

Burgers vektor populációk röntgen
diffrakciós meghatározása
egykristályokban és erősen textúrált
anyagokban

Nyilas Krisztián

ELTE Fizika doktori iskola
Vezető: Prof. Horváth Zalán

Szilárdtestfizika és Anyagtudomány program
Vezető: Prof. Lendvai János

Témavezető:
Prof. Ungár Tamás

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	3
2. Elméleti összefoglaló	6
2.1. Diszlokációk és mozgásuk köbös rendszerekben	6
2.1.1. Diszlokációk fcc, bcc rácsban	6
2.1.2. Csúszási rendszerek aktiválása, Schmid faktor	8
2.1.3. Diszlokációk által tárolt energia	10
2.2. Feszültség anizotrópia diszlokáció modellje	10
2.2.1. <i>Módosított</i> Williamson - Hall plot	11
2.2.2. <i>Módosított</i> Warren - Averbach módszer	12
2.3. Diszlokációk egyedi kontraszt faktora	13
2.4. Diszlokációk átlagos kontraszt faktora köbös és hexagonális kristályokra [9]	14
2.5. Az úgynevezett "Multiple Whole Profile" módszer [20]	15
2.6. Mért és számolt kontraszt faktorok illesztése	17
3. Az aktív csúszási rendszerek és a diszlokáció sűrűség meghatározása magas hőmérsékleten képlékenyen alakított Ge egykristályokban [23]	20
3.1. Vizsgálati minták	21
3.1.1. Mérések a Ge egykristály mintákon	23
3.2. Diszlokációk a Ge egykristály mintában	27
3.2.1. A Ge42 jelű germánium egykristály minta	29
3.2.2. Ge45 és a Ge14 germánium egykristály minták	31

3.2.3. Diszlokációk a Ge ₅₄ germánium egykristály mintában	34
3.3. Diszlokációszerkezet a deformált Ge egykristályokban	35
3.4. Blokkok és a diszlokációsűrűség inhomogenitása az 54-es Ge egykristály mintában	36
3.5. Következtetések	41
4. Diszlokációszerkezet erőteljesen textúrált NiAl polikristályok- ban [26]	44
4.1. A NiAl minták	44
4.2. Kvalitatív kiértékelés a Williamson-Hall ábrák alapján	47
4.3. Diszlokáció sűrűségek meghatározása	53
4.4. Burgers vektorok típusa és a diszlokáció sűrűsége a <i>puha</i> szem- csékben	56
4.4.1. Diszlokációsűrűség és az $\langle 100 \rangle$ és az $\langle 111 \rangle$ típusú diszlokációk hányada az $\langle 100 \rangle$ textúrájú mintában	56
4.4.2. Diszlokációsűrűség és az $\langle 100 \rangle$ és az $\langle 111 \rangle$ típusú diszlokációk hányada az $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ textúrájú mintákban	57
4.5. Diszlokáció sűrűsége a <i>kemény</i> szemcsékben	59
4.6. Tárolt energia a különböző textúrájú szemcsékben	62
4.7. Következtetések	63
5. A diszlokáció sűrűség és Burgers vektor populáció meghatá- rozása Cu-Nb multirétegekben [36]	66
5.1. Cu-Nb multirétegek	66
5.1.1. Minta	67
5.1.2. Röntgen diffrakciós mérések	69
5.1.3. Szimuláció	74
5.1.4. Következtetések	77
6. Új tudományos eredmények	85

1. fejezet

Bevezetés

A röntgen diffrakció igen hasznos vizsgálati eszköze a tudománynak. Használják fázisanálízisre, szerkezetmeghatározásra és az utóbbi évtizedekben mikroszerkezeti vizsgálatokra és még sok egyéb másra. A mikroszerkezeti kutatások, a korszerű anyagok és technológiák kifejlesztése nagy hangsúlyt kaptak az utóbbi időkben, nyilván az ipar igényeinek hatására. Azonban ahhoz, hogy az anyagok tulajdonságait megérthessük és tervezhessük, meg kell ismernünk valódi mikroszerkezetüket.

Az anyag számos tulajdonságát befolyásoló kristályhibák többféle módon is megfigyelhetők röntgenmérésekkel. (Hibának tekintünk minden eltérést a tökéletes rácsból pl. ponthibák, diszlokációk, rétegződési hibák, véges szemcseméret stb.) A kristályhibák hatására a röntgen profilok kiszélesedhetnek, eltolódhatnak. A kiszélesedés két fő csoportra osztható, méret és feszültség miatti szélesedés. Mindkettő vizsgálatának nagy irodalma van. Ezen dolgozatban főként a diszlokációk okozta feszültség miatti kiszélesedést vizsgálom. A szélesedés anizotróp viselkedését használok fel a mintákban található diszlokációk tettenérésére.

Ha textúra mentes polikristály mintánk van, az anizotróp vonalszélesedés kezelhető az átlagos kontraszt faktorok segítségével (lásd a 2.4. részt). Ekkor a mintánkban lévő mikroszerkezetről nyerhető információk korlátozottak. A szemcseméret eloszlás paramétereit (várható érték, szórás), valamint

a diszlokáció szerkezet egyes paramétereit (diszlokáció sűrűség, elrendeződés, típus) tudhatjuk meg (lásd 2.5). Azonban az egyes csúszási rendszerekről, diszlokációkról nem tudunk meg bővebb információt. Pedig ezek ismerete elengedhetetlen a különböző anyagok alakítási tulajdonságainak megértéséhez, valamint az anyag mechanikai tulajdonságainak tervezéséhez.

Azonban ha a mintánk egykristály vagy textúrált polikristály (benne a kristallitok nem véletlenszerűen helyezkednek el), akkor az átlagos kontraszt faktoron alapuló kiértékelések általában csődöt mondanak. Ilyenkor más modellek szerint kell az anizotrópiát értelmezni.

- Egykristály esetén, mivel tudjuk a kristály orientációját és a röntgen mérések geometriáját, a diszlokációk egyedi kontraszt faktorának figyelembevételével értelmezhetjük a feszültség anizotrópiát (lásd 3. és 5. fejezet)
- Textúrált polikristály esetében már nehezebb a dolgunk, ilyenkor egy hibrid megoldást kell választanunk, ahol ötvöznünk kell az egyes diszlokációk egyedi, illetve átlagos kontraszt faktorát (lásd 4. fejezet). Hiszen a textúrált anyagban a kristallitok bizonyos hányada egy jól meghatározott tengely irányában állnak, tehát nem tekinthetjük tisztán az átlagos kontraszt faktorokat. Bennük a diszlokációk és a kristallitok orientációi nem véletlenszerűen helyezkednek el.

Az általam kifejlesztett egyszerű módszerek, és modellek hatékonyságát mutatom meg nagy számú kísérlet segítségével, többféle mintán:

- Magas hőmérsékleten összenomással plasztikusan deformált germánium egykristály mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket és a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat, valamint vizsgáltam a deformáció inhomogenitását.
- Erőteljesen textúrált plasztikusan deformált NiAl mintákban meghatároztam a különböző szemcsepopulációk diszlokációs-sűrűségét.

- Cu-Nb multiréteg mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket és a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat.

Ahhoz, hogy a mintákról kapott mérések értelmezését leírhassam, előbb néhány fogalmat és módszert ismertetek röviden a következőkben.

2. fejezet

Elméleti összefoglaló

2.1. Diszlokációk és mozgásuk köbös rendszerekben

2.1.1. Diszlokációk fcc, bcc rácsban

Mint tudjuk a plasztikus deformáció a diszlokációk kristályrácsban történő mozgásával megy végbe. A diszlokációk bizonyos kristálysíkok mentén meghatározott krisztallográfiai irányban mozognak. Ezt a preferált síkot és irányt együttesen csúszási rendszernek nevezzük. Dolgozatomban Germánium, Ni-Al, Nióbium és Réz mintákat vizsgáltam. A Germánium gyémánt, a NiAl és a Nióbium bcc, a réz pedig fcc kristályráccsal rendelkezik, ezért röviden áttekintem ezen kristályokban előforduló diszlokációkat, csúszási rendszereket.

Diszlokációk fcc rácsban

A legrövidebb rácsvektor fcc rácsban: $1/2 \langle 110 \rangle$, tehát a Burgers vektor 110 jellegű, amely él diszlokáció esetében az 111 típusú síkon mozog és vonalvektoruk 211 jellegű. A 2.1. táblázatban látható az fcc rácsban előforduló él- és csavardiszlokációk vonalvektora (\mathbf{l}), síknormálisa (\mathbf{n}) és Burgers vektora (\mathbf{b}). Látható, hogy 12 él és 6 csavar, tehát 18 egymástól független diszlokáció van.

l	n	b	Jelleg
$2\bar{1}1$	$11\bar{1}$	011	él
$1\bar{2}\bar{1}$	$11\bar{1}$	101	él
$\bar{1}1\bar{2}$	$11\bar{1}$	$1\bar{1}0$	él
211	$1\bar{1}\bar{1}$	$01\bar{1}$	él
$\bar{1}\bar{2}1$	$1\bar{1}\bar{1}$	101	él
$1\bar{1}\bar{2}$	$1\bar{1}\bar{1}$	110	él
$\bar{2}\bar{1}1$	$1\bar{1}\bar{1}$	011	él
121	$1\bar{1}1$	$10\bar{1}$	él
$\bar{1}12$	$1\bar{1}1$	110	él
$\bar{2}11$	111	$01\bar{1}$	él
$\bar{1}2\bar{1}$	111	$10\bar{1}$	él
$11\bar{2}$	111	$1\bar{1}0$	él
		110	csavar
		101	csavar
		011	csavar
		$1\bar{1}0$	csavar
		$10\bar{1}$	csavar
		$01\bar{1}$	csavar

2.1. táblázat. Az fcc rácsban előforduló él- és csavardiszlokációk vonalvektora (**l**), síknormálisa (**n**) és Burgers vektora (**b**).

Gyémánt rácsban a fentiek mellett még 60 fokos diszlokációkat is megfigyeltek amelyek hatszöges diszlokációhurkokat hoznak létre. A 2.2. táblázatban láthatjuk a lehetséges 60 fokos diszlokációk vonalvektorát (**l**), síknormálisát (**n**) és Burgers vektorát (**b**).

l	n	b
101	$11\bar{1}$	011
$1\bar{1}0$	$11\bar{1}$	011
$1\bar{1}0$	$11\bar{1}$	101
011	$11\bar{1}$	101
011	$11\bar{1}$	$1\bar{1}0$
101	$11\bar{1}$	$1\bar{1}0$
101	$1\bar{1}\bar{1}$	$01\bar{1}$
110	$1\bar{1}\bar{1}$	$01\bar{1}$
$01\bar{1}$	$1\bar{1}\bar{1}$	110
101	$1\bar{1}\bar{1}$	110
110	$1\bar{1}\bar{1}$	$10\bar{1}$
011	$1\bar{1}\bar{1}$	$10\bar{1}$

2.2. táblázat. Az gyémánt rácsban előforduló 60 fokos diszlokációk vonalvektora (**l**), síknormálisa (**n**) és Burgers vektora (**b**).

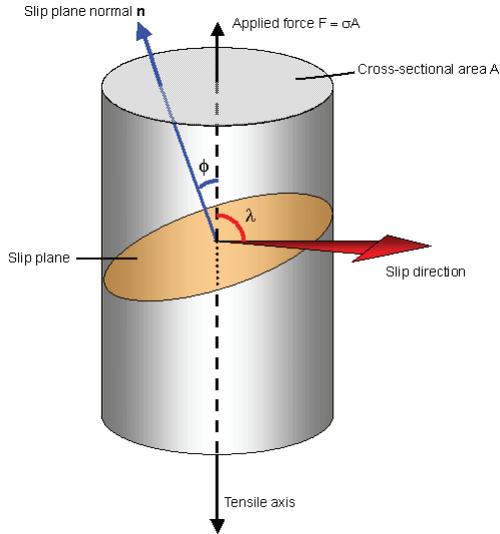
Diszlokációk bcc rácsban

Tércentrált köbös rácsban sajnos nem olyan egyszerű a helyzet mint az fcc esetében mert itt nincs egyértelmű csúszósík. Több csúszási rendszert is megfigyeltek a vizsgált anyagokban. A leggyakrabban megfigyelt csúszósíkok $\{110\}$ és $\{112\}$ típusúak, ahol $\langle 111 \rangle$ típusú Burgers vektorú diszlokációk mozognak. Ezenkívül megfigyeltek még $a/2 \langle 110 \rangle \{001\}$ és $\langle 100 \rangle \{100\}$ csúszási rendszereket is [1].

2.1.2. Csúszási rendszerek aktiválása, Schmid faktor

A diszlokációk mozgásához csúsztatófeszültségre van szükség. Ez a feszültség természetesen az alkalmazott feszültségtől, illetve az alkalmazott feszültség csúszósíkkal és a csúszási iránnyal bezárt szögétől függ, lásd a 2.1. ábrát.

Akkor indul meg az adott csúszási rendszerben, a diszlokáció mozgása,



2.1. ábra. Sematikus ábra az alkalmazott feszültség, a csúszósík normálisa és a csúszási irány geometriai helyzetéről.

ha a csúszató feszültség az adott rendszerre (τ_R) elér egy bizonyos kritikus feszültség értéket (critical resolved shear stress τ_{crss}). A τ_R kiszámolási módja a 2.1. ábra jelöléseit használva:

$$\tau_R = \frac{F \cos \lambda}{A / \cos \phi} = \frac{F}{A} \cos \phi \cos \lambda \quad (2.1)$$

A $\cos \phi \cos \lambda$ szorzófaktort nevezzük Schmid faktornak. Minnél nagyobb egy adott csúszási rendszerre a Schmid faktor, annál valószínűbb, hogy az a csúszási rendszer aktiválódni fog [2]. Ezen törvény fcc rácsban jól működik, bcc rácsban nem működik jól, de ott is támpontot adhat a Schmid faktor értéke.

2.1.3. Diszlokációk által tárolt energia

A diszlokációk által tárolt energiáját a következő formula adja meg:

$$E_{stor} = A\rho Gb^2 \ln \frac{R_e}{b}, \quad (2.2)$$

ahol

$$A = \frac{1}{4\pi} \quad (2.3)$$

vagy

$$\frac{1}{4\pi(1-\nu)}$$

attól függően, hogy csavar vagy él diszlokációról van szó. ν a Poisson szám, G a nyírási modulusz, $R_e = 1/\sqrt{\rho}$ a diszlokáció külső levágási sugara.

2.2. Feszültség anizotrópia diszlokáció modellje

Ahogy már említettem, a kristályhibák hatására a röntgen proflok kiszélesednek, eltolódnak. A kiszélesedés két hatásnak tulajdonítható, méret és deformáció miatti szélesedés. Ahhoz, hogy a diszlokációk által okozott hatás vizsgálható legyen, szét kell választani a röntgen proflok méret és deformáció miatti szélesedését. Több model, módszer is létezik ezen hatások szétválasztására, amelyeket később röviden tárgyalok. A deformáció miatti szélesedés a legtöbb esetben nem monoton függvénye a diffrakciós vektor hosszának. Ezt nevezik anizotróp röntgen vonal szélesedésnek. A későbbiekben röviden említett modellek, módszerek általában megadják az $\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle$ -t (mean square strain), a négyzetes disztorzió térbeli átlagát [3]. Ezen mennyiség diszlokációs modellje számos esetben magyarázatot ad az anizotróp röntgen vonal szélesedésre [4] - [10]. Ezen modell még hatékonyabbá válik a diszlokációs kontraszt faktórának bevezetésével. Ugyanis a diszlokációk röntgen vonal szélesedésre gyakorolt hatása természetesen függ a diszlokáció geometriai elhelyezkedésétől, hasonlóan a TEM-hez [11], ahol attól függően, hogy milyen

irányból látjuk a diszlokációt más-más kontrasztot kapunk. Ha például a $\mathbf{bg}=0$ (ahol \mathbf{b} a diszlokáció Burgers vektora, \mathbf{g} a diffrakciós vektor), akkor a diszlokáció nem ad kontrasztot, nem látszik, nincs hatással a röntgen vonal szélesedésére.

Itt a diszlokációk anizotróp kontrasztját egy C , úgynevezett kontraszt faktoral vesszük figyelembe, amely csak az anyag rugalmas állandóitól, valamint az \mathbf{n} diffrakciós vektor és a diszlokációk geometriai elhelyezkedésétől függ [10]. Ez teszi lehetővé, hogy bizonyos esetekben a Burgers vektorokra és a mintában lévő diszlokáció szerkezetére következtethessünk.

2.2.1. *Módosított* Williamson - Hall plot

A méret és a deformáció okozta szélesedés eltérő diffrakciósrend függése alapján Williamson és Hall azt feltételezték, hogy a röntgen profilok szélesedése, ΔK , az alábbi formában írható fel [12]:

$$\Delta K \cong \frac{0.9}{\epsilon} + \Delta K_{Def} \quad (2.4)$$

ahol ΔK_{Def} a szélesedés azon része, amit a deformációk okoznak, ϵ pedig valamilyen átlagos szemcse, vagy részecske méret, ahol K :

$$K = \frac{2\sin\Theta}{\lambda}, \quad (2.5)$$

továbbá

$$\Delta K = \frac{2\cos\Theta\Delta\Theta}{\lambda} \quad (2.6)$$

ahol Θ a diffrakciós szög és $\Delta\Theta$ a félértékszélesség.

Ez az úgynevezett *klasszikus* Williamson-Hall plot feltételezi, hogy ΔK lineáris függvénye K -nak vagy K^2 -nek. Ez a feltételezés azonban az esetek többségében nem igaz [3], [13] - [16]. A deformációs anizotrópia diszlokációs modellje alapján a *klasszikus* Williamson - Hall eljárás a következőképpen módosítható [7], [9]. A *módosított* Williamson-Hall plot lényege az, hogy a K paraméter helyett a vonalszélesedést a $K\sqrt{C}$, vagy a K^2C paraméterrel

skálázzuk:

$$\Delta K \cong \frac{1}{\epsilon} + \frac{\pi M^2 b^2}{2} \rho^{1/2} K^2 \bar{C} + O(K^2 \bar{C}) \quad (2.7)$$

Ezzel az eljárással bizonyos esetekben (textúra mentes polikristálnál) lehet magyarázni az aniztróp röntgen vonalszélesedést.

