterschiedlich stark mit steigender Temperatur zunehmen, während diese Zunahme bei den $\langle 001 \rangle$ -Proben sehr gering ist.

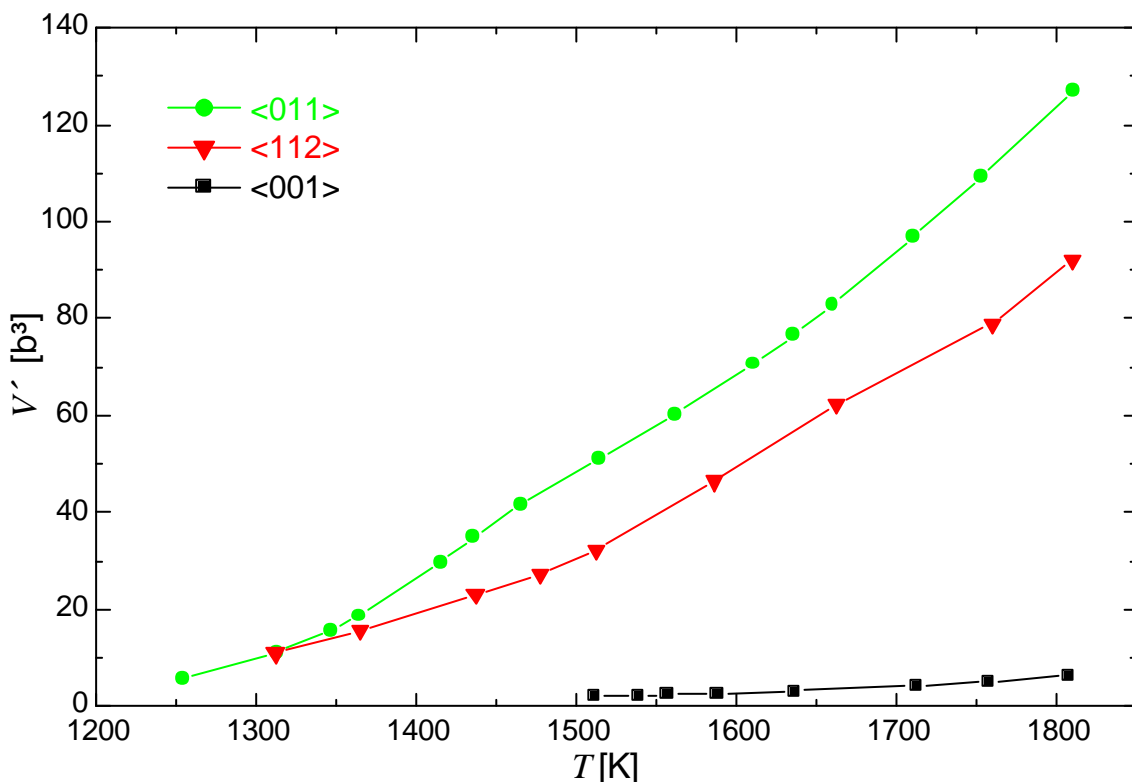


Bild 6.25: Temperaturabhängigkeit des Aktivierungsvolumens im Bereich C für die Druckachsen $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ und $\langle 112 \rangle$.

6.2.6 Auf die Gleitebene bezogene Spannungs–Temperatur–Diagramm

Für die Berechnung der auf die Gleitebene wirkenden kritischen Schubspannung t_c mit Hilfe von Gleichung (2.4) wurde der im Kapitel 7 anhand TEM– bzw. LM–Untersuchungen bestimmte Schmidfaktor für das primäre Gleitsystem verwendet.

In Bild 6.26 ist die kritische Schubspannung t_c als Funktion der Temperatur für die Bereiche A und C für alle untersuchten Druckachse aufgetragen. Für die $\langle 345 \rangle$ –Proben wurde keine Bestimmung des primären Gleitsystems im Bereich C durchgeführt, weshalb für diese Proben keine Meßpunkte für t_c im Bereich C in Bild 6.26 aufgetragen sind.

Die Meßergebnisse für s_{Br} aus Bild 6.10 und Bild 6.20 sind mit den für Bereich A berechneten Schmidfaktoren, laut Gleichung 2.4, multipliziert. Damit ist die auf die „Gleitebene“ bezogene Bruchspannung bestimmt, die in der vorliegende Arbeit mit t_{Br} bezeichnet wird.

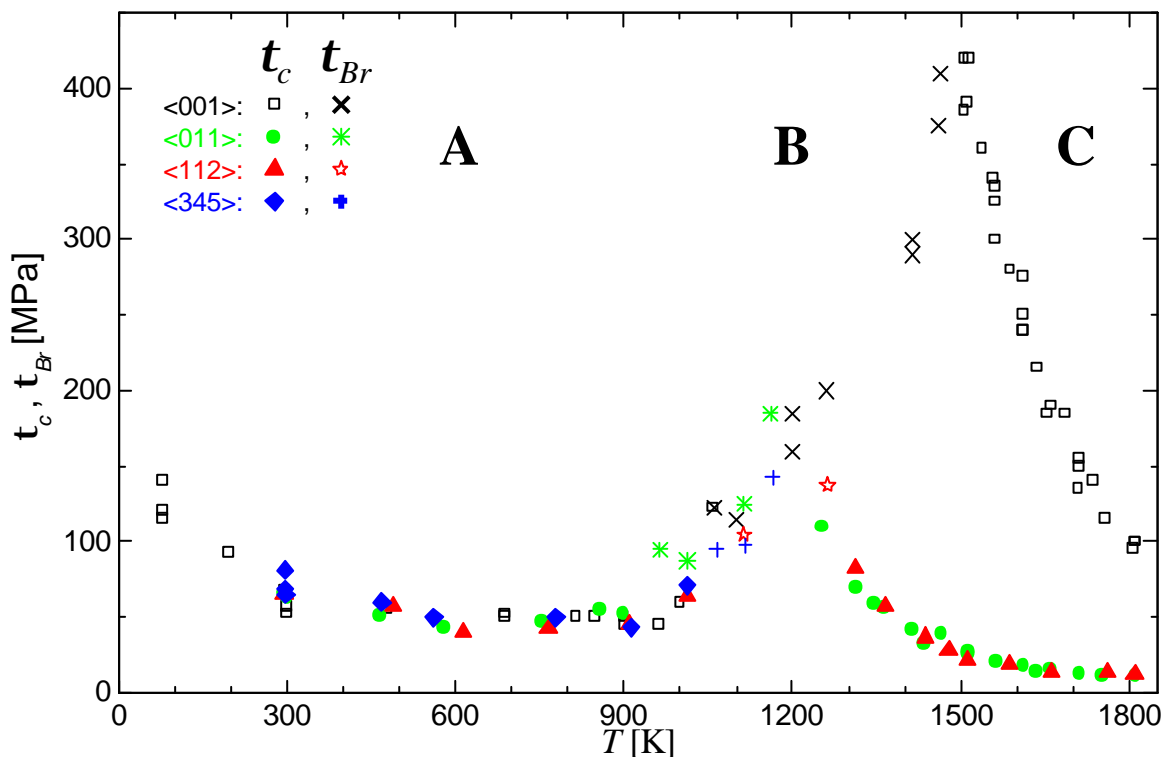


Bild 6.26: Die auf die Gleitebene wirkende Schubspannung t_c für die Bereiche A und C und die auf die „Gleitebene“ bezogene Bruchspannung t_{Br} sind für die untersuchten Druckachsen über die Temperatur aufgetragen.

6.3 Spezielle Experimente mit $\langle 001 \rangle$ -Proben

In diesem Kapitel werden einige zusätzliche Ergebnisse aus „speziellen“ Verformungs-experimenten mit $\langle 001 \rangle$ -Proben dargestellt. Diese Experimente dienen der Untersuchung des Einflusses von Temperaturwechseln im Bereich A (oder C) auf die Verformungskurven. Des Weiteren wurde untersucht, ob die Initiierung von Gleitversetzungen in großer Anzahl (durch Vorverformung in Bereichen A bzw. C) den Bruchvorgang oder die Bruchspannung im Bereich B beeinflussen.

6.3.1 Temperaturwechselversuche

6.3.1.1 Im Bereich A

Bild 6.27 zeigt den Einfluß von Temperaturwechseln innerhalb vom Bereich A auf den Fließspannungsbeginn bei einem weiteren plastischen Verformen. Die Temperaturen der Vorverformung betragen (i): RT (Quadrat), (ii): 960K (Kreis) und (iii): 850K (Dreieck). Die entsprechenden Temperaturen bei Weiterverformung betragen: (i):860K, (ii) und (iii) RT.

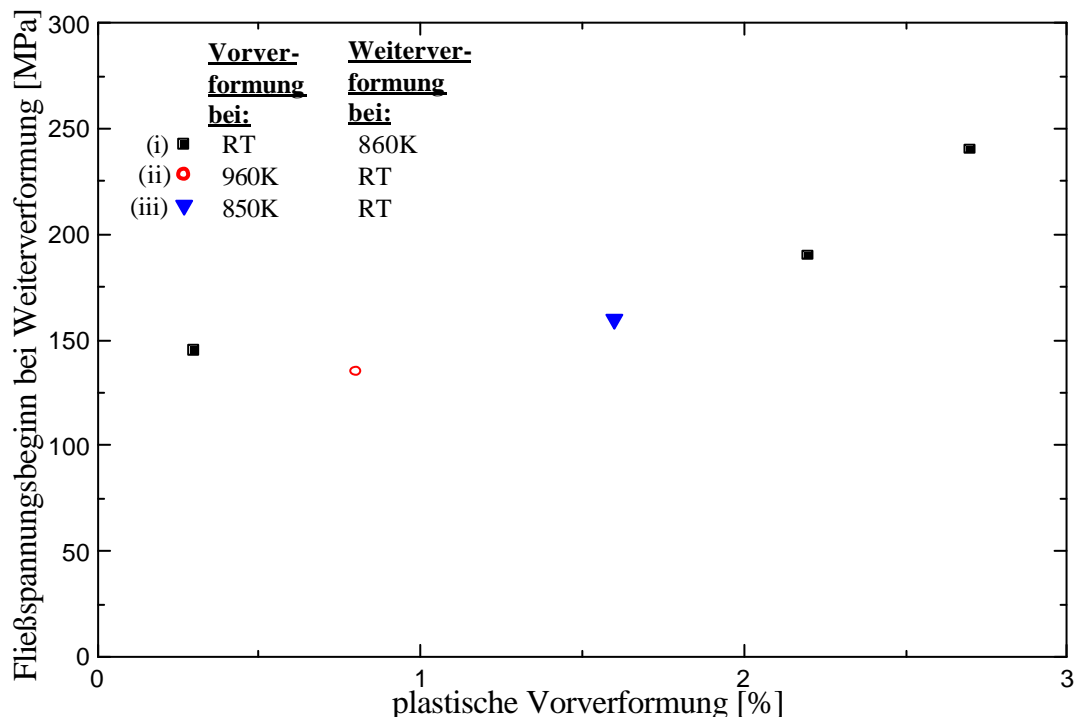


Bild 6.27: Der Fließspannungsbeginn (bei 860K Quadrate, bei RT Dreiecke) nachdem die Proben einer plastischen Vorverformung unterworfen waren.

6.3.1.2 Innerhalb von zwei Bereichen ($A \ll C$)

Bild 6.28 zeigt den Einfluß von Temperaturwechseln auf den Fließspannungsbeginn bei einem weiteren plastischen Verformen im Bereich A. Wie erkennbar, eine plastische Vorverformung bei 1610K (Bereich C) um $\epsilon_p \sim 5,8\%$ hat einen geringen Einfluß auf den Fließspannungsbeginn während Weiterverformung bei RT ($\sim 180\text{MPa}$). Weitere Untersuchungen zeigten, daß ebenso wenig Einfluß die plastische Vorverformung im Bereich A auf den Fließspannungsbeginn bei Weiterverformung im Bereich C hat.

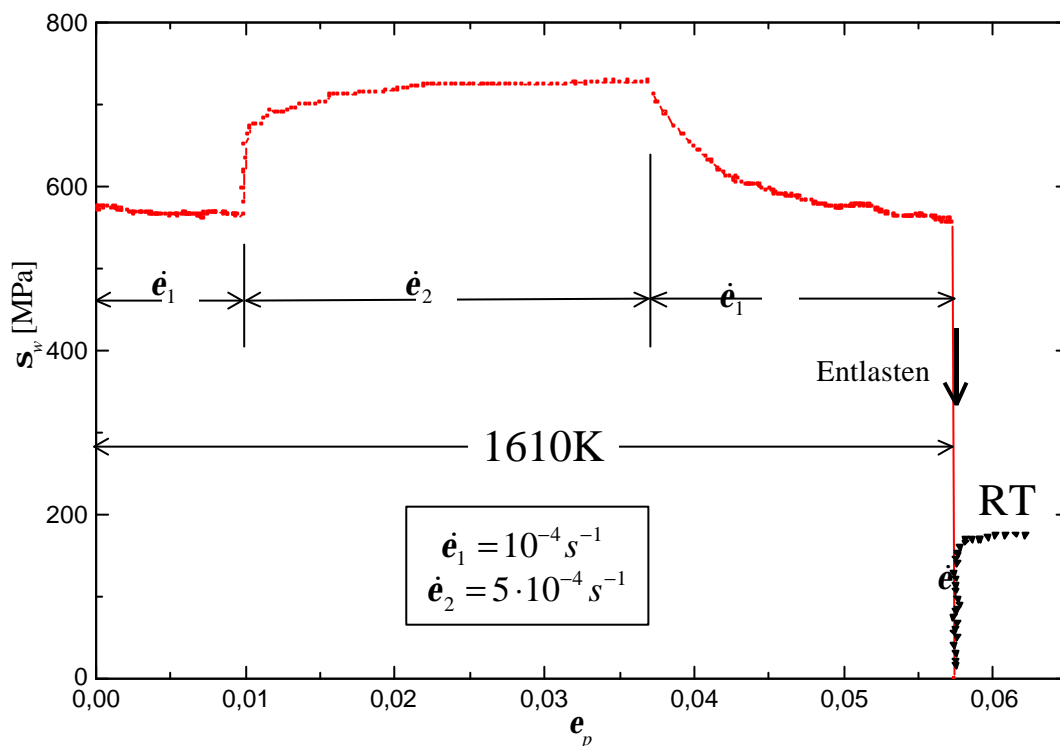


Bild 6.28: Der Einfluß einer plastischen Vorverformung im Bereich C auf den Fließspannungsbeginn bei RT.

6.3.1.3 Einfluß der Vorbelastung im Bereich B auf Verformung in Bereichen A bzw. C

Die Vorbelastung im Bereich B bei einer Spannung unter dem Niveau von Bruchspannung s_{Br} der eingestellten Temperatur hat keinen Einfluß auf die kritischen Fließspannung s_c bei einer plastischen Verformung in Bereichen A und C. Eine unverformte $\langle 001 \rangle$ -Probe wurde bei einer Spannung von etwa 350MPa bei 1260K ungefähr 5 Minuten angelassen und dann unter der gleichbleibenden Last bis 1610K (im Bereich C) beheizt. Aus der Verformung bei der letzteren Temperatur konnte keine merklichen Un-

terschiede zu einer Probe, die bei sonst gleichen Bedingungen ohne die o.g. Vorgeschichte, festgestellt werden.

Ähnlich wurde eine weitere Probe bei 1260K unter etwa 350MPa für ca. 5 Minuten angelassen. Anschließend wurde die Spannung auf ungefähr 50MPa reduziert, die Probe unter dieser Spannung bis auf 850K abgekühlt und bei dieser Temperatur erneut belastet, so daß sich die Probe plastisch verformt hat. Es konnte keinen Einfluß der Vorgeschichte auf die kritische Fließspannung bzw. das Verfestigungsverhalten bei 850K festgestellt werden.

In einem dritten Versuch wurde eine Probe wieder bei 1260K bis etwa 350MPa für 5 Minuten belastet und danach vollständig entlastet und auf RT abgekühlt. Aus der anschließenden plastischen Verformung bei RT konnte keine wesentliche Unterschiede zu einer bei RT unverformten Verformung festgestellt werden.

6.3.2 Verformung der reduzierten Proben

Die in Vakuum von besser dann 10^{-4} mbar bei 1275K für eine Stunde (bzw. drei Stunden) angelassenen $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 011 \rangle$ -Proben, die durch die Sauerstoffreduktion dunkel wurden^(#), haben eine höhere kritische Fließspannung als die in Luft angelassenen, welche bisher in der vorliegenden Arbeit verwendet worden sind.

Bild 6.29 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven von zwei reduzierten $\langle 001 \rangle$ -Proben (Kurve (i): eine Stunde und Kurve (ii) drei Stunden im Vakuum bei 1275K angelassen sind), die bei ungefähr gleicher Spannung (etwa 230MPa) bei RT plastisch verformt worden sind. Zusätzlich sind zwei Weitere Verformungskurven von den Proben aufgetragen (Kurven (iii) und (iv)), die nach einer dreistündigen Sauerstoffreduktion bei 1275K im Vakuum für drei 72 Stunden in Luft bei etwa 1573K angelassen worden sind. Nach einer plastischen Verformung von ungefähr 2÷3% beginnt die Verformungsverfestigung sowohl bei den in Vakuum angelassenen Proben als auch bei den Proben, die anschließend in Luft angelassen worden sind. Jedoch verfestigt sich die reduzierte Probe stärker als die „nicht-reduzierte“.

Die ersten Risse, die zu einem Spannungsabfall führen, treten erst nach einer plastischen Verformung von etwa 6,7%.

^(#) Im weiteren Verlauf dieser Arbeit werden diese Proben als „reduzierte Proben“ bezeichnet.

Die im Vakuum reduzierte $\langle 011 \rangle$ -Probe hatte bei der Verformung bei RT eine kritische Fließspannung von ungefähr 400MPa. Die kritische Fließspannung der in Luft angelassenen $\langle 011 \rangle$ -Proben betrug ungefähr 250MPa (siehe Kapitel 6.2.1.A).

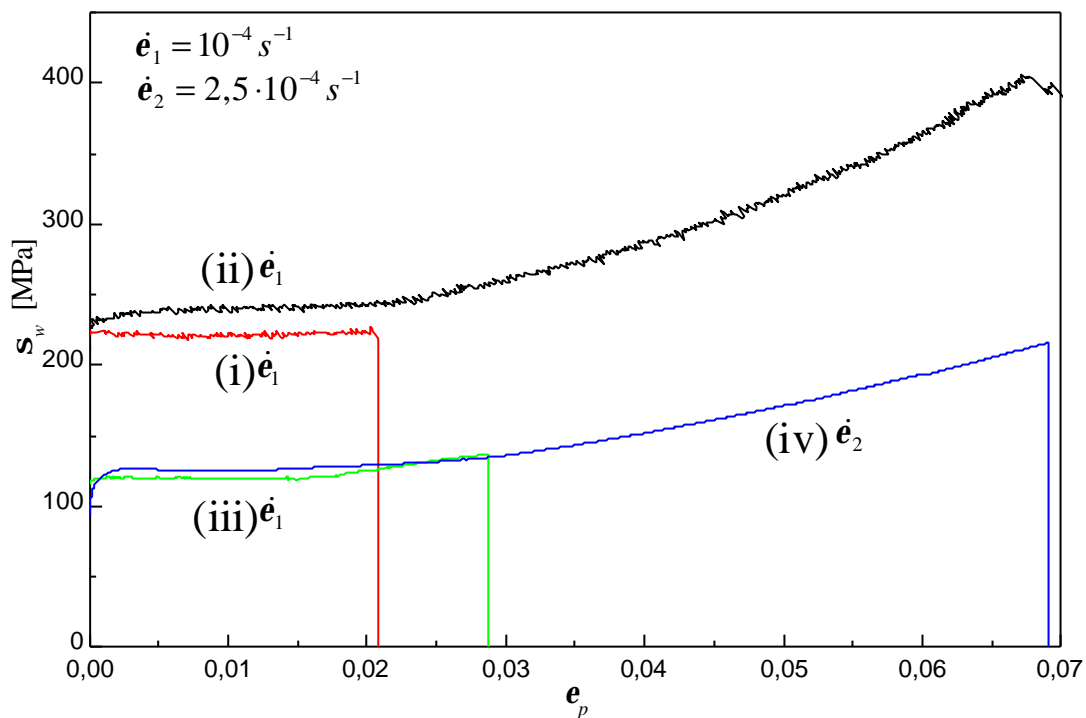


Bild 6.29: Verformungskurven von $\langle 001 \rangle$ -Proben: (i) bei 1275K im Vakuum von 10^{-4} mbar eine Stunde angelassen; (ii) bei 1275K im Vakuum von 10^{-4} mbar drei Stunden angelassen; (iii) und (iv) bei 1573K 72 Stunden in Luft angelassen. Die Dehngeschwindigkeit für die Kurve (iv) beträgt $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Die restlichen Verformungen sind mit der Grundgeschwindigkeit durchgeführt.

7 Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchungen

7.1 Einleitende Bemerkungen

Dieses Kapitel berichtet über die Ergebnisse der TEM–Untersuchungen von Druckproben mit $\langle 001 \rangle$ –Orientierung. Aus den im Kapitel 6.2 erwähnten Bereichen A, B und C sind jeweils Druckproben gewählt worden, deren Verformungsverhalten repräsentativ für die untersuchte Temperatur war.

Bild 7.1 stellt schematisch eine (011) –Gleitebene zusammen mit einigen Gleitversetzungen mit dem Burgersvektor $b = a[0\bar{1}1]$ in einer $\langle 001 \rangle$ –Druckprobe dar. Das Gleitsystem $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{011\}$ ist das *primäre Gleitsystem* für die $\langle 001 \rangle$ –Druckproben. Hierfür nimmt der Schmidfaktor m_s aus Gleichung (2.5) den höchsten Wert an ($m_s = 0,5$).

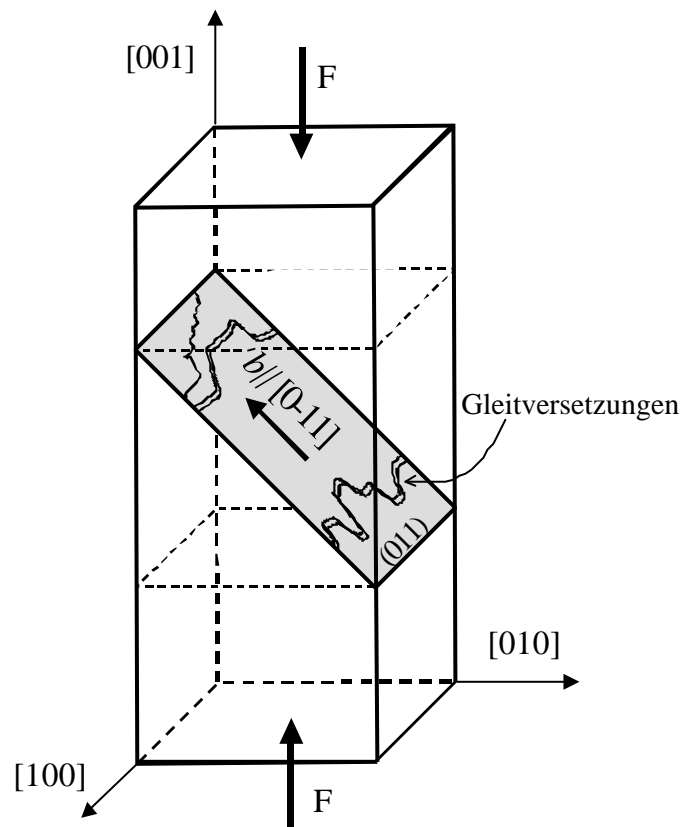


Bild 7.1: Schematische Darstellung einer $\langle 001 \rangle$ –Probe unter Druckspannung. Die Gleitebene (011) ist zusammen mit einigen Gleitversetzungen und dem Burgersvektor b eingezeichnet.

7.1.1 TEM–Untersuchungen an unverformten Proben

Für die Darstellung der Mikrostruktur und Versetzungsanordnung des unverformten Zustandes der SrTiO_3 –Einkristalle wurden Stücke aus den Einkristallbirnen in der Größenordnung von Druckproben mit der Orientierung $\langle 001 \rangle$ herausgesägt, und daraus, wie in Kapitel 3.2 beschrieben, TEM–Proben präpariert.

Bild 7.2 zeigt die Versetzungsanordnung eines unverformten SrTiO_3 –Einkristalls. Aus Burgersvektoranalysen an einer unverformten Probe wurde geschlossen, daß die Versetzungen entweder den Burgersvektor parallel zur $\langle 011 \rangle$ –, oder $\langle 001 \rangle$ –Richtung hatten.

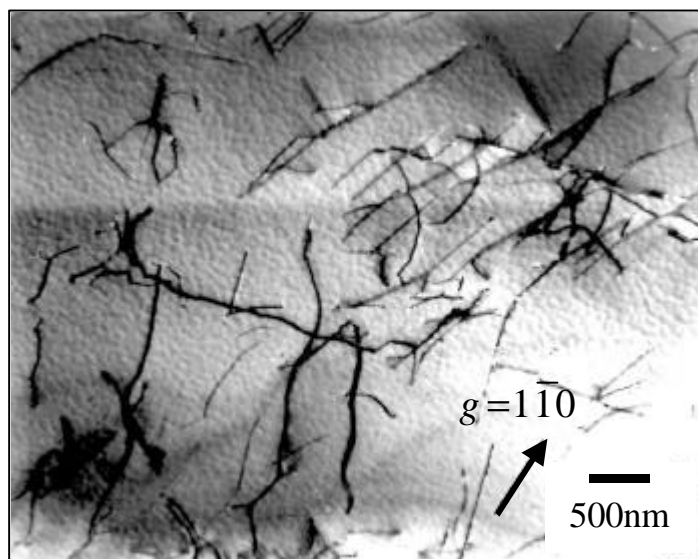


Bild 7.2: Versetzungsanordnung eines unverformten SrTiO_3 –Einkristalls präpariert aus der Einkristallbirne ohne zusätzliche Wärmebehandlungen. $F_n=[001]$, $B@[001]$.

Um einen möglichen Einfluß der Verformungstemperatur auf die Versetzungsanordnung zu untersuchen, wurden Proben auf höhere Temperaturen angelassen und danach bei RT ihre Versetzungsstruktur untersucht. Bild 7.3(a) zeigt die Versetzungsstruktur einer unverformten Probe, die bei 1570K 72 Stunden an Luft angelassen wurde. Bild 7.3(b) zeigt die Mikrostruktur einer unverformten Probe, die bei 1270K fünf Stunden im Vakuum von 10^{-4} mbar reduziert wurde. Die Normalen der TEM–Folien der o. g. Bilder sind jeweils parallel zu einer $[111]$ bzw. $[001]$ Richtung.

Bei den Proben, die eine Wärmebehandlung von mindestens 1260K erfahren haben, wurden Versetzungsringe (mit R gekennzeichnet) beobachtet. Dabei handelt es sich um

prismatische Versetzungsringe, wie später im Kapitel 7.1.4 gezeigt werden wird. Die Versetzungsringe der in Luft erhitzten Proben besitzen interstitiellen Charakter.

Die schwarzen, runden „Anhängsel“ der Versetzungen in beiden Abbildungen, die in dieser Arbeit als *Dekorationen* (in Bild 7.3(a) und (b) mit **D** gekennzeichnet) bezeichnet werden, sind Präparationseffekte. Sie erscheinen unregelmäßig in unterschiedlich verformten Proben. Diese Dekorationen verkleinern sich unter einem fokussiert einfallenden Elektronenstrahl bis zur vollständigen Auslöschung. Bei größeren Dekorationen hinterlassen sie nach der Auslöschung Spuren von der anfänglichen Berandungen.

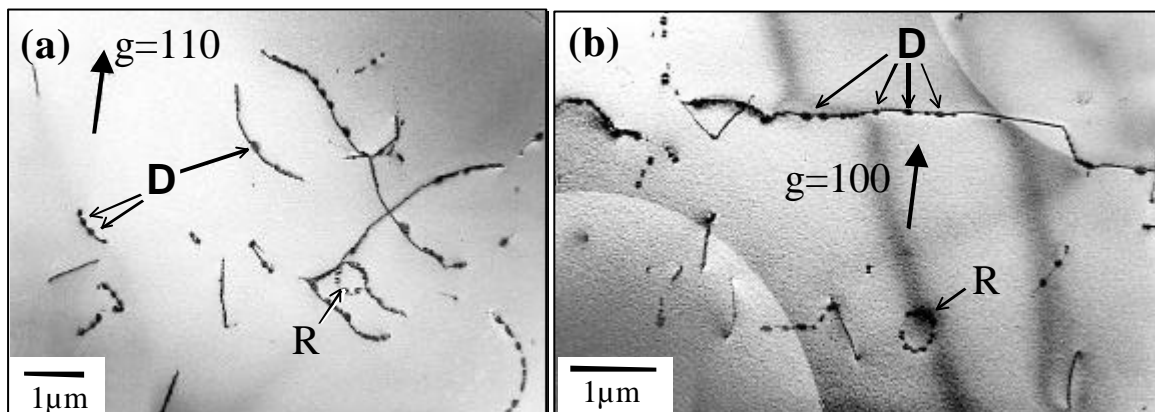


Bild 7.3: Versetzungsanordnung in unverformten SrTiO_3 -Einkristallen, (a) 3 Tage bei 1570K in Luft angelassen; $F_n=[111]$ (b) 5 Stunden im Vakuum von mindestens 10^{-4} mbar bei 1270K reduziert; $F_n=[001]$.

7.1.1.1 Bestimmung der Versetzungsdichte unverformter Proben

Für die Bestimmung der Versetzungsdichte mit Hilfe von TEM muß berücksichtigt werden, daß je nach gewähltem Beugungsvektor g Versetzungen mit bestimmten Burgersvektoren keinen Kontrast ergeben. Deshalb sind mehrere Aufnahmen derselben Stelle eines Präparats mit verschiedenen Beugungsvektoren erforderlich. Dennoch sind die im folgenden erwähnten Fehler nicht ausgeschlossen: (a) Die inhomogene Verteilung der Versetzungen in den verformten Kristallen. (b) Herauswandern der Versetzungen aus der TEM-Folie während der Präparation.

Zur Bestimmung der Versetzungsdichte aus TEM-Aufnahmen werden in der Literatur verschiedene Methoden vorgeschlagen, wie [Smit1], [Bail1], [Ham1] und [Stee1]. In der vorliegenden Arbeit erfolgte die Bestimmung der Versetzungsdichte ρ mit Hilfe von

„random line method“ [Stee1]. Dazu wurden auf die TEM–Aufnahmen Kreise der selben Durchmesser aber verschiedener Zentren gezeichnet und deren Schnittpunkte mit Versetzungen gezählt. Folgende Beziehung wurde zur Bestimmung der Versetzungsdichte in cm^{-2} verwendet [Stee1]:

$$r = \frac{pN}{2lt} \quad (7.1)$$

Hierin ist N die Anzahl der Schnittpunkte, l die Länge der eingezeichneten Kreise und t die Dicke der Folie. Die Versetzungsdichte der unverformten Probe betrug $8 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$.

7.1.2 TEM–Untersuchungen im Bereich A

7.1.2.1 Verformung bei 197K

Bild 7.4 zeigt die Versetzungsanordnung einer Probe, die in einem Gemisch aus Trockeneis (CO_2) und Alkohol bei 197K etwa 4,3% plastisch verformt wurde. Alle sichtbaren Versetzungen haben den Burgersvektor $b = a_0[0\bar{1}1]$ und liegen auf der (011)–Ebenen. Der Beugungsvektor g liegt parallel zum Burgersvektor b . Die Foliennormale F_n und die Richtung des einfallenden Elektronenstrahles B sind jeweils parallel zu $F_n = [011]$ – und $B = [\bar{1}33]$ –Richtungen. Die zum großen Teil aus Dipolen bestehenden lange Versetzungen in Form eines Netzwerkes sind leicht in Bild 7.4 zu erkennen. Die Schraubensetzungsanteile sind ziemlich gerade im Gegensatz zu den Stufenversetzungsanteile, die stufenförmig (ähnlich wie sehr große Kinken) in Gleitrichtung ausgebaucht sind.

