(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

Wirtschaftspatent

ISSN 0433-6461 (11) 0152 202

Erteilt gemaeß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

Int.Cl.³ 3(51) G 01 N 23/20

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP G 01 N/ 222 640 (22) 16.07.80 (44) 18.11.81

(71) siehe (73)
(72) FRIEDRICH, ECKART, DR. DIPL.-ING.; HERENZ, ANDREAS, DIPL.-PHYS.;
SCHATT, WERNER,PROF. DR. DIPL. -ING.;ULLRICH, HANS-JUERGEN,DR. , DIPL. -PHYS.;DD;
(73) FRIEDRICH, ECKART,DR. DIPL.-ING.;HERENZ, ANDREAS,DIPL.-PHYS.;DD;
SCHATT, WERNER,PROF., DR. DIPL.-ING.;DD;
ULLRICH, HANS-JUERGEN,DR., DIPL.-PHYS.;DD;
(74) TU DRESDEN, DIR. F. FORSCHG., BFSN, 8027 DRESDEN, MOMMSENSTR. 13

(54) VERFAHREN ZUR ROENTGENOGRAPHISCHEN BESTIMMUNG DER VERSETZUNGSDICHTE

(57)Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur zerstoerungsfreien roentgenographischen Bestimmung der Versetzungsdichte in der Groessenordnung 10^7 bis 10^{10} cm^{-2} in einkristallinen Volumina ab 1 μm Durchmesser in kompakten Proben,beispielsweise in einzelnen Kristalliten oder Teilchen polykristalliner Proben,Pulverpresslingen und Sinterkoerpern.DasZiel der Erfindung ist die zerstoerungsfreie Bestimmung hoher Versetzungsdichten in kleinen Untersuchungsgebieten.Erfindungsgemaess wird die Aufgabe dadurch geloest, dass die Probe mit einem energiereichen Strahl angeregt wird, die Kossel-Linien abgebildet werden und die Versetzungsdichte aus der Breite der Kossel-Linien, vorzugsweise im Vergleich mit Aufnahmen von Proben bekannter Versetzungsdichte, bestimmt wird. Der energiereiche Strahl ist vorzugsweise auf wenige μm Durchmesser, z.B. 1 bis 10 μm, fokussiert.

Verfahren zur röntgenographischen Bestimmung der Versetzungsdichte

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur zerstörungsfreien röntgenographischen Bestimmung der Versetzungsdichte in der Größenordnung 10^7 bis 10^{10} cm^{-2} in einkristallinen Volumina ab 1 µm Durchmesser in kompakten Proben, beispielsweise in einzelnen Kristalliten oder Teilchen polykristalliner Proben, Pulverpreßlingen und Sinterkörpern.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannt zur Versetzungsdichtebestimmung in einkristallinen Volumina geringer Abmessungen z. B. < 50 µm Durchmesser kompakter Proben sind die LANG- und die Ätztechnik. Die röntgenographische LANG-Technik erzeugt eine direkte Abbildung des Versetzungsnetzwerkes der Probe. Bei der Versetzungsätzung werden die Orte der Versetzungsdurchstöße auf der Oberfläche bevorzugt elektrochemisch angegriffen und auf diese Weise mikroskopisch sichtbare Ätzgruben erzeugt.
Der Nachteil dieser Verfahren besteht darin, daß sie, da die Versetzungen direkt oder indirekt abgebildet werden, nur bis zu noch auszählbaren Versetzungsdichten angewandt werden können, deren obere Grenze bei ca. 10^7 Versetzungen pro cm^2 liegt.

Andere bekannte Verfahren zur Bestimmung der Versetzungsdichte, wie z. B. die Transmissionselektronenmikroskopie, die Röntgenprofilanalyse oder die Positronenannihilation, sind entweder nicht zerstörungsfrei oder nur in einem grösseren Untersuchungsgebiet einsetzbar.
Bekannt ist weiterhin das röntgenographische KOSSEL-Verfahren, bei dem mittels eines Elektronenstrahls von ca 50 µm Durchmesser eine einkristalline Probe zur Emission von Röntgenstrahlen angeregt wird, die sich am Probenkristallgitter beugen. Zur Anregung der charakteristischen Röntgenstrahlen findet seit etwa 1950 auch die Mikrosondentechnik Anwendung. Die entstehenden Interferenzbilder (KOSSEL-Linien) können vollständig oder teilweise z. B. auf einem Film abgebildet werden. Aus der Lage der Kossellinien und ihrem Abstand zueinander werden Gitterkonstanten, Orientierungen und Symmetrielemente bestimmt. Es ist bisher nicht bekannt geworden, die Kossellinien auch zur Bestimmung der Versetzungsdichte auszuwerten.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die zerstörungsfreie Bestimmung hoher Versetzungsdichten in kleinen Untersuchungsgebieten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung löst die Aufgabe, Versetzungsdichten in der Größe von 10^7 bis 10^{10} cm^{-2} in einkristallinen Volumina ab 1 µm Durchmesser zu bestimmen.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Probe mit einem energiereichen Strahl angeregt wird, die Kossel-Linien abgebildet werden und die Versetzungsdichte aus der Breite der Kossel-Linien, vorzugsweise im Vergleich mit