A disszertációban arra fogom használni a Williamson-Hall és a *módosított* Williamson-Hall plotokat, hogy ezeken szemléltessem a feszültség anizotrópia kvalitatív viselkedését illetve a modellek helyességét.

2.2.2. *Módosított* Warren - Averbach módszer

Az fent leírt módszerek csak a profilok szélesedését tekintik és nem foglalkoznak a profil többi paraméterének információértékével. Ennél többet mond a Warren - Averbach módszer, ami a profilok egyéb tulajdonságát is figyelembe veszi, nem csak a szélesedést. A röntgen szórás kinematikus elméletét figyelembe véve [17] a profil a méret és a feszültség profilok konvolúciójából áll. Így az intenzitáseloszlás Fourier együthetói a következő formában írhatók:

$$A_L = A_L^M A_L^D = A_L^M e^{-2\pi^2 L^2 g^2 \langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle}, \quad (2.8)$$

ahol az M index a méretet az D index a deformációs paramétert jelentik, L a Fourier hossz. $\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle$ -t (négyzetes disztorzió átlagát) meg lehet határozni a legtöbb kristályhiba esetén. Diszlokációkra [18] - [17]:

$$\langle \epsilon_g^2 \rangle \cong \frac{\rho C b^2}{4\pi} f(\eta) \quad (2.9)$$

ahol ρ a diszlokációk sűrűsége, b a Burgers vektor hossza, C a diszlokációk kontraszt faktora, $f(\eta)$ a Wilkens függvény, ahol $\eta = L/R_e$ és R_e a diszlokációk külső levágási sugara. Fontos, hogy a fenti képletben a diszlokációk sűrűségének és kontraszt faktorainak szorzata található, ami majd a későbbiekre nézve azt jelenti, hogy numerikus illesztések során, a kettő egyszerre nem határozható meg, csak a kettő szorzatáról kaphatunk információt.

Polikristály esetén, vagy ha az összes lehetséges csúszási rendszer egyenlő mértékben van jelen, a 2.9 egyenlet a következő formában írható:

$$\langle \epsilon_g^2 \rangle \cong \frac{\rho C b^2}{4\pi} f(\eta) \quad (2.10)$$

2.3. Diszlokációk egyedi kontraszt faktora

Mint azt a bevezetőben említettem, ha bizonyos feltételek nem teljesülnek, nevezetesen, ha a mintánkban a kristallitok vagy a diszlokációk nem véletlenszerűen helyezkednek el, akkor egyedi, vagy másnéven individuális kontraszt faktorokat kell használni a feszültség anizotrópia kiértékeléséhez, tehát meg kell előbb ismerkednünk azzal, hogy egy diszlokáció milyen kontrasztot ad a képleteinkben a diffrakciós vektor a Burgers vektor és a vonal vektor relatív helyzetétől függően. Egy él- vagy csavardiszlokáció feszültségre csak a diszlokáció vonalára merőleges síkban változik, így leírható (φ, r) polárkoordinátákkal. A kontraszt faktorokat az alábbi egyenletek határozzák meg:

$$C = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} d\varphi K^2(\varphi), \quad (2.11)$$

ahol

$$K(\varphi) = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^2 \gamma_i \gamma_j \beta_{ij}(\varphi) \quad (2.12)$$

és

$$\beta_{ij} = \frac{2\pi r}{b} \frac{\partial u_i}{\partial x_j}, \quad i = 1, 2, 3 \quad j = 1, 2. \quad (2.13)$$

$K(\varphi)$ trigonometrikus polinom, γ_i, γ_j a diffrakciós vektor irány-koszinuszai, $\frac{\partial u_i}{\partial x_j}$ a diszorzió tenzor, u_i a diszlokáció elmozduláster r pedig a polárkoordináta-rendszer változója. Izotróp anyagban u_i és β_{ij} viszonylag egyszerűen meghatározhatók, és a C faktorok zárt alakban megadhatók. Anizotróp anyagban, figyelembe kell venni az anizotróp rugalmas állandókat. Kőbb

rendszerben csak két mennyiségtől függ a kontraszt faktor értéke az A_z rugalmas anizotrópia faktortól és a C_{11}/C_{44} hányadostól, ahol

$$A_z = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}. \quad (2.14)$$

A fenti egyenletek alapján, figyelembe véve az anizotróp rugalmas tulajdonságokat, Borbély András [22] számítógépes programot készített, amelynek a segítségével köbös és hexagonális anyagban tetszőleges rugalmas állandók mellett és tetszőleges csúszási rendszer esetén meghatározhatóak a kontraszt faktorok értékei. A program html-es felülettel a hálózaton keresztül is elérhető a metal.elte.hu/anizc címen.

2.4. Diszlokációk átlagos kontraszt faktora köbös és hexagonális kristályokra [9]

Ha a mintánk textúra mentes polikristály, vagy ha a mintánkban a diszlokációk random helyezkednek el, akkor lehetőségünk van az anyag rácsstruktúráját és rugalmas tulajdonságait figyelembe véve, a diszlokációk kontraszt hatásának kiátlagolására. Ungár és Tichy 1999-ben megmutatták, hogy a diszlokációk kontraszt faktorát a következő formában lehet írni:

$$C \propto \left\langle \left[\frac{\partial}{\partial \xi} (\mathbf{g}\mathbf{u}/g) \right]^2 \right\rangle = \left\langle \left(\frac{g\beta g}{g^2} \right) \right\rangle, \quad (2.15)$$

ahol $\beta = \mathit{grad}\mathbf{u}$ a disztorzió tenzor, \mathbf{u} a diszlokációk által okozott elmozdulás és ξ a \mathbf{g} -vel párhuzamos irány. A szögletes zárójel a kristály térfogatára való átlagolást jelenti. Amint az a fenti egyenletből látható a Cg^4 a Miller indexek negyedrendű polinomja:

$$Cg^4 = P_4(h, k, l). \quad (2.16)$$

A kontraszt faktor átlagos értékét, \bar{C} , a $P_4(h, k, l)$ átlagolásával kaphatjuk meg, melynek során a Miller indexek összes lehetséges permutációját figyelembe kell venni. Ez azt jelenti, hogy meg kell találnunk azt a negyedrendű

invariánsokból álló kifejezést, ami a kristály szimmetriáinak megfelel. Kőbbes kristályok esetén az átlagos kontraszt faktor a reflexiók indexeiből képzett negyedrendű invariánsok lineáris függvénye.

$$\bar{C} = A - B \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}, \quad (2.17)$$

ahol A és B csak a kristály rugalmas állandóitól függ. A értéke a $h00$ reflexiókhoz tartozó átlagos kontraszt faktor, ugyanis ekkor a hkl indexekből álló kifejezés zérus. Ha a negyedrendű részt H^2 -tel jelöljük és kiemeljük a $h00$ reflexiókhoz tartozó átlagos kontraszt faktort - ez csak akkor tehető meg természetesen, ha ez nem zérus - akkor a fenti egyenlet a következő formában írható:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (2.18)$$

ahol $q = B/A$. Ezen formula segítségével megkaphatjuk egy hkl reflexióhoz tartozó átlagos kontraszt faktort, ha tudjuk a rugalmas állandókat.

2.5. Az úgynevezett "Multiple Whole Profile" módszer [20]

A mért profilok kiértékelését az Ungár és Ribárik által kifejlesztett számítógépes programcsomag segítségével végeztem el, ezért röviden ismertetem a program működését, és az általa megadott paraméterek fizikai jelentését. A 2.8. egyenlet szerint a mért profilok a méret és a deformációs profilok konvolúciójából tevődik össze. Természetesen, ha az instrumentális hatást már leválasztottuk a mért profilról. Ha mindkettőre meghatározhatunk valamilyen modellből számolt elméleti függvényt, akkor a mért és a számolt profil egymáshoz illesztésével az elméleti függvények paramétereit megkaphatjuk.

Az MWP (Multiple Whole Profile) fitting program különállóan mért profilokat illeszt egyszerre. Ez az eljárás egykristály esetében elengedhetetlen, hisz ott egyszerre mindig csak egy - egy reflexiót mérhetünk meg. Továbbá

polikristályok esetében, ha a gázdetektoros nagyfelbontású mérési módszert alkalmazzuk, a lineáris helyzetérzékeny detektor véges csatornaszáma és 50 mm-es véges hosszúsága, csak egy kis szögterület mérését teszi lehetővé. Az Mwp módszerben minden profil a következő összetevők konvolúciójából áll:

- a Wilkens által numerikusan meghatározott deformációs profilfüggvényből
- a méretprofilból, amelyet gömbalakú vagy forgási ellipszoid alakú kristallitokat és valamilyen méreteloszlást, leggyakrabban logaritmikus-normális eloszlást feltételezve zárt matematikai formában határozhatunk meg.
- az instrumentális profilból, ha van instrumentális effektus, akkor valamilyen instrumentális profilt is figyelembe kell venni. Az egyik leggyakrabban használt standard anyag a LaB₆

A program a mért profilok Fourier transzformáltjait illeszti a méret és a deformációs, illetve ha erre is szükség van az instrumentális profilok Fourier transzformáltjainak szorzatához a legkisebb négyzetek módszerével.

Kétféle futtatási mód lehetséges. Az egyik, amikor a feszültség anizotropia figyelembevétele az átlagos kontraszt faktorok segítségével történik (lásd 2.4. részben), ilyenkor az illesztés végeztével a következő paramétereket kapjuk: m és σ a méreteloszlás várható értéke és szórása, ρ diszlokációsűrűség és M a diszlokációk elrendezkedésére utaló paraméter, valamint q az átlagos diszlokáció kontraszt faktor kifejezésében szereplő konstans (lásd a 2.18. egyenletet), ez utóbbi értéke a diszlokációk él vagy csavar jellegétől függ. A 2.18. egyenletben C_{h00} értéke nem illeszthető, hisz a 2.9. egyenletből látható, hogy a diszlokációk által keltett hatás a kontraszt faktor és a diszlokációsűrűség szorzatával arányos, ami az illesztés során nem választható szét, tehát csak a kettő szorzatát illeszthetjük eredményesen. Az illesztést egy előre megadott C_{h00} értékkel lehet elvégezni, majd a kapott q paraméterből meghatározhatjuk az él- és a csavardiszlokációk arányát, így ezek, valamint az

anyag rugalmas állandóinak ismeretében a korrekt C_{h00} kiszámolható és az illesztésből kapott diszlokációsűrűség korrigálható.

A másik mód, amikor a feszültség anizotrópiát nem lehet figyelembe venni az átlagos kontraszt faktorok segítségével, és minden egyes mért profilhoz egyedi kontraszt faktort kell meghatározni. Ekkor a program a fentebb leírt gondolatmenet miatt, nem tudja illeszteni a diszlokációsűrűséget. Így a kontraszt faktorok meghatározása csak valamilyen rögzített diszlokációsűrűség mellett lehetséges. A valódi diszlokációsűrűség meghatározására a következő részben térünk ki. A illesztés végeztével az alábbi paramétereket kapjuk: m és σ a méreteloszlás várható értéke és szórása, M a diszlokációk elrendezkedésére utaló paraméter, valamint annyi mért kontraszt faktor, ahány reflexió szerepelt a kiértékelésben.

2.6. Mért és számolt kontraszt faktorok illesztése

Amint azt fentebb említettem, ha a mintánkban a diszlokációk elrendezése teljesen random, vagy ha textúra mentes por mintánk van, akkor az átlagos kontraszt faktor alkalmazásával a diszlokációk jellegére utaló paramétert kaphatunk az anyag rugalmas állandóinak ismeretében. Ennél több információ azonban nem nyerhető ki a diszlokációk elhelyezkedéséről és az egyes diszlokációk hányadáról. Azonban, ha a mintánk egykristály vagy erősen textúrált anyag, akkor a diszlokációk kontraszt hatása nem átlagolódik ki és a csúcsok szélesedésének anizotrópiájából következtethetünk az egyes diszlokáció típusok hányadára a mintában.

A fenti fejezetekben leírtam, hogy hogyan lehet kiszámolni az egyes diszlokációk kontraszt faktorát ismerve az anyag rugalmas állandóit és a diszlokációk geometriai elhelyezkedését. Azonban most a fordított problémát kell megoldani: tudjuk a mért adatokból meghatározott kontraszt faktorokat minden reflexióhoz, és ebből kell meghatározni, hogy mely diszlokációk együttes hatása eredményezheti ezt a deformációs kontrasztot. Ha az adott

anyag ráctípusának megfelelő összes diszlokáció lineáris kombinációját vennék megfelelő arányban, az adná meg a mért kontraszt faktorokat. Erre legtöbbször nincs lehetőség, hisz általában a mért reflexiók száma kisebb, mint azon diszlokációk száma, amelyek előfordulhatnak az anyagban. Ezért egy olyan eljárást dolgoztam ki, amely igazodik a mért reflexiók számához, tudva azt, hogy ilyenkor csak annyi diszlokációról kaphatunk információt, amennyi egymástól függetlenül mért reflexió van a mérésben. Az egyes reflexiókhoz a mérésből meghatározott kontraszt faktort jelöljük $C_m(h, k, l)$ -el, ahol (h, k, l) a mért reflexió indexe. Az i -ik diszlokáció elméletből számolt kontraszt faktorát jelöljük $C_{(h,k,l)}^i$ -vel, ahol (h, k, l) jelöli, hogy ezt melyik reflexióra számoltuk ki. A fent említettekből következik, hogy:

$$C_m(h, k, l)\rho_m = \sum_{i=1}^n C_{(h,k,l)}^i \rho_i \quad (2.19)$$

ahol $C_m(h, k, l)$ a (h, k, l) reflexió mért kontraszt faktora ρ_m a mért diszlokációsűrűség, ρ_i az i . diszlokáció sűrűsége, n pedig a modellben résztvevő diszlokációk száma, ami ideálisan egyenlő a mért reflexiók számával. Tehát a fenti egyenletből annyi van, amennyi egymástól független reflexiót mérünk. Így a lineáris egyenletrendszer általánosan m darab reflexióra és n darab diszlokációra:

$$\begin{aligned} C_{(h_1, k_1, l_1)}^1 \rho_1 + C_{(h_1, k_1, l_1)}^2 \rho_2 + \dots + C_{(h_1, k_1, l_1)}^n \rho_n &= C_m(h_1, k_1, l_1) \rho_m \\ C_{(h_2, k_2, l_2)}^1 \rho_1 + C_{(h_2, k_2, l_2)}^2 \rho_2 + \dots + C_{(h_2, k_2, l_2)}^n \rho_n &= C_m(h_2, k_2, l_2) \rho_m \\ &\vdots \\ C_{(h_m, k_m, l_m)}^1 \rho_1 + C_{(h_m, k_m, l_m)}^2 \rho_2 + \dots + C_{(h_m, k_m, l_m)}^n \rho_n &= C_m(h_m, k_m, l_m) \rho_m \end{aligned} \quad (2.20)$$

A fenti egyenletrendszer megoldását a következő kifejezés minimalizálásával végeztem el:

$$\sum_{a=1}^k \left[\sum_{i=1}^n C_{(h_a, k_a, l_a)}^i f_i - C_m(h_a, k_a, l_a) \rho_m \right], \quad (2.21)$$

ahol az illesztendő paraméterek az ρ_i -k.

Mint már említettem, általában kevesebb reflexiót mérünk, mint ahány előforduló diszlokáció típus van. Ezért a fenti egyenletrendszer megoldását minden lehetséges kombinációra elvégeztem. Ha m darab egymástól független reflexiót mérünk és összesen d darab diszlokációt veszünk figyelembe az adott szerkezetre, akkor összesen $\binom{d}{m}$ lehetséges egyenletrendszert kell megoldani. A sok megoldás közül azt választom végső megoldásnak, ahol az illesztés során a végső eltérések négyzeteinek összege a legkisebb. Amint azt az előző részben láttuk, a kontraszt faktor és a diszlokációsűrűség nem határozható meg együtt, csak a kettő szorzatát tudjuk meg egy-egy illesztés során. Vagyis nem tudjuk, hogy sok diszlokációnk van, amelynek kicsi a kontraszt faktora egy bizonyos (h, k, l) -re vagy kevés diszlokációnk van nagy kontraszt faktoral. Ezért a mért kontraszt faktorok meghatározásánál feltételezünk egy diszlokációsűrűséget, majd amikor az illesztés során megkapjuk az ρ_i sűrűségeket, ezek összege adja a valódi teljes diszlokációsűrűséget.

Most pedig néhány példa következik, ahol sikeresen használtam az induktív kontraszt faktorokat a feszültség anizotrópia kiértékelésére és sikerült meghatároznom a mintában lévő diszlokációszerkezetet.

3. fejezet

Az aktív csúszási rendszerek és a diszlokáció sűrűség meghatározása magas hőmérsékleten képlékenyen alakított Ge egykristályokban [23]

A gyémánt rácsú kovalens kristályok alakítási tulajdonságait már számos esetben vizsgálták az elmúlt évtizedekben ([24], [25]). Ezek a vizsgálatok egyrészt különböző feszültség-deformáció görbék, másrészt transzmissziós elektronmikroszkópia alapján történtek. Mindkét módszer tulajdonsága, hogy elsősorban kvalitatív módon adja meg a kialakuló diszlokációszerkezetet. Az általam végzett röntgen vonalprofil analízis vizsgálatok célja az, hogy ezen kvalitatív vizsgálatokat figyelembe véve kvantitatívan határozzam meg a Burgers vektor típusuk eloszlását és az egyes csúszási rendszerekben a diszlokáció sűrűség számszerű értékeit.

Tipikus feszültség-deformáció görbét mutat a 3.1 ábra. Az összenyomásos vizsgálat 850 K-en $\dot{\gamma} = 9 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ deformációs sebességgel történt.

Előzetes transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok azt mutatták, hogy az elsődleges csúszási rendszerek mentén kialakult nagy diszlokációsűrűségű tartományokat diszlokáció mentes tartományok választják el egymástól.

Vizsgálataim során megmutattam, hogy ezen fluktuáció 100 μm -es skálán látható röntgen diffrakcióval.