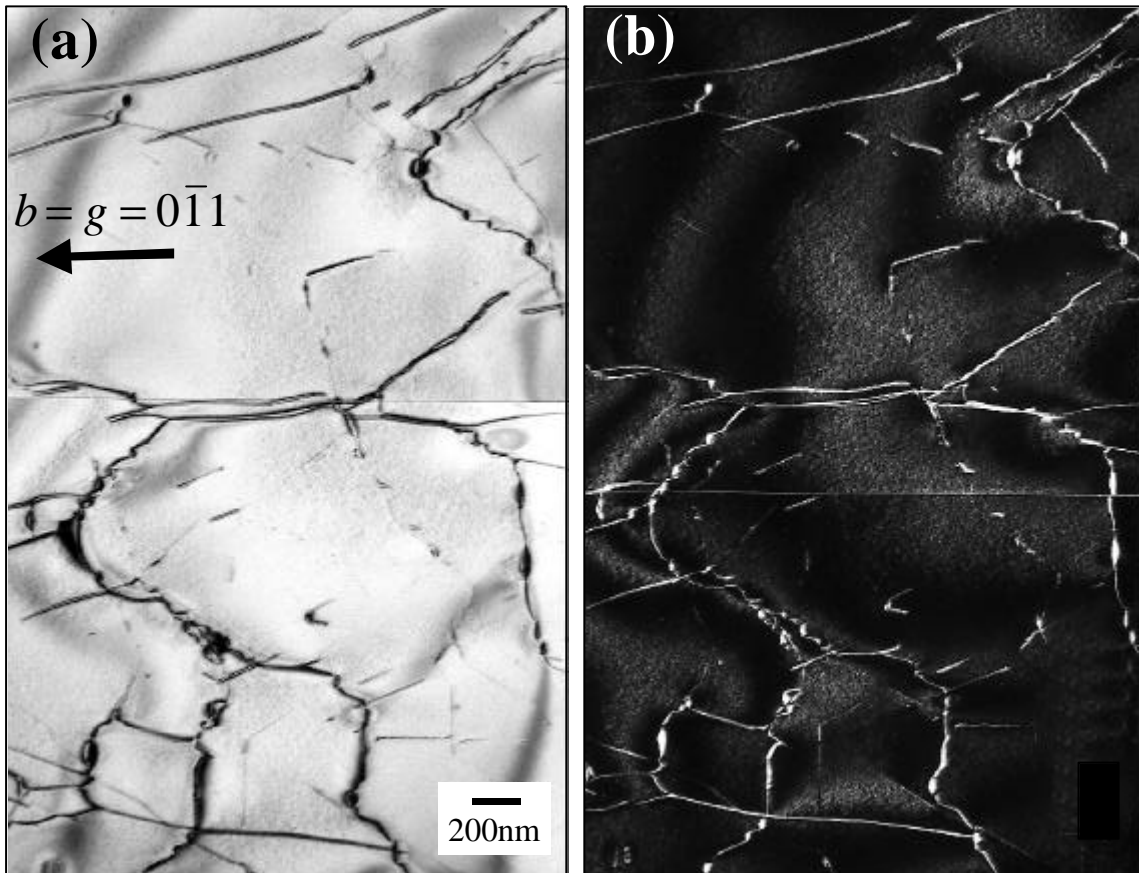


Bild 7.4: Versetzungsanordnung einer bei 197K um 4,3% plastisch verformten SrTiO_3 -Probe der $\langle 001 \rangle$ -Druckachse. $F_n = [011]$, $B @ [\bar{1}33]$. (a) Hellfeld-Abbildung; (b) Weak-Beam-Abbildung unter $(g, 3g)$ -Bedingung bei gleicher Vergrößerung wie (a). Der Burgersvektor und der Beugungsvektor sind identisch und parallel zur $[0\bar{1}1]$ -Richtung.

7.1.2.2 Verformung bei Raumtemperatur

Bild 7.5 zeigt die Versetzungsanordnung einer Probe, die in Luft bei Raumtemperatur etwa 3% plastisch verformt wurde. Alle sichtbaren Versetzungen haben den Burgersvektor $b = a_0[0\bar{1}1]$ und liegen auf der (011) -Ebene. Der Beugungsvektor g ist hier parallel zum Burgersvektor b . Die Foliennormale F_n und der einfallende Elektronenstrahl B sind jeweils parallel zu $[011]$ - bzw. $[111]$ -Richtungen.

Ähnlich wie bei der Verformung bei 197K bestehen die langen Versetzungen aus Dipolen. Die Schraubenversetzungen (mit Z gekennzeichnet) sind durch sehr schwache Konturen miteinander verbunden. Derartige Versetzungen wurden auch bei 197K beobachtet.

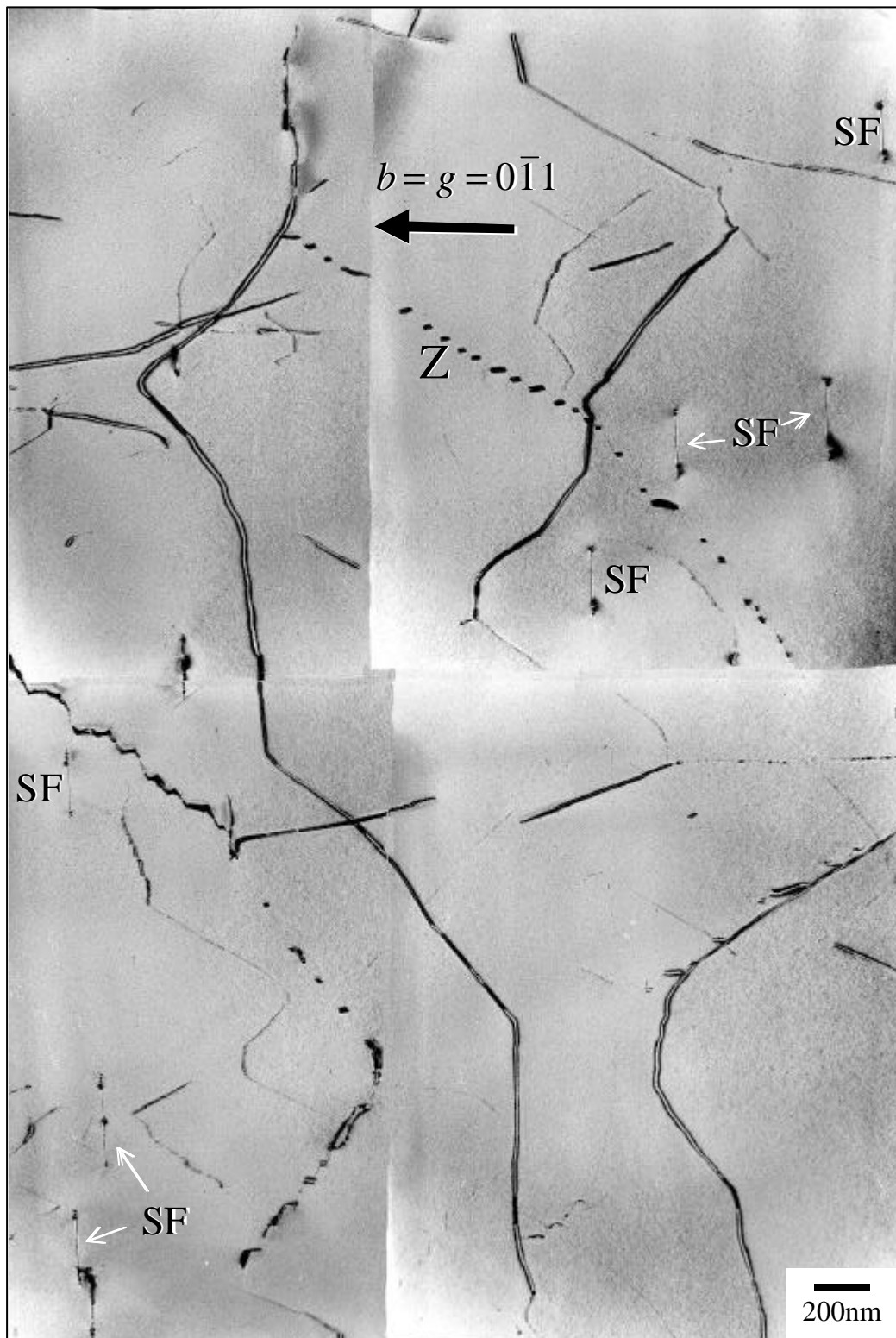


Bild 7.5: Versetzungsanordnung einer bei RT um 3% plastisch verformten SrTiO_3 -Einkristall. $F_n=[011]$, $B@ [111]$. Der Burgersvektor b und der Beugungsvektor g sind identisch und parallel zu $[0\bar{1}1]$ -Richtung.

Weiter sind aufgesplante Versetzungen und deren Stapelfehlerebene (mit SF gekennzeichnet) zu erkennen. Aufgrund ihrer Lage senkrecht zur Bildebene, lassen sich diese

Stapelfehlerebenen als schmale Striche zwischen den Versetzungsdurchstoßpunkten abbilden. Die Stapelfehlerebene von SF–Teilversetzungspaaren liegt in der (011)–Ebene. Die Stapelfehlerenergie dieser Partialversetzungen wurde durch die Messung der Stapelfehlerweite mit Hilfe von Gleichung (2.39) berechnet, die zusammen mit den Ergebnissen bei anderen Verformungstemperaturen in Kapitel 7.1.5 (Bild 7.22) aufgeführt ist.

7.1.2.3 Verformung bei 845K

Die Versetzungsanordnung einer Probe, die bei 845K etwa 1,4% plastisch verformt ist, zeigt Bild 7.6. Die Foliennormale F_n und der einfallende Elektronenstrahl B sind jeweils parallel zu $[011]$ – bzw. $[\bar{1}11]$ –Richtungen. Es scheint, als ob sich die Versetzungen in Bändern (oder Bündeln) zusammengelagert haben, zwischen denen versetzungsarme Gebiete liegen. Die parallelen Versetzungsbänder erstrecken sich über das gesamte kontrastreiche (sichtbare) Gebiet von etwa einigen hundert μm in der TEM–Folie.

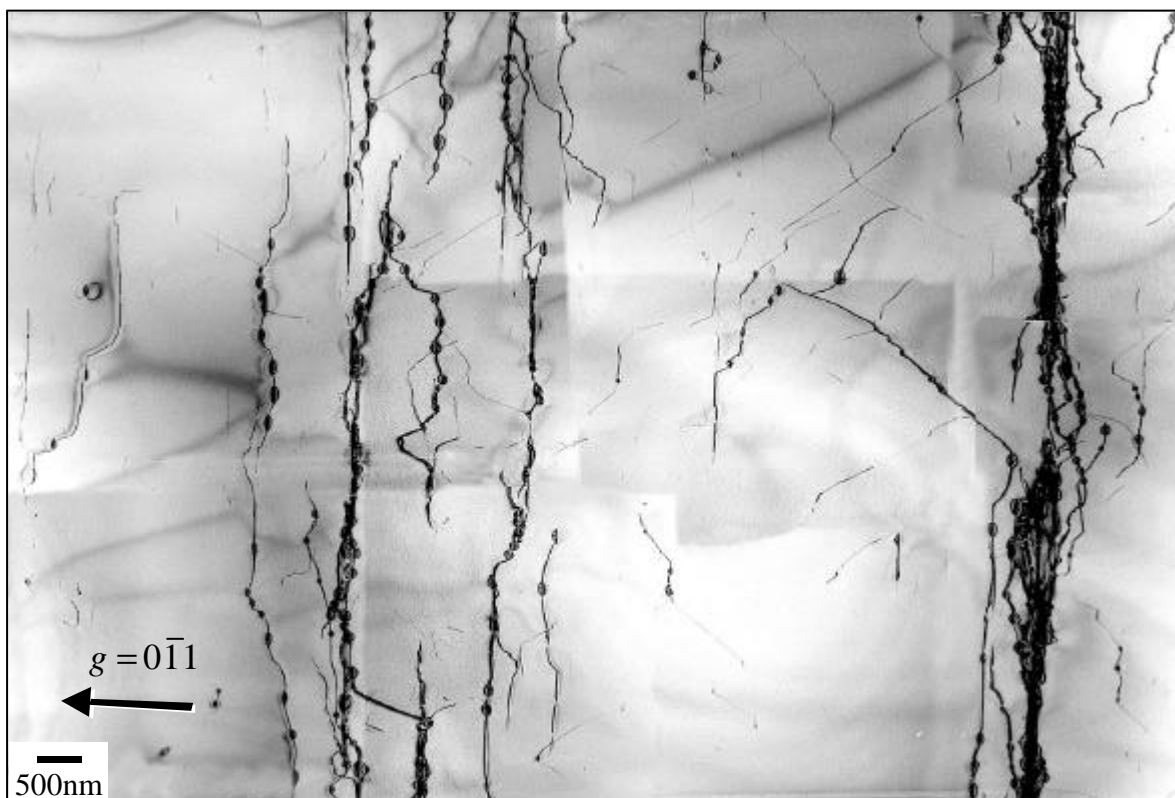


Bild 7.6: Versetzungsanordnung einer bei 845K um 1,4% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ –Probe. $F_n = [011]$, $B @ [\bar{1}11]$. Der Beugungsvektor g ist parallel zu $[0\bar{1}1]$ –Richtung.

Von der gleichen Probe wurde eine weitere TEM-Folie mit der Normale $F_n=[0\bar{1}1]$ (senkrecht zu $[011]$) präpariert. Bild 7.7 zeigt die Versetzungsanordnung dieser Folie. Die Bildebene ist hier nahezu parallel zur $(\bar{1}\bar{1}2)$ -Ebene. Die kurzen parallelen Versetzungen (mit **II** gekennzeichnet) haben den Burgersvektor parallel zur $\langle 111 \rangle$ -Richtung und liegen ebenfalls auf $\{011\}$ -Ebenen. Damit liegen sie auf dem sekundären Gleitsystem, dessen Schmidfaktor $m_s \approx 0,408$ beträgt. Diese Versetzungen scheinen stets paarweise auf. Das primäre Gleitsystem $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{011\}$ besteht aus den übrigen längeren Versetzungen (mit **I** gekennzeichnet).

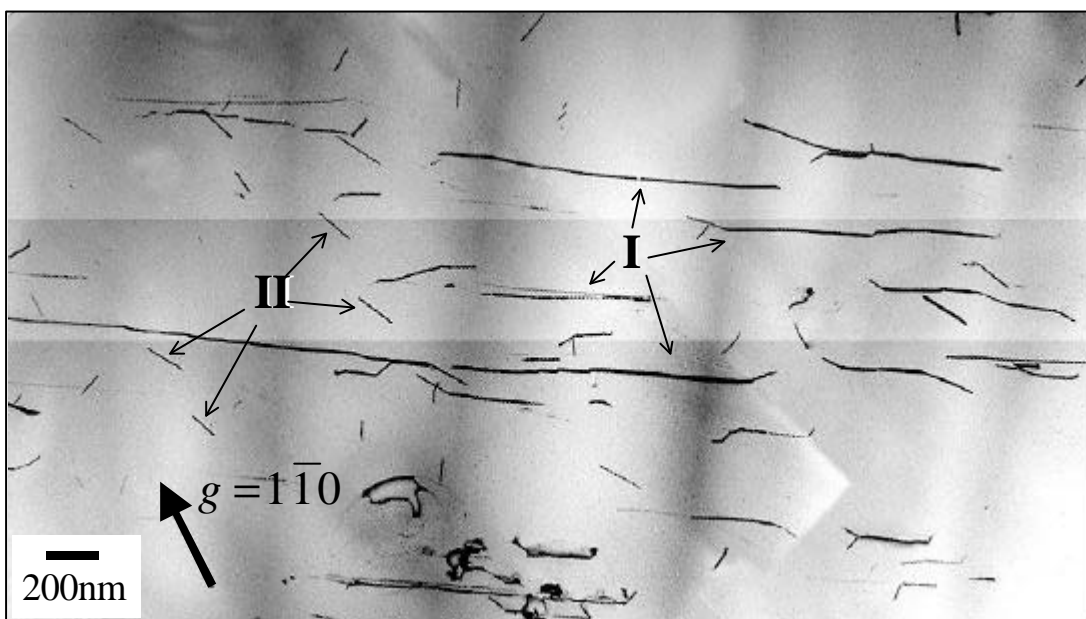


Bild 7.7: Versetzungsanordnung in einer Folie mit der Normale $F_n=[0\bar{1}1]$ aus der gleichen bei 845K verformten Probe, wie von Bild 7.6. Der einfallende Elektronenstrahl hat etwa die Richtung $[\bar{1}\bar{1}2]$. Versetzungen „I“ gehören zum primären Gleitsystem: $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{011\}$ und Versetzungen „II“ zum sekundären Gleitsystem: $\langle 111 \rangle \{011\}$.

Bild 7.8 zeigt einen breiten Stapelfehler in der TEM-Folie mit der Normale $F_n=[011]$. Die Stapelfehlerweite beträgt etwa 410nm. Aus dem Bild ist es zu entnehmen, daß zwischen den aufgespaltenen Versetzungen und der gleitenden Versetzung eine Wechselwirkung stattgefunden hat.

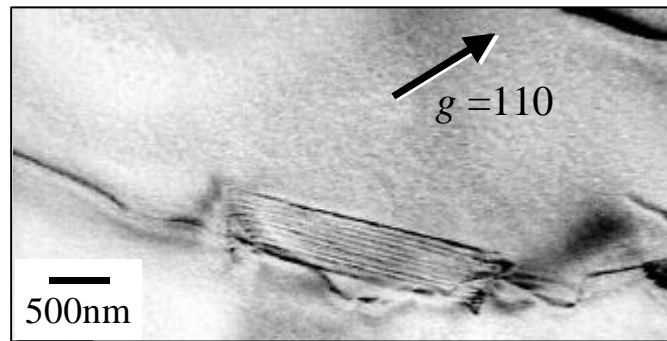


Bild 7.8: Partialversetzungen in der bei 845K verformten Probe. Hier sind $F_n=[011]$, $B@[\bar{1}13]$ und der Burgersvektor der Partialversetzungen $b=a_0/2\langle 011 \rangle$.

7.1.3 TEM–Untersuchungen im Bereich B

7.1.3.1 Mikroverformung bei 1260K

Die Bruchspannung s_{Br} beträgt für die Verformungstemperatur 1260K ungefähr 400MPa (siehe Kapitel 6.1). Da die Probensplitter nach dem Bruch so klein sind, daß die Präparation einer TEM–Folie daraus nicht möglich ist (siehe Kapitel 6.1.2), wurde eine Probe bei 1260K nur bis etwa 350MPa belastet, ungefähr für eine Minute unter dieser Spannung gehalten und anschließend entlastet und rasch abgekühlt. Damit wurden TEM–Untersuchungen von den durch sog. *Mikroverformung* entstandenen Versetzungen ermöglicht. Aus dieser Probe wurde eine TEM–Folie mit der Normalen $F_n=[011]$ präpariert. Bild 7.9 zeigt die Versetzungsanordnung dieser Folie, mit einer eingestellten Bildebene (131) und dem Beugungsvektor $[\bar{1}01]$. Auf Bild 7.9 sind deutlich die *Ansammlungen* (auch *Cluster* genannt) von Versetzungen zu beobachten, die mit **X** gekennzeichnet sind. Da in diesen Gebieten zahlreichen Stapelfehler beobachtet werden, muß ein Teil der darin enthaltenen Versetzungen dissoziiert sein. Zwischen den Clustern sind fast keine einzelnen Versetzungen in Gleitkonfiguration, wie nach der Verformung im Bereich A, zu beobachten. Die Cluster haben entweder komplexe Strukturen (mit **X** gekennzeichnet), oder einfach überschaubare Strukturen (mit **K** gekennzeichnet). Die Versetzungskonfiguration **K** liegt nahezu parallel zur Probenebene der TEM–Folie und wurde näher untersucht. Bild 7.10(a) zeigt **K** in Hellfeldabbildung und Bild 7.10(b) in Weak–Beam–Abbildung für $g=[01\bar{1}]$.

In Bild 7.11(a) ist \mathbf{K} für $g=[100]$ gezeigt. Bild 7.11(b) stellt schematisch die Struktur der Versetzungskonfiguration \mathbf{K} dar. Die Versetzungen 1 und 2 liegen auf der (110)-Ebene, die unterhalb der Versetzungen grau markiert ist.

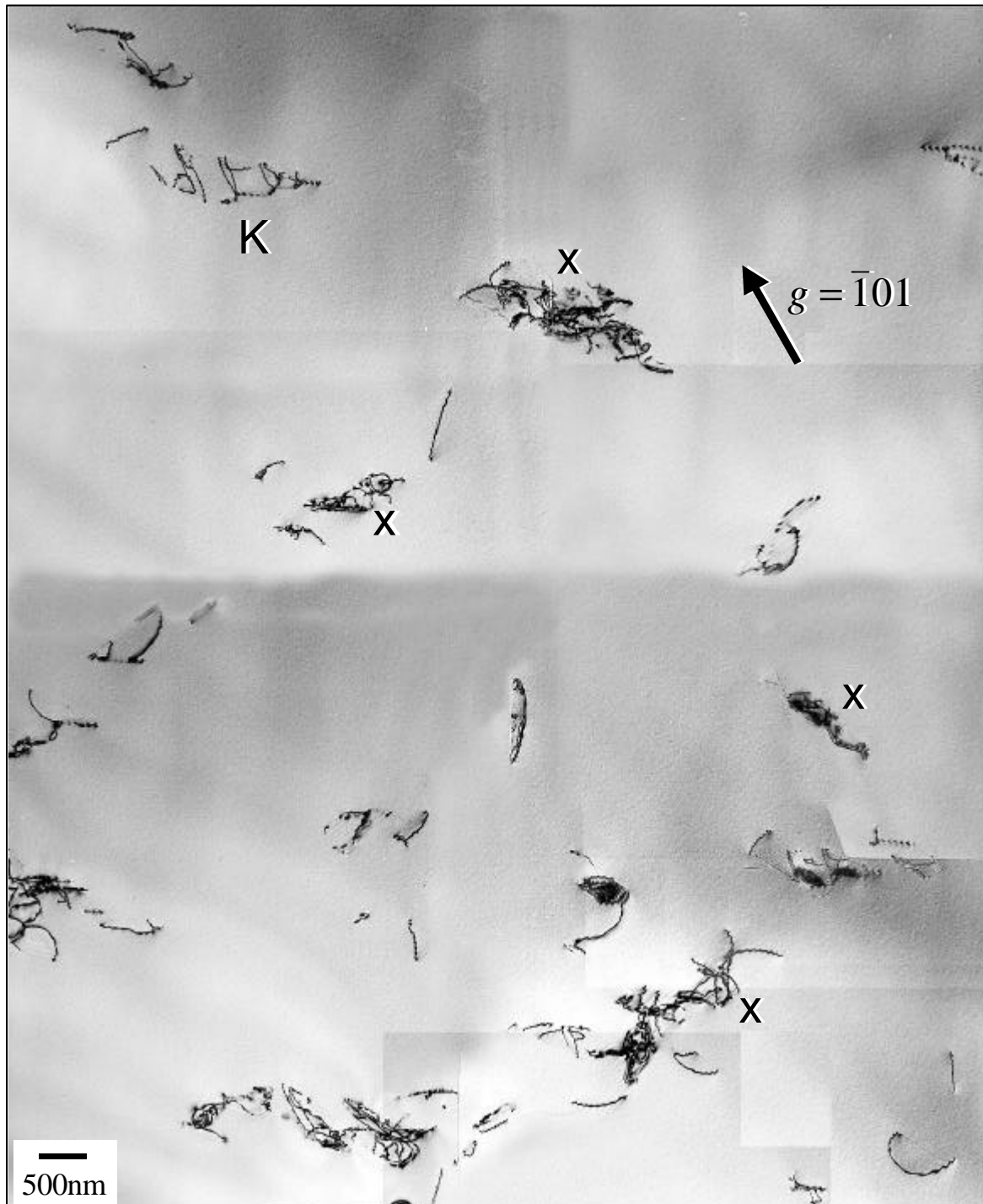


Bild 7.9: Versetzungsanordnung einer bei 1260K mit $\sigma=350\text{MPa}$ belasteten Probe. $F_n=[011]$ und der einfallende Elektronenstrahl ist parallel zur $[131]$ -Richtung.

Die Versetzungen 1 liegen, bedingt durch ihren Linienvektor $l=[001]$, auf den Schnittgeraden der Ebenen (110) und $(\bar{1}10)$.

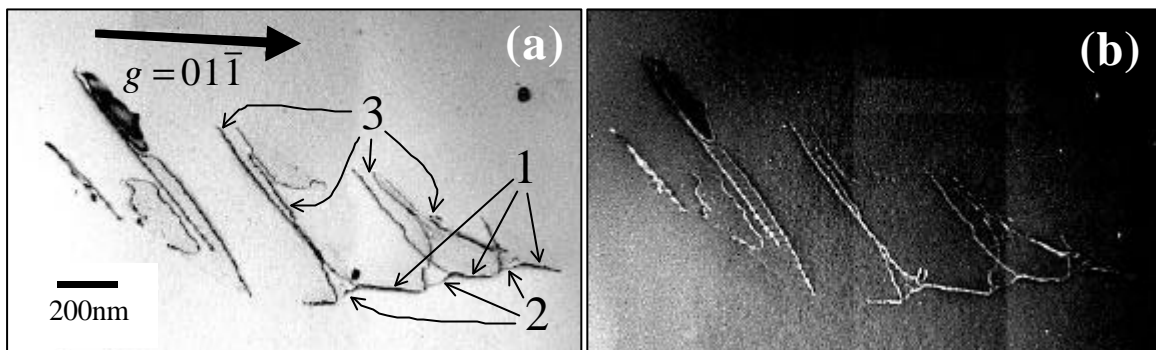


Bild 7.10: Versetzungskonfiguration **K** von Bild 7.9, $B@F_n=[011]$. (a) Hellfeldabbildung (b) Weak-Beam-Abbildung.

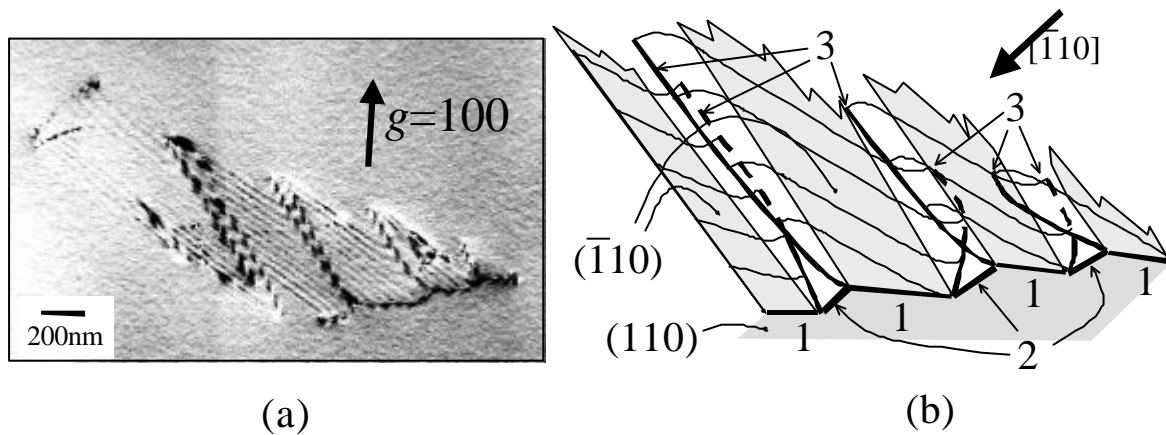


Bild 7.11: (a) Stapelfehlerkontrast der Versetzungskonfiguration **K** für den Beugungsvektor $g=[100]$ $B@F_n=[011]$. (b) Schematische Darstellung der Versetzungskonfiguration **K**.

Die Lage der Versetzungen 3 (Bild 7.10) im Kristallgitter sind etwas kompliziert. Während im Mittelbereich (senkrecht zur Versetzung 1) die durch die Versetzungen 3 aufgespannten Stapelfehlerebenen planar (grau gefärbte $(\bar{1}10)$ -Ebenen) sind, biegen sie kurz vor den Versetzungen 3 auf eine unbekannte (nicht bestimmbarer) Ebene. Dies ist umso ausgeprägter, je größer ihr Abstand zur Versetzung 1 wird. Somit ist eine genaue Aussage über die Gleitebene der Versetzungen 3 nicht einfach. Da sie nur leicht aus der $(\bar{1}10)$ -Ebene herausragen (bzw. ihr Linienvektor nur geringfügig von $[110]$ abweicht), wird in der vorliegenden Arbeit $(\bar{1}10)$ als ihre Gleitebene angenommen.

Die Ergebnisse aus der Burgersvektoranalyse der K-Versetzungen enthält Tabelle 7.1. Aufgrund der geringen Länge der Versetzungen 2 ist eine genaue Angabe über ihre Linienrichtung l bzw. deren Versetzungstyp nicht eindeutig. Aus den Analysen führen zu den folgenden Linienrichtungen: $[1\bar{1}1]$ und $[1\bar{1}0]$. Daraus ergibt sich für Versetzung 2 entweder ein gemischter Charakter oder ein Schraubencharakter.

Tabelle 7.1: Ergebnisse aus der Burgersvektoranalyse der Versetzungen von Bild 7.11(a).

Versetzungs-Nr.	b	l	Gleitebene	Typ
1	$[1\bar{1}1]$	$[001]$	(110)	gemischt
2	$[1\bar{1}0]$	entweder: $[1\bar{1}1]$ oder: $[1\bar{1}0]$	(110)	gemischt Schraube
3	$[001]$	$[110]$	$(\bar{1}10)$	Stufe

In Bild 7.12(a) erkennt man bei A eine ähnliche Struktur wie K. Bei B sieht man eine Versetzungskonfiguration, deren Struktur weitgehend ungeschädigt durch Präparation zu sein scheint. Die Versetzungskonfiguration B sieht man hier aus einer Perspektive, die vergleichbar der in Bild 7.11(b) ist, falls die Versetzungen aus der eingezeichneten Richtung $[\bar{1}10]$ beobachtet werden. Konsequenterweise sind die Bezeichnungen 1, 2 und 3 auch für B verwendbar. Bild 7.13(a) zeigt schematisch die Konfiguration B aus einer schrägen Blickrichtung. Würde man die Konfiguration B in Bild 7.13(a) von der Ebene i bis zum Schnitt x_1-y_1 und von der gegenüberliegenden Seite bis zur Ebene ii (Schnitt x_2-y_2) durch Präparation der TEM-Folie abtragen und das Mittelstück verdrehen —wie der Pfeil in Bild 7.13(b) verdeutlicht—, so entstünde die Versetzungskonfiguration von Bild 7.14. In diesem Bild sind die Durchstoßpunkte der Partialversetzungspaare, sowie die senkrecht zur Bildebene stehenden Stapelfehlerebenen (schmale Linien zwischen den Punkten) zu sehen. Hier wurden auf einer Länge von etwa $13\mu\text{m}$ insgesamt 53 Partialversetzungspaare hintereinander beobachtet.

Manche Versetzungen können zum Teil ihre bei 1260K und unter 350MPa geformte Struktur verändern, wenn sie lange genug mit fokussiertem Elektronenstrahl im TEM bestrahlt werden. Dabei bilden sich aus den geraden Versetzungen gezackte, treppenartigen Strukturen, die sich in geordneter Weise in Halbkreise aufspalten. In Bild 7.15(a)

sind die Versetzungen A und B zusammen mit einem dunklen Cluster unter einem schwachen, defokussierten Elektronenstrahl abgebildet worden. Da die Cluster erheblich größere Dimensionen als die in Kapitel 7.1.1 erwähnten Dekorationen haben, sind sie mit großer Wahrscheinlichkeit anderer Herkunft und Natur. Diese Aussage wird dadurch bekräftigt, daß an keiner der in dieser TEM-Folie beobachteten Versetzungen solche Dekorationen, wie in Bild 7.3(a) und (b) gezeigt, gefunden wurden.

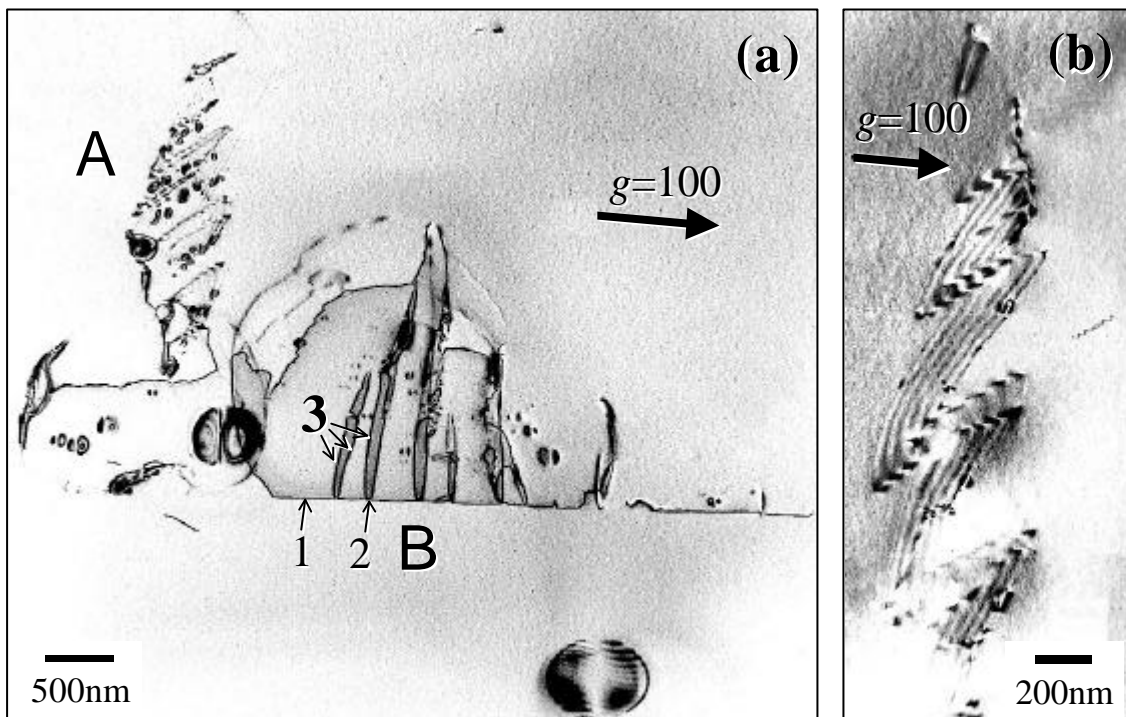


Bild 7.12: (a) Aufgespaltene Versetzungen wie die Konfiguration K: A hat vergleichbare kristallographische Lage mit K; B liegt parallel zur Bildebene. (b) Kontrastreiche Stapelfehler unter dynamischer Reflektionsstellung macht die nicht-planare Form der Stapelfehler deutlich. $B @ F_n = [011]$ für beide Bilder.

wurden terrassenförmige Gebilde erzeugt. Die neuen Strukturen von A und B (in Bild 7.15(b) und (c)) sind vergleichbar mit der Versetzungsstruktur in Bild 7.13(a), jedoch in kleineren Ausdehnungen. Die unterschiedlichen Ausdehnungen lassen sich möglicherweise damit begründen, daß die Strukturen in Bild 7.10 und Bild 7.12 während der Präparation durch Ionenbeschuß entstanden sind. Die Ionen übertragen lokal größere Energie und Impulse an bestimmte Atome entlang dieser Versetzungen als die Elektronen. Jedoch kann man davon ausgehen, daß einige Versetzungen, darunter A und B (in Bild 7.15(b) und (c)), unbeeinflusst ihre ursprüngliche Struktur beibehalten haben.