Aufnahmen von Proben bekannter Versetzungsdichte, bestimmt wird. Der energiereiche Strahl ist vorzugsweise auf wenige um Durchmesser, z. B. 1 bis 10 µm, fokussiert.
Die Linienverbreiterung setzt bei einer Versetzungsdichte von ca 10^7 cm^{-2} ein. Wird diese größer als ca 10^{10} cm^{-2}, so treten keine KOSSEL-Linien mehr auf. Damit ist eine Bestimmung der Versetzungsdichte im Bereich von ca 10^7 bis 10^{10} cm^{-2} möglich.

Ausführungsbeispiel

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am Beispiel einer Anwendung zur Bestimmung der Versetzungsdichte und ihrer Verteilung beim Sintervorgang gezeigt:
Beim Sintern von Einkomponentensystemen tritt - wie von W. Schatt und E. Friedrich erstmals nachgewiesen (W. Schatt u. E. Friedrich: Versetzungsbildung während des Sinterns. Planseeberichte für Pulvermetallurgie 25 (1977) S. 145-156) unter bestimmten Bedingungen auf grund der herrschenden Kapillarkräfte eine Selbstaktivierung, d. h. eine Versetzungsbildung um die Sinterkontakte ein. Der Aktivierungsgrad ist dabei von der entstehenden Versetzungsdichte sowie ihrer Verteilung in den Bereichen erhöhter Versetzungsdichte (Versetzungsrosetten) und diese wiederum von den angewandten Sinterbedingungen abhängig.
Die Selbstaktivierung ist mit Hilfe eines Modells, bei dem einkristalline Kugeln, z. B. vom Durchmesser 0,5 mm, auf eine einkristalline Platte, beide aus Cu 99,999% bei 1000 °C angesintert werden, nachweisbar. Nach elektrolytischer Entfernung der Kugeln werden die um die Sinterkontakte entstandenen Versetzungsrosetten durch Versetzungsätzung sichtbar.

Zur Ermittlung der Versetzungsdichteverteilung werden ausgehend von der Versetzungsgrundstruktur quer über die Rosetten hinweg punktweise Aufnahmen von Ausschnitten aus dem Reflexsystem der Kosselinterferenzen mit dem erfindungsgemäßen Verfahren angefertigt und ausgewertet. Jeder Punkt wird mit einer Mikrosonde, deren Strahl auf 5 µm Durchmesser fokussiert ist ausgestrahlt. Die Aufnahmen zeigen eine deutliche Abhängigkeit der Linienverbreiterung von der Versetzungsdichte in den Proben.
Zur Auswertung der Linienbreite wurde eine Eichkurve angefertigt. Es wurden einkristalline Kupferplatten (99,999 % Cu) von ca 20 mm Durchmesser und 2 mm Dicke stufenweise verformt und die jeweiligen Linienbreiten in einem Diagramm über der Versetzungsdichte aufgetragen. Die Versetzungsdichte wurde mit dem Verfahren der Positronenannihilation bestimmt.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur röntgenographischen Bestimmung von Versetzungsdichten, bei dem die Probe mit einem energiereichen Strahl, z. B. einem Elektronenstrahl, angeregt wird und die Kossel-Linien abgebildet werden, gekennzeichnet dadurch, daß die Versetzungsdichte aus der Breite der Kossel-Linien bestimmt wird.

2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Versetzungsdichte im Vergleich mit Aufnahmen von Proben bekannter Versetzungsdichte bestimmt wird.

3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der energiereiche Strahl auf wenige µm Durchmesser, z. B. 1 bis 10 µm, fokussiert ist.