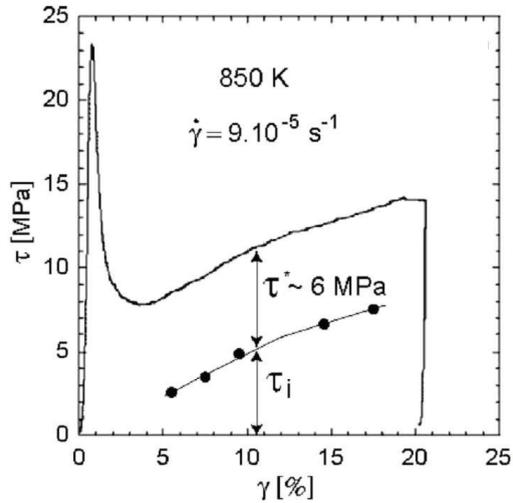
Azt is megmutatom reciprok tér térképek (reciprocal space mapping) segítségével és a mintán való térbeli pásztázással, hogy a minták a deformáció és természetesen a deformáció határfeltételei miatt úgynevezett "mozaik blokkokra" esnek szét. Többek között ezen blokkosodás térbeli tulajdonságait is vizsgáltam.

Burgers vektor analízist végeztem a mintákon meghatározva a mintákban található diszlokációk típusát és arányát. Kimutattam, hogy a mintákban nagyrészt 60 fokos diszlokációk vannak összhangban a TEM-es vizsgálatokkal. Az átlagos diszlokációsűrűség 20 és $88 * 10^{12} \text{m}^{-2}$ között változik, a deformáció mértékének és a hőmérsékletének függvényében.

3.1. Vizsgálati minták

A minták intrinszc germánium egykristályok, amelyeket $\langle 123 \rangle$ egyszeres csúszásra orientáltan vágta ki $\{111\}$ és $\{154\}$ oldallapokkal. A vágás során keletkezett diszlokációkban gazdag külső roncsolt réteget kémiai maratással eltávolították. A deformálást (összenyomást) egy Schenck RMC 100 számítógép vezérelt készülékben végezték magas hőmérsékleten hélium atmoszférában, 850K illetve 750K hőmérsékleten. A deformáció végén a germánium egykristályokat terhelés alatt hűtötték le, befagyaszta a diszlokáció szerkezetet. A miták megnevezése és mechanikai előélete a 3.1. táblázatban látható.

Négy különböző deformációs állapotú germánium egykristályt vizsgáltam. Jellegzetes alakítási görbe látható a 3.1. ábrán. Látszik, hogy egy bizonyos feszültség után megindul a képlékeny alakváltozás, valamint egy negatív meredekségű szakasz következik, majd egy másik τ értéknél kezdődik el az alakítási keményedés. Ez az úgynevezett kettős folyáshatár jelensége. A germánium atomok gyémánt rácsban rendeződnek és erős kovalens kötés van közöttük. Kristályhiba keltéséhez nagy energia szükséges, de ha már egyszer



3.1. ábra. Jellegzetes feszültség-deformáció görbe a germánium mintákon. τ az alkalmazott feszültség, γ és $\dot{\gamma}$ a deformáció és a deformáció sebesség, τ^* a feszültség relaxáció mértéke és τ_i az úgynevezett "belső feszültség", ami a megmaradó diszlokációktól származik.

Megnevezés	γ'	τ_i (MPa)	τ_t (MPa)	Γ_{gamma_t}	τ_i LYP (MPa)	T(K)
Ge14	1.1	24	37	0.21	20	750
Ge42	1.6	4	10.4	0.07	5	850
Ge45	1.66	8	14	0.21	5	850
Ge54	1.7	30.6	36.6	0.31	–	850

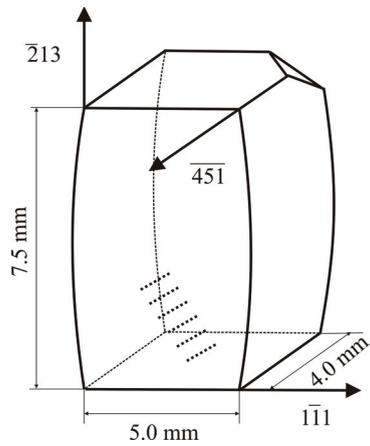
3.1. táblázat. A minták mechanikai előállítási körülményei.

keletkezett, például egy diszlokáció, akkor annak mozgása már nem igényel akkora energiát, mint a keltés. A kristályhiba keltésénél ugyanis egy vagy több atomnak nem lesz megfelelő számú szomszédja, úgynevezett lógó kötések jelennek meg (dangling bonds), amelyek energetikailag kedvezőtlenek.

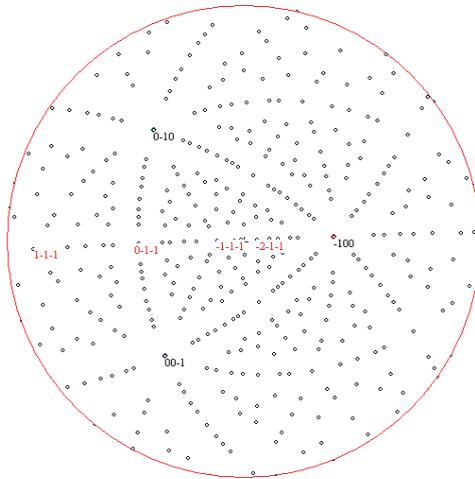
A minták orientációja a 3.2. ábrán látható, a méréseket az $(\overline{451})$ orientációjú lapon végeztem két különböző zónán. A két zóna vízszintesen látszik a 3.3 és a 3.4. ábrán lévő sztereografikus projekciókon.

3.1.1. Mérések a Ge egykristály mintákon

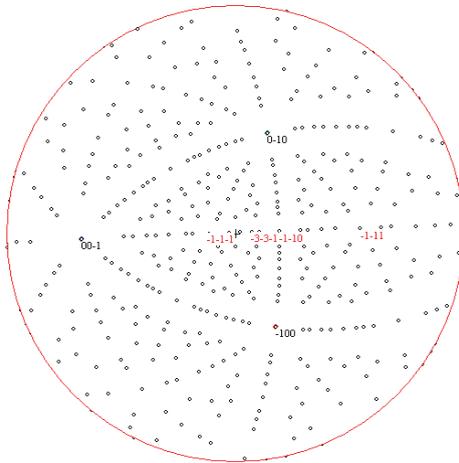
A diffrakciós profilokat egy speciális kétkristályos röntgenkészüléken végeztem el. A Nonius FR591 finomfókuszú röntgenkészülék beállítása: 40 kV és 70 mA volt. A profilokat kétféle detektorral mértem, egyrészt gáztöltésű lineáris helyzetérzékeny detektorral (OED 50 Braun, Munich), másrészt imaging plate kétdimenziós detektorral (Fuji BASH). Az instrumentális hatás mindkét esetben jóval a fizikai szélesedés 10%-ánál kisebb volt. A gázdetektoros esetben a minta detektor távolság 420 mm volt, az imaging plates esetben 700 mm. A reciproktér térképek felvételekor a mért kristályt 15 különböző ω pozícióban mértem a rocking görbén belül. A nyaláb mérete a mintán $0.1 \times 0.6 \text{ mm}^2$ volt. Ez a kis méret lehetővé tette, hogy a mintán térben pártázhassak a minta mozgatásával. Ezen mérésekkor a mintát úgy orientáltam, hogy a nyaláb hosszabb oldalával párhuzamosan helyezkedjenek el a csúszási vonalak amelyek láthatóak voltak a minta felületén. Ezen geometria lehetővé tette, hogy a mintában lévő inhomogenitást illetve a mikroszerkezeti fluktuációt



3.2. ábra. Sematikus ábra a Ge egykristály minták orientációjáról és a mérésekénél használt oldallapokról.



3.3. ábra. Sztereografikus projekció a Ge egykristály minták orientációjáról és az egyik mért oldallapról. A mért zóna tengelye 011



3.4. ábra. Sztereografikus projekció a Ge egykristály minták orientációjáról és a másik mért oldallapról. A mért zóna tengelye 1-10

vizsgálhassam.

Egykristály vizsgálatakor, általában nem lehet alkalmazni az anizotróp vonalszélesedés magyarázatára az úgynevezett átlagos kontraszt faktorokat, hiszen nem minden diszlokáció fordul elő és az előfordulók sem egyforma sűrűséggel vannak jelen. Polikristály esetében ez egyszerűen megoldódik a krisztallitok véletlenszerű orientációjával. Tehát egykristály esetében mindenképpen az egyedi diszlokációk kontraszt faktorának figyelembevétele szükséges.

Mivel ismerjük a kristály pontos orientációját, pontosan ismerjük a diffrakciós vektor geometriai helyzetét, a kristály koordinátarendszeréhez képest. A 2.3. részben leírtak szerint, a diszlokációk kontraszt faktora az anyag rugalmas állandóin túl, csak a geometriai összeállítástól függ, tehát a diszlokációk Burgers vektorának, vonal vektorának és a diffrakciós vektornak a helyzetétől.

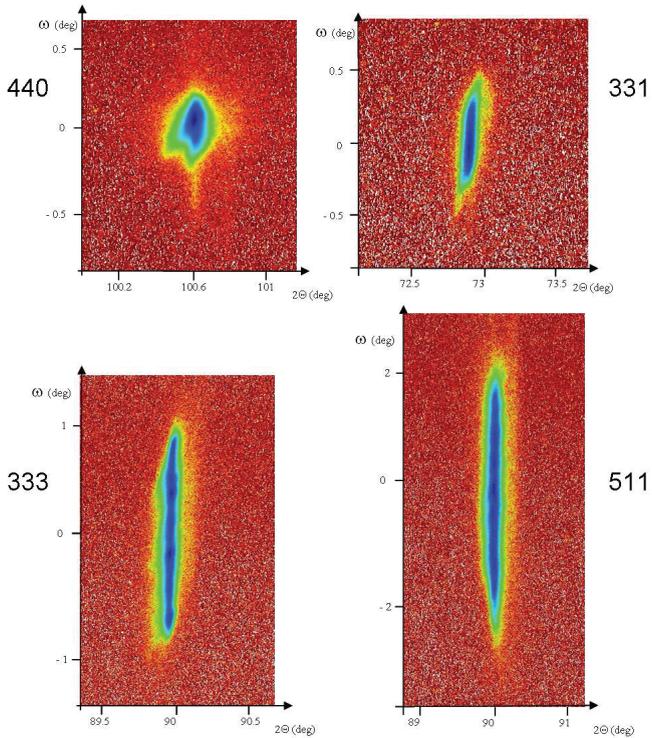
A mért profilokból a 2.5. fejezetben leírt módon meghatározott kontraszt faktorok a mintában előforduló diszlokációk együttes hatását tükrözik, így lehetőség nyílik a 2.6. részben leírt módszerrel a mintában lévő diszlokációk típusának és azok arányának meghatározására.

3.2. Diszlokációk a Ge egykristály mintában

A 3.6. ábrán látható a négy különböző deformációs állapotú minta Williamson - Hall ábrája (W-H plot).

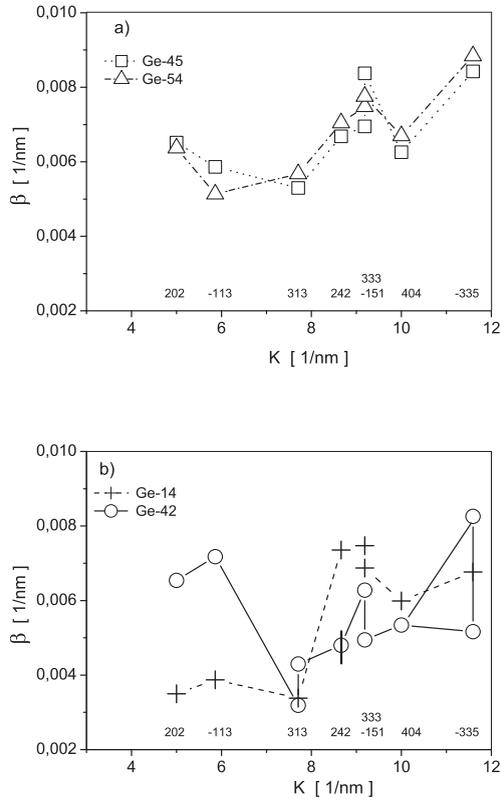
Amint az látható, a 45 és az 54 jelű minták esetében a Williamson - Hall plot jellege hasonló, ugyanakkor az 54-es állapothoz tartozó értékek nagyobbak. Ez azt jelenti, hogy hasonló diszlokáció szerkezet van az 54-es és a 45-ös mintában, és a nagyobb deformációs állapotnál nagyobb a diszlokációsűrűség. A 42-es minta esetében a Williamson-Hall plot jellege elértő és a plot emelkedése is kicsi, tehát ebben a mintában a diszlokációsűrűség is valószínűleg kisebb.

A kiértékelés során $\langle 110 \rangle$ típusú Burgers vektorú diszlokációkat vet-



3.5. ábra. Tipikus Image Plate-s képek a Ge egykristály reflexiókról

tem figyelembe $\{111\}$ típusú síkokon. Mivel ismert, hogy Ge egykristályban gyakran keletkeznek hatszögös diszlokáció hurkok, ezért a normál diszlokációk mellett 60 fokos diszlokációkat is figyelembe vettem az illesztések során.



3.6. ábra. A négy különböző deformációs állapotú Ge egykristály minta Williamson - Hall ábrája

3.2.1. A Ge42 jelű germánium egykristály minta

Ez a minta volt a legkevésbé deformálva, ennek megfelelően, mint azt a 3.6. ábrán láthattuk, a Williamson - Hall plotja kevésbé emelkedik, tehát

kicsi benne a diszlokációsűrűség. Ugyanakkor anizotróp a diffrakciós csúcsok szélesedése vagyis nem monoton függvénye k -nak vagy k^2 -nek. A deformáció anizotrópia illesztése során a 3.2. táblázatban látható diszlokációkat kaptam.

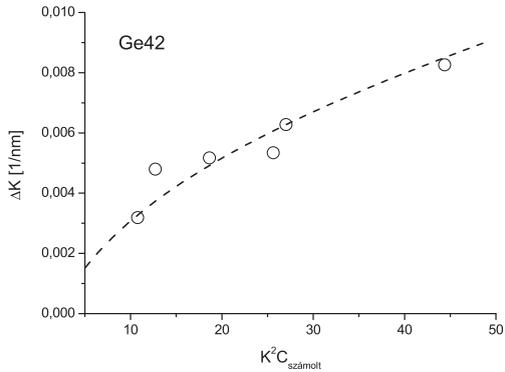
Diszlokáció ($\mathbf{b}, \mathbf{l}, \mathbf{n}$)	Jelleg	Arány
(1-10),(10-1),(111)	60 fokos	45 (8)%
(1-10),(01-1),(111)	60 fokos	25(5)%
(10-1),(1-10),(111)	60 fokos	30 (8)%

3.2. táblázat. A deformációs anizotrópia illesztési eljárásából kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a 42-es Ge egykristály esetében.

A 3.2. táblázatban látható diszlokációkkal számolt és a mért kontraszt faktorokat láthatjuk a 3.3. táblázatban. A számolt kontraszt faktorokkal készült *módosított* Williamson - Hall ábrát a 3.7. ábra mutatja. Látható a módosított Williamson - Hall plotból, hogy az illesztésből kapott diszlokációkkal számolt kontraszt faktorokkal jól lehet értelmezni az anizotróp szélesedést, vagyis a szélesedés a K^2C -nek sima, monoton függvénye.

(h,k,l)	C mért	C számolt
202	0,2344	0,2561
313	0,2337	0,1814
242	0,2470	0,1694
151	0,2812	0,3201
404	0,2344	0,2561
353	0,2230	0,1387
335	0,2900	0,3304

3.3. táblázat. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 42-es Ge egykristály esetében



3.7. ábra. Módosított Williamson - Hall ábra a 42-es Ge egykristály esetén.

3.2.2. Ge45 és a Ge14 germánium egykristály minták

A két mintát együtt kezeltem, mert hasonló deformációt alkalmaztak előkészítésük során, csak más hőmérsékleten. Az illesztési eljárás során a 3.4. táblázatban látható diszlokációkat kaptam. A 3.4. táblázatban látható disz-

Minta	Diszlokáció ($\mathbf{b}, \mathbf{l}, \mathbf{n}$)	Jelleg	Arány
Ge45	$[-101](111)$	él	60 (10)%
Ge45	$(1-10), (01-1), (111)$	60 fokos	40 (10)%
Ge14	$[-101](111)$	él	65 (10)%
Ge14	$(1-10), (01-1), (111)$	60 fokos	35 (5)%

3.4. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a 45-ös és a 14-es Ge egykristályban.

lokációkkal számolt és a mért kontraszt faktorokat láthatjuk a 3.5. táblázat-

ban. A számolt kontraszt faktorokkal készült *módosított* Williamson - Hall ábrát a 3.8. ábrán.

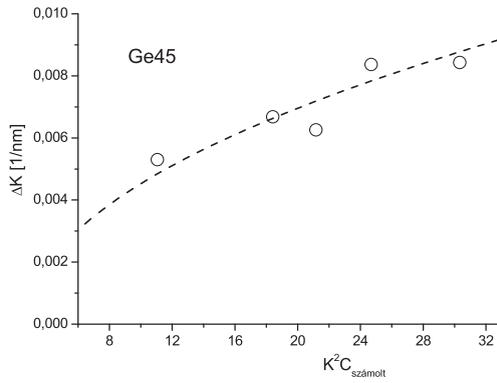
A Ge14 minta esetében a 3.4. táblázatban látható diszlokációkkal számolt és a mért kontraszt faktorokat láthatjuk a 3.6. táblázatban. A számolt kontraszt faktorokkal készült *módosított* Williamson - Hall ábrát a 3.9. ábra mutatja. Itt is megfigyelhetjük, hogy az illesztésből kapott diszlokációkkal számolt kontraszt faktorokkal igen jól kezelhető az anizotróp vonalszélesedés.

(h,k,l)	C mért	C számolt
220	0,2463	0,2116
131	0,1926	0,1862
331	0,2290	0,2455
242	0,2692	0,2925
115	0,2012	0,2116
353	0,2457	0,2257

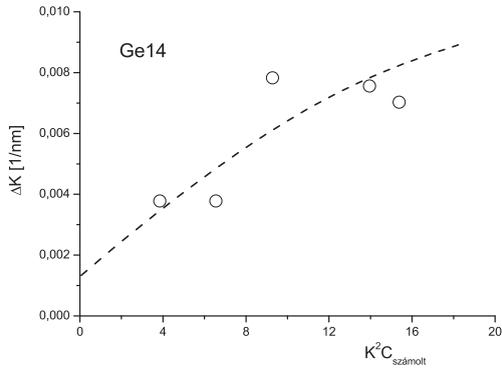
3.5. táblázat. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 45-ös Ge egykristály esetén.