Die „Terrassenbildung“ scheint entlang der einzelnen Versetzungen inhomogen zu entstehen. Ebenso verändern sich manche Versetzungen der Cluster, die unter den gleichen Bedingungen stehen, gar nicht. Bild 7.15(c) zeigt die beschriebenen Versetzungen bei dem Beugungsvektor $[100]$.

Bild 7.16 zeigt eine Aufspaltung der Partialversetzungen mit dem Burgersvektor $b_1 = b_2 = \frac{a_0}{2} [\bar{1}01]$. Die Stapelfehlerbreite beträgt $w=1700\text{nm}$. Die Partialversetzungen haben den Linienvektor $l=[001]$ und somit einen gemischten Charakter (50%–Schraube, 50%–Stufe).

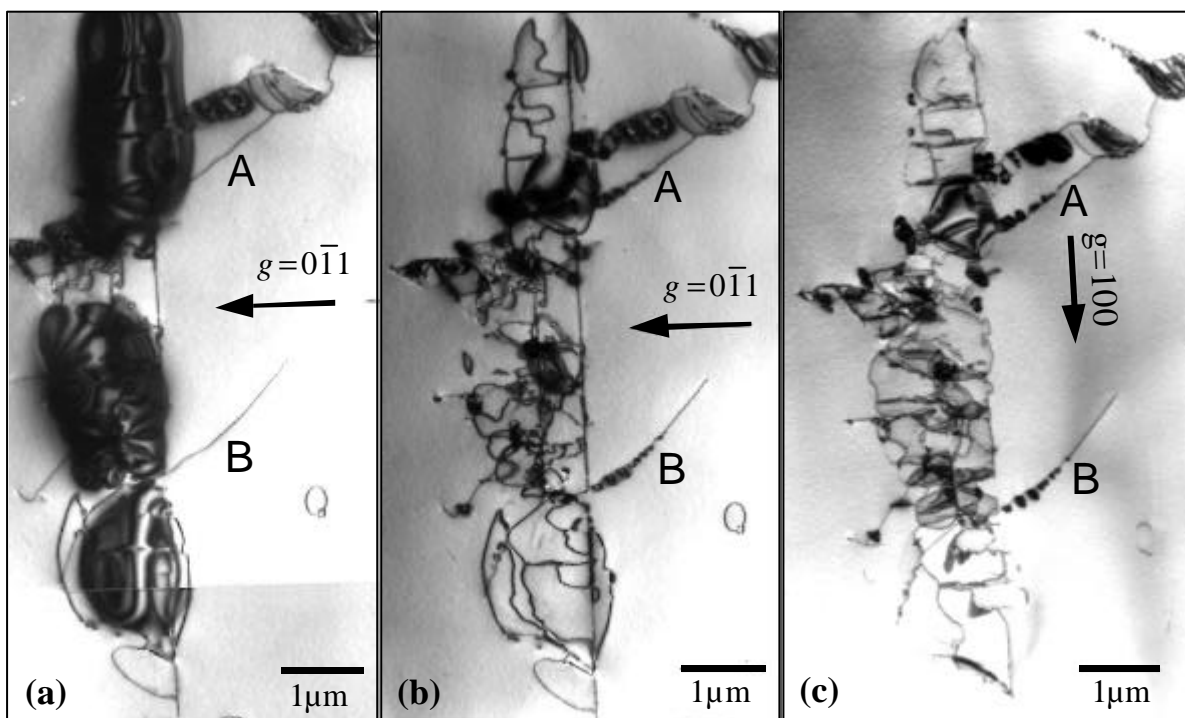


Bild 7.15: Hellfeldabbildungen unter einem einfallenden Elektronenstrahl etwa parallel zu $[011]$ -Richtung aufgenommen mit defokussiertem Elektronenstrahl:

(a) bei $g=0\bar{1}1$; (b) nach der intensive Bestrahlung mit fokussiertem Elektronenstrahl im TEM bei dem gleichen Burgersvektor und (c) bei $g=100$, $F_n=[011]$.

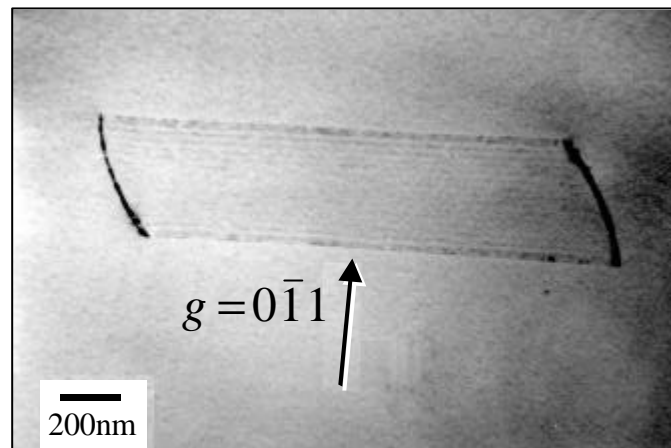


Bild 7.16: Stapelfehlerebene zwischen zwei Partialversetzungen. $F_n = [011]$, $B@[\bar{1}11]$.

7.1.3.2 Mikroverformung bei 1483K

Eine Druckprobe wurde bei 1483K, also gegen Ende des Bereiches B, bis 850MPa belastet, so daß es keinen Bruch und keine Risse gibt und anschließend entlastet. Die durch diese Mikroverformung entstandenen Versetzungen sollte im TEM untersucht werden. Aus dieser Probe wurde eine TEM-Folie mit der Normale $F_n=[001]$ für weitere Untersuchungen präpariert. Bild 7.17 zeigt aufgespaltene Versetzungen, die den Partialversetzungen 3 aus Bild 7.13(a) entsprechen. Die Stapelfehler sind schwach erkennbar.

Die mit 1 und 2 aus Bild 7.13(a) vergleichbare Versetzungen sind in Bild 7.17 nicht mehr zu erkennen, da sie im Laufe der Präparation abgetragen worden sind. Die Wirksamkeit des ähnlichen Versetzungsmechanismus wie bei 1264K ist hier deutlich.

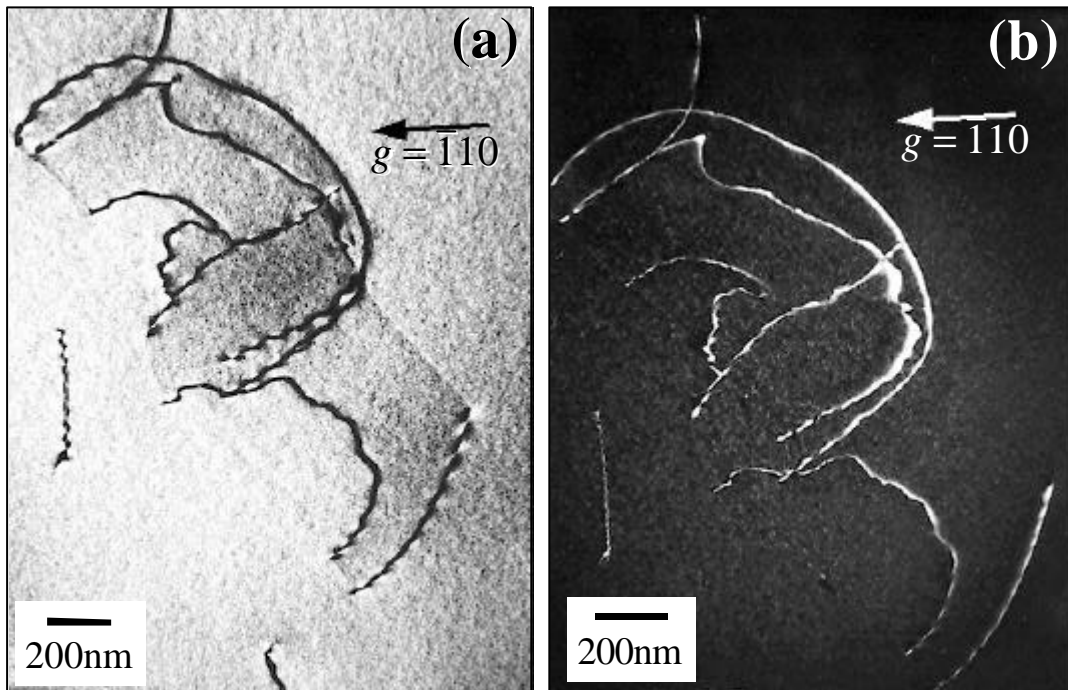


Bild 7.17: Aufspaltung der Versetzungen bei 1483K; $F_n=[001]$. (a) Hellfeldabbildung, (b) Weak-Beam-Abbildung.

7.1.4 TEM-Untersuchungen im Bereich C

Die Ergebnisse der Hochtemperaturverformungen zeigen einige Unterschiede zwischen dem Anfangsbereich ($1500\text{K} < T < 1600\text{K}$) und dem Endbereich ($T > 1650\text{K}$).

Im gesamten Bereich C wurden viele prismatische Versetzungsringe unterschiedlicher Größe beobachtet. Es hat sich ergeben, daß die untersuchten Versetzungsringe vom Zwischengittertyp sind. Manche prismatische Versetzungsringe sind nicht vollständig geschlossen (wie der mit R gekennzeichnete Ring in Bild 7.21), weil durch die Präparation Material an diesen Stellen der TEM-Folie abgetragen wurde. Dennoch bleibt die runde Form bei den während der Präparation im Ionendünngerät herrschenden Temperaturen (vermutlich etwa 100°C bis 200°C) noch erhalten.

7.1.4.1 Verformung bei 1512K

Charakteristisch für die Verformung zu Beginn des Bereiches C sind *Ketten von sehr kleinen Versetzungsringen*, wie diese in Bild 7.18 zu erkennen sind. Sie liegen auf (100)-Ebenen und sind entlang der [010]-Richtung angeordnet. Bei den Verformungen zu Beginn des Bereiches C sind sehr wenige Dipole beobachtet worden.

7.1.4.2 Verformung bei 1558K

Bild 7.19 zeigt die Versetzungsstruktur einer bei 1558K um etwa 2,2% plastisch verformten Probe. Die Versetzungen A haben den Burgersvektor $b_A = a_0 \langle 011 \rangle$ und gleiten auf $\{0\bar{1}1\}$ -Ebenen. Sie bilden das primäre Gleitsystem. Die mit den Versetzungen A verbundenen Ringe C haben den Burgersvektor $a_0 \langle 100 \rangle$ und liegen auf $\{001\}$ -Ebenen. Es wurden wenige $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen (mit reinem Schraubencharakter) gefunden, deren Gleitebene $\{001\}$ -Ebene war. Ebenso sind auch einige $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen beobachtet worden, die auf $\{011\}$ -Ebenen lagen.

Bild 7.20(a) zeigt eine Versetzung S, die lokal in die Teilversetzungen S1 und S2 aufgespalten ist. In Tabelle 7.2 sind die Ergebnisse aus der Burgersvektoranalyse eingetragen. Bild 7.20(b) stellt schematisch dar, wie die o.g. Versetzungen auf den Ebenen der Kristallgitter liegen.

Zusätzlich gibt es Versetzungen B (siehe Bild 7.19), die meistens in gewölbter Form, oder als Ringe auftreten und deren Burgersvektor b_B parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung ist und auf Ebenen $\{001\}$ oder $\{011\}$ liegen und damit einen Schmidfaktor von $m_S = 0$ haben. Würde man senkrecht zur Gleitebene dieser $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen schauen, wie etwa in Bild 7.19 für einige von ihnen der Fall ist, stellt man fest, daß sie eine stark gewölbte Form besitzen, was auf ihre relativ flachen Peierlstäler im Vergleich zu denen von $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen hinweist. Denn die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen kommen meistens in geraden Stücken vor.

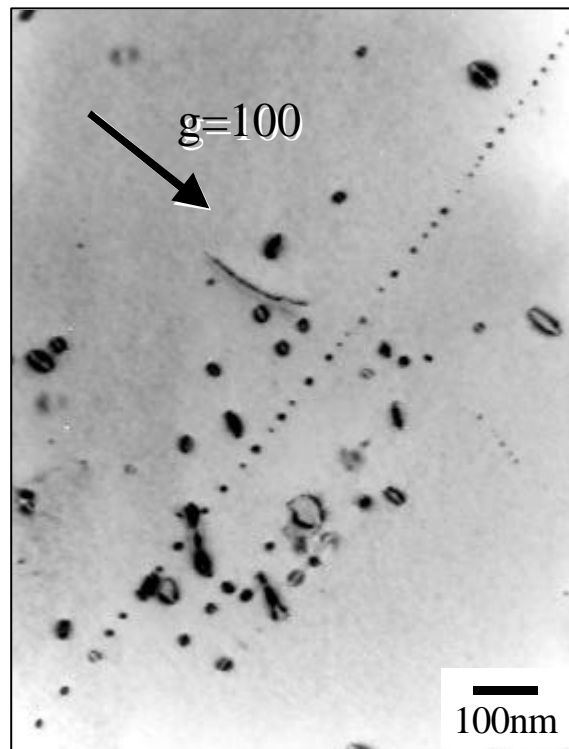


Bild 7.18: Eine Kette von kleinen Versetzungsringen (senkrecht zum Beugungsvektor g). Sonstige bohnenförmige Versetzungsringe sind infolge des Bestrahlebens der TEM-Folie im Mikroskop durch den Elektronenstrahl verursacht. $F_n=[001]$, $\varepsilon_p=1,2\%$.

Tabelle 7.2: Ergebnisse aus der Burgersvektoranalyse der Versetzungen in Bild 7.20(a).

Versetzungs-Nr.	b	l	Gleitebene	Typ
S	[110]	[11 $\bar{2}$]	(1 $\bar{1}0$)	gemischt
S1	[010]	[001]	(100)	Stufe
S2	[100]	Halbring mit: [100] bzw.[001]	(010)	Schrauben- bzw. Stufensegmente

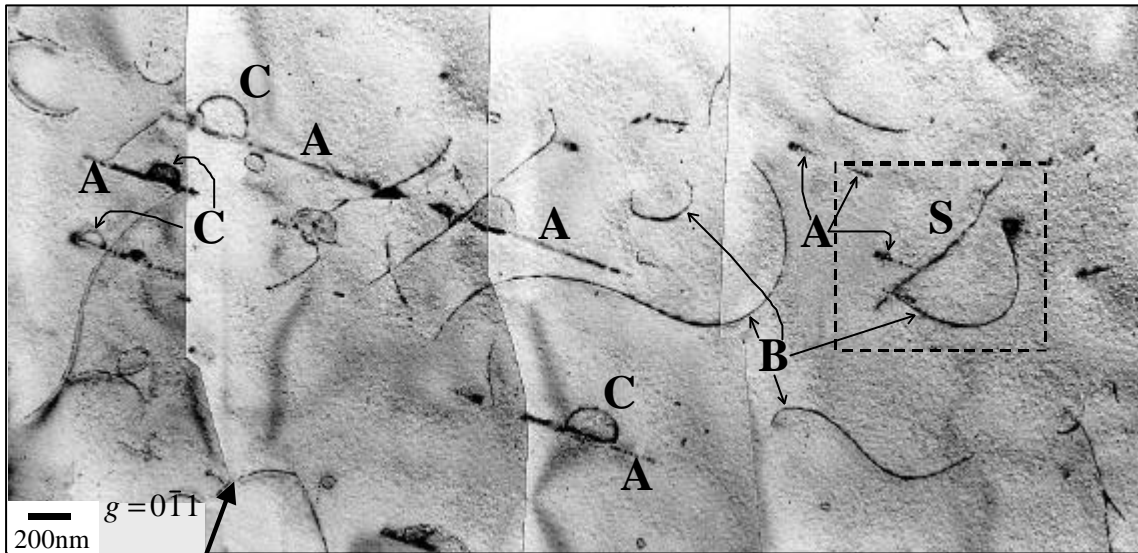


Bild 7.19: Versetzungsstruktur einer bei 1558K um 2,2% plastisch verformten Probe. : $B@[011]$, $F_n=[011]$.

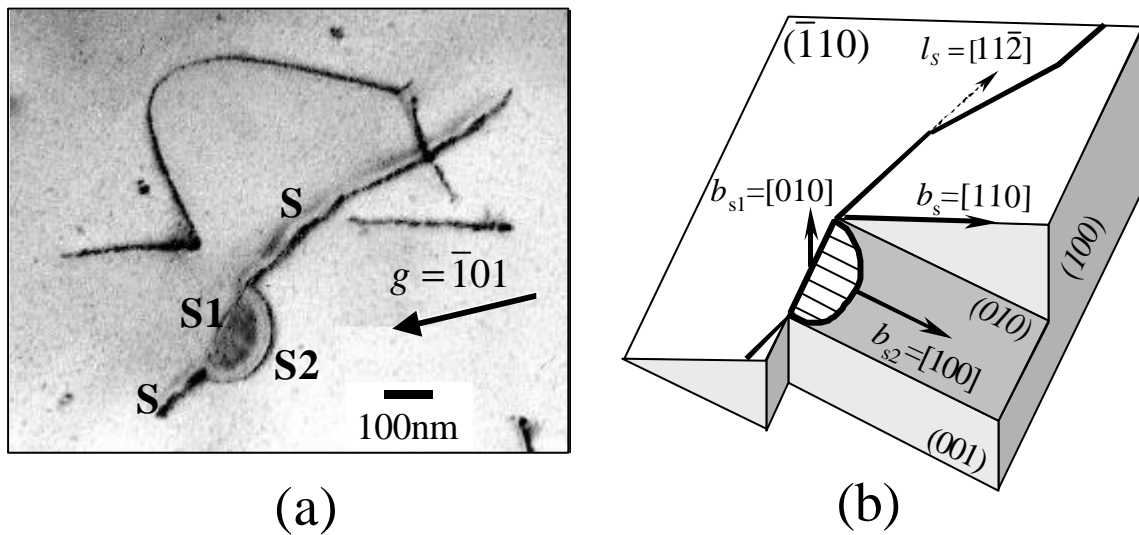


Bild 7.20: (a) Lokale Aufspaltung einer Versetzung der gleichen TEM-Folie von Bild 7.19 unter der einfallenden Elektronenrichtung $B@[131]$ (der Ausschnitt, der S beinhaltet, um 180° gedreht). (b) Schematisch ist die Lage der Versetzungen S, S1 und S2 zusammen mit ihren Burgersvektoren und Ebenen dargestellt.

7.1.4.3 Verformung bei 1810K

Bild 7.21 zeigt die Versetzungsstruktur einer bei 1810K, also am Ende vom Bereich C, um 4,7% plastisch verformten Probe.

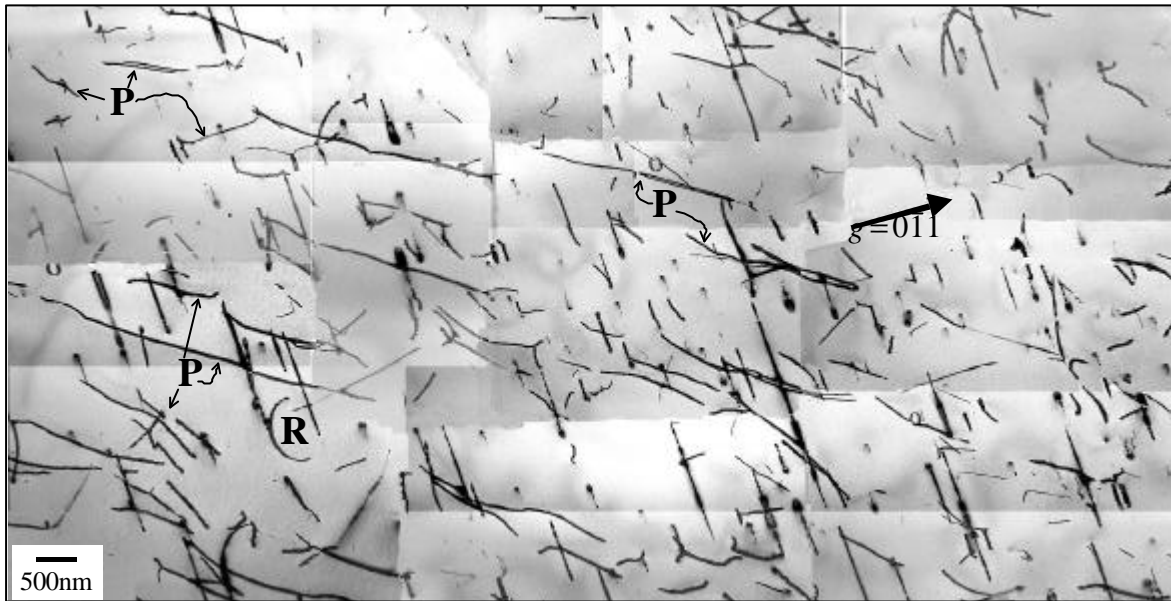


Bild 7.21: Versetzungsstruktur einer bei 1810K um $\epsilon_p=4,7\%$ verformten Probe. $B@[011]$, $F_n=[011]$. R ist ein Versetzungsring, dessen Hälfte während der Präparation abgetragen wurde.

Aus den Ergebnissen der Burgersvektoranalyse folgt, daß neben den Versetzungen des primären Gleitsystems $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{011\}$ (Schmidfaktor: $m_s=0,5$), die in Bild 7.21 mit P gekennzeichnet sind, ein sekundäres $\langle 0\bar{1}1 \rangle \{111\}$ existiert, dessen Schmidfaktor $m_s=0,408$ beträgt und dessen Versetzungen, wie in Bild 7.21 zu sehen ist, senkrecht zum Beugungsvektor g liegen. Würde man senkrecht zur Gleitebene der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen diese beobachten, würde man feststellen, daß sie eine ziemlich geraden Form besitzen. Dies steht im Gegensatz zu den $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen, die in raumtemperaturverformten Proben beobachtet worden sind (siehe Bild 7.5).

Die untersuchten Versetzungsringe sind prismatisch und haben interstitiellen Charakter. Ihr Burgersvektor liegt parallel zur $\langle 001 \rangle$ -Richtung und die Ringe liegen auf den dazugehörigen $\{001\}$ -Ebenen. Ein Teil des Versetzungsringes R ist infolge des Materialabtrag während der Präparation verschwunden. Dennoch ist er nicht aus der Probe auf Grund von Bildkräften herausgezogen, wie dies bei Metallen oft der Fall ist.

7.1.5 Berechnung der Stapelfehlerenergie der verformten Proben

Die gemessene Stapelfehlerweite w von Partialversetzungen mit dem Burgersvektor

$b_1 = b_2 = \frac{a_0}{2} [\bar{1}01]$ wurde für die Verformungen bei RT, 845K und 1260K in Gleichung

(2.39) eingesetzt und daraus die Stapelfehlerenergie g_{SF} für $G=121,5$ GPa (siehe Tabelle 2.1) berechnet. In Bild 7.22 sind diese über der Temperatur aufgetragen. Man erkennt einen linear mit steigender Temperatur abfallenden Verlauf.

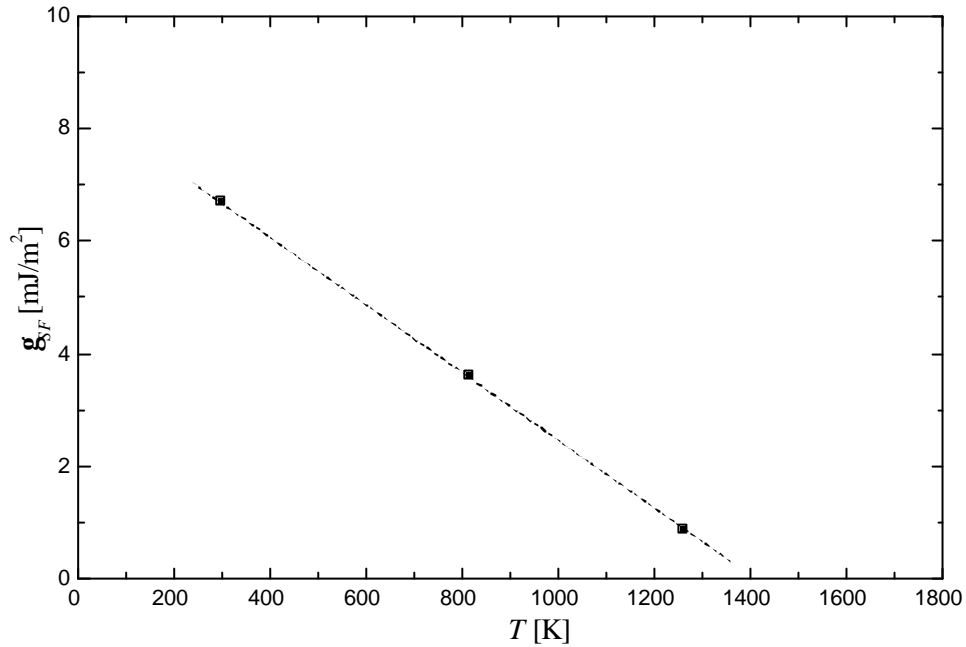


Bild 7.22: Temperaturabhängigkeit der Stapelfehlerenergie für $\langle 011 \rangle$ -Partialversetzungen berechnet aus Gleichung (2.39).

7.2 Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen

7.2.1 Bereich A

Dieses Kapitel umfaßt die Ergebnisse aus den lichtmikroskopischen Untersuchungen der im Bereich A verformten $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben. Weiter wird der Einfluß der Verformung im Bereich C auf eine bei RT vorverformte $\langle 001 \rangle$ -Probe gezeigt. Zusätzlich enthält dieses Kapitel die lichtmikroskopischen Untersuchungen an einer durch Anlassen bei 1273K im Vakuum geglühten („reduzierten“) $\langle 001 \rangle$ -Probe nach der Verformung bei RT.

7.2.1.1 Untersuchungen an $\langle 001 \rangle$ -Proben

Ist die Druckachse einer Probe parallel zu $[001]$ -Richtung, so gleiten die Versetzungen im Bereich A auf folgenden vier Ebenen: (011) , $(0\bar{1}1)$, (101) und $(\bar{1}01)$ und in dazu gehörenden Richtungen: $\pm[0\bar{1}1]$, $\pm[011]$, $\pm[\bar{1}01]$ und $\pm[101]$. Da die Normale der o.g. Gleitebenen sowie die Gleitrichtungen unter 45° zur Druckachse liegen, ist der Schmidfaktor $m_s=0,5$. Damit gehören diese Versetzungen zum primären Gleitsystem.

In Bild 7.23 sind die Gleitebenen, wie aus Bild 7.24 entnommen, schematisch dargestellt. Der berechnete Schmidfaktor ist für alle in Bild 7.24 erwähnten Gleitrichtungen bzw. -ebenen gleich^(#), trotzdem findet in der Praxis Gleitung immer bevorzugt auf einer dieser Ebenen die Gleitung statt. Dies ist aus Bild 7.24 deutlich zu erkennen. Die auf den Gleitebenen nach der Verformung existierende Versetzungen erzeugen aufgrund ihrer weitreichenden Spannungsfelder Verzerrungen im Kristallgitter, unter anderem parallel zu diesen Ebenen. Mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik in einem Lichtmikroskop können diese elastischen Felder, und somit die Gleitebenen der Versetzungen, sichtbar gemacht werden, falls die zu untersuchende Probe durchsichtig und rißfrei ist, was für die in Bild 7.24 dargestellten Proben der Fall ist. Die unter 45° zur Druckachse abgebildeten Streifen unterschiedlicher Kontraste (parallel zu den gestrichelten Linien) deuten auf die oben erwähnten $\{011\}$ -Ebenen hin. Diese Streifen sind charakteristisch

^(#) Ist eine Ebene aufgrund einer Abweichung der Druckachse von $[001]$ etwas steiler orientiert, so ist die senkrecht dazu liegende Ebene um denselben Betrag flacher. Somit ändert sich der Schmidfaktor für alle Gleitebenen um den gleichen Betrag.

für die Verformung von Proben bei allen untersuchten Orientierungen im Bereich A (siehe Kapitel 7.2.1.2 und 7.2.1.3).

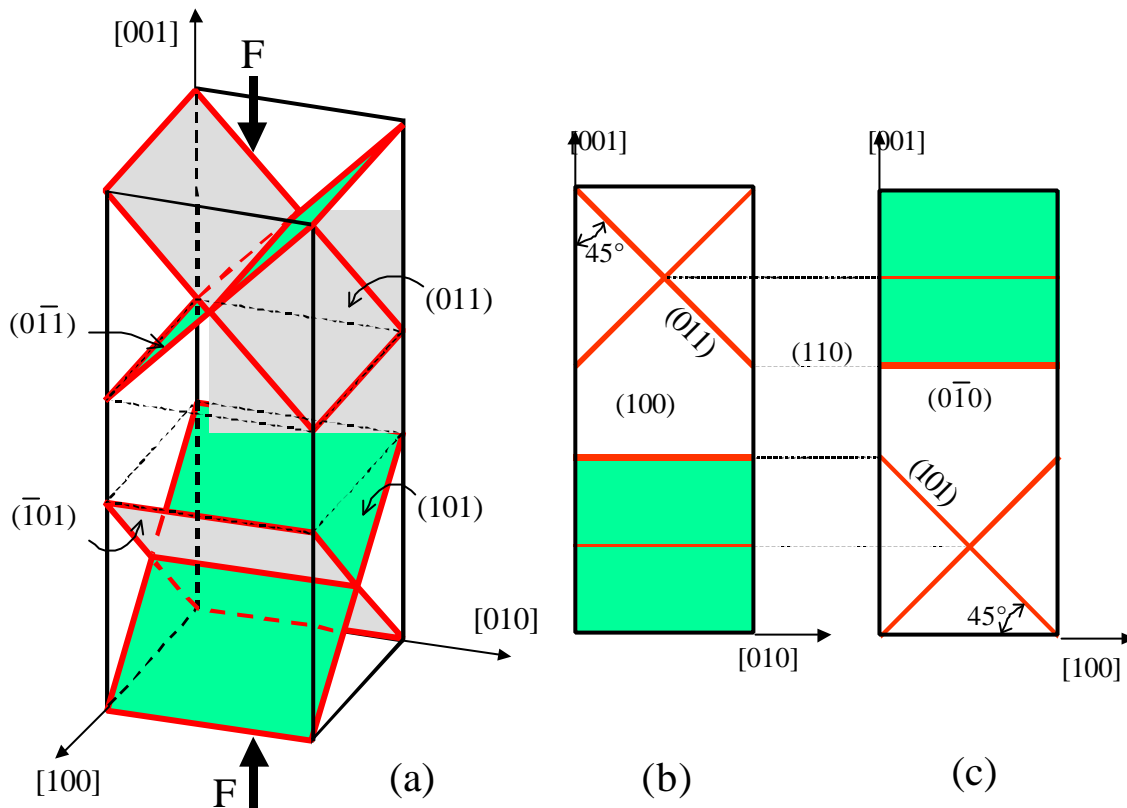


Bild 7.23: Schematische Darstellung von vier $\{011\}$ -Ebenen in einer $[001]$ -Druckprobe. Versetzungen gleiten unter der Wirkung der eingezeichneten Kraft F auf diesen Ebenen.

Auf der (100) -Ebene (siehe die linke Hälfte in Bild 7.24) sind waagerechte dunkle Linien und Bänder, zu erkennen, welche die sog. Gleitlinien, bzw. -bänder darstellen, und infolge der Versetzungsgleitung auf (101) -Gleitebenen zustande gekommen sind. Dies erkennt man aus dem rechten Teil von Bild 7.24, in dem die Streifen überwiegend parallel zu (101) -Ebenen sind.

Die ursprünglich durchsichtigen Druckproben verändern ihre Farbe während sie im Vakuum bei hohen Temperaturen angelassen werden [Pala2], [Denk1] und [Denk2]. Durch diese Temperaturbehandlung wandern die Sauerstoffatome aus der Probe heraus. Da die Probe im Vakuum abgekühlt wird, entsteht eine sog. *reduzierte* Probe. Je nach Temperatur und partiellem Sauerstoff-Druck sind die Proben nach der Reduktion dunkler. Wird ein reduzierter Einkristall in einer sauerstoffreichen Atmosphäre wieder oberhalb etwa 1000°C angelassen, so erhält er seine ursprüngliche Transparenz wieder [Pala1]. Eine $\langle 001 \rangle$ -Probe wurde bei 1273K im Vakuum von etwa 10^{-4} mbar eine

Stunde angelassen. Die reduzierte Probe, die nun vollständig undurchsichtig ist, wurde bei RT etwa 2,2% plastisch verformt (siehe Kapitel 6.3.2).

Dabei wurde die Probe im Mittelbereich erneut transparent. Die Ecken an den Probenstirnflächen haben ihre dunkle Farbe beibehalten. Dies ist in Bild 7.25(c) gezeigt. Die Streifen zeigen, daß Abgleitung parallel zu $\{011\}$ -Ebenen erfolgt ist (vergleiche Bild 7.24).

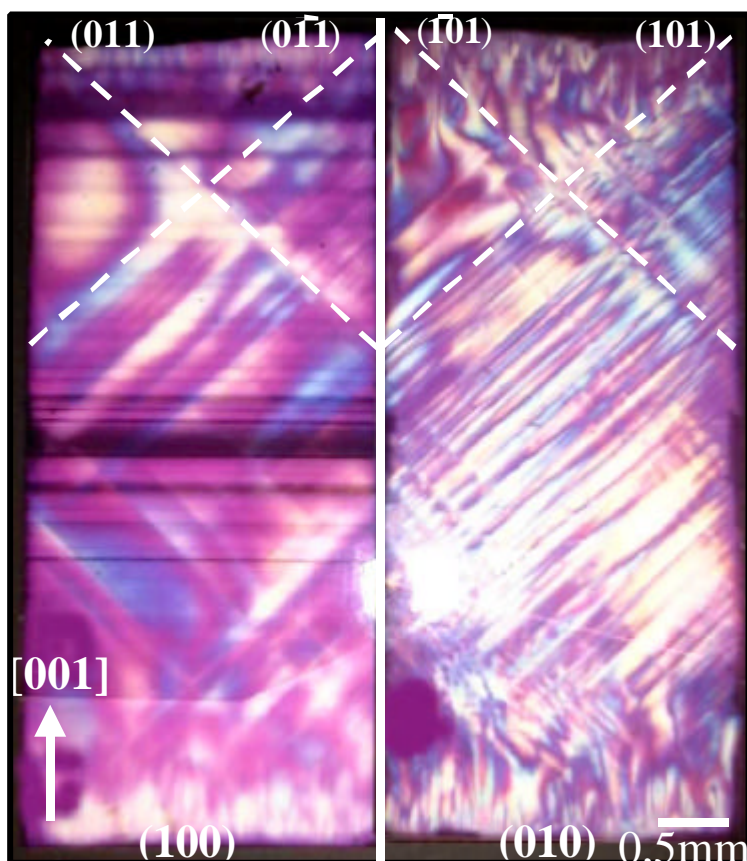


Bild 7.24: Lichtmikroskopische Aufnahmen einer bei RT um etwa 3% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Probe. Die inneren Verzerrungsfelder werden mit Hilfe von Lichtpolarisationstechnik sichtbar gemacht. Die gestrichelten Linien kennzeichnen die $\{011\}$ -Gleitebenen, welche senkrecht zur Bildebene stehen. Die zu den gestrichelten Linien parallelen Streifen unterschiedlicher Kontraste weisen auf die Verzerrungen zwischen den Gleitebenen hin (vergleiche Bild 7.23). Die dunkle Linien senkrecht zu $[001]$ -Richtung sind Gleitbänder.

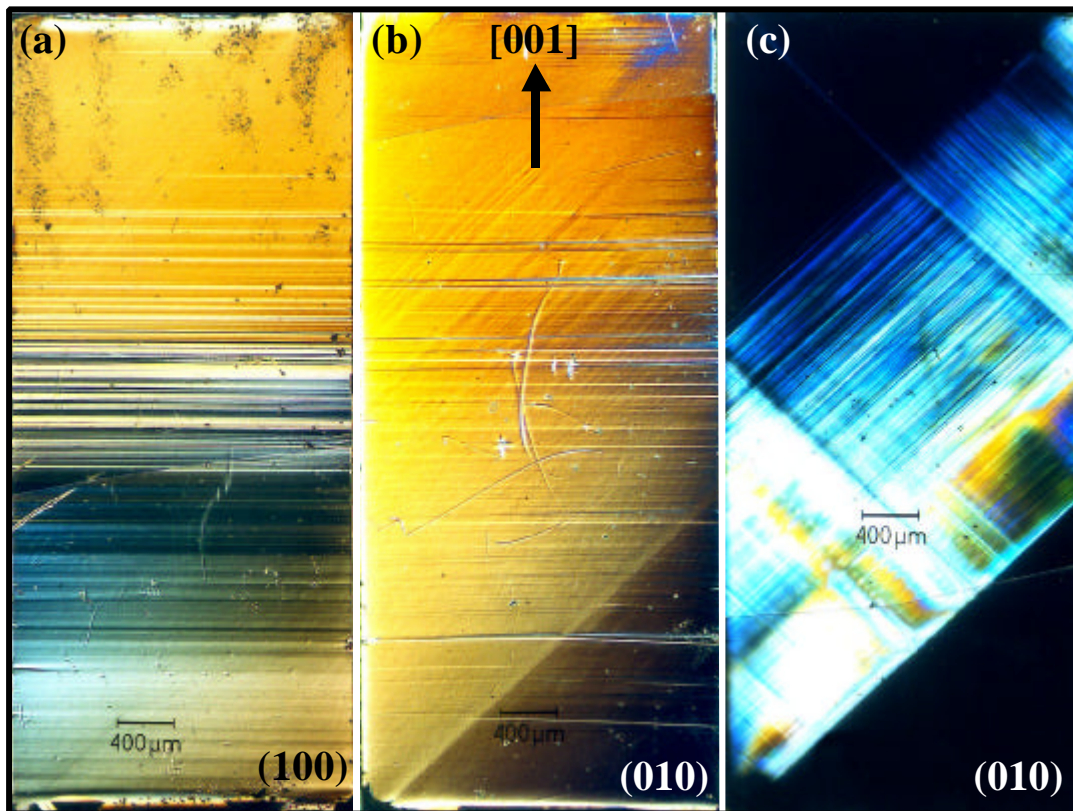


Bild 7.25: Lichtmikroskopische Aufnahmen einer bei RT um etwa 2,2% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Probe, die vor der Verformung bei 1273K in Vakuum von etwa 10^{-4} mbar eine Stunde angelassen wurde. (a) und (b) Unter der Verwendung von DIC-Technik sind die Gleitstufen sichtbar. (c) Mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik ist die (010)-Seitenfläche von (b) abgebildet.

7.2.1.2 Untersuchungen an $\langle 011 \rangle$ -Proben

Für $\langle 011 \rangle$ -Proben im Bereich A wurden folgende Gleitebenen beobachtet: $(\bar{1}10)$, (110) , $(\bar{1}01)$ und (101) . In Tabelle 7.3 sind diese Gleitebenen zusammen mit dazugehörigen Gleitrichtungen der Versetzungen und den Schmidfaktoren aufgeführt.

Bild 7.26(a)-(c) zeigt eine schematische Darstellung einiger Gleitebenen einer $\langle 011 \rangle$ -Probe. Aus Übersichtlichkeitsgründen wurden hier nur zwei von vier Gleitebenen eingezeichnet. Betrachtet man die (110) -Ebene aus der $[100]$ - und $[0\bar{1}1]$ -Blickrichtung, (Bild 7.26(b) bzw. (c)), so beträgt der Winkel zwischen $[011]$ -Achse und der Berührungslinie der (110) -Ebene mit (100) -Ebene 45° . Der Winkel zwischen $[011]$ -Achse und der Schnittlinie der (110) -Ebenen mit $(0\bar{1}1)$ -Ebene beträgt etwa 37° (siehe Bild 7.26(c)). Entsprechendes gilt für die weiteren drei o.g. $\{011\}$ -Ebenen.

Der Verzerrungscontrast zwischen den $\{011\}$ -Gleitebenen ist deshalb überhaupt nicht deutlich erkennbar, weil diese Ebenen nicht senkrecht zur Seitenflächen der $\langle 011 \rangle$ -Proben liegen.

Tabelle 7.3: Die Gleitebenen und -richtungen, die in einer $\langle 011 \rangle$ -Probe. Das primäre Gleitsystem hat im Bereich A den Schmidfaktor $m_s = 0,25$.

Gleitebene	$(\bar{1}10)$	(110)	$(\bar{1}01)$	(101)
$\cos c_0$	0,5	0,5	0,5	0,5
Gleitrichtung	$\pm[110]$	$\pm[\bar{1}10]$	$\pm[101]$	$\pm[\bar{1}01]$
$\cos l_0$	0,5	0,5	0,5	0,5
m_s	0,25	0,25	0,25	0,25

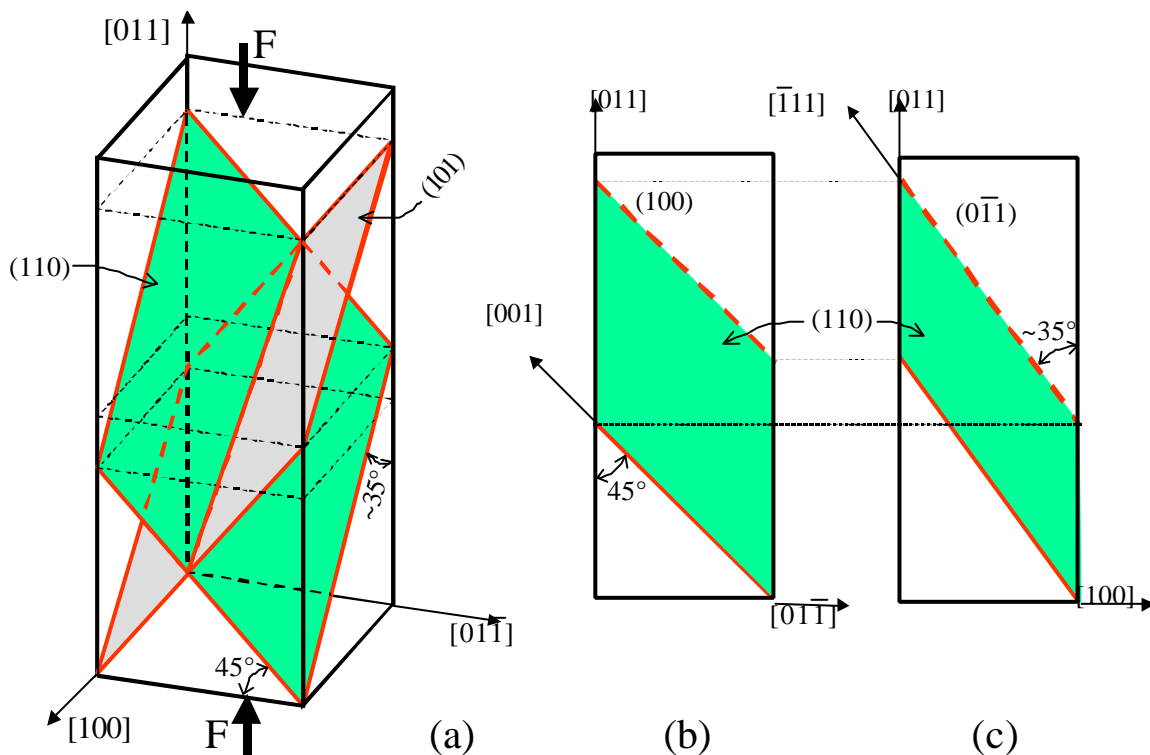


Bild 7.26: (a) Schematische Darstellung einer $\langle 011 \rangle$ -Probe. Die (110) - und (101) -Ebenen sind eingezeichnet. (b) Der Winkel zwischen der Schnittlinie der (110) -Ebene und (100) -Ebene mit der $[011]$ -Druckachse, d.h. der Winkel zwischen $[011]$ - und $[001]$ -Richtung, beträgt 45° . (c) Der Winkel zwischen der

Schnittlinie der (110) -Ebene und der $(0\bar{1}1)$ -Ebene mit der $[011]$ -Richtung, d.h. der Winkel zwischen $[011]$ - und $[\bar{1}11]$ -Richtung, beträgt etwa $35,3^\circ$.

Bild 7.27 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme einer bei RT um etwa 0,6% plastisch verformten $\langle 011 \rangle$ -Probe. Anhand dieses Bildes lassen sich die Gleitebenen eindeutig bestimmen. Würde die Gleitung nur in $\langle 001 \rangle$ -Richtungen stattfinden, würden keine Gleitstufen auf (100) -Ebenen auftreten (vergleiche Bild 7.26(b)). Dem widersprechen die lichtmikroskopischen Beobachtungen, die mit Hilfe der DIC-Technik (siehe Kapitel 5.1.1) zur Sichtbarmachung der Oberflächenrauigkeit aufgenommen sind. Wie Bild 7.28 zeigt, existieren die Gleitstufen bzw. -bänder sowohl auf (100) - als auch auf $(0\bar{1}1)$ -Seitenflächen der Probe, jedoch dominieren sie auf den (100) -Seitenflächen.

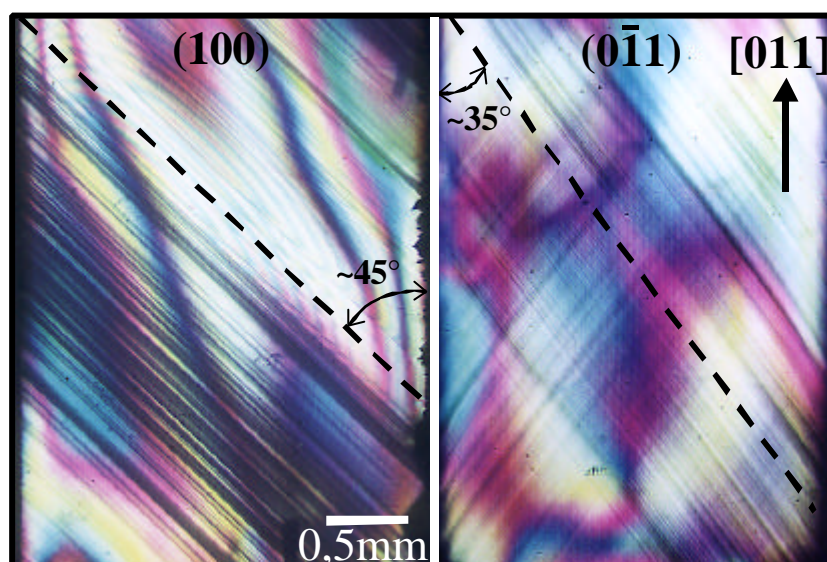


Bild 7.27: Lichtmikroskopische Aufnahme mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik von der Mitte einer bei RT um etwa 0,6% plastisch verformten $\langle 011 \rangle$ -Probe. Die abgebildeten Linien, die parallel zu den unter 45° bzw. $35,3^\circ$ gestrichelten Linien sind, weisen auf die Gleitstufen bzw. -bänder an der Oberfläche der Probe hin. Der Kontrast zwischen den Gleitebenen ist aufgrund ihrer schrägen Lage zur Bildebene nicht sichtbar (vergleiche Bild 7.26).

7.2.1.3 Untersuchungen an $\langle 112 \rangle$ -Proben

Ist die Druckachse der Probe parallel zur $\langle 112 \rangle$ -Richtung, so sind vier $\{011\}$ -Ebenen als Gleitebenen zu betrachten, von denen jede unterschiedlich zur $[112]$ -Richtung geneigt ist (siehe Tabelle 7.4).

Aus Gleichung (2.5) wurde der gleiche Schmidfaktor $m_s=0,25$ berechnet wie für $\langle 011 \rangle$ -Proben. Bild 7.29(a)-(c) zeigt die schematische Darstellung einiger Gleitebenen einer $\langle 112 \rangle$ -Probe aus $[11\bar{1}]$ - und $[\bar{1}10]$ -Perspektiven. Die $(0\bar{1}1)$ - und $(\bar{1}01)$ -Gleitebenen liegen schräg in den $\langle 112 \rangle$ -Proben (ähnlich wie bei $\langle 011 \rangle$ -Proben), so daß die zwischen den Gleitebenen herrschenden Verzerrungsfelder durch die Lichtpolarisationstechnik nur verschwommen zu erkennen sind. Bild 7.30 zeigt die Seitenflächen einer bei RT um etwa 1% plastisch verformten $\langle 112 \rangle$ -Probe. Auf $(11\bar{1})$ -Ebene dominieren die Gleitstufen der (101) -Gleitebenen und auf $(1\bar{1}0)$ -Seitenfläche sind die Gleitstufen der $(0\bar{1}1)$ -Gleitebenen zu erkennen.

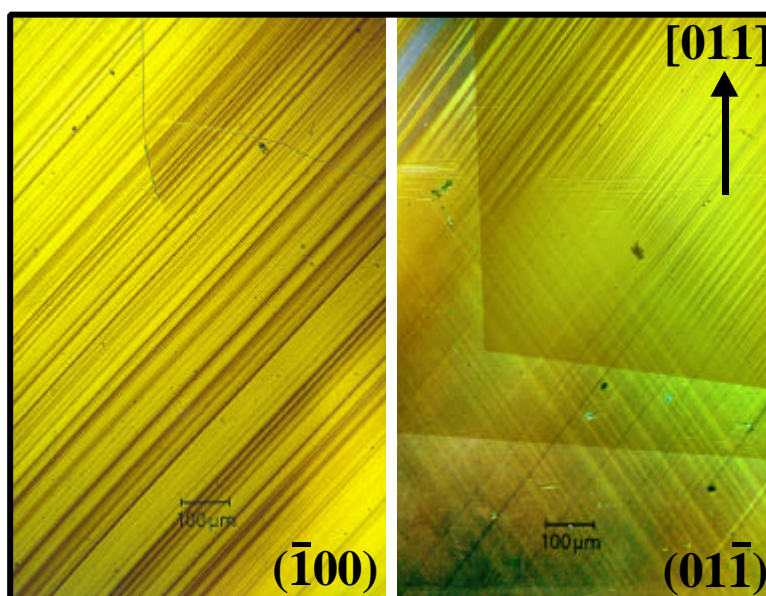


Bild 7.28: Lichtmikroskopische Aufnahme mit Hilfe der DIC-Technik. Die Gleitstufen auf der $(\bar{1}00)$ -Ebene verlaufen unter etwa 45° , auf der $(01\bar{1})$ -Ebene unter etwa $35,3^\circ$ zur $[011]$ -Druckachse.

Tabelle 7.4: Die Gleitebenen und –richtungen, die bei Verformung einer $\langle 112 \rangle$ -Probe in Frage kommen. Der resultierende Schmidfaktor ist angegeben.

Gleitebene	$(0\bar{1}1)$	(011)	$(\bar{1}01)$	(101)	$(\bar{1}10)$	(110)
$\cos c_0$	0,289	0,866	0,289	0,866	0	0,577
Gleitrichtung	$\pm[011]$	$\pm[0\bar{1}1]$	$\pm[101]$	$\pm[\bar{1}01]$	$\pm[110]$	$\pm[\bar{1}10]$
$\cos I_0$	0,866	0,289	0,866	0,289	0,577	0
m_s	0,25	0,25	0,25	0,25	0	0

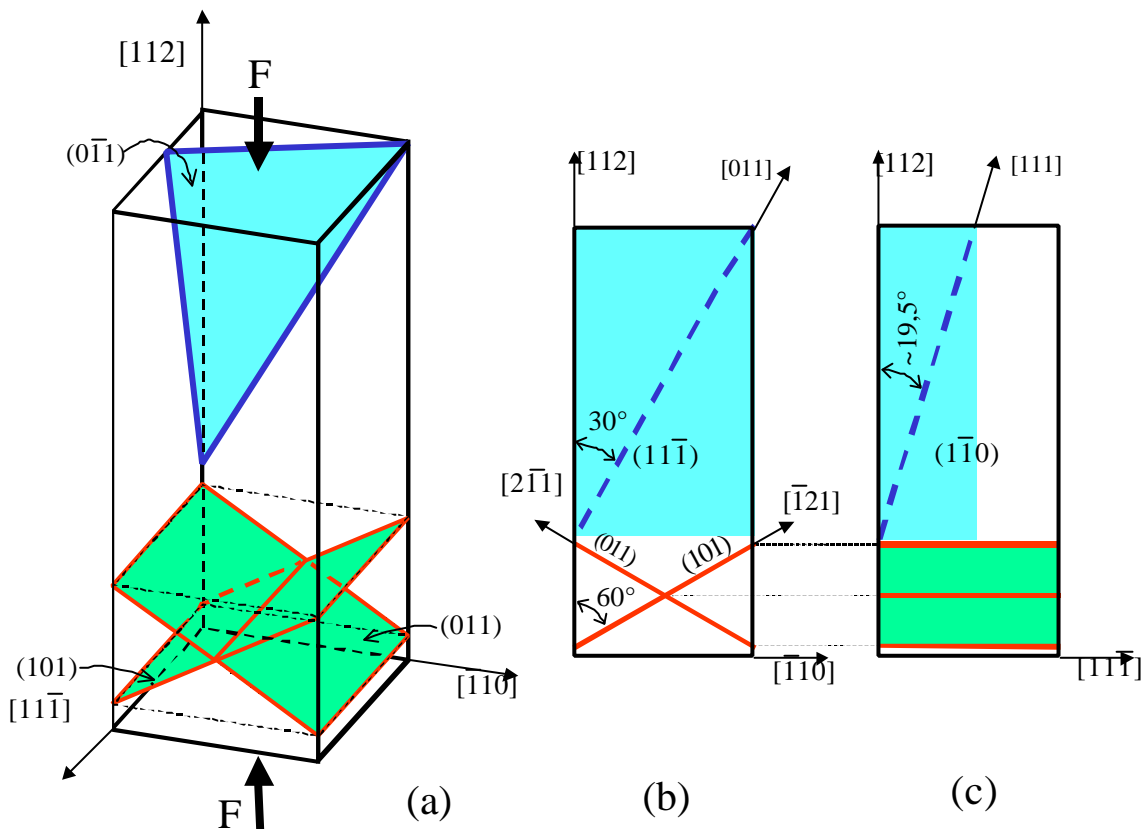


Bild 7.29: (a) Schematische Darstellung dreier $\{011\}$ -Gleitebenen in einer $[112]$ -Probe. (b) Der Winkel zwischen der Schnittlinie von $(0\bar{1}1)$ - und $(11\bar{1})$ -Ebene ($[011]$ -Richtung) und der $[112]$ -Druckachse beträgt 30° . (c) Der Winkel zwischen der Schnittlinie von $(0\bar{1}1)$ - und $(1\bar{1}0)$ -Ebene ($[111]$ -Richtung) und der $[112]$ -Richtung beträgt $19,5^\circ$.

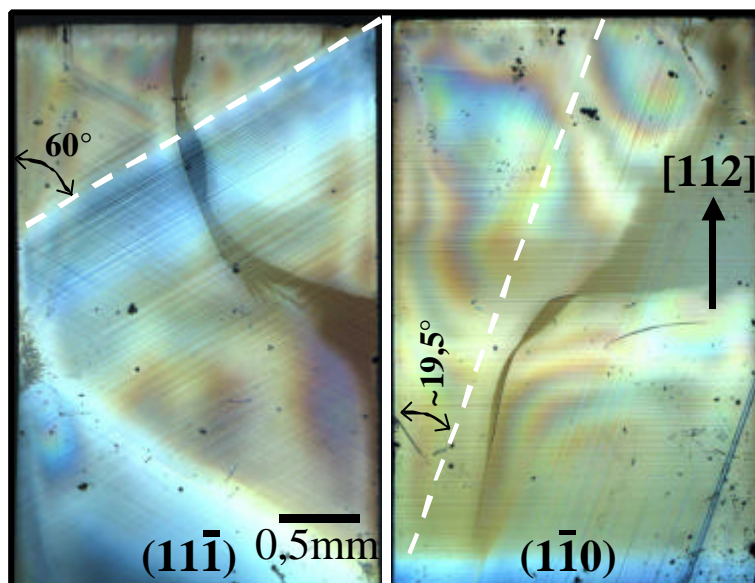


Bild 7.30: Lichtmikroskopische Aufnahmen mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik einer bei RT um etwa 1% plastisch verformten $\langle 112 \rangle$ -Probe.

7.2.2 Bereich B

Bild 7.31(a) zeigt die gebrochenen Teile einer bei 1210K $\langle 001 \rangle$ -Probe, die bei einer Bruchspannung von 370MPa brach. In Bild 7.31(b) sind die Reste einer bei 1413K $\langle 001 \rangle$ -Probe, die bei etwa 570MPa gebrochen ist, zu sehen. Die Scherben nach Brechen der Proben im Bereich B, gehorchen i.A. der folgenden Regel: Je höher die erreichte Spannung s_{Br} im Bereich B, desto kleiner sind die Bruchscherben.

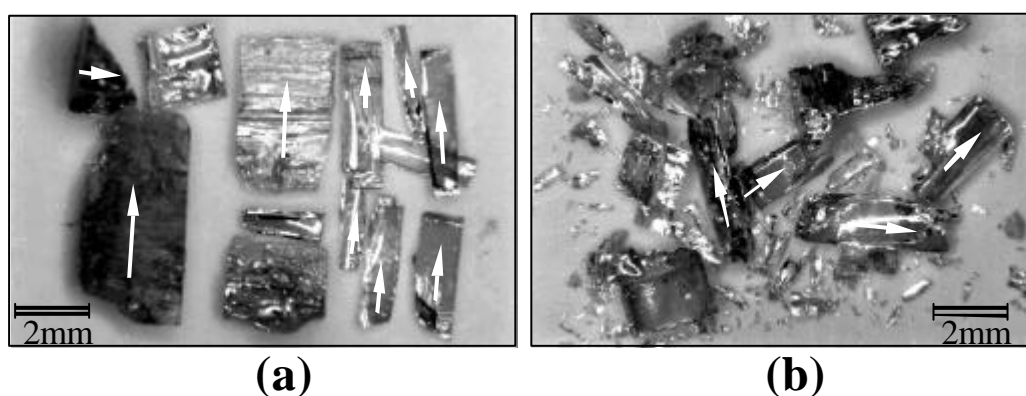


Bild 7.31: Hellfeldabbildung der Probenreste (a) einer bei 1210K gebrochenen $\langle 001 \rangle$ -Probe, $s_{Br}@370\text{MPa}$, (b) einer bei 1413K gebrochenen $\langle 001 \rangle$ -Probe, $s_{Br}@570\text{MPa}$. Die Pfeile zeigen die ungefähre Richtung der Probendruckachse vor dem Bruch.

Die in Kapitel 7.2.1 beschriebenen Streifen im Innern der im Bereich A vorverformten Proben verschwinden nach einer Belastung (unterhalb der Bruchspannung) im Bereich B (selbst bei hohen Temperaturen in diesem Bereich) nicht. Folgender Versuch wurde hierzu durchgeführt: Eine bei RT vorverformte $\langle 001 \rangle$ -Probe wurde im Bereich B bei 1413K bis 450MPa belastet (die Bruchspannung liegt bei dieser Temperatur ungefähr bei 650MPa). Es wurde keine Änderungen der bei RT durch Verzerrungsfelder im Innern verursachten, kontrastreichen Streifen, sowie auch der Form und Anzahl der Gleitstufen, bzw. -bänder an den Oberflächen der Probe nach der Behandlung bei 1413K festgestellt.

7.2.3 Bereich C

7.2.3.1 Untersuchungen an $\langle 001 \rangle$ -Proben

Im Gegensatz zu $\langle 001 \rangle$ -Proben, die nur nach Verformung im Bereich A streifenartige Strukturen im Innern besitzen, haben die $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben im Bereich C ähnliche Strukturen, welche verschiedenen Ebenen zuzuordnen sind. Nach Verformung der $\langle 001 \rangle$ -Proben im Bereich C treten die im Bereich A erwähnten Streifen (siehe Kapitel 7.2.1) gar nicht auf. Falls in einer bereits im Bereich A vorverformten Probe die o.g. Streifen existieren, so verschwinden sie nach der Verformung im Bereich C vollständig. Ein nahezu homogenes Spannungsfeld herrscht dann in diesen Proben, wie Bild 7.32 zeigt. Hier ist eine bereits bei RT um etwa 0,6% plastisch vorverformte $\langle 001 \rangle$ -Probe nach Weiterverformung bei 1660K um etwa 3,1% gezeigt.

Die plastische Verformung der $\langle 001 \rangle$ -Proben ist im Bereich C für $T < 1600\text{K}$ meistens nicht homogen über die gesamte Probenlänge, sondern entspricht eher dem in Bild 3.2 dargestellten mehrachsigen Spannungszustand. Die Probe ist meist in einem schmalen Band –leicht senkrecht zur Druckachse– geknickt, wie durch die gestrichelten Linien in Bild 7.33(b) gezeigt. Kleine Risse entstehen schon in Anfangsstadien der plastischen Verformung im Innern der Probe. Dadurch werden sie meistens nach etwa 2÷3% plastischer Verformung sehr rißig und kleine Brösel fallen ab (siehe Bild 7.33(a)÷(c)).

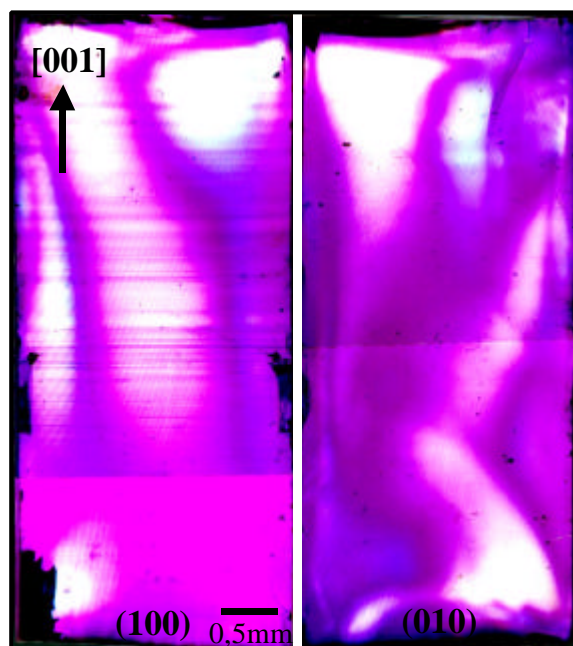


Bild 7.32: Lichtmikroskopische Aufnahmen mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik einer bei RT um 0,6% plastisch vorverformten $\langle 001 \rangle$ -Probe nach der Verformung bei 1660K um weitere 3,1%. Es sind keine Kontraste von inhomogenen inneren Verzerrungsfeldern sichtbar.

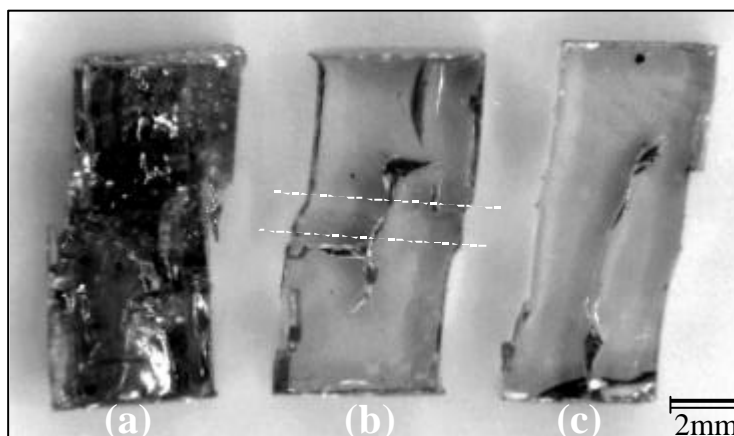


Bild 7.33: Hellfeldabbildung der plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Proben: (a) bei 1512K, $e_p=3,5\%$ (viele kleine Risse haben die Probe undurchsichtig gemacht), (b) bei 1612K, $e_p=6\%$, (c) bei 1711K, $e_p=5,4\%$.

7.2.3.2 Untersuchungen an $\langle 011 \rangle$ -Proben

Aus den lichtmikroskopischen Untersuchungen an den im Bereich C plastisch verformten $\langle 011 \rangle$ -Proben konnte eindeutig bestimmt werden, daß in diesem Bereich das pri-

märe Gleitsystem $\langle 001 \rangle \{010\}$ ist. Bild 7.34(a) zeigt die (100)–Seitenfläche einer bei 1364K verformten $\langle 011 \rangle$ –Probe (zu Beginn des Bereiches C). Bild 7.34(b) zeigt eine bei 1753K (gegen Ende des Bereiches C) verformte Probe. Hier wurde die gesamte Probe abgebildet, dagegen in Bild 7.34(a) nur etwa ein Drittel davon. Die Streifen bei 1364K sind deutlicher zu erkennen als die bei 1753K.

Der mehrachsige Spannungszustand, hervorgerufen durch die Reibungskräfte an Berührungsf lächen zwischen der Probe und den Druckstempeln, erzeugt an beiden Enden der Probe Zonen unterschiedlicher Kontraste (vergleiche Bild 7.34(b) mit Bild 3.2). Diese X–förmigen Zonen sind in Bild 7.34(b) deutlich zu erkennen.