(h,k,l)	C mért	C számolt
220	0,1396	0,1538
131	0,0670	0,1104
331	0,1790	0,1236
242	0,1396	0,1538
115	0,1460	0,1038
353	0,2457	0,2257

3.6. táblázat. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 14-es Ge egykristály esetén.



3.8. ábra. Módosított Williamson - Hall ábra a 45-es Ge egykristály esetén.



3.9. ábra. Módosított Williamson - Hall plot a 14-es Ge egykristály esetén.

3.2.3. Diszlokációk a Ge54 germánium egykristály mintában

A Ge54 jelű mintában az illesztés során a 3.7. táblázatban látható diszlokációkat kaptam. A 3.7. táblázatban látható diszlokációkkal számolt és a

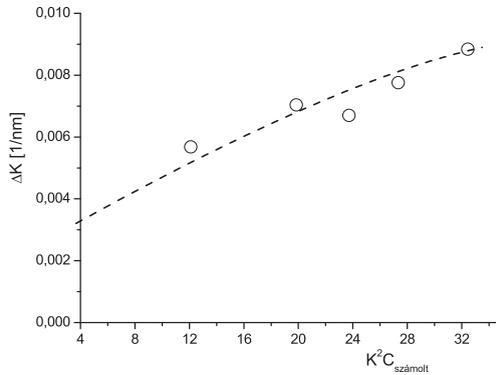
Diszlokáció ($\mathbf{b}, \mathbf{l}, \mathbf{n}$)	Jelleg	Arány
$[-101](111)$	él	60 (10)%
$(1-10), (01-1), (111)$	60 fokos	40 (10)%

3.7. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai az 54-es Ge egykristályban. Az értékek után zárójelben láthatjuk a becsült hibát

mért kontraszt faktorokat láthatjuk a 3.8. táblázatban. A számolt kontraszt faktorokkal készült *módosított* Williamson - Hall ábrát a 3.8. ábra mutatja.

(h,k,l)	C mért	C számolt
242	0,3062	0,2371
313	0,2213	0,2039
242	0,2541	0,2646
151	0,2653	0,3240
335	0,2632	0,2414

3.8. táblázat. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok az 54-es Ge egykristály esetében.



3.10. ábra. Módosított Williamson - Hall ábra az 54-es Ge egykristály esetén.

3.3. Diszlokációszerkezet a deformált Ge egykristályokban

Összefoglalva tehát a négy Ge egykristály minta esetében a megoldásként kapott diszlokációkat és súlyfaktoraikat a 3.2. 3.4. és 3.7. táblázatokban láthatjuk. Az egyszerűbb áttekinthetőség kedvéért a 3.9. táblázatban összefoglaltam a mintákban található különböző diszlokáció típusok hányadát. A 3.10. táblázatban pedig a diszlokációsűrűségeket. Az illesztések jószágát szemléltetve pedig egy ábrán összegyűjtöttem összes a számolt kontraszt faktorokat a mért értékek függvényében. Ezeket az értékeket a 3.11. ábrán még egyszer feltüntettem.

Mint az várható, és a 3.10. táblázatból látható, a diszlokációsűrűség a deformáció növekedtével nő. Ennél érdekesebb a mintában előforduló Burgers vektorok változása. A kis deformációjú állapotban, még a diszlokációk többé-kevésbé rendezetlenül helyezkednek el, és a deformáció hatására egyre inkább

	él	60 fokos diszlokáció		
		$[-101],[111]$	$[1-10],[01-1],[111]$	$[10-1],[1-10],[111]$
14	65%		35%	
42		45%	25%	30%
45	60%		40%	
54	60%		40%	

3.9. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk súlyfaktorai a Ge egykristályokban. A 60 fokos diszlokációknál a három vektor sorrendben: Burgers vektor, vonal vektor illetve a normális vektor.

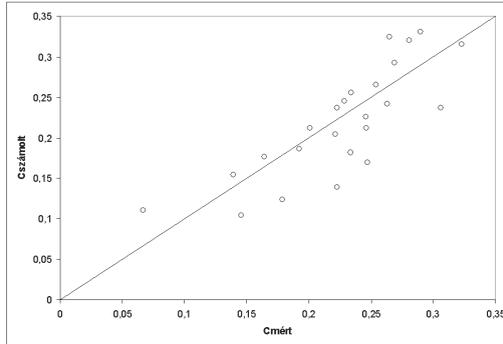
Minta	Diszlokációsűrűség ($10^{12}m^{-2}$)
14	15(3)
42	25(6)
45	20(5)
54	65(10)

3.10. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációsűrűségek a Ge egykristályokban. (Az értékek után zárójelben láthatjuk a becsült hibát)

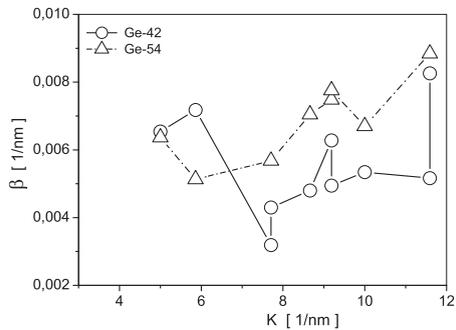
rendeződnek.

3.4. Blokkok és a diszlokációsűrűség inhomogenitása az 54-es Ge egykristály mintában

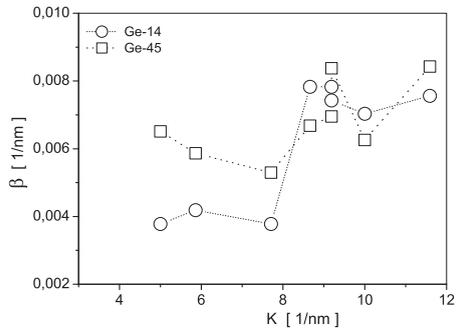
Sok esetben előfordult, hogy a 3.14. ábrához hasonló felvételeket kaptunk, ahol az intenzitástérképen több elkülönülő diffrakciós maximum is van. Ez nyilván azért jelenik meg, mert az egykristály egyes részei a deformáció következtében elfordulnak egymáshoz képest, pl. egy diszlokáció fal miatt, és kis orientáció különbség lesz közöttük. Ezen blokkosodás mértéke és jelenléte, függ a deformáció mértékétől és a mérés helyétől. A helyfüggés meghatáro-



3.11. ábra. A számolt kontraszt faktorok a mértek függvényében, és az egy meredekségű egyenes.



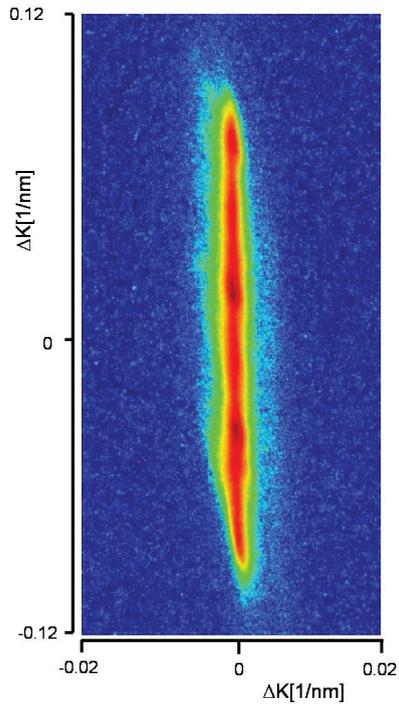
3.12. ábra. A Ge42 és a Ge54 minták Williamson-Hall plotjainak összehasonlítása. A legkisebb és a legnagyobb deformációs állapot Williamson-Hall plotjai.



3.13. ábra. A Ge14 és a Ge45 minták Williamson-Hall plotjainak összehasonlítása. Hasonló deformáció más hőmérsékleten.

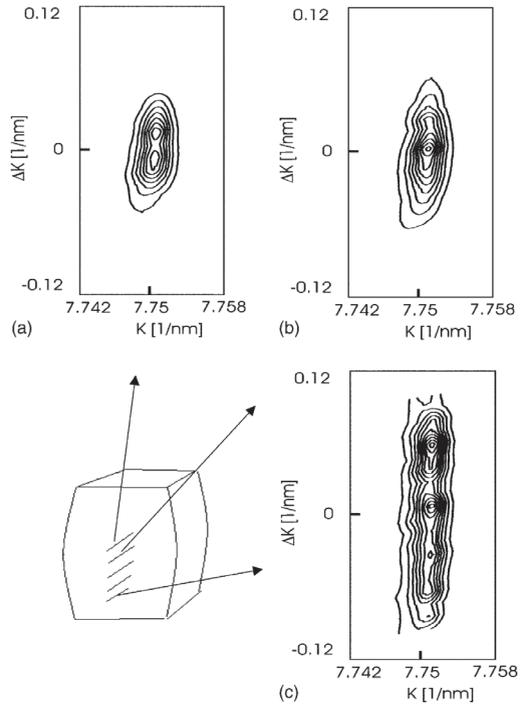
zására a minta több pozíciójában is végeztem méréseket. Ezen méréseknél a diszlokációsűrűség inhomogenitása, és a blokkosodás változása volt vizsgálataim célja. Ahogy az a 3.15. szemléletes ábrán látszik, méréseim során azt találtam, hogy a minta széle felé haladva a blokkosodás mértéke nő. Ez a 3.16. ábrán látható fizikai képpel egyeztethető össze. A minta ezen jellegét nyilván az összenyomás határfeltételei szabják meg.

A 3.17. ábrán látható TEM kép azt mutatja, hogy a minta diszlokációszerkezete igen inhomogén a mikrométeres skálán: diszlokációban sűrű és szinte diszlokáció mentes területek váltják egymást. Mivel az általam használt röntgen nyaláb vastagsága 0.1 mm volt, ezen diszlokációsűrűség inhomogenitást próbáltam tetten érni mm-es skálán. Ezért a minta közepétől a széle fele 0.125 mm-es lépésekben mértem ugyanazon reflexiók nevezetesen a 331 és a 440 reflexiók szélesedését. Ezen profilok szélesedéséből számolt diszlokációsűrűség helyfüggése látható a 3.18. ábrán. Az, hogy a két reflexióból számolt diszlokációsűrűség nem együtt halad az abból ered, hogy a két reflexiót más geometriában kell mérni. A mintát elforgatva azonban óhatatlanul

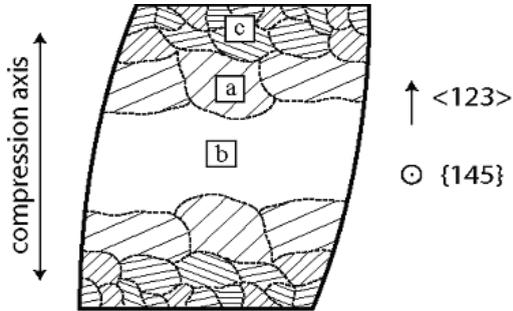


3.14. ábra. Tipikus Image Plate-s kép az 54-es Ge egykristály 333 reflexiójáról

máshova esik a nyaláb és más területről kapunk információt. Az, hogy egy kicsiny elfordulás ilyen nagy különbséget okoz, bizonyítja a mintában kialakult mikroszerkezet erős inhomogenitását. Az minden esetre megfigyelhető, hogy a diszlokációsűrűség a minta széle felé nő.



3.15. ábra. Tipikus mérési eredmények a Ge egykristály különböző helyein. Az a, b és c ábrákon a vonalak az azonos intenzitású helyeket kötik össze. A sematikus minta ábráján a rövid kis vonalak az egyes mérési helyzeteket mutatják sematikusán. A három hosszú nyíl az (a), (b) és (c) mérések sematikus helyét mutatja a mintában.

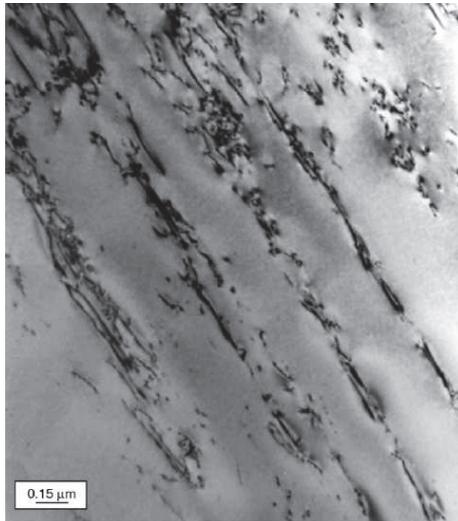


3.16. ábra. Sematikus ábra a Ge egykristály deformációjakor kialakult blokkosodásról.

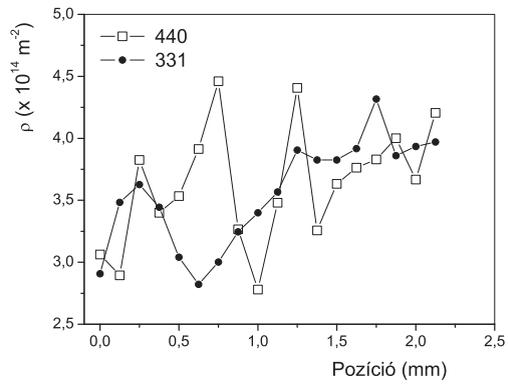
3.5. Következtetések

A minták vizsgálata során a következő eredményeket kaptam:

- A három különböző deformációs állapotban lévő mintában meghatároztam a diszlokációszerkezetet. A legkevésbé deformált mintában a Burgers vektorok rendezetlenebbül helyezkednek el, mint az erőteljesebben deformált mintákban. Ugyanakkor azt is láthattuk, hogy a diszlokációsűrűség a deformáció növekedtével nő.
- A Germánium mintában létrejövő deformáció erősen inhomogén. Az inhomogenitást több skálán is kimutattam. Illetve megmutattam, hogy a minta széle felé haladva a diszlokációsűrűség nő.
- Az egykristály a deformáció következtében blokkokra esik szét. A blokkosodás mértéke a minta széle felé nő a deformációs mód határfeltételei miatt.



3.17. ábra. TEM kép az alakított Ge14 egykristály mintáról. A kép síkja $(\bar{1}\bar{2}1)$, az elsődleges csúszási sík normálisa (111)



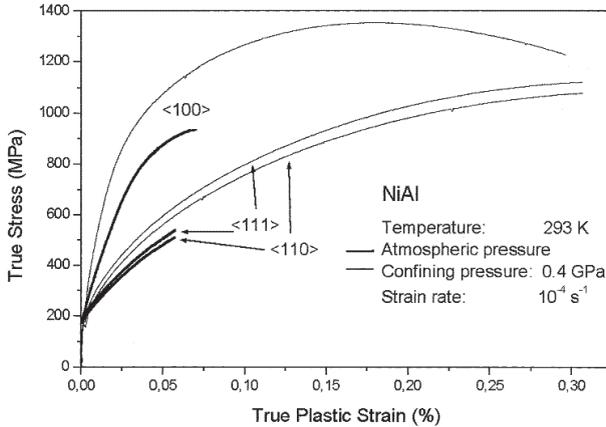
3.18. ábra. A diszlokációsűrűség helyfüggése a Ge egykristály mintában, teli karika a 331 míg az üres négyzet a 440 reflexióból számolt diszlokációsűrűséget mutatja. A "0" pozíció a minta közepét jelenti.

4. fejezet

Diszlokációszerkezet erőteljesen textúrált NiAl polikristályokban [26]

4.1. A NiAl minták

Az 50-50 % összetételű NiAl ötvözet rendezett tércentrált köbös (bcc), úgynevezett B2 struktúrában kristályosodik. Magas olvadáspontú (1638 °C), alacsony sűrűségű ($5.9\text{g}/\text{cm}^3$), jó hővezető és korrózióálló anyag. Manapság általában bevonatokként használják. Szerkezeti anyagnak azért nem terjedt el tulajdonságainak ellenére, mert alacsony hőmérsékleten nem alakítható. Ezért különböző módszerekkel próbálkoznak alakíthatóságának növelésére. Például hidrosztatikus nyomás alatt alakítják, ami jelentősen csökkenti a törékenységet, illetve különböző textúrákat alakítanak ki benne, hiszen a textúra is módosítja az anyag mechanikai tulajdonságait. Ezen hatásokat mutatja a 4.1. ábra, ahol a különböző $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ textúrájú minták alakítási görbéit láthatjuk atmoszférikus körülmények között, illetve 0,4 GPa hidrosztatikus nyomás alkalmazása mellett. Megfigyelhető, hogy hidrosztatikus nyomás alatt mindhárom textúrájú minta jóval tovább alakítható, és az is látható, hogy az $\langle 100 \rangle$ textúrájú minta alakítási görbéje a



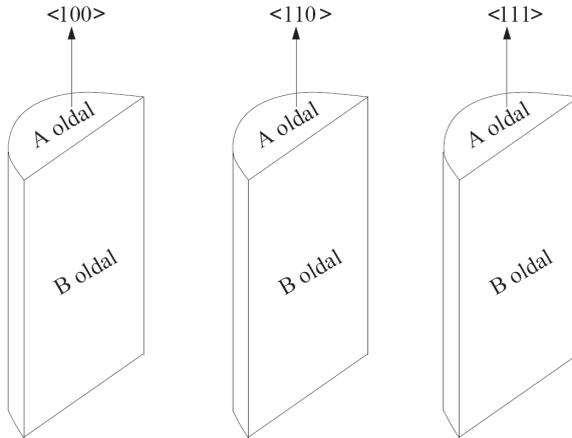
4.1. ábra. Különböző textúrájú NiAl minták alakítási görbéi

másik két textúrának megfelelő görbék fölött halad.

550K a polikristályos NiAl úgynevezett rideg-képlékeny átalakítási hőmérséklete (brittle-to-ductile transition temperature BDTT). Az ötvözet rossz alakíthatósága ezen hőmérséklet alatt abból ered, hogy a rendezettsége miatt a bcc anyagokban szokásos Burgers vektor, ami a testátló fele nem jó translációs vektor, hiszen ezen a helyen egy másik fajta atom van. Tehát a legrövidebb translációs vektor az $[100]$, amiből pedig csak három féle Burgers vektor van, ami kevés, hisz a megfelelő alakíthatóságához 5 egymástól független csúszási rendszer kell (von Mises kritérium [28]). Így a másodlagos csúszási rendszereknek is aktiválódni kell a képlékeny alakíthatóság érdekében.