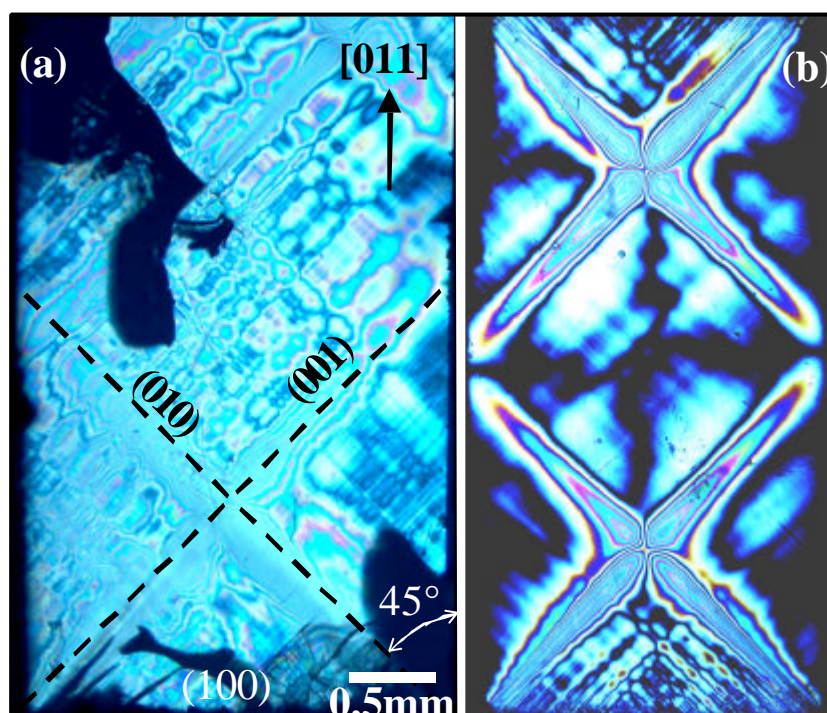


Bild 7.34: Lichtmikroskopische Aufnahmen mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik von plastisch verformten $\langle 011 \rangle$ –Proben (a) bei 1364K, $e_p @ 3,7\%$ und (b) bei 1753K, $e_p @ 6,5\%$.

7.2.3.3 Untersuchungen an $\langle 112 \rangle$ –Proben

Aus lichtmikroskopischen Untersuchungen von Gleitstufen und inneren Verzerrungsfeldern an $\langle 112 \rangle$ –Proben wurde $[001](110)$ als primäres Gleitsystem festgestellt, dessen Schmidfaktor $m_s @ 0,471$ beträgt. Die (110)–Ebene ist neben einigen Gleitebenen schematisch in Bild 7.35 dargestellt. Sie steht aus der $[1\bar{1}0]$ –Perspektive unter etwa 35° zur $[112]$ –Druckachse, wie Bild 7.35(c) zeigt.

Die sekundären und tertiären Gleitsysteme sind in Tabelle 7.5 zusammen mit deren Schmidfaktoren aufgeführt. Bild 7.36 zeigt die unter der Verwendung von Lichtpolarisationstechnik sichtbar gemachten Kontraste der $\{011\}$ -Ebenen in einer bei 1312K um etwa 4,7% plastisch verformten $\langle 112 \rangle$ -Probe, deren Seitenflächen parallel zu $(1\bar{1}0)$ - bzw. $(11\bar{1})$ -Ebenen sind.

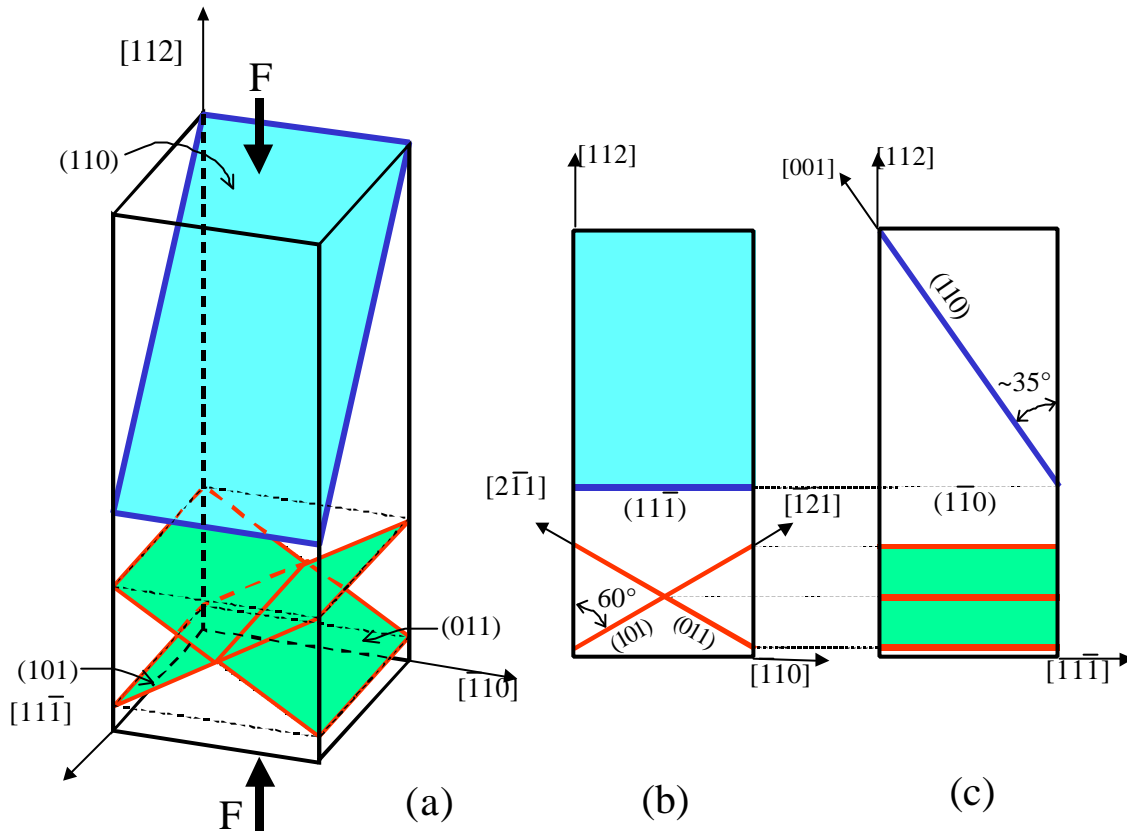


Bild 7.35: (a) Schematische Darstellung von den im Bereich C auftretenden Gleitebenen der primären und sekundären Gleitsysteme in einer $\langle 112 \rangle$ -Probe. (b) Die (011) - und (101) -Ebenen des sekundären Gleitsystems stehen senkrecht zur Bildebene und unter 60° zur $[112]$ -Druckachse. (c) Die (110) -Ebene des primären Gleitsystems steht senkrecht zur Bildebene und unter etwa 35° zur Druckachse.

Tabelle 7.5: Die Gleitebenen und –richtungen, die bei Verformung einer $\langle 112 \rangle$ -Probe im Bereich C in Frage kommen.

	primär	sekundär	sekundär	tertiär	tertiär
Gleitebene	(110)	(011)	(101)	(0 $\bar{1}1$)	($\bar{1}01$)
$\cos c_0$	0,577	0,866	0,866	0,289	0,289
Gleitrichtung	$\pm[001]$	$\pm[100]$	$\pm[010]$	$\pm[100]$	$\pm[010]$
$\cos I_0$	0,816	0,408	0,408	0,408	0,408
m_s	0,471	0,353	0,353	0,118	0,118

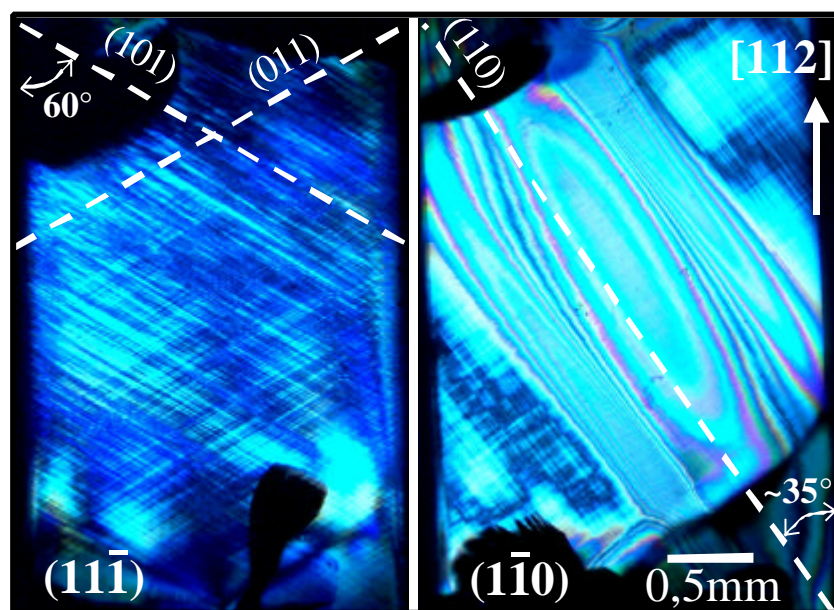


Bild 7.36: Lichtmikroskopische Aufnahmen mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik einer bei 1312K um etwa 4,7% plastisch verformten $\langle 112 \rangle$ -Probe.

Der Kontrast der Verzerrungsfelder zwischen den Gleitebenen wird im Bereich C mit steigender Temperatur schwächer. Dies ist aus dem Vergleich zwischen Bild 7.36 und Bild 7.37 zu erkennen.

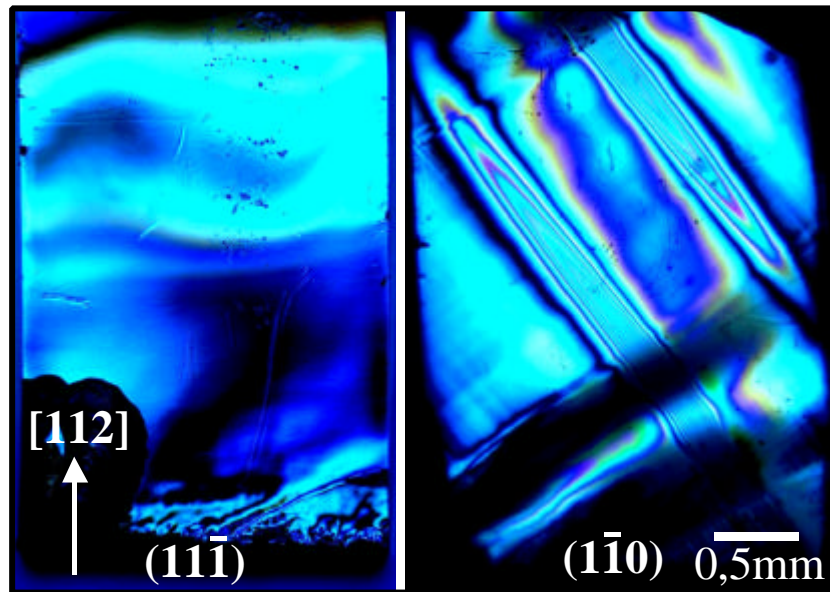


Bild 7.37: Lichtmikroskopischen Aufnahmen mit Hilfe der Lichtpolarisationstechnik einer bei 1810K um etwa 9,3% plastisch verformten $\langle 112 \rangle$ -Probe.

7.3 AFM–Untersuchungen an den bei RT verformten $\langle 001 \rangle$ –Proben

Die Oberflächenbeschaffenheit eines Ausschnitts der Seitenfläche einer hochglanzpolierten unverformten $\langle 001 \rangle$ –Probe wurde mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie in Bild 7.38 dargestellt.

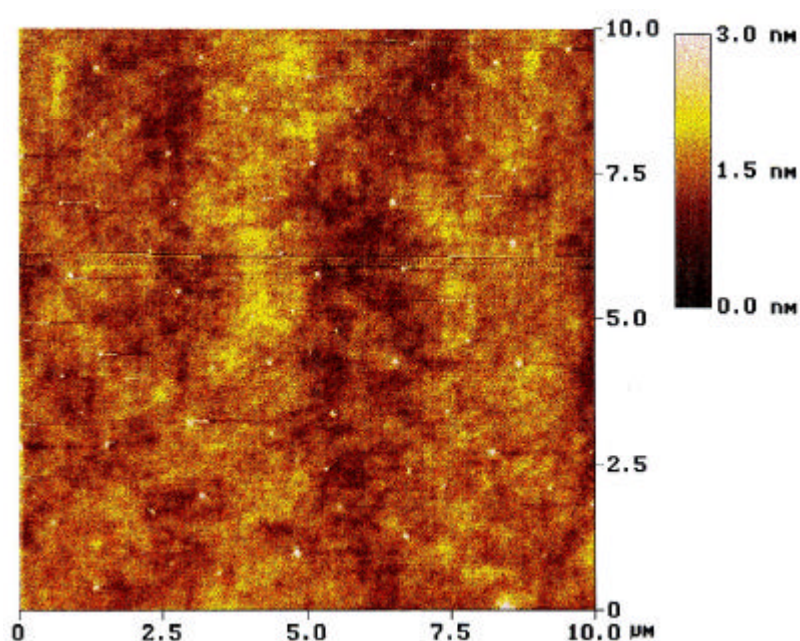


Bild 7.38: Oberflächenstruktur einer unverformten $\langle 001 \rangle$ –Probe.

Oberflächenuntersuchungen an einer Seitenfläche wurden an einer bei RT um etwa 0,3% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ –Proben durchgeführt. Es wurde eine ausgeprägte Struktur der Gleitstufen an Oberflächen dieser Probe gefunden (siehe Bild 7.39).

Die Oberfläche einer bei 1710K verformten Probe ist durch eine relativ diffuse Struktur von Gleitstufen charakterisiert (siehe Bild 7.40). Diese Beobachtung kann möglicherweise durch das thermisch aktivierte Quergleiten von Schraubenversetzungen begründet werden. Zusätzlich können die Atome bei hohen Temperaturen an der Oberfläche leichter wandern und somit eine ausgeprägte Struktur der Gleitstufen verwischen.

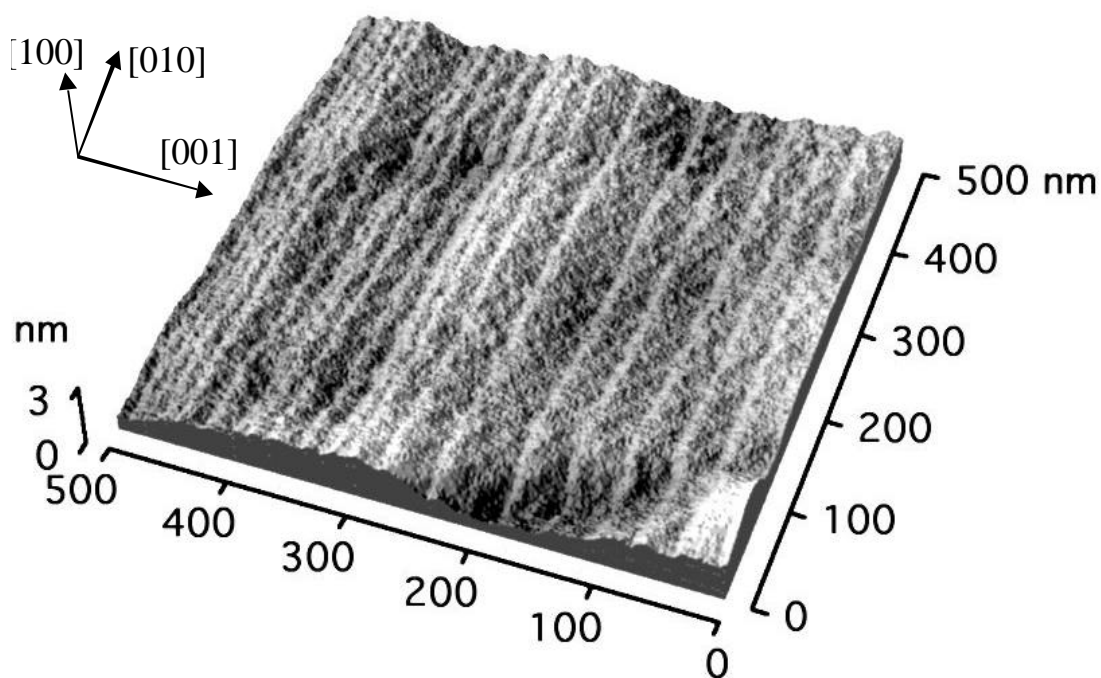


Bild 7.39: Einzelne Gleitstufen an der Seitenoberfläche einer bei RT um etwa 0,3% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Probe sichtbar gemacht in einem AFM.

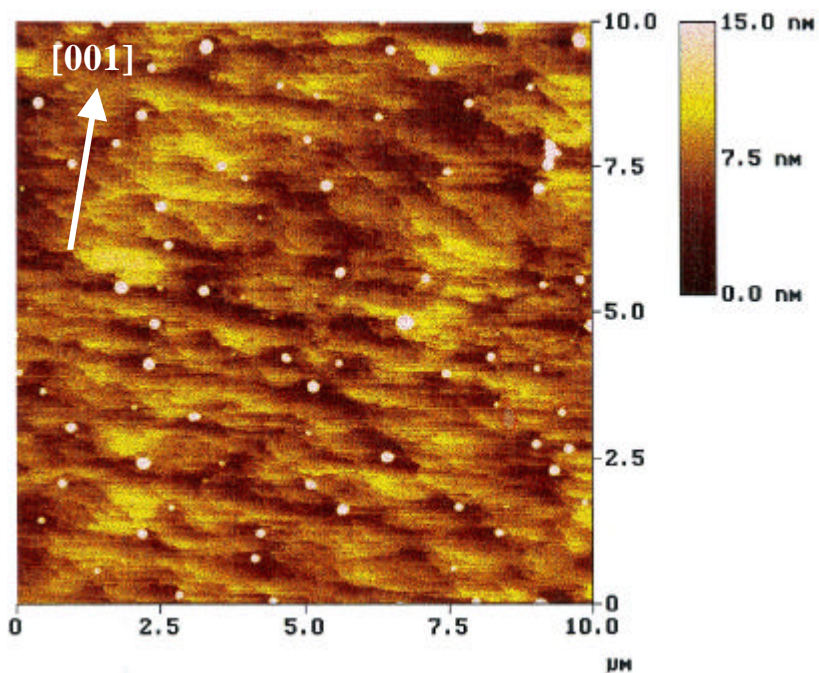


Bild 7.40: Struktur einer (100) -Ebene (Seitenfläche) einer bei 1710K um etwa 1,4% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Probe. Die hellen Punkte sind durch Kontaminationen an der Oberfläche zustande gekommen.

8 Interpretationen und Diskussion der Ergebnisse

8.1 *Vergleiche zwischen den Ergebnissen aus der Literatur und denen der vorliegenden Arbeit über die Plastizität von STO–Einkristallen*

Über die Plastizität von STO–Einkristallen wurde bisher wenig veröffentlicht. Im folgenden werden die wichtigsten Ergebnisse der Veröffentlichungen zusammengefaßt, die im Zusammenhang mit den Untersuchungen zur Plastizität vom STO stehen.

Nach Erörterung der nur spärlich vorliegenden Meßergebnisse mechanischer Eigenschaften von STO–Einkristallen werden die bisher vorgeschlagenen und dann die in dieser Arbeit gefundenen Gleitsysteme besprochen. Die Dominanz der $\langle 011 \rangle$ –Versetzen bei den Meßergebnissen macht es nötig, Aufspaltungsmodelle zu diskutieren, da der Burgersvektor $a_0 \langle 011 \rangle$ nicht der kürzeste, vollständige Burgersvektor einer Versetzung ist und außerdem Teil einer Superversetzung sein kann. Danach sollen wichtige Phänomene aus den Bereichen A und C besprochen werden, ehe ein Modell zur Interpretation der Meßergebnisse vorgestellt und diskutiert wird.

8.1.1 Mechanische Messungen und Gleitsysteme

Die einzige bisher veröffentlichte Arbeit, die über Druckverformung von STO–Einkristalle berichtet, ist von Koizumi et al. [Koiz1]. Sie haben dynamische Druckversuche im Temperaturbereich $1200^\circ\text{C} < T < 1500^\circ\text{C}$ ($1473\text{K} < T < 1773\text{K}$) für Proben mit den Achsenorientierungen $\langle 001 \rangle$ und $\langle 011 \rangle$ durchgeführt. Sie berichteten, daß sich die $\langle 011 \rangle$ –Proben einige Prozent plastisch verformen ließen, wogegen $\langle 001 \rangle$ –Proben so gut wie gar nicht (!) verformbar waren. Da die Autoren praktisch nur die $\langle 011 \rangle$ –Proben verformt haben, äußerten sie, daß das $\langle 011 \rangle \{ 01\bar{1} \}$ Gleitsystem keinen Beitrag zur plastischen Verformung bei hohen Temperaturen liefern würde und somit nicht das effektive Gleitsystem bei hohen Temperaturen sei. Sie machten keine Angaben, ob und wie sie das effektive Gleitsystem im o.g. Temperaturbereich bestimmt haben, gingen jedoch davon aus, daß der Gleitvektor parallel zur $\langle 001 \rangle$ –Richtung sei. Dennoch gaben sie keine Auskunft über die Gleitebene, die eine entscheidende Rolle für die Größe des Schmidfaktors und damit die Berechnung der im Gleitsystem wirkenden Spannung und damit des Aktivierungsvolumens V' spielt. Sollten sie, wie aus ihrer Veröffentlichung zu verstehen ist, mit dem $\langle 001 \rangle \{ 110 \}$ –Gleitsystem ihre Berechnungen durchgeführt haben,

ist der Schmidfaktor $m_s \approx 0,35$. Den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit nach ist im Bereich der hohen Temperaturen für die $\langle 011 \rangle$ -Proben das $\langle 001 \rangle \{100\}$ Gleitsystem das effektive System. Der Schmidfaktor ist dann $m_s = 0,5$. Da eine gute Übereinstimmung zwischen ihren Ergebnissen und denen der vorliegenden Arbeit vorliegt (für die kritischen Fließspannungen s_c für die $\langle 011 \rangle$ -Proben im vergleichbaren Temperaturintervall bei hohen Temperaturen), besteht der Grund der Diskrepanzen von Aktivierungsvolumina möglicherweise in unterschiedlichen Schmidfaktoren, mit dem die kritische Schubspannung t_c laut Gleichung (2.4) berechnet wird (siehe Gleichung (2.25)).

Mit der Untersuchung von Gleitsystemen in Materialien mit Perowskitstrukturen beschäftigten sich Poirier et al. [Poir1]. Sie versuchten Rückschlüsse auf die Gleitsysteme in oxidischen Perowskiten aus Kristallen mit vergleichbaren Strukturen, bei denen die Gleitsysteme bekannt sind, zu ziehen. Unter Umgebungsdruck (1 bar) und bei ausreichend hohen Temperaturen besitzen alle Perowskite kubische Struktur. Da Sauerstoffionen und A-Kationen in ABO_3 -Perowskiten eine vergleichbare Größe haben, verglichen Poirier et al. die ABO_3 -Gitterstruktur mit der von ReO_3 unter der Annahme, daß sich in der Elementarzelle der ReO_3 -Gitterstruktur zentral das kleine Ti-Ion sitzt (vergleiche Bild 2.1(a)).

Poirier et al. [Poir1] haben auch die Perowskitstruktur mit der sich aus der krz-Strukturen abgeleiteten B2-Struktur (z.B. NiAl, CuZn, FeAl,..) verglichen. Dazu belegt man deren Flächenzentren mit Sauerstoffionen (siehe Bild 2.1(a)). Die Gleitsysteme der B2-Gitterstruktur sind ausführlich untersucht worden und sind bekannt^(#) [Saka2], [Rudy1]. Anhand dieser Vergleiche haben Poirier et al. folgende Gleitsysteme in Perowskiten vorgeschlagen: $\langle 001 \rangle \{100\}$, $\langle 011 \rangle \{0\bar{1}1\}$ und $\langle 011 \rangle \{111\}$, wobei das Auftreten dieser Gleitsysteme von verschiedenen Parametern, wie Druckachsenorientierung, abhängt.

Poirier et al. wiesen darauf hin, daß die $\langle 001 \rangle$ -Gleitung die energetisch günstigste Gleitung in kubischen Perowskiten ist, da $a_0 \langle 001 \rangle$ der kürzeste Gittertranslationsvektor in diesen Strukturen ist. Der zweit kürzeste Gittertranslationsvektor ist $a_0 \langle 011 \rangle$. Versetzungen mit den o.g. Burgersvektoren können sowohl auf die $\{001\}$ - als auch auf

^(#) Diese sind bei tiefen Temperaturen $\langle 111 \rangle \{011\}$ und bei hohen Temperaturen $\langle 001 \rangle \{100\}$ und $\langle 011 \rangle \{0\bar{1}1\}$.

die $\{011\}$ -Ebenen gleiten. Diese Messungen von Poirier et al. stimmen mit den Beobachtungen der vorliegenden Arbeit überein, wonach die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen (siehe Kapitel 7.1.4.2) mit Schraubencharakter auf $\{001\}$ -Ebenen liegen. Jedoch blieben die $\{011\}$ -Ebenen die bevorzugten Gleitebenen.

Die Gittertranslationsvektoren $a_0/2\langle 001 \rangle$ bzw. $a_0/2\langle 011 \rangle$ sind nach Poirier et al. [Poir1] aufgrund der Gegenwart der Titanionen energetisch ungünstig. Deshalb können keine vollständige Versetzungen mit den o.g Burgersvektoren im Kristallgitter auftreten. Dennoch können sie als Partialversetzungen aus dem Produkt der Aufspaltungsreaktionen von $\langle 001 \rangle$ - bzw. $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen auftreten (siehe Kapitel 2.2.3).

Takeuchi et al. [Take2] fanden, daß sich in einem bei Raumtemperatur *gebrochenen* STO-Einkristall Versetzungen bildeten und diese auf verschiedenen $\{001\}$ bzw. $\{011\}$ Gleitebenen lagen und einen Burgersvektor $b=a_0\langle 001 \rangle$ besaßen. Takeuchi et al. analysierten allerdings nur sehr wenige Versetzungen. Es ist nicht klar, ob die Versetzungen teilweise durch den Bruch oder bereits während der Kristallzucht erzeugt wurden.

Nishigaki et al. [Nish1] haben Versetzungen von verformten STO-Einkristallen in einem konventionellen Transmissionselektronenmikroskop untersucht. Die Verformung der Einkristalle geschah durch einen Indentor bei 1173K (900°C) und 1373K (1100°C). Die Flächennormale der zu verformenden Proben war parallel zur $\langle 001 \rangle$ -Richtung. Aus den Untersuchungen ergab sich, daß die Burgersvektoren der Versetzungen entweder $\langle 001 \rangle$ oder $\langle 011 \rangle$ waren. Beide Versetzungstypen waren bei den bei 1173K verformten Proben in Gleitkonfiguration (Gleitsysteme: $\langle 001 \rangle\{100\}$ bzw. $\langle 011 \rangle\{011\}$). In den bei 1373K verformten Proben lagen alle $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen in einer Gleitkonfiguration vor, wogegen die meisten der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen in Kletterkonfiguration waren, da deren Burgersvektoren nicht auf der Gleitebene der Versetzungen lagen (Beispielsweise $\langle 001 \rangle$ auf $\{101\}$ oder $\{313\}$). Ferner wurden von Nishigaki et al. prismatische Versetzungsringe mit beiden Burgersvektoren $\langle 001 \rangle$ und $\langle 011 \rangle$ auf den Ebenen $\{001\}$, bzw. $\{011\}$ beobachtet, die mehrheitlich einen Leerstellencharakter hatten. Dagegen waren in der vorliegenden Arbeit die untersuchten Versetzungsringe, deren Burgersvektor parallel zur $\langle 001 \rangle$ -Richtung war, vom interstitiellen Charakter und lagen auf $\{001\}$ -Ebenen (siehe Kapitel 7.1.4.3). Der

Burgersvektor der zuletzt genannten Versetzungsringe ist möglicherweise immer ein vollständiger Gittertranslationsvektor. Andernfalls kämen gleichnamige Punktdefekte zu nahe aneinander.

Kimura und Tsukada [Kimu1] haben gezeigt, daß die Sauerstoffleerstellen auf der Oberfläche des im Vakuum reduzierten Strontiumtitanats nicht agglomerieren sondern gleichmäßig verteilen (siehe auch [Haru1] und [Tana1]). Dies kann möglicherweise auch im Innern des Kristallgitters der Fall sein.

In Kapitel 7.1.4.3 ist auch von den prismatischen Versetzungsringen berichtet worden, die während der Präparation der TEM-Folie zum Teil abgeschnitten wurden. Dennoch haben sie ihre Form fast vollständig beibehalten. Bei Metallen wandern die Atome der oberflächennahen, beschädigten prismatischen Versetzungsringe mit interstitiellem Charakter sehr leicht zur Oberfläche und damit verschwindet der Versetzungsring. In analoger Weise wird das Zusammenfallen der beschädigten prismatischen Versetzungsringe mit Leerstellencharakter in Metallen begründet. Diese unterschiedlichen Phänomene beruhen möglicherweise darauf, daß die ionischen Bindungen in der STO-Gitterstruktur, die weit stärker sind als die metallischen Bindungen, die Diffusion der Atome zur Oberfläche behindern.

Matsunga et al. [Mats1] beobachteten bei ihren Untersuchungen das $\langle 011 \rangle \{011\}$ Gleitsystem von bei Raumtemperatur durch Vickers-Indentor verformten STO-Einkristallen.

8.1.2 Die in der vorliegenden Arbeit analysierten Gleitsysteme einachsialer Druckverformung

Das wichtigste Ergebnis aus den Verformungsexperimenten der vorliegenden Arbeit ist, wie in Kapitel 6 beschrieben, daß das Verformungsverhalten für alle untersuchten Probenorientierungen durch drei Temperaturbereiche charakterisiert ist: **duktil, spröd, duktil**.

In Kapitel 7 wurde gezeigt, daß $\langle 011 \rangle \{011\}$ das primäre Gleitsystem im Bereich A für alle untersuchten Druckachsen und im Bereich C auch für die $\langle 001 \rangle$ -Proben ist. Dagegen ist die Gleitrichtung der Versetzungen des primären Gleitsystems für die $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben im Bereich C parallel zu $\langle 001 \rangle$. Die Gleitebene des

primären Gleitsystems im Bereich C ist $\{001\}$ für die $\langle 011 \rangle$ -Proben und $\{011\}$ für die $\langle 112 \rangle$ -Proben.

Mit der Kenntnis über die primären Gleitsysteme wurden die Schmidfaktoren gemäß Gleichung 2.4 für die o.g. Proben berechnet und die in der Gleitebene wirkende kritische Schubspannung t_c bestimmt. Bild 6.26 zeigt t_c als Funktion der Temperatur. Multipliziert man die im Bereich A für alle Druckachsen berechneten Schmidfaktoren mit der Bruchspannung s_{Br} , so ergibt sich die in Kapitel 6.2.6 definierte Größe, t_{Br} , die ebenso in Bild 6.26 als Funktion der Temperatur aufgetragen ist.

Folgende Merkmale können aus den bisherigen Ergebnissen festgestellt werden:

- A) Die Übereinstimmung der t_c -Werte aller Druckachsen im Bereich A ist eine weitere Bestätigung für das Vorliegen des primären Gleitsystems $\langle 011 \rangle \{011\}$ für die Verformungen aller Proben bei Temperaturen unterhalb etwa 1000K.
- B) Die t_{Br} -Werte für alle Druckachsen stimmen für den für diese Druckachsen gemeinsamen Temperaturintervall des Bereiches B ($1000\text{K} < T < 1250\text{K}$) relativ gut überein. Mit diesem Ergebnis kann behauptet werden, daß der Bruchvorgang in o.g. Temperaturintervall für alle Druckachsen durch die Eigenschaften von $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen ausgelöst werden muß. Diese Aussage wird dadurch unterstützt, daß für alle untersuchten Druckachsen ein fließender Übergang von Bereich A in den Bereich B beobachtet wird. Darüber hinaus sprechen die kontinuierlich mit steigender Temperatur sinkende Duktilität im Bereich A (siehe Bild 6.2) und die geringe Plastizität vor einem spröden Bruch bei den Verformungen zu Beginn des Bereiches B (siehe Bild 6.6) für die Annahme, daß der Bruchvorgang im o.g. Temperaturintervall des Bereiches B in engem Zusammenhang mit der Bewegung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen steht.
- C) Aus den Ergebnissen des Kapitels 7 folgt, daß im Bereich C für die $\langle 001 \rangle$ -Proben das primäre Gleitsystem durch $\langle 011 \rangle \{011\}$ gegeben ist. Trägt man die t_{Br} -Werte für den Bereich B über der Temperatur auf (siehe Bild 6.26), so erkennt man, daß der Bereich B bei nahezu gleichen Spannungen in den Bereich C ($t_{Br}(1470\text{K}) \cong t_c(1510\text{K}) \cong 400\text{MPa}$) übergeht. Diese Beobachtungen legt die Vermutung nahe, daß der Bruch im gesamten Bereich B bei den $\langle 001 \rangle$ -Proben (d.h. $1000\text{K} < T < 1500\text{K}$) in engem Zusammenhang mit der Gleitfähigkeit der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen steht.

- D) Der Übergang von Bereich B nach C ist bei den $\langle 011 \rangle$ -, $\langle 112 \rangle$ - und $\langle 345 \rangle$ -Proben durch einen Spannungsabfall bei etwa 1250K gekennzeichnet. Dies ist in Übereinstimmung mit dem Ergebnis aus lichtmikroskopischen Untersuchungen (siehe Kapitel 7.2) über das Vorhandensein eines anderen primären Gleitsystems im Bereich C für die $\langle 011 \rangle$ - bzw. $\langle 112 \rangle$ -Proben. Da die s_c -Werte für $\langle 345 \rangle$ -Proben in der Größenordnung der s_c -Werte von $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben sind (siehe Bild 6.20), kann man mit großer Wahrscheinlichkeit die o.g. Aussage auch für die $\langle 345 \rangle$ -Proben verwenden. Dies bedeutet, daß bei diesen Proben der Übergang von Bereich B in C durch einen abrupten Wechsel des primären Gleitsystems gekennzeichnet ist.

Damit lassen sich die in A) bis D) beschriebenen Beobachtungen zusammenfassen als:

Die Gleitfähigkeit der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen auf $\{011\}$ -Ebenen bestimmt das Verformungsverhalten in den Bereichen A und B bei allen untersuchten Proben und im Bereich C bei den $\langle 001 \rangle$ -Proben.

Die Verformbarkeit bzw. Sprödigkeit wird i.A. durch den Prozeß kontrolliert, der bei gegebener Temperatur die geringere äußere Spannung benötigt. Würde man den t_c - T -Verlauf im Bereich C für die $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Druckachsen in Bild 6.26 zu tieferen Temperaturen (z.B. bis 1100K) extrapolieren, so bekäme man t_c -Werte, die höher als die gemessenen t_{Br} -Werte sind. Deshalb tritt Bruch anstelle von Plastizität bei den Temperaturen unterhalb etwa 1250K bei $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Proben auf. Diese Aussage über die Steuerung des Verformungsverhaltens durch den dominierenden Prozeß ist auch auf die Verformung im Übergangsbereich zwischen den Bereichen A und B (bei etwa $1050\text{K} \pm 60\text{K}$) übertragbar. Dort trat der Bruch nach einer geringen Plastizität während einer Verformungsverfestigung auf (siehe die Verformungskurven bei 1008K, 1060K und 1110K in Bild 6.6).

8.1.3 Verformungsverfestigung im Bereich A

Verformungsverfestigung in einkristallinen kfz-Metallen ist eine Erscheinung, die sehr intensiv für Metalle erforscht worden ist und deren Ursachen bis auf Details in Literaturstellen, wie [Haas1], [Gott1] und [Diet1] nachzulesen sind. Die weitreichenden Spannungen durch steckengebliebene Versetzungen erzeugen lokale

Versetzungsbewegungen in sekundären Gleitsystemen. Diese Versetzungen tragen wenig zur plastischen Dehnung bei, haben aber großen Einfluß auf die Festigkeit.

Aus transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit wurde die Existenz eines sekundären Gleitsystems nachgewiesen, nämlich $\langle 111 \rangle \{011\}$ -Gleitsystem, und zwar in der bei 845K um 1,4% plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ -Probe. Die Verformungsverfestigung begann in dieser Probe nach etwa 0,5% plastischer Dehnung (siehe Bild 6.1). Möglicherweise spielt das Auftreten des sekundären Gleitsystems eine Rolle zur Verformungsverfestigung im Bereich A.

Die Verformungsverfestigung kann aber auch dann erfolgen, wenn die Versetzungen auf sich kreuzenden Gleitebenen lokal wechselwirken und unbewegliche (*immobilisierte*) Versetzungssegmente bilden. Eine Möglichkeit derartiger Versetzungsreaktion ist durch die folgende Beziehung gegeben:

$$[01\bar{1}] + [101] \rightarrow [110] \quad (8.1)$$

Ist die Druckachse der Probe parallel zur $[001]$ -Richtung, so gilt für die Versetzungen mit $[110]$ -Burgersvektor $\cos c_\theta = 0$. Damit ist der Schmidfaktor gemäß Gleichung (2.5), ebenfalls gleich Null. Die Reaktion nach Gleichung (8.1) und weitere ähnliche Reaktionen, die immobile Versetzungsstücke gebildet haben, wurden aus TEM-Beobachtungen an den im Bereich A verformten $\langle 001 \rangle$ -Proben häufig beobachtet. Die Beobachtungen lassen sich damit vollständig mit dem beschriebenen Versetzungsmodell erklären.

8.1.4 $\langle 001 \rangle$ -Versetzungsgleitung in verformten $\langle 001 \rangle$ -Proben im Temperaturbereich $1500\text{K} < T < 1650\text{K}$

Der Schmidfaktor und damit t_c ist für $\langle 001 \rangle$ -Gleitung in $\langle 001 \rangle$ -Proben nahezu Null. Deshalb ist eigentlich die Gleitung der Versetzungen, die einen $\langle 001 \rangle$ -Burgersvektor oder eine $\{001\}$ -Gleitebene haben, nicht möglich. Dies stimmt nicht überein mit den Ergebnissen der TEM-Untersuchungen der im Temperaturbereich $1500\text{K} < T < 1650\text{K}$ verformten $\langle 001 \rangle$ -Proben (siehe Kapitel 7.1.4.2). Diese Untersuchungen haben gezeigt, daß relativ viele $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen vorhanden sind, die sich auf $\{001\}$ - bzw. $\{011\}$ -Ebenen befinden. Dies legt nahe, daß die Gleitung der $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen sehr leicht eingeleitet werden kann, was sich auch bei Verformungen der Proben anderer Druckachsen zeigte. Erstaunlicherweise finden sich dagegen in den bei

höheren Temperaturen ($T > 1650\text{K}$) verformten Proben sehr wenige eingewachsene $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen. Diese sind vermutlich bereits während der Kristallzucht entstanden.

Möglicherweise sind die weitreichenden Spannungsfelder der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungswälder ausreichend groß, um neue $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen an Versetzungsquellen zu erzeugen und diese in Bewegung zu setzen, zumal die $\langle 001 \rangle$ -Versetzungen bei vergleichbaren Temperaturen relativ niedrige Spannungen für die Bewegung benötigen (siehe Bild 6.26). Wären die $\langle 001 \rangle$ -Partialversetzungen nur aufgrund der Einlagerung der Punktdefekte an $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen nach Gleichung (2.44) entstanden, sollten sie im Bereich der höheren Temperaturen, bei denen Diffusionsprozesse sehr viel leichter möglich sind, mindestens genau so gut wirksam sein.

Poirier et al. [Poir3] berichteten über ein solches Verhalten von $\langle 001 \rangle$ -Versetzungsgleitung auf Ebenen, auf denen t_c gleich Null ist. Sie haben Kriechversuche an Proben aus KZnF_3 -Einkristallen^(#) mit einer Versetzungsrichtung parallel zur $\langle 001 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ -Richtungen bei Temperaturen zwischen 923K ($0,8T_m$) und 1073K ($0,94T_m$) durchgeführt. Um dieselbe Kriechrate zu erzeugen, benötigten die $\langle 001 \rangle$ -Proben (Versetzungsgleitung auf $\{011\}$ -Ebenen) fünf mal höhere Spannungen als die $\langle 111 \rangle$ -Proben (Versetzungsgleitung auf $\{001\}$ -Ebenen). Dabei wurde eine ungewöhnliche Festigkeitssteigerung und danach eine Festigkeitsabnahme mit steigender Temperatur beobachtet.

In der Diskussion begründen sie dieses anomale Verhalten durch eine besondere Kernstrukturänderung der Versetzungen und schlugen zwei Mechanismen der Versetzungskernänderung vor. Laut dem ersten Mechanismus können sich die Stufenversetzungen auf ihren Kletterebenen aufspalten (siehe Bild 2.10). Dadurch werden die aus den Quellen emittierten Versetzungsringe ziemlich bald blockiert und dies umso näher, je höher die Temperatur. Dieser Mechanismus wurde von Stohr und Poirier [Stoh1] bei Festigkeitssteigerung aufgrund einer pyramidalen Gleitung ($\langle 11\bar{2}3 \rangle \{11\bar{2}2\}$) in Magnesium bei TEM-Untersuchungen beobachtet.

^(#) KZnF_3 hat kubische Perowskitstruktur bei alle Temperaturen ($T_m=1143\text{K}$) [Poir3].

Bei dem zweiten Mechanismus gehen die Autoren davon aus, daß die Schraubenanteile auf verschiedenen Ebenen quergleiten. Dadurch erschwert sich die Versetzungsbewegung und das umso mehr, je weiter die Aufspaltung durch die thermische Aktivierung ist. Dadurch wird die von der thermischen aktivierten Aufspaltung herrührende Versetzungsgeschwindigkeit geringer. Dieser Mechanismus ist zum ersten Mal für die prismatische Gleitung ($\langle 1120 \rangle \{1010\}$) in Beryllium von Régnier und Dupouy [Rég1], und später für die geordneten intermetallischen Verbindungen von Typ L_{12} (Ni_3Al) von Liang und Pope [Liang1] gefunden worden. Die Gemeinsamkeiten des anomalen Verformungsverhaltens von STO und $KZnF_3$ bekräftigen das Vorliegen einer temperaturabhängigen Kernumwandlung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzen in Strontiumtitanat.

8.2 Interpretation: Vorstellung des Modells zur Beschreibung des Gleitverhaltens der $\langle 011 \rangle$ -Versetzen

Mit Hilfe der kontinuumsmechanischen Theorie können viele wichtige Phänomene der plastischen Verformung gedeutet werden. Allerdings lassen sich einige Beobachtungen, die man bei Verformungsexperimenten bei krz-Metallen oder bei intermetallischen Verbindungen (Ni_3Al , $TiAl$) findet, nicht leicht interpretieren. Dies trifft dann insbesondere zu, wenn Änderungen der atomistischen Konfiguration von Versetzungen während der Verformung auftreten. So haben Vitek et al. [Vite1] gezeigt, daß sich der Kern der Schraubenversetzungen in krz-Metallen nicht auf eine Gleitebene sondern, aufgrund der Kristallsymmetrie, auf drei äquivalenten Ebenen ausdehnt. Diese Ebenen weisen keine planare, sondern eine räumliche Struktur auf [Hirs1]. Dies führt zu einer geringeren Beweglichkeit der Schraubenversetzungen in krz-Metallen bei niedrigen Temperaturen, was sich in der starken Temperatur- und Dehngeschwindigkeitsabhängigkeit der Fließspannung zeigt und u. a. die Sprödigkeit der ferritischen Metalle bei niedrigen Temperaturen zur Folge hat [Brun1]. Diese Beispiele zeigen, daß der atomistischen Versetzungskernstruktur bei der konservativen Versetzungsbeweglichkeit eine außerordentlicher Bedeutung zukommt. Diese Aussage gewinnt vor allem bei komplexen Kristallstrukturen, wie Perowskiten (STO) oder intermetallischen Legierungen ($NiAl$), an Bedeutung.

In Kapitel 8.1.2 wurde beschrieben, daß die Verformbarkeit im Bereich A und die Sprödigkeit im Bereich B für alle untersuchten Probenorientierungen mit der

Beweglichkeit der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen in Zusammenhang stehen. Die bisher bekannten Mechanismen der Bewegung und Wechselwirkung von Versetzungen, die alle die identische Kernkonfiguration besitzen, sind nicht in der Lage, die hier experimentell gefundenen Phänomene der Plastizität von STO-Einkristallen zu interpretieren. Im folgenden wird deshalb ein Modell vorgeschlagen, bei dem, in Anlehnung an die o.g. Beispiele, eine Änderung der Versetzungskernstruktur der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen in Abhängigkeit der Temperatur angenommen wird.

Für die Entwicklung des Modells werden folgende fünf Punkte, die sich auf Bild 6.26 beziehen, ausgewählt:

1. Plastische Verformbarkeit unterhalb etwa 1000K (Bereich A) aufgrund der Gleitung von $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen.
2. Relativ niedrige, schwach temperaturabhängige Schubspannungen ($t_c \approx 50\text{MPa}$) oberhalb RT bis zum nahezu Ende des Bereiches A.
3. Sprödes Bruchverhalten bei Verformung im Bereich B, das durch $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen ausgelöst und gesteuert wird.
4. Zunahme der t_{Br} -Werte mit steigender Temperatur.
5. Die Hochtemperaturduktilität (Bereich C) erfordert bei den $\langle 001 \rangle$ -Proben sehr hohe Spannungen. Die kritische Schubspannung t_c ist im Bereich C für die $\langle 001 \rangle$ -Proben erheblich höher als die der anderen untersuchten Proben.

8.2.1 Grundlegende Definitionen für das Modell

Es wird vorausgesetzt, daß die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungslinien in kleinst mögliche Bausteine unterteilt sind, die in der vorliegenden Arbeit mit *Versetzungselementarzellen (VEZ)* bezeichnet werden. Sie sollen zwei unterschiedliche Kernkonfigurationen annehmen können, deren relative Anteile mit der Temperatur variieren. Die zwei Konfigurationen werden im folgenden *leichtbewegliche (lb)* und *schwerbewegliche (sb)* genannt.

Es wird angenommen, daß sich die beiden Konfigurationen mittels thermischer Aktivierung ineinander umwandeln können. Eine VEZ mit lb-Kernkonfiguration wird als *lb-VEZ* benannt. Analog dazu wird die Abkürzung *sb-VEZ* für eine VEZ mit sb-Kernkonfiguration verwendet.

Zur Vervollständigung der Definition von VEZ, deren Länge d_K der Größenordnung des Versetzungsburgersvektors entspricht, soll betont werden, daß eine VEZ nicht gleichzeitig in beiden Kernkonfigurationen vorliegen kann.

T_{lb} wird als die Temperatur definiert, unterhalb der die Wahrscheinlichkeit P der Kernumwandlung von lb– in sb–Konfiguration nahezu Null (sehr gering) ist. Dies bedeutet, daß bei Temperaturen $T < T_{lb}$ („tiefe Temperaturen“) die Versetzungsgleitung ausschließlich mit lb–VEZ erfolgt, weil die sb–VEZ in einer unbedeutend kleinen Anzahl auftauchen und von sehr kurzer Lebensdauer sind. Mit steigender Temperatur über T_{lb} , wird der Anteil an sb–VEZ und zugleich deren Lebensdauer allmählich größer.

Analogerweise wird angenommen, daß die sb–VEZ oberhalb einer Temperatur T_{sb} zum Gleiten gezwungen werden, weil dann die thermische Aktivierung ausreicht zusammen mit der angelegten Spannung die sb–Segmente zu bewegen. Die Umwandlungswahrscheinlichkeit P von lb– in die sb–Konfiguration ist für $T > T_{sb}$ nahezu bei ihrem maximalen Wert. Bild 8.1 zeigt schematisch P und die Kernänderungen entlang einer $\langle 011 \rangle$ –Versetzung als Funktion der Temperatur.

Temperaturen $T > T_{sb}$ werden in der vorliegenden Arbeit als „hohe Temperaturen“ und der Bereich $T_{lb} < T < T_{sb}$ „mittlere Temperaturen“ genannt.

Im mittleren Temperaturbereich ($T_{lb} < T < T_{sb}$) sind sowohl lb–VEZ, als auch sb–VEZ gleichzeitig vorhanden, wie dies schematisch in Bild 8.2 dargestellt ist. Je höher die Temperatur, desto größer ist der Anteil an sb–VEZ an der Gesamtlänge der $\langle 011 \rangle$ –Versetzen. Darüber hinaus wird angenommen, daß bei mittleren Temperaturen die Verteilung der beiden VEZ auf jedem beliebigen $\langle 011 \rangle$ –Versetzungsegment stückweise (diskontinuierlich) und stochastisch ist.

Die $\langle 011 \rangle$ –Versetzen, die überwiegend aus lb–VEZ bestehen (d.h. Verformung im Bereich der tiefen Temperaturen von Bereich A) und im weiteren Verlauf dieser Arbeit mit *lb–Versetzen* benannt werden, besitzen eine niedrige Peierls–Barriere und können sich daher schon durch geringe thermische Aktivierung und bei relativ niedrigen Schubspannungen auf ihrer Gleitebene bewegen (siehe Bild 8.2).

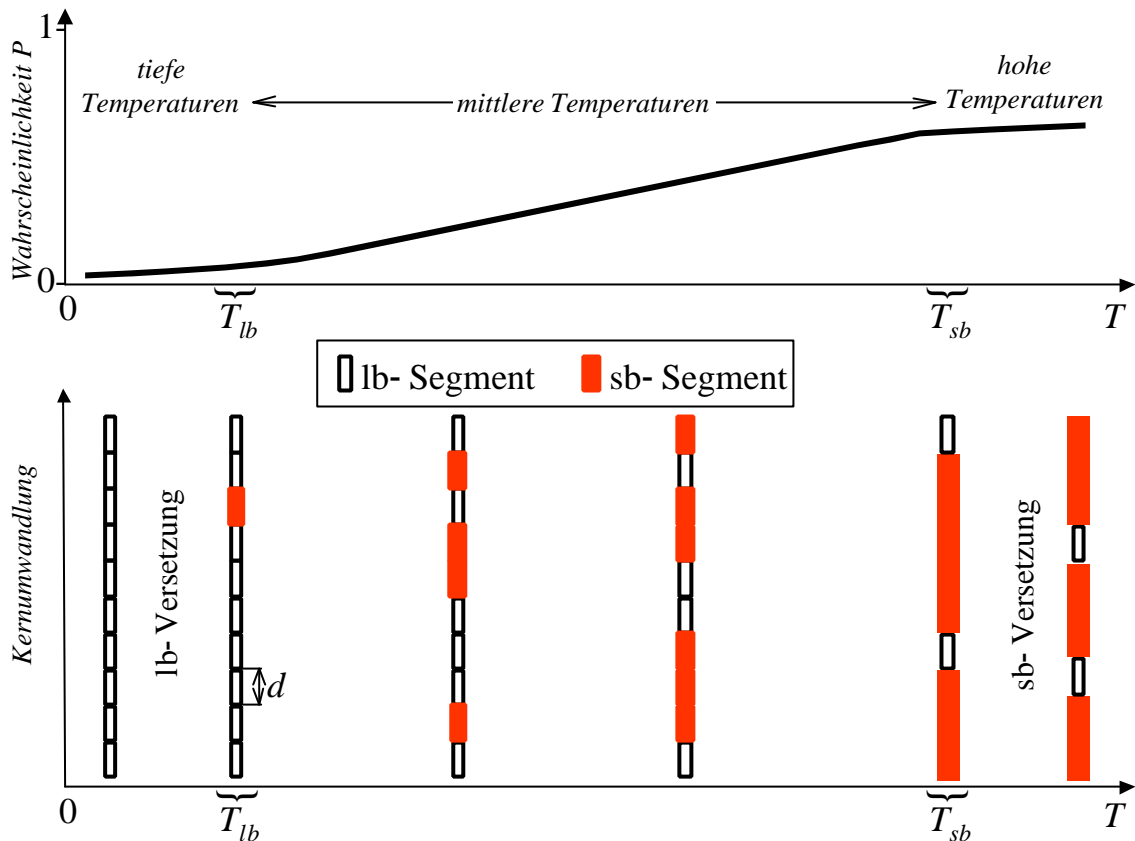


Bild 8.1: Die Umwandlungswahrscheinlichkeit P (oben) und schematische Kernänderung (unten) entlang einer $\langle 011 \rangle$ -Versetzung in Abhängigkeit der Temperatur. Bei tiefen Temperaturen ($T < T_{lb}$) liegen überwiegend lb-Versetzungselementarzellen (Umwandlungswahrscheinlichkeit P sehr gering) vor und bei hohen Temperaturen ($T > T_{sb}$) dominieren die sb-VEZ. Der Anteil an sb-VEZ nimmt oberhalb T_{sb} nicht wesentlich viel zu. Die lb- und sb-Versetzungselementarzellen, deren Länge d ist, sind durch leere bzw. volle Rechtecke dargestellt.

In analoger Weise werden $\langle 011 \rangle$ -Versetzungselementarzellen, die ungefähr den höchsten Anteil an sb-VEZ haben (d.h. im Bereich der hohen Temperaturen), in der vorliegenden Arbeit mit sb-Versetzungselementarzellen bezeichnet. Da die sb-VEZ eine höhere Peierls-Barriere haben als die lb-VEZ, benötigen die sb-Versetzungselementarzellen für die Gleitung entsprechend größere Schubspannungen selbst bei einer relativ hohen thermischen Aktivierung (siehe Bild 8.2). In diesem Fall werden die lb-Segmente (mit niedrigerer Peierls-Schwelle) gleiten, aber erst nachdem sie sich zwischen den sb-Segmenten — je nach der Länge der lb-Segmente — aus (siehe Bild 8.3).

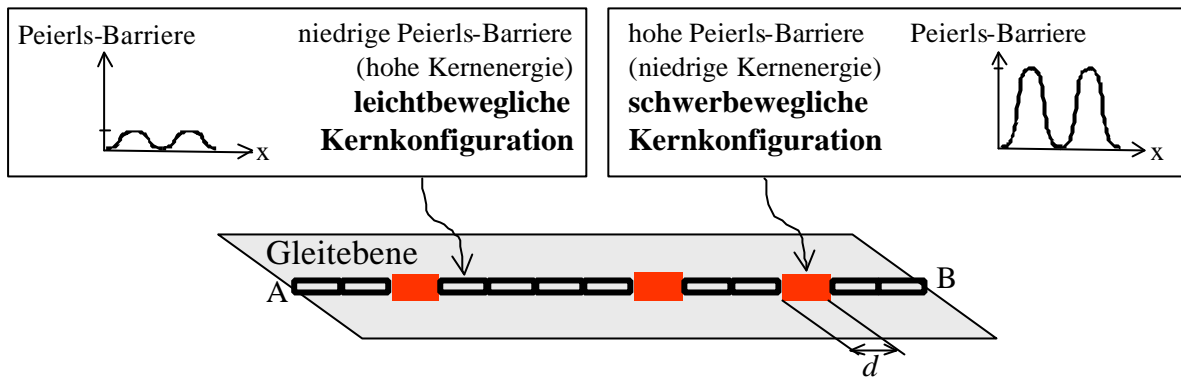


Bild 8.2: Schematische Darstellung eines $\langle 011 \rangle$ -Versetzungsstücks AB, das bei einer gegebenen Temperatur T ($T_{lb} < T < T_{sb}$) aus lb- und sb-VEZ besteht. Die lb- und sb-Versetzungselementarzellen sind durch leere bzw. volle Rechtecke dargestellt.

Es wurde bereits erwähnt, daß die sb-VEZ, die zu Beginn der mittleren Temperaturen entstehen, relativ instabil sind und daß die Umwandlung kurz nach der Entstehung der sb-VEZ rückgängig gemacht werden kann. Betrachtet man eine beliebige VEZ für die Zeitspanne Dt , so schaltet sie innerhalb Dt zeitweilig von lb- in sb-Konfiguration um, wie in Bild 8.4 schematisch dargestellt. Der Zeitabschnitt, in dem diese VEZ die sb-Konfiguration hat, wird in der vorliegenden Arbeit als *momentane Lebensdauer* $I_{sb,i}$ bezeichnet. Je höher die Temperatur desto größer ist *der zeitliche Mittelwert der Lebensdauer* \bar{I}_{sb} , die sich wie folgt berechnen läßt:

$$\bar{I}_{sb} = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q I_{sb,i} \quad (8.2)$$

Hierbei ist q die Anzahl der Kernumwandlungen von lb- in sb-Konfiguration in der Zeitspanne Dt . Aber umso größer ist auch die Summe aller $I_{sb,i}$, die in der vorliegenden Arbeit als *sb-Gesamtlebensdauer* bezeichnet und durch die folgende Beziehung berechnet wird:

$$I_{ges} = \sum_0^{\Delta t} I_{sb,i} = q \bar{I}_{sb} \quad (8.3)$$

Hierbei ist I_{ges} , den Voraussetzungen des Modells nach, der thermisch aktivierbare Anteil, der mit steigender Temperatur zunimmt. Unter der Annahme, daß die

Umwandlungsprozesse in atomaren Dimensionen ablaufen, wird in der vorliegenden Arbeit für I_{ges} die folgende Temperaturabhängigkeit angenommen:

$$I_{ges} \sim A \exp\left(\frac{-U}{kT}\right). \quad (8.4)$$

Darin hat U die Dimension einer Enthalpie und A ist eine Konstante. Die Wahrscheinlichkeit P_j , daß eine beliebige VEZ mit dem Index j in der Zeitspanne Δt sb-Konfiguration hat, kann man aus der folgenden Beziehung berechnen:

$$P_j(T) = \frac{I_{ges}}{\Delta t} = \frac{q \bar{I}_{sb}}{\Delta t}. \quad (8.5)$$

Die Gesamtlänge l der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen im Kristall kann man aus der Multiplikation der Länge der VEZ d mal ihrer Anzahl n durch die folgende Beziehung ausdrücken:

$$l = nd. \quad (8.6)$$

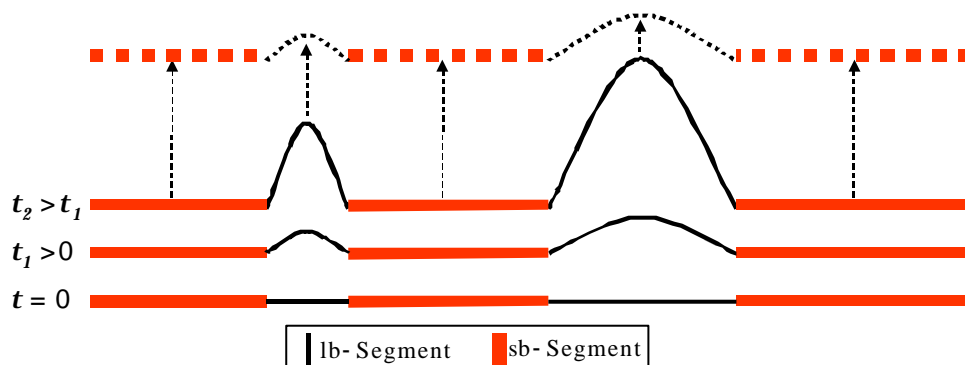


Bild 8.3: Eine $\langle 011 \rangle$ -Versetzung aus lb- und sb-Segmenten bei $T \ll T_b$, ohne angelegte Spannung ($t=0$). Bei einer relativ kleinen Spannung t_1 bauchen sich die lb-Segmente leicht aus. Bei ausreichend große Spannung t_2 können die sb-Segmente auf der Gleitebene vorwärtsgleiten, jedoch bauchen sich die lb-Segmente vorher noch mehr aus, da $t_2 > t_1$.

Betrachtet man nun die Gesamtlänge l der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen in der Zeitspanne Δt bei einer gegebenen Temperatur T , so läßt sich die Wahrscheinlichkeit P_{ges} des Vorkommens der sb-Kernkonfiguration entlang l , wie schematisch in Bild 8.5 dargestellt, aus der folgenden Beziehung berechnen:

$$P_{ges}(T) = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n P_j. \quad (8.7)$$

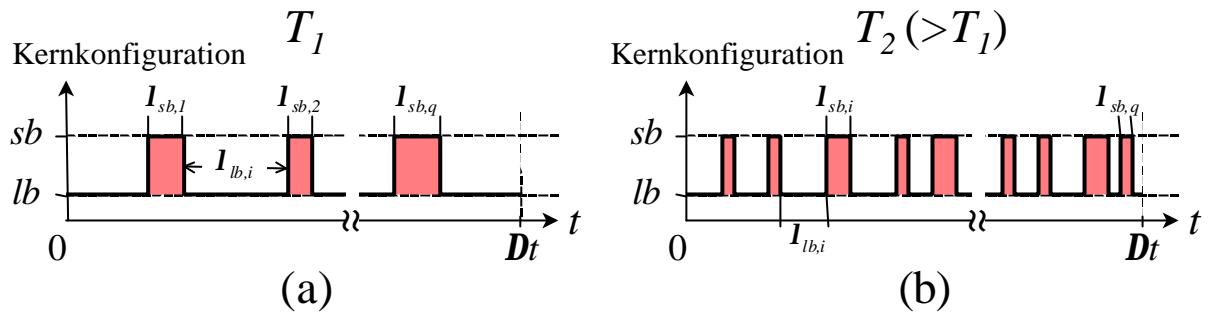


Bild 8.4: Eine Versetzungselementarzelle schaltet in der Zeitspanne Dt zufällig zwischen lb - und sb -Konfigurationen bei konstanter Temperatur um. q ist die Anzahl der Kernumwandlungen in der Zeitspanne Δt . $I_{sb,i}$ ist die momentane Lebensdauer während einer sporadischen sb -Umwandlung und analog ist $I_{lb,i}$ die momentane Lebensdauer der lb -Konfiguration. Bei tieferen Temperaturen T_1 in Teil (a) ist momentane Lebensdauer für lb - bzw. sb -Konfiguration in Durchschnitt geringer als bei der höheren Temperatur T_2 (in Teil (b)). Jedoch ist die Summe der momentanen Lebensdauer I_{ges} der sb -Konfiguration bei T_2 größer als die bei der tieferen Temperatur T_1 .

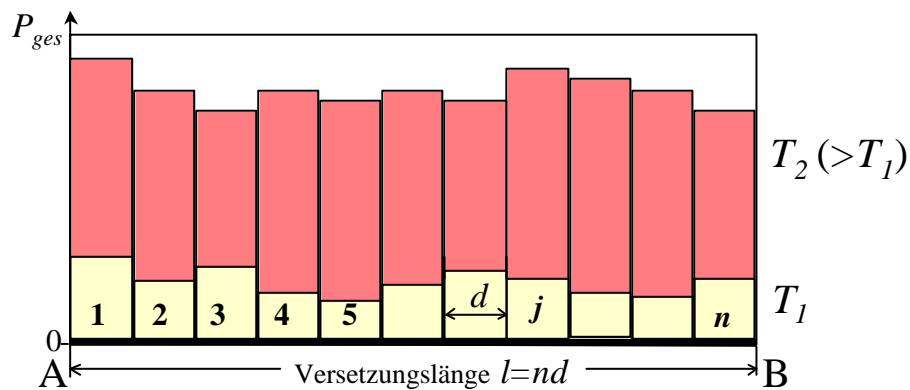


Bild 8.5: Versetzung AB mit der Länge l besteht aus n Versetzungselementarzellen, die jeweils eine Länge d haben. Die Rechtecke stellen schematisch die sb -Umwandlungswahrscheinlichkeit P_j jeder VEZ bei einer konstanten Temperatur dar. Bei höheren Temperatur ($T_2 > T_1$) ist die Versetzung AB mit größerer Wahrscheinlichkeit P_{ges} aus sb -VEZ.

8.3 Überprüfung des Modells mit Hilfe der experimentellen Ergebnissen

In den folgenden Kapiteln erfolgt die Überprüfung des Modells anhand der Ergebnissen aus den Verformungskurven und durch das Vorlegen von Evidenzen aus mikroskopischen Untersuchungen, die die Existenz unterschiedlicher Kernkonfigurationen der Versetzungen mit $\langle 011 \rangle$ -Burgersvektor bestätigen.

8.3.1 Beschreibung des Verformungsverhaltens von $\langle 001 \rangle$ -Proben

Durch die im vorherigen Kapitel eingeführte Gesamtwahrscheinlichkeit P_{ges} können Vorhersagen darüber gemacht werden, welcher Anteil der Gesamtlänge l von $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen in Abhängigkeit der Temperatur aus s_b -Versetzungselementarzellen besteht. Im folgenden wird mit Hilfe von P_{ges} die Übertragbarkeit des Modells auf die Bewegung der $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen als Funktion der Temperatur qualitativ gezeigt. Dadurch kann dann das Interpretieren des Verformungsverhaltens von $\langle 001 \rangle$ -Proben in den Bereichen A, B und C und die in Kapitel 8.1.2 gestellten fünf Punkte erläutert werden.

8.3.1.1 Übertragung des Modells auf den Bereich A

Die Ursache der hohen plastischen Verformbarkeit bei tiefen Temperaturen im Bereich A beruht auf der Bewegung der l_b -Versetzungen (bzw. l_b -Versetzungssegmente). Da deren Peierls-Barriere niedrig ist, sind die kritischen Schubspannungen im Bereich A niedrig.

Die kritische Schubspannung im Bereich A hängt unterhalb RT stark und oberhalb RT sehr schwach von der Temperatur ab (siehe Bild 6.26). Da im Bereich der tiefen Temperaturen ($T < T_{lb}$) die Versetzungen vorwiegend aus l_b -VEZ bestehen ($P_{ges} \approx 0$), kann man davon ausgehen, daß die starke Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung unterhalb RT durch eine thermisch aktivierte Kinkpaarbildung gesteuert wird. Mit steigender Temperatur ($T > T_{lb}$) nimmt P_{ges} zu und es bilden sich die ersten s_b -VEZ, die eine Verlangsamung der Bewegung der gesamten Versetzung zur Folge haben. Hierbei wird allerdings die Annahme gemacht, daß die Geschwindigkeit der l_b -Versetzungssegmente unabhängig von der Temperatur ist. Je höher die Temperatur, desto größer ist die Anzahl und die Lebensdauer von s_b -VEZ, was zur weiteren Behinderung der Versetzungen führt.

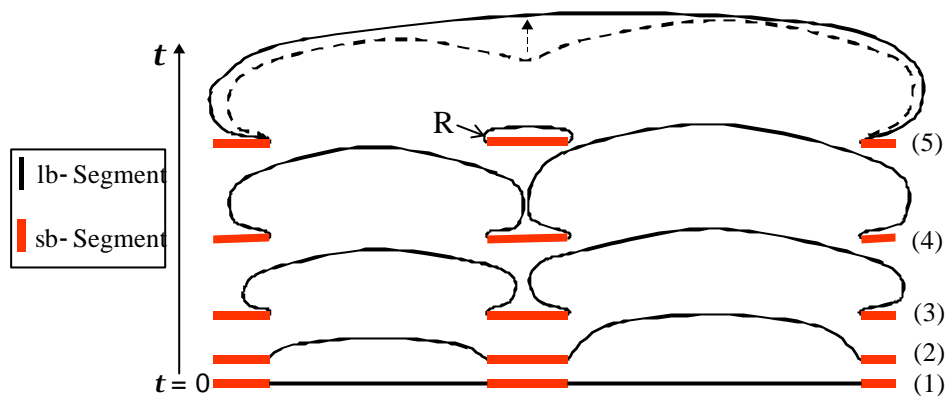


Bild 8.6: Schematische Darstellung des Losreiß-Mechanismus der lb-Segmente aus den sb-Haftstellen bei einer konstanten Temperatur im Bereich A. (1) Versetzung mit lb- und sb-Segmenten ohne äußere Spannung. (2)–(4) Je höher die angelegte Spannung t , desto mehr ist die Ausbauchung der lb-Segmente. (5) Die ausgebauchten Segmente schnappen zusammen und hinterlassen an dieser Stelle einen Versetzungsring (R).