Tehát az elsődleges csúszás az $\{110\}\langle 100 \rangle$ csúszási rendszeren megy végbe hőmérséklettől függetlenül. Azonban az, hogy milyen másodlagos csúszási rendszerek aktiválódnak még, az erősen függ a hőmérséklettől. 550K alatt $\{110\}\langle 111 \rangle$ míg fölötté $\{110\}\langle 110 \rangle$ csúszási rendszer aktiválódik [27].

Ahogy azt fentebb láttuk, az eltérő kiinduló textúrájú anyag mechanikai viselkedése különböző. Ezen viselkedés jobb megértéséhez a deformáció során kialakult mikroszerkezetet vizsgáltam különböző erősségű és orientációjú textúrált mintákon.



4.2. ábra. A NiAl minták sematikus ábrája

Egy olyan mintasorozatot vizsgáltam, amit közel sztöchiometrikus összetételből állítottak elő Ni-50.1% Al. A polikristályokat újrakristályosították, ami során $50\mu\text{m}$ -es átlagos szemcseméret alakult ki. Ezen mintákat 1100°C -on extrudálták, és három különböző textúrát alakítottak ki a minták termomechanikai előéletétől függően $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ orientációval, amelyet tovább deformáltak 0.4 GPa hidrosztatikus nyomás alatt 6% és 30%-ra összenyomással. A deformációt úgynevezett Paterson deformációs készülékben [29] hajtották végre. Így 6 különböző hengeres minta állt rendelkezésemre: három különböző textúra és két deformációs állapot. Ezen hengereket kettévágták, hogy különböző irányokból is elvégezhessem a röntgen méréseket.

Természetesen a vágás után elektrokémiai maratással eltávolítottam a roncslot réteget a mintákról. A minták 4.2. ábrán láthatók sematikusan. Az ábrán jelölt A és B oldalakon végeztem el a röntgen méréseket.

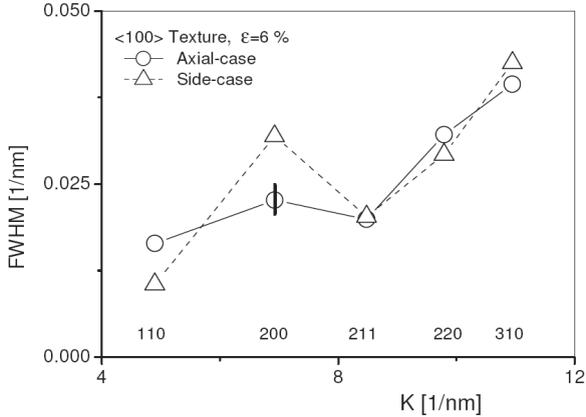
A különböző textúrájú minták 4.1. ábrán látható eltérő alakítási görbéit könnyen értelmezhetjük, hiszen a fent említettek miatt az anyagban alap esetben [100] Burgers vektorú diszlokációk vannak. Viszont az $\langle 100 \rangle$ textúrájú mintákban a szemcsék nagy része úgy áll, hogy az [100] Burgers vektorú diszlokációk nem tudnak mozogni és keletkezni benne, mivel a Schmid faktor nagyon kicsi, közel nulla. Ezt úgy láthatjuk az alakítási görbén, hogy az $\langle 100 \rangle$ textúra esetében a görbe a másik két textúra fölött halad, tehát sokkal nehezebben indul meg a diszlokációk mozgása. A másik két orientáció esetén az [100] Burgers vektorú csúszási rendszer is tud aktiválódni, így kisebb feszültség esetén indul meg a deformáció.

A mintáink textúrált polikristályok, ennek megfelelően a kiértékelés egy kicsit különbözik az előző fejezetben leírtakhoz képest. A jelen esetben átlagos kontraszt faktorokat kell figyelembe vennünk, mégpedig különböző csúszási rendszerek átlagos kontraszt faktorait kell megfelelő arányban kevernünk ahhoz, hogy értelmezhesük a mintákban kialakult deformációs anizotrópiát.

4.2. Kvalitatív kiértékelés a Williamson-Hall ábrák alapján

A textúra és a mikroszerkezet hatásainak kvalitatív vizsgálatára jó eszköz a Williamson - Hall ábrák vizsgálata. A röntgen mérésekről készült Williamson - Hall plotokat láthatjuk a 4.3 - 4.7. ábrákon. A és B oldal jelentését lásd a 4.2. ábrán.

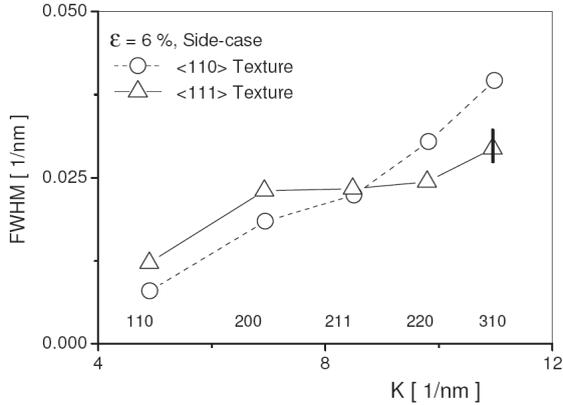
Kiseb deformációs állapotnál a csúszási rendszerek jól követik a Schmid törvényt. A diszlokációsűrűség itt még alacsony, ezért nincsenek olyan diszlokáció reakciók, amelyek más, nagyobb Schmid faktorú csúszási síkra kényszerítenének diszlokációkat.



4.3. ábra. 6%-osan deformált $\langle 100 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája az összenyomás irányára merőleges (körök) illetve az ezzel párhuzamos (háromszögek) felületeken mérve.

Az $\langle 100 \rangle$ textúrához tartozó WH plot látható az 4.3. ábrán. Az A és a B oldalon mért eredmények között jelentős eltérés látható. A B oldalon mért eredmények közül a 200 reflexiónak nagy a szélesedése, ami összhangban van azzal, hogy NiAl-ban a 200 reflexiónak legnagyobb az átlagos kontraszt faktora. Az eltérés a két oldalon mért eredmények között azt jelenti, hogy nem ugyanazt a szemcse populációt reprezentálja a két mérés. Mivel a minta textúrája $\langle 100 \rangle$, az A oldalon mért 200 reflexió többnyire azokból a szemcsékből jön, amelyek $[100]$ orientációjúak. Az erre merőleges B oldalon a textúra nem jól definiált, így a mért 200 reflexió véletlenszerű orientációjú szemcsékből jön. A továbbiakban megmutatom, hogy a két eltérő szemcsepopulációnak eltérő diszlokációszerkezete van.

A következőkben azon szemcsepopulációt, amelyeknek a külső feszültség irányához képest $[100]$ orientációjuk van, *kemény* szemcséknek fogom nevez-

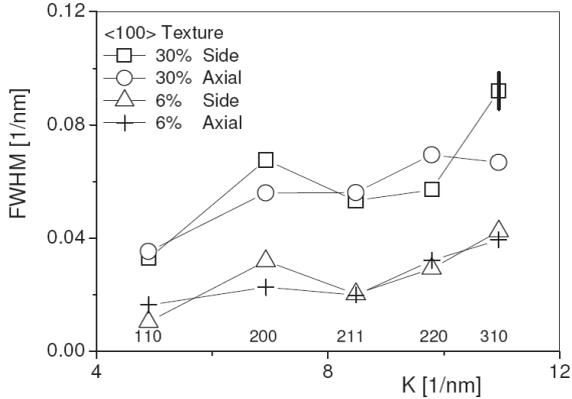


4.4. ábra. 6%-osan deformált $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája. Mindkét plot az összetenyomás irányával párhuzamos (B) lapokhoz tartozó mérések alapján.

ni, utalva arra, hogy bennük csak a nehezen mozgó és aktiválható csúszási rendszerek aktiválódhatnak. Azon szemcsepopulációt, ahol a szemcsék véletlenszerű orientációval rendelkeznek *puha* szemcséknek fogom hívni utalva arra, hogy bennük a könnyen mozgó és aktiválható csúszási rendszerek is lehetnek.

Csúszási rendszer	$\langle 100 \rangle$ Textúra	$\langle 110 \rangle$ Textúra	$\langle 111 \rangle$ Textúra
$\{110\}\langle 111 \rangle$	0.45	0.43	0.28
$\{110\}\langle 100 \rangle$	0	0.36	0.48
$\{100\}\langle 100 \rangle$	0	0.5	0.34

4.1. táblázat. A lehetséges csúszási rendszerek Schmid faktori a három különböző textúrájú minta esetében.



4.5. ábra. 6%-osan és a 30%-osan deformált 100 orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrái. Az ábra jelölései: Side = B oldal Axial = A oldal.

A három leggyakoribb csúszási rendszer Schmid faktora látható a 4.1. táblázatban a három különböző textúrakomponens esetében. Az $\langle 100 \rangle$ textúra esetében ez azt jelenti, hogy az A oldalon mért 200 reflexió szélesedésére csak az $\{110\}\langle 111 \rangle$ típusú diszlokációk hatnak.

A két lehetséges Burgers vektor hossza:

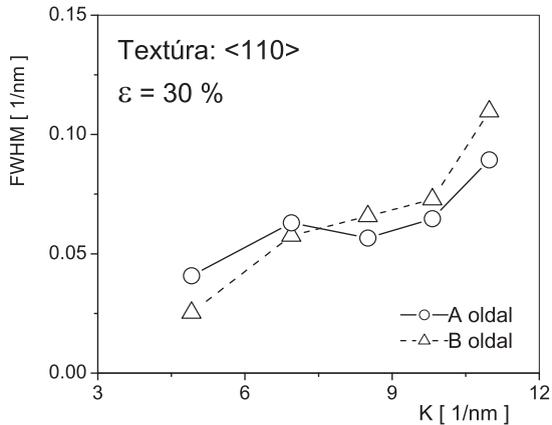
$$b_{\langle 100 \rangle} = 0,2888nm, \quad (4.1)$$

illetve

$$b_{\langle 111 \rangle} = 0,5002nm \quad (4.2)$$

A két diszlokáció saját energiájának hányadosa:

$$\frac{b_{\langle 111 \rangle}^2}{b_{\langle 100 \rangle}^2} = 3 \quad (4.3)$$

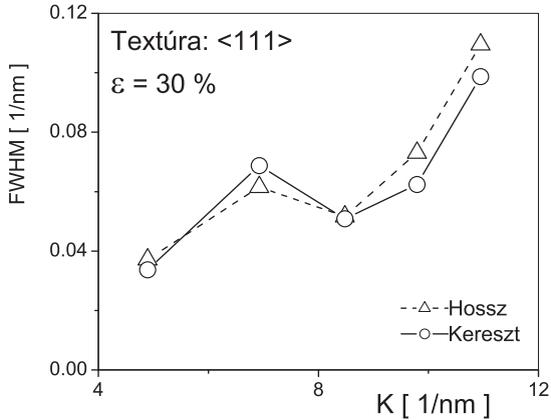


4.6. ábra. 30%-osan deformált $\langle 110 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája.

Ez azt jelenti, hogy az $\langle 111 \rangle$ Burgers vektorú diszlokációk sokkal nehezebben aktiválódnak, mint az $\langle 100 \rangle$ típusúak. A fent említettekből két dolog is következik:

- A diszlokáció struktúra és a Burgers vektor populáció az $\langle 100 \rangle$ orientációjú szemcsékben alapvetően különbözik a többitől.
- A diszlokációsűrűség ezen szemcsékben feltehetően kisebb, mint a többi orientációjú szemcsében.

Ez azt is jelenti, hogy az A oldalon mért profilok nem értékelhetők ki az átlagos kontraszt faktorok segítségével. Ezzel ellentétben a B oldalon mért eredmények viszont kiértékelhetők átlagos kontraszt faktorokkal, hiszen ezek véletszerű orientációval rendelkező szemcsékből jönnek és így random Burgers



4.7. ábra. 30%-osan deformált <111> orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája.

vektor populáció hat a profilkok szélesedésére.

A másik két textúrájú mintára (<110> és <111>) is igaz, hogy az átlagos kontraszt faktorokat kell figyelembe venni a B oldalon mért reflexiók esetében, a fenti gondolatmenet szerint. Az $\epsilon = 6\%$ deformációhoz tartozó WH-plot a 4.4. ábrán látható. Mivel az <100> textúrájú minta mechanikai válasza nagyon különböző a másik kettőtől, ezért a WH plotok hasonlósága ellenére különbözőképp értékelem ki az A és a B oldalhoz tartozó reflexiókat.

A mechanikai válaszok közötti igazán nagy eltérés az <100> és a másik két irány között 30 % deformáció után lép fel, ezt lehet látni kvalitatívan a 4.5, 4.6 és a 4.7. ábrákon. Az <100> textúrájú minta WH plotjának kvalitatív viselkedése 6 és 30 %-os deformáció után is hasonló (lásd a 4.5. ábrát). Nagyobb deformációnál is igaz, hogy a szimmetrikusan mért 200 ref-

lexió szélesedése kisebb az A oldalon mint a B oldalon, jelezve azt, hogy az [100] orientációjú szemcsékben csak $\{110\}\langle 111\rangle$ diszlokációk aktiválódnak, kis sűrűségben, hiszen a Burgers vektorok nagyok. A másik két textúrájú mintában 30% deformáció után, az A és a B oldalon mért WH plotok majdnem egyformák (lásd a 4.6 és 4.7. ábrákat), mivel a nagyobb deformáció többé kevésbé random Burgers vektor populációt hoz létre.

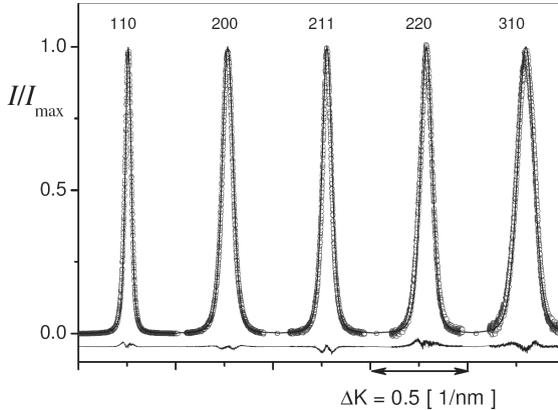
4.3. Diszlokáció sűrűségek meghatározása

A fenti kvalitatív megfontolások alapján, amelyek összhangban vannak a mechanikai viselkedéssel is a következő teljes profil kiértékelést végeztem el az MWP eljárás segítségével. Minden B oldalon mért profilt random Burgers vektor populáció figyelembevételével értékeltem ki, ahol is egységes deformációs profilt skáláztam az átlagos kontraszt faktorokkal. Az $\langle 110\rangle$ és $\langle 111\rangle$ textúrájú minták 30 %-os deformációjánál kapott profilokat szintén a fenti módszerrel értékeltem ki. Ugyanakkor az $\langle 100\rangle$ textúrájú minta A oldalon mért profiljait mind a 6%-os mind a 30%-os esetben egyedi kontraszt faktorok segítségével értékeltem ki. $\langle 110\rangle$ és $\langle 111\rangle$ textúrák esetében 6%-os deformációnál is az individuális kontraszt faktorokat hívtam segítségül. A könnyebb érthetőség és átláthatóság érdekében a 4.2 táblázatban összefoglaltam a különböző minták esetén alkalmazott kiértékelési eljárást. Ha átlagos kontraszt faktorokat használunk, akkor a diszlokációsűrűség a diszlokációk karaktereivel együtt adódik. Tipikus mért profilok és fittelés látható a 4.8. ábrán $\langle 110\rangle$ textúra és 30 %-os deformáció esetén individuális kontraszt faktorok figyelembevételével.

A B-oldalon mért eredményeket minden esetben az átlagos kontraszt faktorok segítségével értékeltem ki (2.4 fejezet). Emlékeztetőül:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - q * H^2). \quad (4.4)$$

Ezen egyenletben két paraméter van. C_{h00} a $h00$ reflexiók átlagos kontraszt faktora és q az él és csavar diszlokációk arányától függő paraméter. Ezen két



4.8. ábra. Mért (körök) és a fittelt (folytonos vonal) profilok a 30%-osan deformált $\langle 111 \rangle$ textúrájú minta B oldala esetén. A mért és a fittelt görbék közötti eltérést az ábra alján lévő görbe mutatja.

paramétert kapjuk meg a 2.5. részben tárgyalt teljes profil illesztésből. Mivel tudjuk az anyag rugalmas állandóit ki lehet számítani a különböző csúszási rendszerek él és csavar diszlokációira ezen értékeket.

A mért q paramétereket a 4.3 táblázatban láthatjuk.

Ahhoz, hogy értelmezni tudjuk a mért q paramétereket, szükség van az előforduló csúszási rendszerek elméleti q paramétereire. Ezen elméleti értékeket láthatjuk a 4.4. táblázatban az előforduló csúszási rendszerekre él illetve csavar jellegű diszlokációk esetében. Látható, hogy az 100 Burgers vektorú csavar diszlokációk esetében nem írtam q értéket. Ez azért van, mert ezen diszlokációk esetében a C_{h00} értéke 0, tehát a q nem értelmezhető. Vissza kell térni tehát a 2.17. egyenlethez, ahol még nem emeltük ki a C_{h00} -t. Itt A-val és B-vel jelölt két konstansunk van, így a teljes profil illesztésből kapott q

Textúra	6% összenyomás		30% összenyomás	
	A-oldal	B-oldal	A-oldal	B-oldal
$\langle 100 \rangle$	C_{IND}	\bar{C}	C_{IND}	\bar{C}
$\langle 110 \rangle$	C_{IND}	\bar{C}	\bar{C}, C_{IND}	\bar{C}
$\langle 111 \rangle$	C_{IND}	\bar{C}	\bar{C}, C_{IND}	\bar{C}

4.2. táblázat. A különböző minták esetében használt kiértékelési eljárások. Mind az öt diffrakciós profilt 110-tól 310-ig egyszerre értékeltem ki az MWP módszerrel. \bar{C} azt jelenti, hogy a köbös kristály hkl szabályainak megfelelő átlagos kontraszt faktorokat használtam, míg a C_{IND} azt jelenti, hogy a mért profilokból kapható feszültség anizotrópiát egyedi kontraszt faktorok segítségével írtam le. Néhány esetben kombináltam a két kiértékelési eljárást.

Textúra	q_{mert}
$\langle 100 \rangle$	2.6 (0.1)
$\langle 110 \rangle$	1.3 (0.1)
$\langle 111 \rangle$	1.7 (0.1)

4.3. táblázat. Mért q paraméterek az átlagos kontraszt faktorok figyelembevételével.

Csúszási rendszer	q él	q csavar
$\langle 100 \rangle \{100\}$	1.7382	-
$\langle 100 \rangle \{110\}$	0.8888	-
$\langle 111 \rangle \{110\}$	1.6657	2.7023

4.4. táblázat. A különböző csúszási rendszerek q paramétereit.

paramétereiből is vissza kell számolni a B konstansokat.

A 4.5. táblázatban láthatjuk a számolt A és B értékeket. Ahogy az a 2.9 és a 2.10 egyenletekben látható, az $\langle \epsilon_g^2 \rangle$ a $\rho \bar{C} b^2$ -vel arányos. Ha beírjuk az átlagos kontraszt faktor kifejezését, akkor a $\bar{C} \rho$ szorzat jelenik meg. Ez

Csúszási rendszer	A él	A csavar	B él	B csavar
$\langle 100 \rangle \{100\}$	0.3873	0	-0.6732	0.5
$\langle 100 \rangle \{110\}$	0.2852	0	-0.2535	0.5
$\langle 111 \rangle 110$	0.3114	0.3242	-0.5187	-0.8761

4.5. táblázat. A különböző csúszási rendszerek A és B paraméterei a 2.17 egyenletnek megfelelően.

azt jelenti, hogy a kettőt nem tudjuk meghatározni egymástól függetlenül, valamint, hogy \tilde{C} illetve A csak egy-egy skála faktor. Így csak a B paraméter értékéből lehet a diszlokációk típusára illetve a Burgers vektor populációra következtetni.

4.4. Burgers vektorok típusa és a diszlokáció sűrűség a *puha* szemcsékben

Mivel az $\langle 100 \rangle$ Burgers vektorú diszlokációk kontraszt faktorát csak az A illetve a B faktorok segítségével írhatjuk le, ezért ebben a részben minden típusú diszlokációnál ezt a formalizmust fogom használni. A két diszlokáció típus hányadának meghatározásához a mért és az elméleti B faktorok összehasonlítását használtam. A mintáinkban lévő feszültség anizotrópia kiértékeléséhez a három már említett, legvalószínűbben előforduló csúszási rendszereket használtam.

4.4.1. Diszlokációsűrűség és az $\langle 100 \rangle$ és az $\langle 111 \rangle$ típusú diszlokációk hányada az $\langle 100 \rangle$ textúrájú mintában

Az $\langle 100 \rangle$ textúrájú szemcsékben a mért és az elméleti B értékek közötti legjobb egyezést az alábbi konfigurációnál kaptam:

90 % $\langle 111 \rangle$ csavar diszlokáció és 10% kevert (fele él fele csavar) $\langle 100 \rangle$

diszlokáció. Lásd 4.6. táblázat első sorát.

Textúra	A számolt átlagos	B számolt átlagos	B mért
<100>		$0.1\langle 100 \rangle + 0.9\langle 111 \rangle_{csavar}$	
	0.3590	-0.7812	-0.78 (0.1)
<110>		$0.5\langle 100 \rangle + 0.5\langle 111 \rangle_{csavar}$	
	0.4984	-0.4014	-0.39 (0.05)
<111>		$0.4\langle 100 \rangle + 0.6\langle 111 \rangle_{csavar}$	
	0.4635	-0.5248	-0.52 (0.05)

4.6. táblázat. A különböző textúrájú minták B paraméterei és az illesztékek megoldása. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható.

Az <100> textúrájú mintában a fenti hányadok figyelembevételével a diszlokáció sűrűség meghatározásánál a következő effektív Burgers vektor hosszúságot vettem figyelembe:

$$\bar{b}_{puha} = 0.1b_{\langle 100 \rangle} + 0.9b_{\langle 111 \rangle} = 0.4791nm \quad (4.5)$$

A kemény szemcsékben, mivel csak <111> Burgers vektorú csavar diszlokációk vannak jelen, a diszlokációsűrűség számolásánál $b=0.5002$ nm Burgers vektor hosszát használtam. A puha és a kemény szemcsékben előforduló diszlokációsűrűségeket a 4.7. táblázatban láthatjuk.

4.4.2. Diszlokációsűrűség és az <100> és az <111> típusú diszlokációk hányada az <110> és <111> textúrájú mintákban

Az <110> és az <111> textúrájú minták mérésénél, a mért és az elméleti B faktorok közötti legjobb egyezést 50 illetve 40 % <111> csavar illetve 50 és 60 % kevert jellegű (fele csavar fele él) <100> típusú diszlokációk esetében kaptam. (Lásd a 4.7. táblázatot.) Az effektív Burgers vektor hossza, amelyet

Minta/Textúra	$\epsilon[\%]$	$\rho_{Puha}[10^{14}m^{-2}]$	$\rho_{Kemény}[10^{14}m^{-2}]$	$\frac{\rho_{Puha}}{\rho_{Kemény}}$
$\langle 100 \rangle$	6	4.6(0.5)	1.9(0.4)	2.4(0.5)
$\langle 100 \rangle$	30	17(3)	7(2)	2.4(0.5)
$\langle 110 \rangle$	6	2.6(0.5)	0.8(0.2)	3.3(0.5)
$\langle 110 \rangle$	30	23(4)	11(2)	2.1(0.5)
$\langle 111 \rangle$	6	2.5(0.4)	2.5(0.4)	1(0.2)
$\langle 111 \rangle$	30	15(3)	8.3(2)	1.8(0.3)

4.7. táblázat. A három mintában mért diszlokációsűrűségértékek a *kemény* és a *puha* szemcsékben. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható.

a diszlokációsűrűség számolásánál figyelembe vettem:

$\langle 110 \rangle$ textúra esetén:

$$\bar{b}_{puha} = 0.5b_{\langle 100 \rangle} + 0.5b_{\langle 111 \rangle} = 0.3945nm \quad (4.6)$$

$\langle 111 \rangle$ textúra esetén:

$$\bar{b}_{puha} = 0.4b_{\langle 100 \rangle} + 0.6b_{\langle 111 \rangle} = 0.4156nm \quad (4.7)$$

A kemény szemcsék esetében ugyanazt az eljárást követjük, mint az előbbi részben. A puha és a kemény szemcsékben előforduló diszlokációsűrűségeket a 4.7. táblázatban láthatjuk.

Megjegyezném, hogy az $\langle 111 \rangle$ textúra esetében formálisan ugyan a 2/3 arány adta a legjobb megoldást, azonban a mérésből és a folyamatból származó hibák nem igazán teszik lehetővé, hogy a 2/3 illetve az 1/1 arány között egyértelműen döntsünk.

Az a tény, hogy az illesztés során az $\langle 111 \rangle$ Burgers vektorú diszlokációk csak csavar típusban jelentek meg a megoldásban, jól egyezik a TEM megfigyelésekkel [30] - [33]. Továbbá az is jól látszik a TEM mérésekből, hogy az én illesztéssel összhangban az $\langle 100 \rangle$ diszlokációk kevert jelleggel fordulnak elő a mintákban [34].

4.5. Diszlokáció sűrűség a *kemény* szemcsékben

Az $\langle 100 \rangle$ textúrájú minta A oldalán mért 200 reflexió szimmetrikus geometriában lett mérve. Ami azt jelenti, hogy mind a bejövő mind a reflektált nyaláb Θ szöveget zár be az A oldallal, ami merőleges a deformáció tengelyére. Ezen geometriában csak az úgynevezett kemény, azaz $\langle 100 \rangle$ orientációjú szemcsékből jön a 200 reflexió. Az A oldalon mért profilok kiértékelésénél az individuális kontraszt faktorokat használtam. Ez azt jelenti, hogy minden reflexióhoz külön kontraszt faktor tartozik. Kivéve az 110 és a 220 reflexiókat, ahol ugyanis definíció szerint megegyeznek a kontraszt faktorok. Tipikus mért kontraszt faktorokat láthatunk a 4.8. táblázatban az $\langle 100 \rangle$ textúrájú mintánál 6% deformáció esetében.

Textúra/hkl	110/220	200	211	310
$\langle 100 \rangle$	0.124	0.151	0.075	0.048
$\langle 110 \rangle$	0.035	0.204	0.171	0.150
$\langle 111 \rangle$	0.027	0.199	0.012	0.035

4.8. táblázat. Mért individuális kontraszt faktorok. Mindhárom textúra A oldalon mért reflexióinak kontraszt faktora 6%-os deformáció esetén.

Az úgynevezett kemény szemcsékben lévő diszlokációsűrűség meghatározását az alábbiak szerint végeztem el. A 2.9 egyenletben látható, hogy az $\langle \epsilon_g^2 \rangle$ a $\rho C b^2$ -el arányos, ami azt is jelenti, hogy az MWP eljárás a $\rho C b^2$ kifejezést adja meg, mint ami a deformáció miatti szélesedést okozza. Ezen három mennyiség közül kettőt meg kell adni kezdeti értéknek. Ha átlagos kontraszt faktort használunk, akkor a fenti kifejezés a következő lesz:

$$\rho \bar{C}_{h00} b^2 (1 - qH^2). \quad (4.8)$$

Ebben az esetben a feszültség okozta szélesedés a $\rho \bar{C}_{h00} b^2$ -el lesz arányos, a feszültség anizotrópiát pedig az $(1 - qH^2)$ kifejezéssel vehetjük figyelembe. Ha az egyedi kontraszt faktorokat kell használni, akkor mind a deformáció

miatti szélesedés mind az anizotrópia a $\rho C_{IND} b^2$ faktortól függ. Átlagos kontraszt faktorok használata esetén a h00 reflexióhoz tartozó kontraszt faktort, valamint az effektív Burgers vektor hosszát megadva a diszlokáció sűrűséget megkaphatjuk az illesztés során. Individuális kontraszt faktorok használata esetén, meg kell adni az effektív Burgers vektor hosszát, valamint egy kiinduló diszlokációsűrűséget. Jelöljük ezt a "fiktív" diszlokációsűrűséget ρ^* -al. Ekkor skálázatlan individuális kontraszt faktorokat, C_{ind}^* , kapunk az illesztésből, amelyekre igaz, hogy:

$$\rho C_{IND} b^2 = \rho^* C_{IND}^* b^2, \quad (4.9)$$

így a valódi diszlokáció sűrűség:

$$\rho = \frac{\rho^* C_{IND}^*}{C_{elméleti}}, \quad (4.10)$$

ahol $C_{elméleti}$ a kristály rugalmas állandóinak figyelembe vételével számolt egyedi diszlokáció kontraszt faktor. A 200, 211 és a 220 reflexiókra számolt, $\langle 111 \rangle$ csavar diszlokációknak megfelelő elméleti kontraszt faktorok a 4.9. táblázatban láthatók. Az elméleti számolásokat az *anizc* [22] programmal végeztem el.

Burgers vektor	200	211	220
[111]	0.3245	0.1094	0.1821
$\bar{1}\bar{1}1$	0.3245	0.0284	0.0285
$1\bar{1}\bar{1}$	0.3245	0.1416	0.0285
$11\bar{1}$	1.8757	0.1416	0.9907
Average values	0.7123	0.1053	0.3075
$\bar{C}_{200}/\bar{C}_{hkl}$	1	6.7677	2.3168

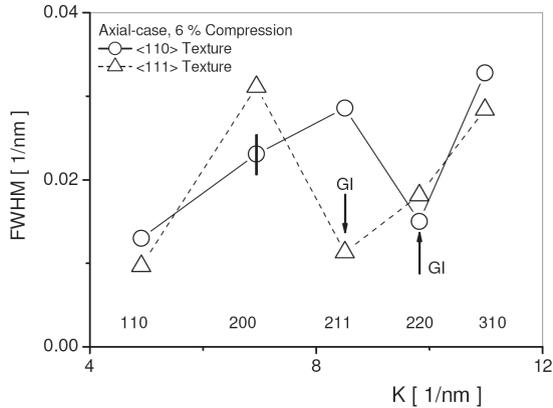
4.9. táblázat. A 200, 211 és a 220 reflexiókra számolt elméleti kontraszt faktorai az $\langle 111 \rangle$ csavar diszlokációnak az $\langle 100 \rangle$ textúrájú minta kemény szemcséiben. A számításokat az *anizc* program segítségével végeztem el.

Alkalmazva ezt a 6%-osan deformált $\langle 100 \rangle$ textúrájú minta A oldalon mért 200 reflexiójára $C_{IND}^* = 0.1509$, amint azt a 4.8 táblázatban láthat-

juk, így a diszlokációsűrűség a kemény szemcsékben: 1.9×10^{14} , ahogy azt a 4.7. táblázatban láthatjuk. Minden minta A oldalon mért 200 reflexiójára alkalmazhatjuk a fenti gondolatmenetet. A diszlokációsűrűségeket illetve a kemény és a puha szemcsékben mért diszlokációsűrűségek arányát a 4.7. táblázatban láthatjuk. Láthatjuk, hogy ez az arány 2 vagy annál nagyobb, kivéve az $\langle 111 \rangle$ textúrájú minta esetében. Ezen kivétel összhangban van a 4.1. táblázatban látható Schmid faktorokkal. Látható, hogy az $\{110\}\langle 111 \rangle$ csúszási rendszernek van a legkisebb Schmid faktora, $m=0.28$ míg a másik kettőé 0.34 és 0.48. Ezen textúrában két dolog is akadályozza az $\langle 111 \rangle$ Burgers vektorok aktivációját, az egyik a kicsi Schmid faktor, a másik a nagy Burgers vektor abszolút érték. Ez magyarázza azt, hogy miért van a puha szemcsében közel ugyanolyan diszlokáció sűrűség mint a kemény szemcsében. 30%-os deformációnál a diszlokáció szerkezet randomizálódik, mint azt már említettem, és így természetesen a kemény szemcsékben megint alacsonyabb lesz a diszlokációsűrűség, hasonlóan a másik két textúrájú mintához.

A 6%-kal deformált $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ textúrájú minták kemény szemcséiben mért diszlokációsűrűségek ellenőrzésére fel lehet használni az A oldalon majdnem sűrűlő beeséssel mért 220 és 211 reflexiókat. A 220 reflexiót az $\langle 110 \rangle$ textúra esetében, illetve a 211 reflexiót az $\langle 111 \rangle$ textúra esetében. A megfelelő Bragg szögek: 45.95 és 40.77 fok. A többi négy reflexió azaz 110, 200, 211 és 310 az $\langle 110 \rangle$ textúra esetén valamint 110, 200, 220 és 310 az $\langle 111 \rangle$ textúra esetében szimmetrikus diffrakciós geometriában lett mérve. Az ily módon mért profilok szélesedését egy úgynevezett pszeudó Williamson-Hall ábrán láthatjuk. (4.9. ábra). A pszeudó név azt jelenti, hogy egy ábrán különböző szemcsepopulációhoz tartozó szélesedéseket ábrázolunk.

Azt lehet látni, hogy a sűrűlő beesés mellett mért reflexiók szélesedése sokkal kisebb, mint azt a random feszültség anizotrópia esetén várnánk. Ezen reflexiókhoz meghatározott individuális kontraszt faktor segítségével lehet a kemény szemcsékben mért diszlokációsűrűséget ellenőrizni. Az $\langle 111 \rangle$ textúra esetén az ábrán a 200 és a 211 reflexió is a kemény szemcsékhez tartozik. A 211 szélesedése sokkal kisebb mint a 200 reflexiójé, ami jó egyezésben van az-



4.9. ábra. Az $\langle 110 \rangle$ és az $\langle 111 \rangle$ textúrájú minták pszeudó Williamson-Hall ábrái 6%-os deformáció esetén. Az $\langle 110 \rangle$ textúrájú minta 220 reflexiója és az $\langle 111 \rangle$ textúrájú minta 211 reflexiója majdnem sűrlődő beesés mellett lett mérve (GI = grazing incident) A megfelelő Bragg szögek: 45.95 (220) és 40.77 fok. (211)

zal, hogy az 111 csavar diszlokációk kontraszt faktora a 211 reflexió esetében hatszor kisebb mint a 200 esetében.

4.6. Tárolt energia a különböző textúrájú szemcsékben

A diszlokációk által tárolt rugalmas energiát a következő formula adja meg:

$$E_{stor} = A\rho Gb^2 l n \frac{R_e}{b}, \quad (4.11)$$

ahol

$$A = \frac{1}{4\pi} \quad (4.12)$$

vagy

$$\frac{1}{4\pi(1-\nu)}$$

attól függően, hogy csavar vagy él diszlokációról van szó. ν a Poisson szám, G a nyírási modulusz, R_e a diszlokáció külső levágási sugara. Jelen esetben a nyírási modulusz az $\langle 100 \rangle$ irányban:

$$G_{\langle 100 \rangle} = c_{44} = 110 \text{ GPa}, \quad (4.13)$$

$\langle 111 \rangle$ irányban:

$$G_{\langle 111 \rangle} = \frac{3(c_{11} - c_{12})c_{44}}{c_{11} - c_{12} + 4c_{44}} = 47 \text{ GPa}, \quad (4.14)$$

és

$$\nu = \frac{c_{12}}{2(c_{12} + c_{44})} = 0.273, \quad (4.15)$$

ahol c_{ij} -k a rugalmas állandók [35]. Ezen állandók segítségével számolt tárolt energiák láthatóak a 4.6. táblázatban a "puha" és a "kemény" kristalitokra. A tárolt energiák arányát és a diszlokációsűrűségek arányát is feltüntettem.

A tárolt energia arányok és a diszlokációsűrűségek arányai közel állnak egymáshoz, ami azt jelenti, hogy:

- a tárolt energiát főként a diszlokációsűrűség szabja meg,
- a diszlokáció sűrűséget és így a tárolt energiát is a Schmid törvény és a csúszási geometria irányítja, inkább mint energetikai összefüggések.