Ist die Lebensdauer der sb-Segmente so groß, daß die Bewegung der Versetzung in Schüben erfolgt, können sich die an sb-Segmenten gepinnten Versetzungsstücke mit lb-Natur unter der lokalen Zunahme der Schubspannung ausbauchen. Löst sich die „sb-Haftstelle“ abrupt auf, so kann die unter der lokalen Spannungsüberhöhung ausgebauchte Versetzung sprunghaft auf ihrer Gleitebene vorwärts getrieben werden. Das Haften und Losreißen von Versetzungen kann möglicherweise der Grund dafür sein, daß bei hohen Temperaturen im Bereich A Versetzungsbündel gebildet wurden (siehe Bild 7.6).

Bei relativ lang angehaltenen sb-VEZ (noch größere P_{ges}) können lb-Segmente den sb-Haftstellen entkommen. Der dabei wirksame Mechanismus ist ähnlich dem Orowan-Mechanismus bei der Überwindung von nicht schneidbaren Teilchen (siehe Bild 8.6).

Die langlebigen sb-Haftstellen können durchaus als Verankerungspunkte für ein lb-Segment funktionieren und dabei (unter der Erfüllung der Bedingungen für eine aktive Frank-Read-Quelle) weitere Versetzungen erzeugen (siehe Kapitel 2.2.3).

Der Temperaturanstieg im mittleren Bereich ($T_{lb} < T < T_{sb}$) beeinflusst die Bewegung von $\langle 011 \rangle$ -Versetzen aus zwei Gründen. Als erstes nimmt, wie oben beschrieben, der bremsende Effekt der sb-Segmente auf die Versetzungsbewegung mit dem Temperaturanstieg durch Anstieg ihrer Dichte zu. Zweitens wird ein geringerer Anteil an

mechanischer Spannung zur Überwindung der Peierls–Barriere benötigt, um die Versetzungen zum Gleiten zu bringen, da die Zunahme der thermischen Aktivierung eine Abnahme der mechanischen Spannung bedeutet (siehe Bild 2.6(c)). Diese zwei konkurrierenden Prozesse bestimmen die tatsächliche Schubspannung während der plastischen Verformung im o.g. Temperaturbereich.

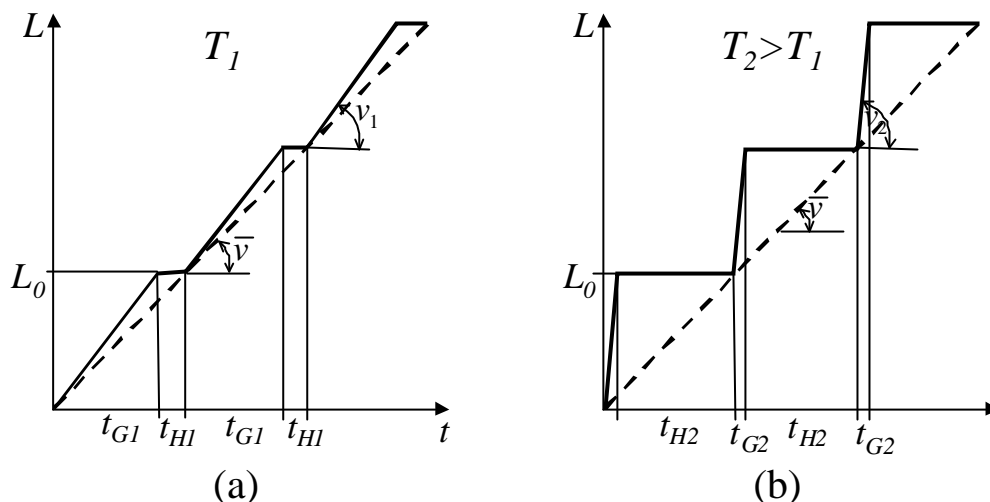


Bild 8.7: Verformung durch abschnittsweise Versetzungsbewegung, unterbrochen durch Haftstellen mit der Aufenthaltsdauer t_H [llsch1]. \bar{v} ist der zeitliche Mittelwert der Versetzungsgeschwindigkeit. (L : Weg, t : Zeit) (a) Versetzungen werden bei tieferen Temperaturen kurzzeitig angehalten (geringe Haftzeiten). Hier ist die Versetzungsbewegung relativ gleichmäßig ($\bar{v} \approx v_1$). (b) Bei höheren Temperaturen werden Versetzungen relativ lange gebremst. Sie bewegen sich nach Losreißen mit höheren Geschwindigkeiten ($v_2 > v_1$). Die Versetzungsbewegung ist stoßartig ($\bar{v} \ll v_2$).

Die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen bewegen sich bei tiefen Temperaturen eher gleichmäßig und nahezu ungebremst, weil die Haftzeiten (t_{H1}) sehr kurz sind und die momentane Versetzungsgeschwindigkeit v_1 in einer vergleichbaren Größenordnung ist, wie die gemittelte Geschwindigkeit \bar{v} (siehe Bild 8.7(a)). Mit steigender Temperatur nimmt die Anzahl und Lebensdauer der sb-VEZ zu, weshalb die Versetzungsbewegung in Schüben (d.h. hohe Geschwindigkeiten (v_2) in kurzen Zeiten (t_{G2}) und lange Ruhepausen (t_{H2}), wie in Bild 8.7(b) schematisch dargestellt ist) erfolgen würde. Durch dieses Modell lassen sich sonst zwanglos die Bereiche A und C der Verformungskurven erklären. Der Bereich B bedarf einer gesonderten Betrachtung.

8.3.1.2 Übertragung des Modells auf den Bereich B

Im Bereich B bilden sich größere sb–Segmente mit höherer Lebensdauer, die die Bewegung der Versetzungen stark einschränken. Die Versetzungsgleitung findet nur in mikroskopischen Bereichen statt, weil die Gleitzeiten sehr kurz und die Haftzeiten sehr lang sind.

Unter einer geeigneten Schubspannung t krümmt sich das lb–Versetzungsegment, wobei der Krümmungsradius R von der Schubspannung t , gemäß Gleichung (8.8), abhängt.

$$t = \frac{Gb}{2R}. \quad (8.8)$$

Der Krümmungsradius ist am kleinsten und entsprechend die dazu notwendige Schubspannung am größten, wenn $2R=l$ ist. Wie in Bild 8.8 schematisch dargestellt ist, bauchen sich die lb–Segmente infolge der angelegten Schubspannung t umso weiter aus, je länger die lb–Stücke sind.

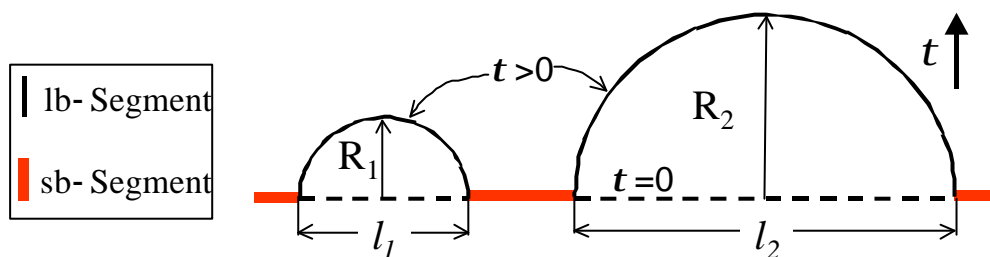


Bild 8.8: Ausbauchung der lb–Segmente bei konstanter Schubspannung t .

Bei zwei Temperaturen T_1 und T_2 ($T_1 < T_2$) im Bereich B ist die durchschnittliche Länge der lb–Segmente bei der tieferen Temperatur T_1 größer als bei T_2 (siehe Definitionen in Kapitel 8.2). Dies ist schematisch in Bild 8.9(a) dargestellt.

Wenn sich ein lb–Segment ausbaucht, kann auf seinem Laufweg ein auf der selben Gleitebene befindliches langlebiges sb–Segment treffen und hinter ihm gestoppt werden. Bewegen sich weitere lb–Segmente hintereinander dem gleichen sb–Segment zu, würden sie dort zur Versetzungsaufstauung („pile-up“) führen, wie in Bild 8.9(b) dargestellt. Solche Versetzungsaufstauungen führen zur lokalen Spannungsüberhöhungen. Die Spannungsspitzen können dann an ausgewiesenen Stellen zur Bildung eines Mikrorißkeimes führen. Breiten sich mehrere Mikrorisse in der Probe instabil aus, so kann dies zu einem spröden Bruch führen [King1].

Bei der tieferen Temperatur T_1 kommt es zur intensiveren Versetzungsaufstauung, weil, wie bereits erwähnt, sich die lb-Segmente weiter ausbauchen können.

Um einen pile-up-Mechanismus der vergleichbaren Stärke bei der höheren Temperatur T_2 zu erreichen, muß die angelegte Spannung entsprechend groß sein, da kürzere lb-Segmente ausgebaucht werden müssen. Damit kann man die Zunahme der Bruchspannung im Bereich B mit steigender Temperatur qualitativ erklären.

Die TEM-Aufnahmen (siehe Kapitel 7.1.3) deuten darauf hin, daß vor Eintreten des Bruchs keine weitreichende Versetzungsgleitung stattfindet. Dies könnte man dahingehend interpretieren, daß die beschriebene Blockierung schon in unmittelbarer Nähe der Versetzungsquellen stattfindet (siehe Bild 8.10). Diese Aussage wird dadurch bekräftigt, daß die Dichte der Gleitversetzungen zwischen den Clustern in der untersuchten TEM-Folie relativ gering war.

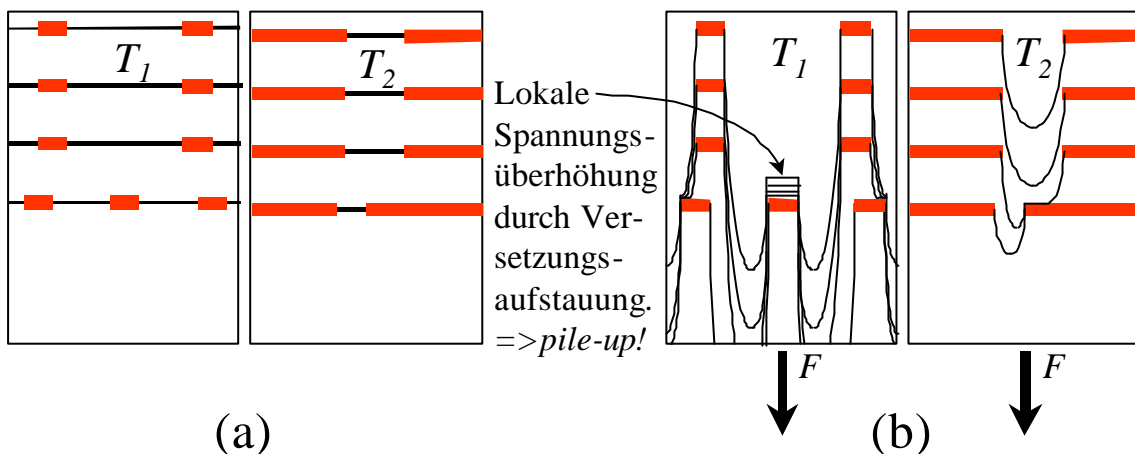


Bild 8.9: (a) Draufsicht auf zwei Gleitebenen mit gleich großer $\langle 011 \rangle$ -Versetzungsdichte bei Temperaturen $T_1 < T_2$. Die lb-Segmente (schmale Linien) sind bei T_1 länger, als die sb-Segmente (dickere Linien). (b) Unter der gleichen Last F bauchen sich die längeren lb-Segmente (bei T_1) nach der Orowan-Gleichung mehr aus als die kürzeren bei T_2 .

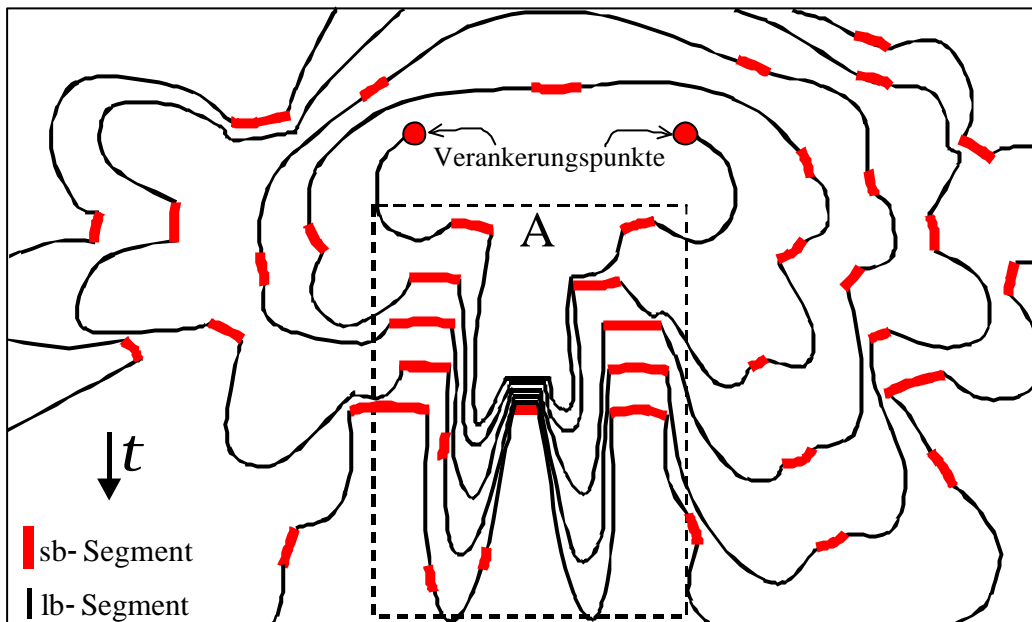


Bild 8.10: Schematische Darstellung einer Versetzungsquelle zusammen mit emittierten Versetzungen. Die beiden Konfigurationen kommen vor. Der Ausschnitt A wurde bereits in Bild 8.9 gezeigt.

8.3.1.3 Übertragung des Modells auf den Bereich C

Bei Temperaturen nahe T_{sb} ist der Versetzungsanteil an sb-VEZ am höchsten. Die Dichte der lb-Segmente ist so gering, daß ihre Anzahl für das Zustandekommen einer Mikrorißkeim erzeugenden Versetzungsaufstauung nicht ausreicht. Die Spannung, die diese lb-Segmente für einen pile-up-Mechanismus benötigen, ist größer als die zur Überwindung von z.B. einer Peierls-Barriere der sb-Segmente. Deshalb erfolgt die Versetzungsgleitung im Bereich C aufgrund der thermisch aktivierten Gleitung der sb-Segmente.

Die starke Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung im Bereich C beruht möglicherweise auf thermisch aktivierte Kinkpaarbildung in sb-Segmenten.

8.3.2 Evidenzen aus TEM-Untersuchungen zur Bestätigung der Existenz unterschiedlicher Versetzungskernkonfigurationen

In Kapitel 7.1.4.3 wurde darauf hingewiesen, daß die in der bei 1810K verformten Probe beobachteten $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen überwiegend gerade sind, im Gegensatz zu den $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen, die in den bei RT bzw. 845K verformten Proben beobachtet wurden. Aus der Form der Versetzungslinie kann man qualitative Aussagen über die

Höhe der Peierlsberge machen [Frie1]. Je höher diese sind, umso geradliniger verlaufen die Versetzungen. Daraus folgt, daß die $\langle 011 \rangle$ -Versetzungen bei den Hochtemperaturversuchen (Bereich C) eine höhere Peierls-Barriere zu überwinden haben, als bei den Tieftemperaturversuchen (Bereich A). Dafür spricht auch die starke Temperaturabhängigkeit der kritischen Fließspannung im Bereich C.

Die Versetzungsstruktur der bei 1260K mit einer Spannung von etwa $0,88\sigma_{Br}$ belasteten $\langle 001 \rangle$ -Probe (siehe Bild 7.9) besteht aus mehreren Versetzungsknäueln sehr hoher Dichte. Es ist deutlich, daß hier keine vergleichbare Versetzungsgleitung wie in den Proben, die in den Bereichen A bzw. C verformt wurden, stattgefunden hat. Dies legt nahe, daß die Versetzungen mit l_b -Konfiguration eventuell sehr nahe an ihren Quellen geblieben sind und daher nicht über weite Strecken gleiten konnten. Dies wurde schematisch in Bild 8.10 dargestellt.

Die Versetzungen A und B in Bild 7.15(a) können möglicherweise in einen energetisch metastabilen Zustand einer s_b -Konfiguration geraten sein, die nach einer ausreichenden Energiezufuhr in einen energetisch stabileren Zustand (siehe Bild 7.15(b) und (c)) übergegangen ist. Diese treppenartige Struktur ist vergleichbar mit Bild 7.12(a), die auch schematisch in Bild 7.13(a) dargestellt ist. Es wird vermutet, daß andere ähnliche Strukturen, wie in Bild 7.12 oder Bild 7.14, jeweils aus einem einzigen Versetzungsstück durch einen gleichartigen Mechanismus, wie in Bildern 7.15(a) bis (c), gebildet worden sind und zwar nicht während des Druckexperiments bei 1260K, sondern im nachhinein. Dies könnte ein weiterer Hinweis dafür sein, daß bei hohen Temperaturen (z.B. 1260K) Versetzungen anderer Kernkonfigurationen — nämlich die sog. s_b -Konfiguration — besitzen als die bei tiefen Temperaturen (z.B. RT). Möglicherweise ähnelt die Kernkonfiguration der Versetzungen A bzw. B von Bild 7.15(a) der der s_b -Versetzungen mehr als der der l_b -Versetzungen. Mit dieser Annahme müßte dann die Versetzungsdichte in jedem der o.g. Knäuel während der Belastung sehr viel geringer sein als die Versetzungsdichte in den in Bild 7.9 zu beobachtenden Knäueln. Deshalb sollte eine andere Versetzungsstruktur im Falle von in-situ Mikroskopieren erwartet werden.

Die lokale Versetzungsaufspaltungen im Bereich C (bei 1558K), die in Bild 7.20 mit S gekennzeichnet ist, ist zum Teil denen von Bild 7.13(a) ähnlich, jedoch haben die Versetzungen verschiedene Burgersvektoren, die in Tabellen 7.1 und 7.2 eingeführt

sind. Aus dem Vergleich zwischen den TEM–Aufnahmen von Verformungen bei 1260K, 1558K und 1810K (siehe Bilder 7.9, 7.19 und 7.21) kann man feststellen, daß sich die Anzahl der Kernumwandlung in $\langle 011 \rangle$ –Versetzungen mit steigender Verformungstemperatur quantitativ reduzierte. Dies liegt vermutlich daran, daß mit steigender Verformungstemperatur der Anteil von lb–Segmenten immer kleiner wird.

Die aus Bild 7.14 sichtbare Periodizität des Auftreten von Aufspaltungen in relativ gleichmäßigen Abständen entlang einer Versetzung —die, wie in Kapitel 7.1.3.1 beschrieben, aus 53 Stufen besteht und etwa $13\mu\text{m}$ lang ist— könnte ein Indiz dafür sein, daß Dichte und Verteilung der sb–Segmente bzw. lb–Segmente einen Beitrag zu dem Mechanismus leisten können, durch den solche Aufspaltungen, wie bei A und B, zustande gekommen sind.

Da, nach dem in diesem Kapitel vorgestellten Modell, mit steigender Temperatur die Versetzungen immer mehr die bremsende Wirkung von sb–VEZ erfahren, müßte ihre Bewegung, wie in Bild 8.7(b) dargestellt, mit längeren Stillständen gekennzeichnet sind. Dies bedeutet, daß während des Zeitraumes, in dem sich einige Versetzungen vorwärts bewegen, andere unbeweglich bleiben. Die letzteren behindern die sich bewegenden Versetzungen an ihrem Vorwärtsgleiten, was zum lokalen Versetzungsaufstauungen führen. Dieses Phänomen ist mittels TEM–Untersuchungen aus dem Vergleich der Versetzungsstruktur der plastisch verformten $\langle 001 \rangle$ –Proben bei 845K (siehe Bild 7.6) zu erklären.

8.3.3 Ausblick auf weitere Untersuchungsmethoden zur experimentellen Bestätigung des Modells

Zur Untersuchung der atomaren Struktur von Versetzungskernen werden grundsätzlich zwei Methoden verwendet. Die experimentellen Untersuchungsmethoden mit Hilfe der hochauflösenden Elektronenmikroskopen (HREM) sind unter bestimmten Voraussetzungen in der Lage einen Versetzungskern in atomaren Dimensionen sichtbarzumachen. Auch lassen sich anhand von theoretischen Näherungen die Atompositionen im Kern einer Versetzung mit Hilfe eines geeigneten atomistischen Modells berechnen.

Eine Möglichkeit zur Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des Haft–Losreiß–Mechanismus im Bereich A, (siehe Bild 8.7(a) und (b)), bietet das in–situ

Durchstrahlungsmikroskopieren. Dadurch kann man die Bewegung von $\langle 011 \rangle$ -Versetzen im Temperaturbereich $RT < T < 1000\text{K}$ beobachten, um qualitative Änderungen bezüglich ihrer Bewegungsablauf feststellen zu können.

Weiter könnte man aus in-situ-Untersuchungen bei verschiedenen Temperaturen eine mittlere l_b -Versetzungslänge l zwischen den s_b -Haftstellen bestimmen und daraus Rückschlüsse zur quantitativen Bestimmung der zur Ausbauchung von l_b -Versetzungsegmenten benötigten Spannung mit Hilfe der Orowan-Gleichung

$$t = \frac{Gb}{l} \quad (8.9)$$

in Abhängigkeit der Temperatur ziehen und mit Bruchspannungen aus Bereich B vergleichen.

8.4 Stapelfehlerenergie

Die in der vorliegenden Arbeit berechnete Stapelfehlerenergie als Funktion der Temperatur zeigt Bild 7.22. Die Diskrepanzen zu den Werten von erwähnten Literatur können möglicherweise darauf hinweisen, daß sich die Untersuchungsmethoden der vorliegenden Arbeit von denen aus der o.g. Literatur unterscheiden.

Im Gegensatz zu den Ergebnissen der Arbeiten aus der Literatur ist bei der vorliegenden Arbeit die Stapelfehlerenergie aus der Versetzungsaufspaltung nach plastischer Verformung bei RT und 845K und nach Belastung bis knapp unter der Bruchspannung experimentell bestimmt worden (siehe Kapitel 7.1.5). Neben der nahezu linearen Abnahme der Stapelfehlerenergie mit steigender Temperatur (siehe Bild 7.22) findet man deutlich geringeren Stapelfehlerenergie als bei den in Kapitel (2.3.1) zitierten Autoren.

8.5 Versetzungsdichte

Während der Kristallzucht erfolgt der Einbau von Versetzungen in großer Anzahl in die Einkristallen. Die Versetzungsdichte der mit der Verneuil-Methode gezogenen STO-Einkristallbirnen wurde durch Scheel [Sche1] mit der Ätzgrübchen-Technik bestimmt. Sie betrug: 10^6 bis 10^7 pro cm^2 . Yamanaka [Yama2] hat in seinen TEM-Untersuchungen eine Versetzungsdichte von 10^5 bis 10^6 pro cm^2 für die unverformten

mit der Verneuil-Methode gezogenen STO-Einkristallen festgestellt. Die Differenz zwischen den o.a. Versetzungsdichten kann einerseits auf die verschiedenen Techniken beruhen, andererseits auf die Vorgeschichte der Einkristalle. Waugh et al. [Waug1] haben mittels Ätzgrübchen-Technik festgestellt, daß sich die Versetzungsdichte von in Luft bei 2273K (2000°C) angelassenen STO-Einkristallen, die sich von denjenigen unterscheiden, die in CO-Atmosphäre bei 1273K (1000°C) reduziert gegläht wurden. Paladino et al. [Pala1] haben dies quantitativ untersucht und festgestellt, daß die Versetzungsdichte der bei 2073K (1800°C) in Luft angelassenen Proben $6,6 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ ist, und für die reduzierten Proben (der Zustand direkt nach der Einkristallzucht) $1,4 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$.

Die in der vorliegenden Arbeit bestimmte Versetzungsdichte von ungefähr $8 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ ist in besserer Übereinstimmung mit den Ergebnissen von Scheel. Der vom Kristallhersteller angelieferte Einkristall befand sich im oxidierten Zustand. Einzelheiten über die genaue Behandlung der Einkristalle nach der Züchtung konnte nicht in Erfahrung gebracht werden. Aus der Literatur ist bekannt [Pala1], [Pala2], daß nach der Kristallzucht (bei 2170°C) ein mehrstündiges Anlassen bei 2000°C erfolgt, das zum Abbau von Eigenspannungen im Einkristall dient.

Anhang

Versuche an SrTiO₃-Einkristallen mit der Druckachse <001>:

Bereich A

• 77K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>3,5%} [MPa]	T[K]	Probe *
TN-3	22.04.99	2,5	230	9,2	2,6	960	1900	78	A
TN-4	03.02.00	2,57	250	1,3				78	A
TN-5	07.02.00	2,62	270	1				78	A

• 200K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I	T[K]	Probe
TC-1	26.02.99	2,53	195	4,3			197	A

• RT:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _{II} ^{>3,5%} [MPa]	SRE [#]	T[K]	Probe
T3-1	30.06.98	1,38	125	?			8x	296	A
T3-2	20.08.98	0,87	115?	0,9				296	A
T3-3	25.02.99	2,8	128	2,2	2,1		1x	296	A
T3-4	25.02.99	3	140	3,8	1,7	1920	3x	296	A
T3-5	25.02.99	2,5	125	4,7	1,2	1970	3x	296	A
T3-6	25.02.99	2,47	125	6,8	2?	1960		296	A
T3-7	18.04.99	5	135	6,5	2	1500		296	A
T3-8	18.04.99	0,1						296	A
T3-9	01.07.99	1	120	3	1,5			296	A
T3-10	12.01.00	1	135	1				296	A
T3-11	12.01.00	1	120	2,9	1,6		1x	296	A
T3-12	16.05.00	1	140	5,5	1,3	1590		298	A

Versuche mit im Vakuum reduzierten bzw. in Luft angelassenen Proben:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _{II} ^{>3,5%} [MPa]	SRE	T[K]	Probe
T3L13-2-1 ^L	14.06.99	1	140	1,2				296	A
T3V1-3-1 ^{V1}	14.06.99	1	240	7	2,2	3100		296	A
T3V1-1-1 ^{V2}	16.06.99	1	225	2,2				296	A

^L: angelassen zunächst in 10⁻⁴ mbar Vakuum bei 1273 K 3 Stunden, und dann in Luft bei 1300°C (1573 K) 2 Tage

^{V1}: angelassen in Vakuum (≈10⁻⁴ mbar) bei 1000°C (1273 K) 3 Stunden

^{V2}: angelassen in Vakuum (≈10⁻⁴ mbar) bei 1000°C (1273 K) 1 Stunde

* Siehe Tabelle 3.1

SRE: Spannungsrelaxationsexperiment

Temperaturwechselversuche, die zunächst bei RT verformt wurden:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	$J_{II} > 3,5\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T3-14-1	19.10.98	1	120	1,2			1x	296	A
T3-165-1	23.10.98	1	120	0,6			1x	296	A
T3-145-1	29.07.99	1	120	0,9			1x	296	A
T3-85-1	03.04.00	1	130	2,8	1,5		1x	296	A
T3-85-2	05.04.00	1	125	2			1x	296	A
T3-85-3	05.04.00	1	125	0,3			1x	296	A

• 500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 2,8\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T5-1	23.06.99	1	110	3,3	1,5	420	4000		480	A

• 700K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 1,6\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T7-1	20.08.98	0,92	100	0,7					690	A
T7-2	24.08.98	0,92-1,4-0,9-0,7	105	1,7	0,7	0	4620		690	A

• 800K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 1,6\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T8-1	11.01.00	1	95	1					815	A

• 850K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 1,6\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T85-1	10.06.99	1	100	1,4	0,6	2140	10000		845	A
T85-2	22.04.00	5	100	2,7	1,5	4130	10550		859	A
T85-3	25.04.00	0,2	100	1,8	0,3	590	10870		859	A

• 900K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 0,7\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T9-1	24.09.98	1	80?	1?	0,2	2080	23600		902	A
T9-2	25.09.98	1-0,5-1	95?	0,7	0,5	3750			903	A
T9-3	25.01.00	0,92	105	0,7	0,3	3330			914	A

• 950K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II} > 0,6\%$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T95-1	14.05.99	1	150	2,6?					959	A
T95-2	15.02.00	1	80	0,27					965	A
T95-3 ^{TWV}	15.02.00	1	85	0,8	0,3	3130			963	A
T95-4	16.02.00	1	100	1,2?					961	C

^{TWV}: Diese Probe wurde nachher bei RT weiter verformt (s. T95-3-1)

• 1000K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II}^{>0,6\%}$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
T1-1	02.10.98	1	120	0,6					1008	A

Bereich B

• 1050K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T105-1	14.05.99	1	240 ^B	0	1060	A

^B: Sprödbbruch ohne plastische Verformung an angegebener Spannung

• 1100K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T11-1	29.09.98	1	230 ^B	0	1110	A

• 1200K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T12-1	26.08.98	1	320 ^B	0	1200	A
T12-2	28.09.98	1	370 ^B	0	1210	A

• 1250K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T125-1	18.01.00	1	400 ^B	0	1262	C
T125-2	25.01.00	1	270 [*]	0	1265	C
T125-3	26.01.00	1	330 [#]	0	1262	C
T125-4	28.01.00	1	350 ⁺	1,2	1261	C

^{*}: ca. 40 s bei 240 MPa Kolben angehalten; Bruch nach Fortsetzen des Belastens bei 270 MPa

[#]: ca. 70 s bei 240 MPa Kolben angehalten; Bruch nach Fortsetzen des Belastens bei 270 MPa

⁺: nur bis 345 MPa belastet und den Kolben ca. 35 s angehalten; danach Entlastung der Probe für TEM-Untersuchungen

• 1400K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T14-1	15.10.98	1	600 ^B	0	1410	A
T14-2	16.10.98	1	570 ^B	0	1413	A
T14-3	16.10.98	1	360	0	1410	A

• 1450K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
T145-1	21.10.98	1	850 ^B	0	1464	A

• 1475K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_{II} [%]	T[K]	Prob e
T1475-1	08.12.98	1-0,66-0,5-0,4	850	0	1483	A

Bereich C

• 1500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T15-1	25.08.98	1	?		0,6			1510	A
T15-2	18.09.98	1	775		1,2			1510	A
T15-3	03.12.98	1	?					1512	A
T15-4	07.12.98	1-0,5	780	700	1,3		1x	1511	A
T15-5	26.01.99	1-0,75	830	?	3,5	2x	1x	1514	A
T15-6	27.01.99	0,75-1	810	845	3,8	1x	1x	1512	A

• 1525K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T1525-1	02.12.98	1-0,5	730	675	3,1		1x	1539	A

• 1550K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T155-1	30.09.98	1-0,5	600	?	1,4		1x	1561	A
T155-2	15.12.98	1-0,5	670	620	2,2		1x	1558	A

• 1575K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T1575-1	30.11.98	1-0,5	560		3,3		1x	1588	A

• 1600K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T16-1	02.09.98	0,9	?		1,5			1602	A
T16-2	27.11.98	1	485	440	1,9		1x	1612	A
T16-3	21.01.99	1-0,5	585	535	3,75	2x	2x	1612	A
T16-4	22.01.99	1	500		6,8	5x		1612	A
T16-5 ^w	05.04.00	1-5	570	730	5,9		1x	1611	A

• 1625K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T1625-1	24.11.98	1-0,5	440	395	2,2		1x	1636	A

• 1650K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T165-1	04.09.98	1	390	3,7			1655	A
T165-2	16.12.99	1	400	5,2			1663	C

• 1675K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	GW V	T[K]	Prob e
T1675-1 ^w	16.12.98	1	365		2,1			1685	A
T1675-2 ^w	18.12.98	1-0,5	400	370	2,2		1x	1685	A

^w: TemperaturWechselVersuch, erst bei 1685K verformt, nach anschließendem Abkühlen auf 1561K weiter verformt

• 1700K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	T[K]	Prob e
T17-1	18.09.98	1-0,5	285	255	1,4		1710	A
T17-2	15.01.99	1-0,5	310	270	5,4	2x	1711	A
T17-16-17 ^{w1}	28.01.99	1	305		4,5	1x	1712	A

^w: TemperaturWechselVersuch, erst bei 1712K verformt, nach anschließendem Abkühlen auf 1612K weiter verformt. Danach wieder auf 1712K erhitzt und weiter verformt.