4.7. Következtetések

1. Az általam vizsgált mintákban meghatároztam a diszlokációsűrűséget Röntgen profil analízis segítségével. Három különböző textúrájú $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ NiAl minta kemény és puha szemcséiben 6 illetve 30% deformáció után.

Text úra	ϵ [%]	$E_{Tarolt,Puha}$ [GPa]	$E_{Tarolt,Kemeny}$ [GPa]	$\frac{E_{Tarolt,Puha}}{E_{Tarolt,Kemeny}}$	$\frac{PPuha}{PKemeny}$
<100>	6	0.086 (0.01)	0.041 (0.01)	2.1 (0.5)	2.4 (0.5)
<100>	30	0.22 (0.05)	0.11 (0.05)	2.0 (0.5)	2.4 (0.5)
<110>	6	0.055 (0.01)	0.021 (0.01)	2.6 (0.5)	3.3 (0.5)
<110>	30	0.27 (0.05)	0.15 (0.05)	1.8 (0.5)	2.1 (0.5)
<111>	6	0.053 (0.01)	0.051 (0.01)	1.04 (0.2)	1 (0.2)
<111>	30	0.20 (0.05)	0.12 (0.05)	1.7 (0.3)	1.8 (0.3)

4.10. táblázat. A három mintában mért tárolt energia a *kemény* és a *puha* szemcsékben. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható.

2. Az MWP profil illesztési eljárás segítségével a mért profilokhoz egyedi kontraszt faktorokat határoztam meg. A különböző textúra komponensek különböző szemese populációihoz külön kontraszt faktorok tartoznak. A különböző szemcsepopulációkban lévő diszlokációsűrűségeket a megfelelő egyedi kontraszt faktorok segítségével határoztam meg.
3. Egy úgynevezett pszeudó Williamson-Hall ábrán különböző szemcsepopulációkról érkező profilok szélesedését ábrázoltam. Ezen ábra segítségével a különböző szemcsékben lévő diszlokációsűrűségeket ellenőriztem.
4. Az úgynevezett kemény szemcsékben, amelyek <100> orientációjúak, a diszlokációsűrűség körülbelül a fele mint a puha szemcsékben (kivéve a 6% deformációjú <111> textúrájú mintát. A puha szemcsék random orientációjúak.
5. A 6%-kal deformált <111> textúrájú mintában a kemény és a puha szemcsékben mért diszlokációsűrűségek megegyeznek. Ez azért van, mert ezen textúrában két dolog is akadályozza az <111> Burgers vektorok aktivációját, az egyik a kicsi Schmid faktor, a másik a nagy Burgers vektor abszolút érték.
6. A diszlokációk általt tárolt energiát és a diszlokációsűrűséget vizsgál-

tam. Azt találtam, hogy a diszlokáció sűrűséget és így a tárolt energiát is a Schmid törvény és a csúszási geometria irányítja, inkább mint energetikai megfontolások.

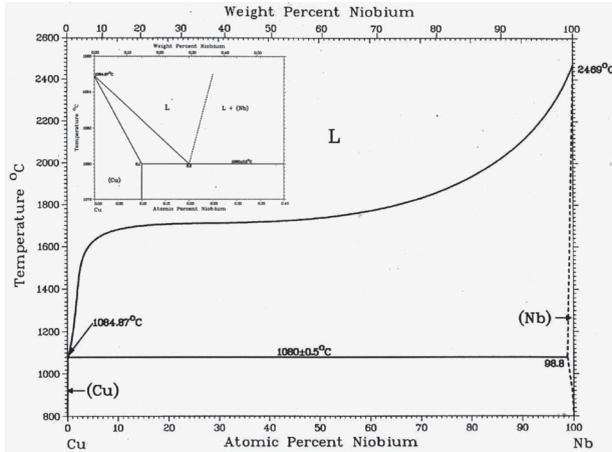
5. fejezet

A diszlokáció sűrűség és Burgers vektor populáció meghatározása Cu-Nb multirétegekben [36]

5.1. Cu-Nb multirétegek

Általában vékonyrétegek készítésénél az egymást követő rétegek anyagait úgy választják meg, hogy azok sem a hőmérséklet sem a deformáció hatására ne keveredjenek jelentősen, hisz így a rétegek minősége és vastagsága stabil lesz. Ahogy az az 5.1 ábrán látható, a réz és a nióbbium gyakorlatilag oldhatatlanok egymásban, ezért kitűnő multirétegeket lehet belőlük készíteni. Ezen vékonyrétegeket membránként használják.

Ha ezen vékonyrétegekben az egyes rétegek vastagságát a néhány tíz nanométer alá csökkentjük, akkor érdekes mechanikai tulajdonságokat figyelhetünk meg különösképpen pl. hengerlés után. Az anyag tulajdonságainak megértéséhez fontos ismerni a kiindulási állapot és a deformált minták mikroszerkezetét. Ezen fejezet célja a diszlokáció szerkezet meghatározása egy Nb-Cu multiréteg mintasorozatban.

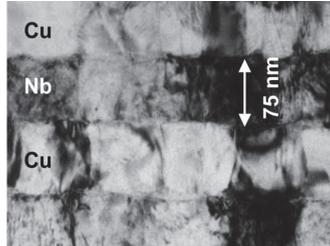


5.1. ábra. Cu-Nb fázisdiagrammja

5.1.1. Minta

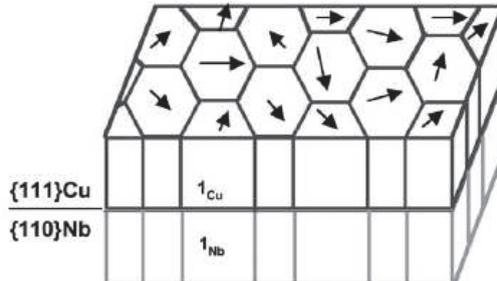
A mintákat Amit Misra és munkatársai készítették magnetron porlasztásos eljárással a Los Alamos-i Nemzeti Laboratóriumban, amely minták előállítási eljárásai és a bennük kialakult textúrák megtalálhatóak az irodalomban [37] [38].

Három mintán végeztem el a méréseket és a vizsgálatokat, a kiindulási állapoton valamint 100 illetve 150%-os hengerléssel előállított mintákon. A kiindulási állapot keresztmetszeti, világos látóterű, TEM képét láthatjuk az 5.2. ábrán. Mind a réz mind a nióbiium réteg vastagsága kezdetben 75nm, a teljes minta vastagsága $7.5 \mu\text{m}$ volt. Látható a képen, hogy a minta egy-egy rétegének egyes területein igen nagy a diszlokáció sűrűség. Ezen nagy rácsstorzulások az alakítatlan mintában nyilván azért alakulnak ki, mert a két anyag rácsállandója, mérete, kristályszerkezete eltér. Egy rézatom sugara $r_{Cu} = 1.28\text{\AA}$, amíg a nióbiium sugara $r_{Nb} = 1.43\text{\AA}$. A réz fcc szerkezetű



5.2. ábra. Világos látóterű TEM kép a NbCu multiréteg keresztmetszetéről.

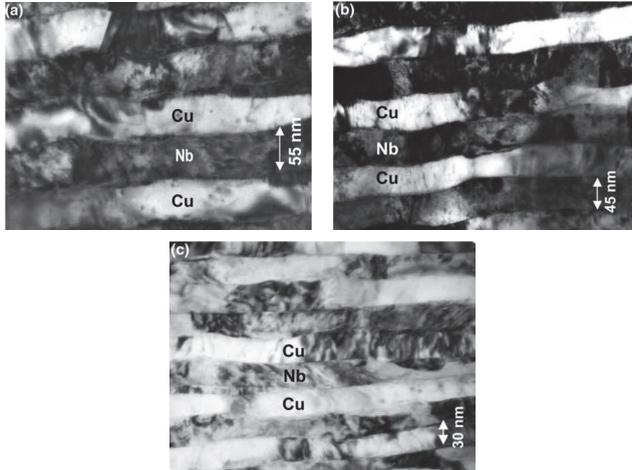
$a_{Cu} = 3.615\text{Å}$ rácsállandóval, míg a nióbiium bec $a_{Nb} = 3.307\text{Å}$ rácsállandóval. Még az is megfigyelhető, hogy a rétegeken átívelő krisztalit párok alakulnak ki amelyek orientációban összeköttek a Kurdjumov-Sachs szabálynak megfelelően [39], [37]. Könnyebben megérthető a mint a jellegzetessége, ha az 5.3. ábrán lévő szematikus rajzot tekintjük. A réz rétegekben az $\{111\}$ a nióbiium rétegekben az $\{110\}$ irány a függőleges. A helyenként előforduló nagy



5.3. ábra. A textúra szematikus ábrázolása

diszlokáció sűrűségű területek a TEM-ben nehezen feloldhatóak, bennük a diszlokációk fajtája és Burgers vektora nem állapítható meg, ezért itt a röntgenes mérések adhatnak bővebb információt a diszlokációkról és azok Burgers

vektorairól. Az 5.4. ábrán a hengerlés utáni állapotok keresztmetszeti TEM-es képe látható. A rétegek vastagsága csökken a hengerlés hatására, de a diszlokációsűrűségben nem látszik változás TEM-mel.

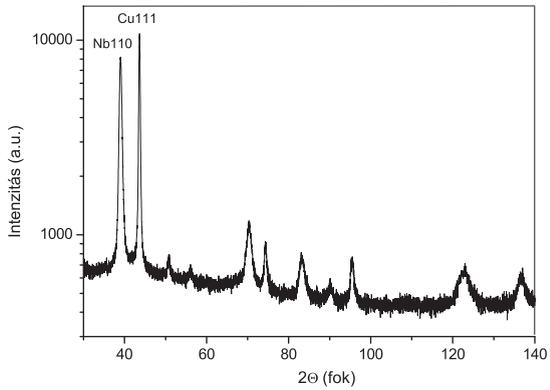
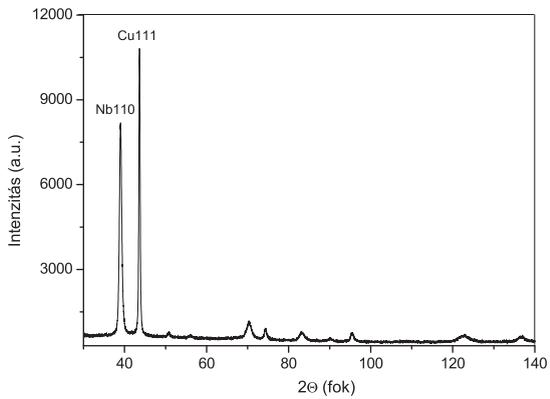


5.4. ábra. Világos látóterű TEM képek a CuNb mintasorozatról. (a) 50%-os (b) 100%-os (c) 150%-os hengerlés után. A kezdeti rétegvastagság 75nm volt, a hengerlési irány vízszintes, a felület normálisa pedig függőleges az ábrán.

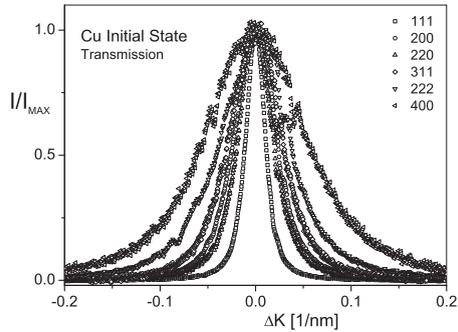
5.1.2. Röntgen diffrakciós mérések

A minta vastagsága lehetővé tette, hogy transzmissziós geometriában is mérhessek. Így a hagyományos reflexiós mérési geometriából származó információkat kiegészítettem transzmissziós mérésekből származókkal. Az 5.5. ábrán látható a kiindulási állapotról készített mérés reflexiós geometriában. Az erős textúra miatt csak a réz 111 és a nióbbium 110 reflexiói látszanak jól az ábrán.

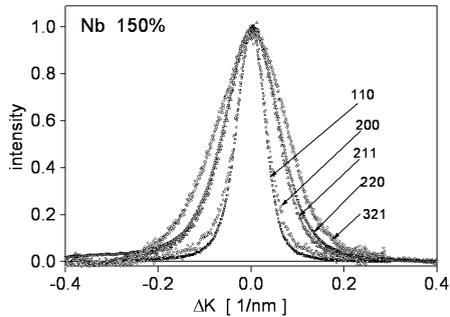
Az 5.6. és 5.7. ábrákon néhány tipikus profil látható.



5.5. ábra. Röntgen diffraktogramm a mintáról reflexiós geometriában lineáris és logaritmus skálán.



5.6. ábra. Néhány tipikus profil a réz rétegről.

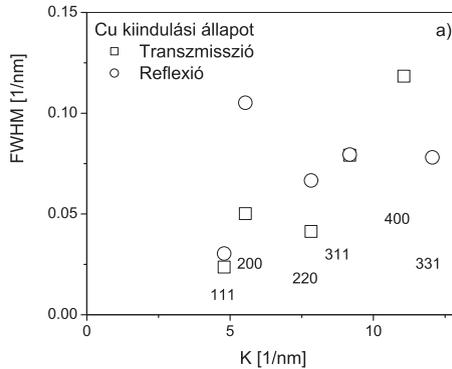


5.7. ábra. Néhány tipikus profil a nióbbium rétegről.

Cu rétegek

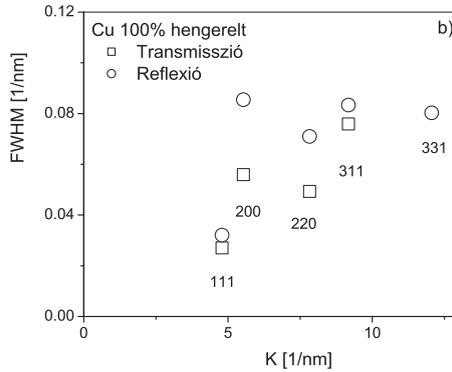
Az anizotróp röntgen vonalszélesedés szempontjából fontos információ a profilok szélesedése. A szélesedések kvalitatív vizsgálatára jó eszköz a William-

son - Hall ábra. Az 5.8-5.10. ábrákon láthatjuk a három különböző minta W-H plotját. Láthatjuk, hogy a szélesedés eltérő a kétféle geometriában.



5.8. ábra. Williamson-Hall ábra a réz rétegekről kiindulási állapotban, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.

Mivel az anyag igen erősen textúrált, alkalmazhatjuk a 2.6. részben leírt modellt. Rögzíthetünk a mintához egy koordináta rendszert amit használhatunk a diszlokációk kontraszt faktorának számolásakor. Nyilván adódik a koordináta rendszer választásakor, hogy az egyik tengely a fólia síkjára merőleges legyen és egységvektorának iránya [111]. A másik két tengelyt önkényesen választottam. Elvégezve a 2.6. fejezetben leírt illesztési eljárást a következő eredményeket kaptam. A mért kontraszt faktorok meghatározása közben, a 2.5. fejezetben leírtak szerint, megkapjuk a koherensen diffraktáló domain méret eloszlás paramétereit és a diszlokációk elrendeződésére utaló paramétert, valamint az illesztési eljárás után, a diszlokációsűrűséget, a 2.6. részben leírtak szerint. Ezen értékeket láthatjuk az 5.1. táblázatban. A kereső algoritmus az 5.2. táblázatban található diszlokációkat adta meg leg-



5.9. ábra. Williamson-Hall ábra a réz rétegekről 100% hengerlés után, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.

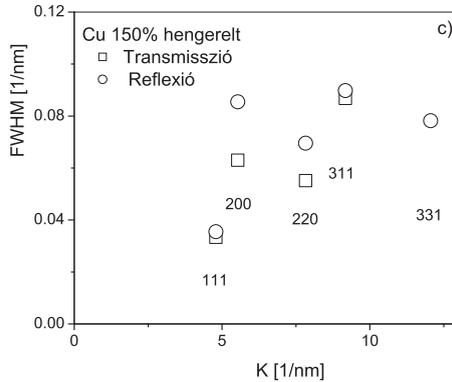
jobb megoldásként. A könnyebb átláthatóság kedvéért a mintához rögzített koordinátarendszert és a megoldásként kapott Burgers vektorokat az 5.11. ábrán. láthatjuk sematikusán.

A megoldás jóságát nehéz szemléltetni, de ha tekintjük például a számolt kontraszt faktorokat a mért értékek függvényében, akkor egy 1 meredekségű egyenest kell kapnunk. Ilyen ábrák láthatóak mindhárom minta esetében az 5.12. - 5.14 ábrákon.

Nb rétegek

Most hasonlóan járhatunk el a Nióbium rétegek esetében is. Az 5.15. - 5.17 ábrákon láthatjuk a nióbium réteg W-H plotjait. Itt is szembetűnő az anizotrópia és a szélesedések teljesen eltérő viselkedése a reflexiós és transzmissziós mérések esetében.

Ezen rétegek esetében a megoldásként kapott diszlokációkat az 5.3. táblá-



5.10. ábra. Williamson-Hall ábra a réz rétegekről 150% hengerlés után, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.

zatban láthatjuk, és a könnyebb áttekinthetőség érdekében a mintához rögzített koordinátarendszer és a megoldásul kapott diszlokációk Burgers vektora az 5.18. ábrán látható.

5.1.3. Szimuláció

A minta készítői Amit Misra és R. G. Hogland molekuladinamikai szimulációs számolások segítségével meghatározták a réz és a nióbbium rétegek találkozásánál létrejövő atomi pozíciókat, mindkét rétegben. Ahhoz, hogy a röntgendiffrakciós kísérletekkel összevethető legyen, ezen atomi pozíciókból és persze a tömbi atomi pozíciókból egy modellt készítettem és kiszámoltam a reflexiók elméleti vonalprofilját a réz rétegek esetében. 75 nm-es rétegeket feltételeztem. Az 5.19. ábrán látható a nióbbium réteg utáni első három réz réteg térbeli ábrája. Felülnézetből az 5.20. ábrán láthatjuk.