• 1725K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	T[K]	Prob e
T1725-1	09.12.98	1-0,5	305	285	2,1		1735	A

• 1750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	T[K]	Prob e
T175-1	20.11.98	1-0,5	238	205	2,3		1759	A

• 1800K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	SRE	T[K]	Prob e
T18-1	22.09.98	1-0,5	196	170	2,4		1808	A
T18-2	12.01.99	1	200		4,2	1x	1810	A
T18-3	13.01.99	0,5-1	175	205	4,7	2x	1811	A

Versuche an SrTiO₃-Einkristallen mit der Druckachse <011>:

Bereich A

• RT:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	$J_{II}^{>3,5\%}$ [MPa]	SRE	T[K]	Prob e
A3-1	26.02.99	2,5	?	0,6				296	B
A3-2	29.03.99	1	250	1,36			1x	296	B
A3-5	08.05.00	1	265	1,4	0,4	4000		296	B

• 450K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II}^{>0,6\%}$ [MPa]	T[K]	Prob e
A45-1	19.05.00	1	205	1	0,6	1820	8890	465	B

• 600K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II}^{>0,6\%}$ [MPa]	T[K]	Prob e
A6-1	19.07.99	1	175	1	0,3	2000	14300	581	B

• 750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II}^{>1,6\%}$ [MPa]	T[K]	Prob e
A75-1	09.05.00	1	190	0,6				754	B

• 850K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	$J_{II}^{>0,45\%}$ [MPa]	T[K]	Prob e
A85-1	21.12.99	1	220	0,6	0,35	19000	60000	857	B

• 900K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	J_I [MPa]	J_{II} [MPa]	T[K]	Prob e
A9-1	21.07.99	1	210	0,5	0,1	16400		899	B

Bereich B

• 950K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_B [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
A95-1	10.05.00	1	380	0	964	B

• 1000K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_B [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
A10-1	08.05.00	1	350	0	1013	B

• 1100K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_B [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
A11-1	01.05.00	1	500	0	1113	B

• 1150K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_B [MPa]	e_p [%]	T[K]	Prob e
A115-1	10.05.00	1	740	0	1161	B

Bereich C

• 1200K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	S_c^o [MPa]	S_c^u [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A12-1	09.05.00	1	540	?	4?		1212	B

• 1250K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A125-1	07.05.00	1-5	370	220	380	5,3	2x	1255	B

• 1300K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4}s^{-1}]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A13-1	13.07.99	1	260?					1315	A
A13-2	10.05.00	1-5	200	140	230	4,1	2x	1313	B

• 1350K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} ^o [MPa]	S _{c,1} ^u [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A135-1	20.07.99	1-5		112	155		3,7	2x	1364	A
A135-2	23.05.00	1-5-10	175	118	180	235	8	3x	1347	B

• 1400K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} ^o [MPa]	S _{c,1} ^u [MPa]	S _{c,2} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A14-1	07.07.99	1-5	98	85	115	4,5	2x	1415	A

• 1425K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} ^o [MPa]	S _{c,1} ^u [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A1425-1	25.05.00	1-5-10	75	65	108	138	8,1	3x	1436	B

• 1450K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} ^o [MPa]	S _{c,1} ^u [MPa]	S _{c,2} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A145-1	06.07.99	1-5	83	77	98	4,7	2x	1465	A

• 1500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A15-1	24.06.99	1-5	54	75		4,7	2x	1514	A
A15-2	28.06.99	1-5-10	52	75	95	7,1	3x	1514	A

• 1550K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A155-1	12.07.99	1-5	40	63	6,2	2x	1562	B

• 1600K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A16-1	10.05.99	1-10	37	65	7,5	2x	1612	A

• 1625K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A1625-1	11.05.00	1-5-10	28	50	67	7	3x	1636	B

• 1650K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A165-1	22.12.99	1	32	7,7		1661	C

• 1700K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A17-1	26.06.99	1-5-50	25	40	85	10,2	3x	1711	A

• 1750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A175-1	08.05.00	1-5-10	24	40	53	6,5	3x	1753	B

• 1800K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} [MPa]	S _{c,2} [MPa]	S _{c,3} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
A18-1	27.06.99	1-5-10	23	37	47	5,5	3x	1810	A

Versuche an SrTiO₃-Einkristallen mit der Druckachse <112>:

Bereich A

- RT:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _{II} [MPa]	T[K]	Prob e
S3-1	28.02.00	1	265	1,6	0,6	3140	296	C
S3-2	06.05.00	1	260	1,7	0,7	3300	296	D
S3-3								
S3-4								

- 500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _{II} [MPa]	T[K]	Prob e
S5-1	04.05.00	1	230	1,7	0,5	3370	490	D

- 600K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _{II} [MPa]	T[K]	Prob e
S6-1	29.02.00	1	160	1,3	0,35	7330	615	C

- 750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	T[K]	Prob e
S75-1	03.05.00	1	170	0,7	0,4	8470	765	D

- 900K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
S9-1	29.02.00	1	180	0,6	910	C

- 1000K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
S1-1	04.05.00	1	250	0,4	1012	D

Bereich B

- 1100K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _B [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
S11-1	04.05.00	1	420	0	1114	D

- 1250K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _B [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
S125-1	01.03.00	1	550?	0	1263	C

Bereich C

• 1300K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}^0$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S13-1	02.05.00	1-5	240	180	280	4,7	2x	1312	D

• 1350K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}^0$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S135-1	01.03.00	1-5	175	130	190	3,9	2x	1365	C

• 1425K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S1425-1	02.03.00	1-5	85	130	4,5	2x	1437	C

• 1500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S15-1	29.02.00	1-5	50	90	4,5	2x	1513	C

• 1575K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S1575-1	05.05.00	1-5	42	65	4,1	2x	1586	D

• 1650K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S165-1	01.03.00	1-5	31	52	4,3	2x	1663	C

• 1750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S175-1	05.05.00	1-5	30	47	4,1	2x	1760	D

• 1800K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	$S_{c,3}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
S18-1	30.05.00	1-5-10	27	42	54		3x	1810	D

Versuche an SrTiO₃-Einkristallen mit der Druckachse <345>:

Bereich A

• RT:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10^{-4} s^{-1}]	S_c [MPa]	e_p [%]	e_{II} [%]	$J_{II}^{>3,5\%}$ [MPa]	T[K]	Prob e
M3-1	19.01.00	2,5	275	0,6			296	C
M3-2	11.03.00	1	325	0,4			296	C
M3-3	12.05.00	1	260	0,4			296	C

• 450K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>0,6%} [MPa]	T[K]	Prob e
M45-1	12.05.00	1	240	0,6				469	C

• 550K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>0,6%} [MPa]	T[K]	Prob e
M55-1	10.03.00	1	200	1	0,6		7800	562	C

• 800K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>1,6%} [MPa]	T[K]	Prob e
M8-1	10.03.00	1	200	0,2				778	C

• 900K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>0,45%} [MPa]	T[K]	Prob e
M9-1	12.05.00	1	175	0,6	0,3		22200	913	C

• 1000K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _c [MPa]	e _p [%]	e _{II} [%]	J _I [MPa]	J _{II} ^{>0,7%} [MPa]	T[K]	Prob e
M1-1	10.03.00	1	285	0,3	0,15		30800	1013	C

Bereich B

• 1050K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _B [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
M105-1	12.05.00	1	380	0	1065	C

• 1100K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _B [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
M11-1	10.03.00	1	390	0	1116	C

• 1150K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _B [MPa]	e _p [%]	T[K]	Prob e
M115-1	10.03.00	1	570	0	1164	C

Bereich C

• 1200K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻⁴ s ⁻¹]	S _{c,1} ^o [MPa]	S _{c,1} ^u [MPa]	S _{c,2} [MPa]	e _p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M12-1	09.03.00	1	660			0,6		1211	C

• 1250K:

Versuch s-	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M125-1	09.03.00	1-5	305	220	370	5,3	2x	1261	C

• 1300K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M13-1	08.03.00	1-5	240	160	250	4,8	2x	1312	C

• 1350K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M135-1	06.03.00	1-5	160	118	172	4,9	2x	1363	C

• 1400K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M14-1	04.03.00	1-5	98	85	125	4,5	2x	1414	C

• 1450K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M145-1	08.03.00	1-5	65	98	4,3	2x	1465	C

• 1500K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}^o$ [MPa]	$S_{c,1}^u$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M15-1	03.03.00	1-5	60	52	78	4,7	2x	1514	C

• 1600K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M16-1	05.03.00	1-5	36	56	4,4	2x	1610	C

• 1650K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M165-1	07.03.00	1-5	33	51	4,3	2x	1661	C

• 1700K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M17-1	09.03.00	1-5	29	46	4,3	2x	1712	C

• 1750K:

Versuch	Datum	$\dot{\epsilon}$ [$10^{-4} s^{-1}$]	$S_{c,1}$ [MPa]	$S_{c,2}$ [MPa]	$S_{c,3}$ [MPa]	e_p [%]	GW V	T[K]	Prob e
M18-1	13.05.00	1-5-10	26	42	52	7,2	3x	1760	C

Literaturverzeichnis

- [Ande1] Anderson D.L.; The Earth as a planet: Paradigms and Paradoxes; Science, 223, pp. 347–55; (1984)
- [Appe1] Appel F.; Wielke B.; Low Temperature Deformation of Impure MgO Single Crystals; Mat. Sci. Eng., 73, pp. 97–103; (1985)
- [Appe2] Appel F.; Bartsch M.; Messerschmidt U.; Nadgornyi E.M.; Valkovskii S.N.; Dislocation Motion and Plasticity in MgO Single Crystals; Phys. Stat. Sol. (a); 83, 179–94; (1984)
- [Appe3] Appel F.; Thermally Activated Dislocation Processes in NaCl Single Crystals—Part II; Phys. Stat. Sol. (a) Vol 31, 615–624; (1976)
- [Arzt1] Arzt E.; Mechanische Eigenschaften (Vorlesung); Institut für Metallkunde, 2. Lehrstuhl: Metallkunde/Metallphysik; (1999)
- [Bail1] Bailey J.E.; Hirsch P.B.; Phil. Mag., 5, 81; (1960)
- [Beth1] Bethge H.; Phys. Stat. Sol. 2, 3, 775; (1962)
- [Beth2] Bethge H.; Heydenreich J.; Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik; Springer-Verlag; (1982)
- [Beye1] Beyer H.; Handbuch der Mikroskopie; VEB Verlag Technik, Berlin; (1973)
- [Binn1] Binnig C.; Quate C.F.; Gerber Ch.; Phys. Rev. Lett., 59, pp. 931; (1986)
- [Bohm1] Bohm J.; Realstruktur von Kristallen E.Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung; (1995)
- [Bric1] Brice J.C.; The Growth of Crystals From Liquids; Amest., Lond., 1. Aufl.: North-Holland Publishing; (1973)
- [Brun1] Brunner D.; Diehl J.; Temperature and Strain-Rate Dependence of the Tensile Flow Stress of High-Purity α -Iron below 250K; I) Stress/Temperature Regime III; Phys. Stat. Sol. (a), 124, 455–64; (1991)
- [Chr1] Chrzan D.C.; Foiles S.M.; Daw M.S.; Mills M.J.; Temperatur-Dependent Structure of $a < 10^{-1} >$ Superdislocations in Ni₃Al; Mat Res Soc Symposium Proceedings Vol. 364 High-Temp Ordered Intermetallic Alloys part VI pp. 731–736; (1995)
- [Cock1] Cockayne D.J.H.; Weak-Beam Electron Microscopy; Ann. Rev. Mater. Sci., 11, pp. 75–95; (1981)
- [Cock2] Cockayne D.J.H.; Ray I.L.F.; Whelan M.J.; Phil. Mag., 20, pp. 1265–70; (1969)
- [Cock3] Cockayne D.J.H.; Z. Naturforsch., Teil A, 27, pp. 452–60; (1972)
- [Cock4] Cockayne D.J.H.; J. Microsc., Oxford, 98, pp. 116–34; (1973)
- [Cock5] Cockayne D.J.H.; J. Phys. C, 7, pp. 141–48; (1974)
- [Colt1] Colton R.J.; Engel A.; Frommer J.E.; Gaub H.E.; Gwirth A.A.; Guckenberger R.; Heckl W.M.; Parkinson B.; Rabe J.; Procedures in Scanning Microscopies; John Wiley & Sons Ltd., England; (1998)

- [Cour1] Courtney T.H.; Mechanical Behavior of Materials; McGraw–Hill, 2nd edition; (2000)
- [Denk1] Denk I.; Traub U.; Noll F.; Maier J.; In–situ Optical Investigation of Oxygen Diffusion Profiles in SrTiO₃; Ber. Bunsenges. Phys. Chem., 99, pp 798–801, No. 6;(1995)
- [Denk2] Denk I.; Noll F.; Maier J.; In–situ Profiles of Oxygen Diffusion in SrTiO₃: Bulk Behavior and Boundary Effects; J. Am. Ceram. Soc., 80 [2], pp 279–85;(1997)
- [Digi1] Scanning Probe Microscope / Instruction Manual; Digital Instruments Incorporated; (1997)
- [Diet1] Dieter G.E.; Mechanical Metallurgy; 3rd Edition, McGraw–Hill Book Company; (1986)
- [Douk1] Doukhan N.; Doukhan J.C.; Dislocation in Perovskites BaTiO₃ and CaTiO₃; Phys. Chem. Minerals 13 pp. 403–410; (1986)
- [Eibl1] Eibl O.; Pongratz P.; Skalicky P.; Schmelz H.; Dislocations in BaTiO₃ Ceramics; Phys. Stat. Sol. (a), Vol. 108, 495–502; (1988)
- [Eiss1] Eissler D.; Wang H.S.; Dietsche W.; Screw Dislocations in Substrates Used for High Temperature Superconductor Thin Films; Appl. Phys, Lett, 62 (11), pp. 1292–4; (1993)
- [Erns1] Ernst F.; Werkstoffanalytik; Vorlesungen; Sommersemester (2000)
- [Essm1] Essmann U.; Elektronenmikroskopische Untersuchung der Versetzungsanordnung verformter Cu–Einkristalle; Phys. Stat. Sol. 17, 725–737; (1967)
- [Fran1] Francon M.; Einführung in die neueren Methoden der Lichtmikroskopie; G. Baum–Verlag; Karlsruhe; (1967)
- [Frie1] Friedel J; Dislocations; Pergamon Press LTD; (1964)
- [Fisc1] Fischer G.J.; Wang Z.; Karato S.; Elasticity of CaTiO₃, SrTiO₃ and BaTiO₃ Perovskites up to 3.0GPa; Phys. Chem. Min., 20, pp. 97–103; (1993)
- [Fuji1] Fujita H.; Komatsu M.; Microstructure–Control & Plasticity of Oxide Ceramics; JJAP Ser.2; Lattics Defects in Ceramics, pp. 87–94; (1989)
- [Good1] Goodhew P.J.; Humphreys F.J.; Electron Microscopy and Analysis; 2nd. Ed., Taylor and Francis; ((1988)
- [Gott1] Gottstein G.; Physikalische Grundlagen der Metallkunde; Springer Verlag; (1998)
- [Guiu1] Guiu F.; Pratt P.L.; Stress Relaxation and the Plastic Deformation of Solids; Phys. Stat. Sol. 6, 111–120; (1964)
- [Ham1] Ham R.K.; The Determination of Dislocation Densities in Thin Films; Phil. Mag., 6, 69, pp. 1183–84; (1961)
- [Haru1] Haruyama Y.; Aiura Y.; Bando H.; Suzuki H.; Nishihara Y.; Surface Electronic Structure of Electron–Doped STO; Physica B, 237–238, pp. 380–382; (1997)

- [Haas1] Haasen P.; Physikalische Metallkunde; Springer-Verlag, Berlin; (1984)
- [Heim1] Heimendahl von M.; Einführung in die Elektronenmikroskopie; Vieweg Verlag; (1970)
- [Hell1] Hellwege K.H.; Hellwege A.M.; Landolt-Börnstein/ Group III: Crystal & Solid State Physics; Vol. 16, pp. 59–65, 309–327, 615–661; Springer Verlag; (1981)
- [Hirs1] Hirsch P.B.; Howie A.; Nicholson A.B.; Pashley D.W.; Whelan M.J.; Electron Microscopy of Thin Crystals; London Butterworths; (1965)
- [Hirs2] Hirsch P.B.; Howie A.; Whelan M.J.; Phil. Trans. Roy. Soc., A 252, pp. 499; (1960)
- [Hirs3] Hirsch P.B.; Proceeding of the Fifth International Conference on Crystallography, Cambridge Uni Pr., pp. 139; (1960)
- [Hirt1] Hirth J.P.; Lothe J.; Glide of jagged Dislocations; Canad. J. of Phys. Vol. 45, pp. 809–26; (1967)
- [Hirt2] Hirth J.P.; Lothe J.; Theory of Dislocations; McGraw-Hill; (1968)
- [Ilsch1] Ilschner B.; Hochtemperatur-Plastizität; Springer-Verlag; (1973)
- [Howie1] Howie A.; Whelan M.J.; Proc. Roy. Soc., A 267, pp. 206; (1962)
- [Kiku1] Kikuchi S.; Takao A.; Deformation Behaviour of Ni₃Al Single Crystal at Elevated Temperatures; Strength of Materials, ICSMA 10, Japan Inst. Metals, pp. 721–724; (1994)
- [Kimu1] Kimura S.; Tsukada M.; Electronic Structure of the (001) Surface of Reduced STO; Appl. Surf. Sci., 121/122, pp. 195–199; (1997)
- [King1] Kingery W.D.; Bowen H.K.; Uhlmann D.R.; Introduction to Ceramics 2nd Edition, John Wiley & Sons, New York, (1976)
- [Koiz1] Koizumi H.; Katakura S.; Suzuko T.; Yamamoto T.; Sakuma T.; Plastic Deformation in SrTiO₃ Single Crystals; Strength of Materials, ICSMA 10, Japan Inst. Metals, pp. 737–740; (1994)
- [Koiz2] Koizumi H.; Kamimura Y.; Suzuki T.; Core Structure of a Screw Dislocation in a Diamond-Like Structure; Phil. Mag. A, Vol. 80, no 3, pp. 609–620; (2000)
- [Kron1] Kronmüller H.; Theorie der plastischen Verformung; Moderne Probleme der Metallphysik, 1. Band, Kap.3, Springer Verlag; (1965)
- [Ledb1] Ledbetter H.; Lei M.; Kim S.; Elastic Constants, Debye Temperatures, & Electron-Phonon Parameters of Superconducting Cuprates and Related Oxides; Phase Transitions Vol. 23, pp. 61; (1990)
- [Lian1] Liang S.J.; Pope D.P.; The Yield Stress of L1₂ Ordered Alloys; Acta Metall., 25, pp. 485–493; (1977)
- [Liu1] Liu Q.; Chen J.; Liao B.L.; Feng D.; The Interaction Between Dislocations and Ferroelectric Domains in K₂NbO₃ Crystals; Rad. Effects, 74, pp. 307–313; (1983)
- [Mach1] Macherauch E.; Praktikum in Werkstoffkunde; Vieweg-Verlag, 4. Auflage; (1983)

- [Made1] Mader S.; Elektronenmikroskopischen Untersuchungen von Fehlstellen; Moderne Probleme der Metallphysik, 1. Band, Kap.4, Springer Verlag; (1965)
- [Mao1] Mao Z.; Knowles K.M.; Dissociation of Lattice Dislocation in STO; Phil. Mag. A Vol. 73 no 3 pp. 699–708; (1996)
- [Mats1] Matsunaga Z.; Saka H.; Transmission Electron Microscopy of Dislocation in STO; Phil. Mag. Let. Vol. 80, no 9, pp. 597–604; (2000)
- [Merk1] Merker L.; Synthesis and Properties of Large Single Crystals of STO; Transactions AIME; (1955)
- [Meye1] Meyer E.; Heinzelmann H.; Scanning Force Microscopy; Springer–Verlag; (1992)
- [Mitt1] Mitchell T.E.; Peralta P.; Hirth J.P.; Deformation by a Kink Mechanism in High Temperature Materials; Acta mater., Vol. 47, No. 13, pp. 3687–94; (1999)
- [Mott1] Mott N.F.; Phil. Mag., 44, pp. 742; (1953)
- [Naba1] Nabarro F.R.N.; Theory of Crystal Dislocations; Oxford, At the Clarendon Press; (1967)
- [Nass1] Nassau K.; Miller A.E.; STO: An Index to the Literature on Properties & The Growth of Single Crystals; Jour. of Crystal Growth, Vol. 91, pp. 373–381; (1988)
- [Newn1] Newnham R.E.; J. Am. Ceram. Soc., 74, pp. 463; (1991)
- [Nish1] Nishigaki J.; Kuroda K.; Saka H.; Electron Microscopy of Dislocation Structures in STO Deformed at High Temperatures; Phys. Stat. Sol. (a), Vol. 128, 319–336; (1991)
- [Okaz1] Okazaki A.; Kawaminami M.; Lattice Constant of STO At Low Temperatures; Mater. Res. Bull., 8. 545; (1973)
- [Pala1] Paladino A.E.; Rubin LG.; Waugh J.S.; Oxygen Ion Diffusion in Single Crystal STO; J. Phys. Chem. Solids Vol. 26 pp. 391–397; (1965)
- [Pala2] Paladino A.E.; Oxidation Kinetics of Single Crystal STO; J. Am. Ceram. Soc., Vol. 48, no 9, pp. 476–78; (1965)
- [Peac1] Peach M.; Koehler J.S.; The Forces Exerted on Dislocations and the Stress Fields Produced by Them; Phys. Rev., 80, pp. 436–439; (1950)
- [Pfei1] Pfeiffer W.; Phys. stat. sol., Vol. 3, pp. 145; (1963)
- [Poir1] Poirier J.P.; Beauchesne S; Guyot F; Deformation Mechanism of Crystals with Perovskite Structure; Am. Geophysical Union Geophysical Monographs, 45, pp. 119–123; (1989)
- [Poir2] Poirier J.P.; Creep of Crystals; Cambridge University Press; (1985)
- [Poir3] Poirier J.P.; Peyronneau J.; Gesland J.Y.; Brebec G.; Viscosity & Conductivity of the Lower Mantle; an Experimental Study on a MgSiO₃ Perovskite Analogue, KZnF₃; Phys. Earth & Planet. Inter., Vol. 32, pp. 273–287; (1983)

- [Rabi1] Rabier J.; Plastic Deformation and Dislocations in Ceramic Materials; Radiation Effects and Defects in Solids, Vol. 137, pp. 205–212; (1995)
- [Rabi2] Rabier J.; Low Temperatur Plasticity and Dislocations in Ceramics; JJAP Series 2, Lattice Defects in Ceramics, pp. 33–37; (1989)
- [Rabi3] Rabier J.; Puls M.P.; Atomistic Calculation of Point Defect Interactions with Dislocations in Oxides; JJAP Series 2, Lattice Defects in Ceramics, pp. 3–8; (1989)
- [Régn1] Régnier P.; Dupouy J.M.; Prismatic Slip in Beryllium and the Relative Ease of Glide in h.c.p. Metals; Phys. Stat. Sol. A, 39, 79–93; (1970)
- [Reim1] Reimer L.; Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden; Springer-Verlag; (19)
- [Reim2] Reimer L.; Scanning Electron Microscopy; Springer-Verlag; (1985)
- [Ridd1] de Ridder R.; Amelinckx S.; Phys. Stat. Sol. B, 43, 541–50; (1971)
- [Ring1] Ringwood A.E.; Composition and Petrology of the Earth Mantle; McGraw Hill, New York; (1975)
- [Rühl1] Rühle M.; Wilkens M.; Physical Metallurgy, Cahn R.W.; Haasen P.; 3rd Edition, Elsevier Science Publishers BV; (1983)
- [Rudy1] Rudy M.; Sauthoff G.; Dislocation Creep in Ordered Intermetallic (Fe, Ni)Al Phase; Mater. Sci. Eng., 81, 525–530; (1986)
- [Saad1] Saada G.; Veyssièrè P.; The Mobility of a Screw Dislocation in a L₁₂ Alloy; Strength of Materials, ICSMA 10, Japan Inst. Metals, pp. 117–120; (1994)
- [Saka1] Saka M.; Zhu Y.M.; Kawase M.; Nohara A.; Imura T.; The Anomalous Strength Peak and the Transition in Slip Direction in β -CuZn; Phil. Mag. A, 51, pp. 365–371; (1985)
- [Saka2] Saka H.; Inagaki J.; Yoshida T.; Plastic Deformation at High Temperatures of High T_c Superconductors; JJAP Ser.2/ Lattics Defects in Ceramics, pp. 143–7; (1989)
- [Sand1] Sandstrom R.; Phys. Stat. Sol. B, 18, 639–49; (1973)
- [Sche1] Scheel H.J.; Kristallzüchtung und Charakterisierung von STO; Z. Kristallographie, Band 143, pp. 417–428; (1976)
- [Scho1] Schoeck; Phys. Stat. Sol. 8; 449; (1965)
- [Seeg1] Seeger A.; Kristallplastizität; Handbuch der Physik/band VII, Teil2/ Springer Verlag; (1958)
- [Seeg2] Seeger A.; Theorie der Gitterfehlstellen; Handbuch der Physik/band VII, Teil1/ Springer Verlag; (1955)
- [Seeg3] Seeger A.; Rep. Conf. Defests Solids, Phys. Soc. Lond. pp. 391; (1954)
- [Sett1] Setter N. Colla E.L.; Ferroelectric Ceramics; Birkhäuser Verlag, Basel; (1993)
- [Smit1] Smith C.S.; Guttman L.; Trans. AIME, 197, 81; (1953)

- [Stee1] Steeds J.W.; Deformed Copper Single Crystals as Function of Strain; Proc. Roy.Soc. A, Vol. 292, plate 28; ()
- [Stoh1] Stohr J.F.; Poirier J.P.; Etude en Microscopie électronique du glissement pyramidal $\langle 11\bar{2}3 \rangle \{11\bar{2}2\}$ dans le magnésium; Phil. Mag., 25, pp. 1313–1329; (1972)
- [Stre1] Strecker A.; Mayer J.; Baretzky B.; Eigenthaler U.; Gemming Th.; Schweinfest R.; Rühle M.; Optimization of TEM Specimen Preparation by Double-Sided Ion Beam Thining under Low Angles; J. of Electron Microscopy., 48 (3), pp. 235–44; (1999)
- [Stre2] Strecker A.; Salzberger U.; Mayer J.; Specimen Preparation for Transmission Electron Microscopy: Reliable method for cross-sections & brittle materials; Prakt. Metallogr. 30, pp. 482–95; (1993)
- [Take1] Takeuchi S.; Suzuki K.; Ichihara M.; Suzuki T.; High Resolution Electron Microscopy of Core Structure of Dislocations in Oxide Ceramics; JJAP Series 2, Lattice Defects in Ceramics, pp. 17–24; (1989)
- [Tana1] Tanaka H.; Matsumoto T.; Kawai T.; Kawai S.; Interaction of Oxygen Vacancies with O₂ on a Reduced SrTiO₃ (100); Surface Science 318 pp. 29–38; (1994)
- [Tayl1] Taylor D.; Thermal Expansion Data VIII. Complex Oxides, ABO₃, The Perovskites; Trans J. Brit. Ceram. Soc. , Vol. 84, no 6, pp. 181–188; (1985)
- [Tete1] Tetelman A.S.; Dislocation Dipole Formation in Deformed Crystals; Acta Met. Vol. 10 pp. 813–820; (1962)
- [Vern1] Verneuil A.; Acad. Sci. Paris 135, pp. 791; (1902)
- [Veys1] Veysseyre P.; The Mechanical Anomaly of L1₂ Alloys: a Review of Recent Experiments and Models; Intermetallics 6 pp. 587–592; (1998)
- [Vigu] Viguier B.; Hemker K.J.; Martin J.L.; Dislocation Core Structure in Single Phase TiAl; Strength of Materials, ICSMA 10, Japan Inst. Metals, pp. 113–116; (1994)
- [Vite1] Vitek V.; Theory of the Core Structure of Dislocations in fcc-Metals; Crystal Lattice Defects 5, 1; (1974)
- [Wach1] Wachtman J.B.; Wheat M.L.; Marzullo S.; A Method for Determining the Elastic Constants of a Cubic From Velocity Measurements in a Single Arbitrarydirection; Application to STO; J. of Research of the National Bureau of Standards–A. Phys. and Chem. Vol. 67A no 2 pp. 193–204; (1962)
- [Wang1] Wang L.; Arsenault R.J.; Strengthening of NiAl at High Temperature; Strength of Materials, ICSMA 10, Japan Inst. Metals, pp. 745–748; (1994)
- [Wang2] Wang Y.; Poirier J.P.; Liebermann R.C.; Dislocation Dissociation in Ca-GeO₃ Perovskite; Phys Chem Minerals Vol. 16, pp. 630–633; (1989)
- [Wang3] Wang Z.; Karato S.I.; Fujino K.; High Temperature Creep of Single Crystal STO: a contribution to Creep Systematics in Perovskites; Phys. of the Earth & Planetary Interiors, Vol. 79, pp. 299–312; (1993)

- [Wang4] Wang Z.C.; Dupas–Bruzek C.; Karato S.; High Temperature Creep of an Orthorhombic Perovskite– YAlO_3 ; *Phys. of the Earth and Planetary Interiors* 110 pp. 51–69; (1999)
- [Waug1] Waugh J.S.; Paladino A.E.; diBenedetto B.; Wantman R.; Effect of Dislocations on Oxidation and Reduction of Single Crystal STO; *J. Am. Ceram. Soc. (discussions and notes)*, Vol. 46, no 1, pp. 60; (1963)
- [Weid1] Weidner D.J.; Ito I.; Mineral Physics Constraints on a Uniform Mantle Composition; *High Pressure Research in Geophysics*, Manghnani M.H.; Syono S.; eds, AGU; (1987)
- [Wilk1] Wilke K.Th.; Bohm J.; *Kristallzüchtung*, pp. 854–877; (1988)
- [Will1] Williams D.B.; Carter C.B.; Plenum Publishing Corp.; (1998)
- [Wils1] Wilsdorf H.; Kuhlmann–Wilsdorf D.; *Z. angew. Phys.*, 4, pp. 418; (1956)
- [Wils2] Wilsdorf H.; *Interanl Stresses and Fatigue in Metals*, pp. 178, Ameaterdam: Elsevier; (1956)
- [Yama1] Yamada H.; Miller G.R.; Point Defects in Reduced STO; *J. Solid Stat. Chem.*, 6, pp. 169–177; (1973)
- [Yama2] Yamanaka J.; Distribution of Dislocations in STO Single Crystals; *Mater. Trans. JIM*, Vol. 40, no 9, pp. 915–918; (1999)

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Max–Planck–Institut für Metallforschung in Stuttgart in der Abteilung Gefüge und innere Grenzflächen unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. Manfred Rühle. Ich möchte aus diesem Anlaß allen Mitarbeitern der Abteilung danken. Mein besonderer Dank gilt den folgenden Personen:

Herrn Professor Dr. M. Rühle danke ich für die Aufnahme in das Institut, für sein Interesse an der Arbeit sowie für die Übernahme des Hauptberichts.

Herrn Professor Dr. E. Arzt danke ich für die Übernahme des Mitberichts und für das Interesse an dieser Arbeit.

Herrn Professor Dr. F. Aldinger danke ich für die Übernahme des Mitprüfers und das Interesse an dieser Arbeit.

Herrn Dr. W. Sigle, Herrn Dr. D. Brunner und Herrn Dr. P. Gumbsch danke ich für zahlreiche weiterführende wissenschaftliche Diskussionen.

Mein Dank gilt auch Herrn P. Kopold und Herrn Dr. A. Zern für die Einweisung in die Bedienung der Transmissionselektronenmikroskope. Aus der Abteilung Metallographie möchte ich mich ganz herzlich bei Herrn Dr. E. Bischoff, H. Opielka, Frau G. Kiessler und Frau S. Kühnemann vor allem für die Einführung und Unterstützung bei den mikroskopischen Untersuchungsmethoden. Auch bedanke ich mich bei der Gruppe der TEM–Probenpräparation, besonders bei Frau M. Sycha.

Mein besonderer Dank gilt meiner Frau, Delaram Horsalak, und meiner Familie für die stete Unterstützung und Rücksichtnahme.

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name: Taeri–Baghbadorani
Vorname: Shahram
Geburtsdatum: 6. März 1965
Geburtsort: Esfahan / Iran
Nationalität: iranisch und deutsch (seit 4. Juli 2000)
Familienstand: verheiratet (seit 18. Februar 1998)

Schulbesuch:

1970 – 1978 Grundschule in Esfahan / Iran
1978 – 1982 Gymnasium in Esfahan / Iran
Abschluß: Abitur im Fachbereich Mathematik / Physik

Akademische Ausbildung:

Im Iran:

1984 – 1986 Angewandte Mathematik an der Universität Shiraz,
4 Semester, (Universitätswechsel nach TU Esfahan)
1986 – 1987 Angewandte Mathematik an der TU Esfahan, 2 Semester

In Deutschland:

1989 – 1990 Besuch des Studienkollegs in Karlsruhe, 2 Semester
1990 – 1997 Allgemeiner Maschinenbau an der Universität Karlsruhe,
13 Semester, Abschluß am 25. April 1997, Note: 1,91
Thema der Diplomarbeit: *Spannungssingularitäten in Zweistoff-
verbunden für bilineares Materialverhalten unter mechanischer
Belastung*
1997 – 1999 Promotionsstudium: Werkstoffwissenschaft an der Universität
Stuttgart

Promotion:

seit 01.09.1997 Anfertigen der Dissertation am Max–Planck–Institut für
Metallforschung, Stuttgart unter der Anleitung von Herrn Prof. Dr. M.
Rühle; Thema der Arbeit: *Untersuchungen zur Plastizität und Ver-
setzungsanordnung in Strontiumtitanat*