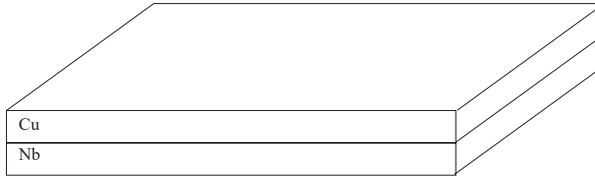
	Deformáció(%)	$\langle x \rangle_{area}$ [nm]	ρ [$10^{16}m^{-2}$]	M
TG	0	75 (5)	1.6 (0.5)	1.5 (0.2)
	100	150 (20)	2.1 (0.5)	1.8 (0.2)
	150	240 (20)	1.6 (0.5)	5.5 (2)
RG	0	75 (5)	1.6 (0.5)	7.5 (2)
	100	40 (5)	2.1 (0.5)	3 (0.5)
	150	30 (5)	1.6 (0.5)	3.2 (0.5)

5.1. táblázat. A réz rétegek mikroszerkezeti paramétereit, ahol TG a transzmissziós, RG pedig a reflexiós geometriát jelenti. $\langle x \rangle_{area}$ a felületre átlagolt szemcseméret ρ a diszlokációsűrűség, M a diszlokációk elrendeződésére utaló paraméter. Az értékek után zárójelben található a hiba nagysága. A diszlokációsűrűség értékek azért egyeznek meg a TG és RG nézetekben, mert a Burgers vektor populáció meghatározásánál ezen két nézetekhez tartozó értékek azonosságát szabtuk feltételül.

#	Diszlokáció ($\mathbf{n}, \mathbf{b}, \mathbf{l}$)	Jelleg	$\epsilon = 0\%$	$\epsilon = 100\%$	$\epsilon = 150\%$
1	$(1\bar{1}\bar{1})(\bar{1}\bar{1}\mathbf{0})(\bar{1}\bar{1}\bar{2})$	él	4%		18%
2	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(\mathbf{1}\mathbf{0}\mathbf{1})(\bar{1}\bar{2}\mathbf{1})$	él		3%	8%
3	$(\bar{1}\bar{1}\mathbf{1})(\mathbf{1}\mathbf{0}\bar{1})(\mathbf{1}\mathbf{2}\mathbf{1})$	él	75%	50%	30%
4	$(\bar{1}\bar{1}\mathbf{1})(\mathbf{1}\mathbf{1}\mathbf{0})(\bar{1}\mathbf{1}\mathbf{2})$	él	15%	18%	
5	$(\mathbf{1}\mathbf{1}\mathbf{1})(\mathbf{1}\mathbf{0}\bar{1})(\bar{1}\mathbf{2}\bar{1})$	él			32%
6	$(\mathbf{1}\mathbf{0}\bar{1})$	csavar		9%	
7	$(\mathbf{1}\mathbf{1}\mathbf{0})$	csavar	6%	20%	11%

5.2. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a réz rétegekben mindhárom minta esetében.

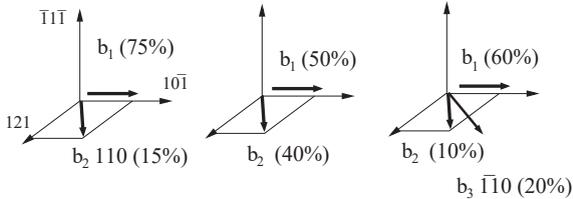
A Los Alamosi csoport számításai szerint a harmadik réteg után az egzakt tömbi koordinátáktól való eltérés már elhanyagolható. Ezért én egy olyan modellt számoltam ki, ahol az elemi cella három, az ábrákon látható rétegből,



Kiindulási állapot

100%

150%



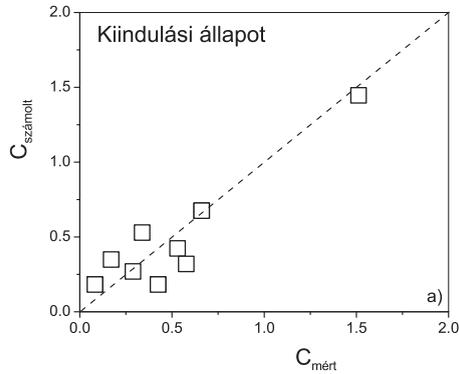
5.11. ábra. A réz rétegekhez rögzített koordináta rendszer és a megoldásként kapott Burgers vektorok és súlyfaktoraik.

100 torzítatlan rétegből és újabb három torzított rétegből állt. A profilok intenzitását a 5.1. egyenlet alapján számoltam ki.

$$I(\mathbf{k}) = \left| \int_{k_0 - \Delta k}^{k_0 + \Delta k} e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} d\mathbf{k} \right|^2 \quad (5.1)$$

Majd az így számolt profiloknak lemértem a félértékszélességét. A szimulációból meghatározott és a röntgen mérésekből kapott félértékszélességeket láthatjuk az 5.21. és az 5.22 ábrákon.

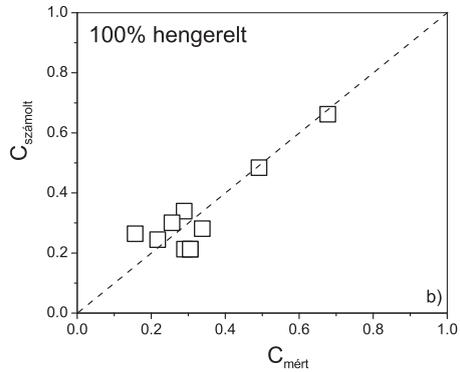
Semmilyen illesztési paraméter vagy skálafaktor nincs a számolásban, a nagyon jó egyezés szembetűnő. Tehát a modell jól leírja a mérésekkor tapasztalt deformációs anizotrópiát.



5.12. ábra. Számolt kontraszt faktorok a mérték függvényében (réz rétegek 0% hengerlés), a kontraszt faktorok az 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva.

5.1.4. Következtetések

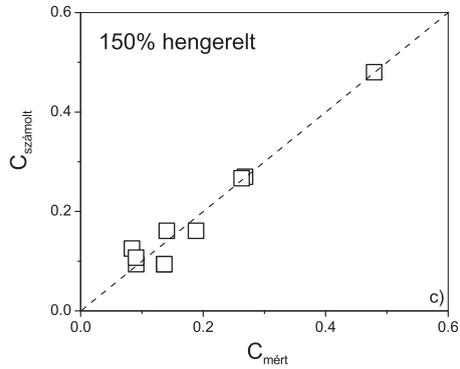
1. A diszlokációsűrűség nagyon nagy a kiindulási állapotban is, hisz a rétegek közötti nagy misfit a diszlokációk által valósul meg, és a deformáció egyszerűen nem tud több diszlokációt préselni a rétegekbe, így a diszlokációsűrűség lényegében nem változik a hengerlés hatására egyik rétegben sem.
2. A kiindulási állapotban mindkét rétegben a fólia síkjában vannak a Burgers vektorok, és a réz rétegben így is marad a hengerlés után is. A nióbbium rétegben azonban a deformáció hatására randomizálódnak a diszlokációk, és megjelennek olyan Burgers vektorok is amelyek nem a fólia síkjában vannak. A hengerlés előtt nincs [001] Burgers vektorú diszlokáció. Tehát ez csak a hengerlés során fellépő diszlokációreakció-



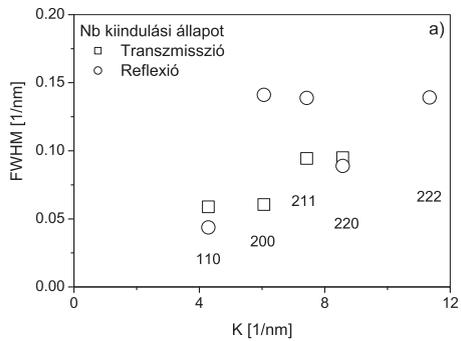
5.13. ábra. Számolt kontraszt faktorok a mértek függvényében (réz rétegek 100% hengerlés), a kontraszt faktorok a 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva.

val jöhet létre.

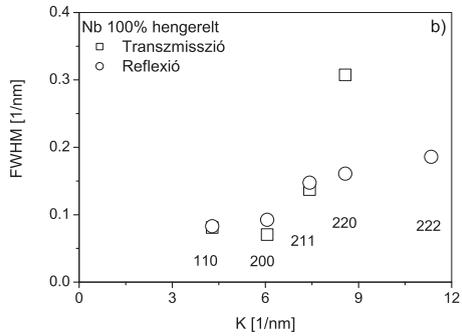
3. A rézben kialakult diszlokáció hálózatot modellezve nagyon jó egyezést kaptam a mérési eredményekkel.



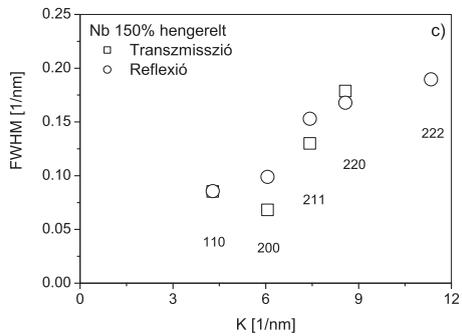
5.14. ábra. Számolt kontraszt faktorok a mértek függvényében (réz rétegek 150% hengerlés után), a kontraszt faktorok a 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva.



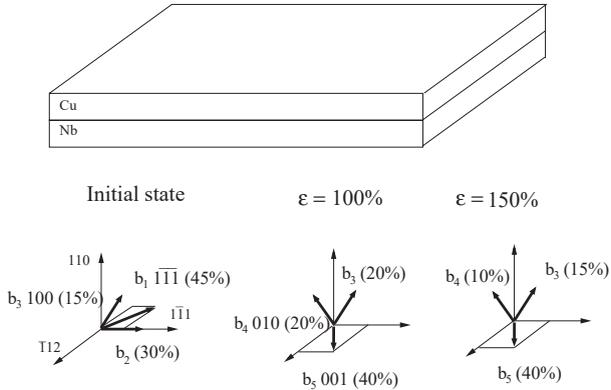
5.15. ábra. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (0% hengerlés)



5.16. ábra. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (100% hengerlés)



5.17. ábra. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (150% hengerlés)



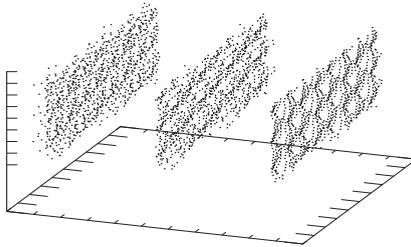
5.18. ábra. A nióbiium rétegekhez rögzített koordináta rendszer és a megoldásként kapott Burgers vektorok és súlyfaktoraik.

	Deformáció(%)	ρ [$10^{16}m^{-2}$]	M
TG	0	1.8 (0.5)	2.3 (0.5)
	100	1.3 (0.5)	1.9 (0.5)
	150	1.8 (0.5)	5 (2)
RG	0	1.8 (0.5)	1 (0.3)
	100	1.3 (0.5)	7 (4)
	150	1.8 (0.5)	4 (2)

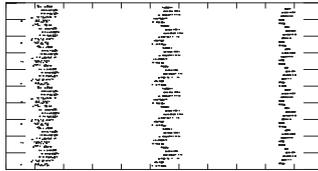
5.3. táblázat. A nióbiium rétegek mikroszerkezeti paramétereit, ahol TG a transzmissziós, RG pedig a reflexiós geometriát jelenti. ρ a diszlokációsűrűség, M a diszlokációk elrendeződésére utaló paraméter. Az értékek után zárójelben található a hiba nagysága. A diszlokációsűrűség értékek azért egyeznek meg a TG és RG nézetekben, mert a Burgers vektor populáció meghatározásánál ezen két nézetekhez tartozó értékek azonosságát szabtuk feltételül.

#	Diszlokáció ($\mathbf{n}, \mathbf{b}, \mathbf{l}$)	Jelleg	$\epsilon = 0\%$	$\epsilon = 100\%$	$\epsilon = 150\%$
1	$(01\bar{1})(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(\bar{2}\bar{1}\bar{1})$	él	45%		
2	$(011)(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(21\bar{1})$	él		30%	
3	$(011)(\mathbf{100})(01\bar{1})$	él	15%	20%	15%
4	$(101)(\mathbf{010})(\bar{1}01)$	él		20%	10%
5	$(\mathbf{001})$	csavar		40%	40%
6	Average	csavar	10%	20%	35%

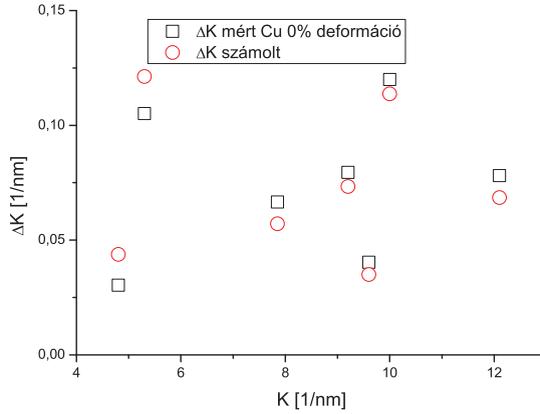
5.4. táblázat. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a nióbbium rétegekben mindhárom minta esetében.



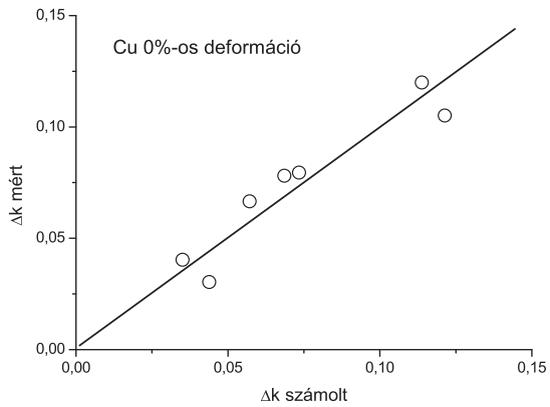
5.19. ábra. Az első három réz réteg



5.20. ábra. Az első három réteg felülnézetből



5.21. ábra. A szimulációból és a 0 %-osan deformált Cu mintán végzett mérésekből kapott W-H plot.



5.22. ábra. A szimulációból és a 0 %-osan deformált Cu mintán végzett mérésekből kapott W-H plot. (Ábrázoltam az 1 meredekségű egyenest is.)

6. fejezet

Új tudományos eredmények

Diszlokációk okozta röntgenvonal szélesedés erőteljesen anizotróp, ami azt jelenti, hogy különböző hkl indexű reflexiók kiszélesedése jellegzetes módon igen eltérő. Véletlen texturájú polikristályos anyagok, vagy u.n. porminták esetén egy-egy kiszemelt hkl indexhármas esetén, a multiplicitásnak megfelelő permutációkra el kell végezni az átlagolást. Ez az átlagolás azt eredményezi, hogy a hkl indexek szerinti anizotróp vonalkiszélesedés mindössze arra enged következtetni, hogy a mintában lévő diszlokációk él illetve csavar jellege milyen mértékben oszlik meg. Bár ez is igen hasznos információ, de messze nem elegendő arra, hogy akár az aktív csúszási rendszereket, akár Burgers vektor populációt határozzunk meg. Ezen utóbbi mikroszerkezeti tulajdonságok meghatározása csak erősen textúrált polikristályok, vagy egykristályok vizsgálata révén lehetséges. Vizsgálataimat, az ezekhez szükséges vizsgálati anyagokat valamint a kifejlesztett eljárásokat ezen, röviden összefoglalt elveknek megfelelően választottam meg illetve végeztem el.

1. Germánium egykristályokon végzett vizsgálatok eredményei [23]:
 - (a) Magas hőmérsékleten öszenyomással plasztikusan deformált, u.n. egyszeres csúszásra orientált germánium egykristály mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket valamint a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat. Azt találtam, hogy a deformáció mértékének növekedésével az aktív csúszási rendszerek száma csökken. Ez arra utal, hogy a vizsgált deformációs tartományban, a deformáció mértékének növekedésével a deformáció a legnagyobb Schmid faktorial rendelkező, egyetlen csúszási rendszerre koncentrálódik.
 - (b) Megállapítottam, hogy a germánium mintákban létrejövő deformáció erőteljesen inhomogén. Az inhomogenitást több skálán is kimutattam. Megmutattam, hogy a minták széle felé haladva a diszlokációsűrűség növekszik. Reciprok-tér térképek segítségével és a mintákon való térbeli pásztázással megmutattam, hogy a minták a deformáció és a deformáció határfeltételei miatt mozaik blokkokra esnek szét.
2. $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ textúrájú, erőteljesen textúrált, 6 illetve 30% öszenyomással plasztikusan deformált NiAl minták vizsgálat során a következő eredményeket kaptam [26]:
 - (a) Az eltérő textúra komponensekhez tartozó kristallitok "puha" illetve "kemény" kristallitokként viselkednek a külső terhelés irányához viszonyítva. Az öszenyomás irányára merőleges illetve azzal párhuzamos lapokon mért vonalkiszéleledések eltérő viselkedése alapján meghatároztam a mintákban lévő különböző textúra komponensekben, nevezetesen a "puha" illetve "kemény" szemcsékben, az eltérő diszlokáció sűrűségeket. A "multiple whole profile" (MWP) teljes profil illesztési eljárás segítségével a mért profilokhoz egyedi diszlokáció kontraszt faktorokat határoztam meg.

A különböző textúra komponensek különböző szemcse populációihoz más-más kontraszt fakt orok tartoznak. A különböző szemcsepopulációkban lévő diszlokációsűrűségeket a megfelelő mért és számolt egyedi kontraszt fakt orok összevételéből határoztam meg.

- (b) Egy úgynevezett pszeudó Williamson-Hall ábrán különböző szemcsepopulációkhoz tartozó profilok szélesedését ábrázoltam. Ezen ábra segítségével a különböző szemcsékben lévő diszlokációsűrűség kvalitatív arányait mutattam meg.
- (c) Azt találtam, hogy az u.n. kemény szemcsékben, amelyek $<100>$ orientációjúak, a diszlokációsűrűség körülbelül a fele akkora, mint a puha szemcsékben, kivéve a 6% deformációjú $<111>$ textúrájú mintát, amelyben a puha szemcsék random orientációjúak adódnak. Ez azért van, mert ezen textúrában két dolog is akadályozza az $<111>$ Burgers vektorok aktivációját: az egyik a kicsiny Schmid faktor, a másik pedig a Burgers vektor nagy abszolút értéke.
- (d) Vizsgáltam a diszlokációk rugalmas tárolt energiáját és ennek kapcsolatát a diszlokációsűrűséggel. Azt találtam, hogy a diszlokáció sűrűséget és így a tárolt energiát is sokkal inkább a Schmid törvény és a csúszási geometria, mint a rugalmas tárolt energia minimuma szabályozza. Ez az eredmény azt jelenti, hogy a képlékeny alakváltozás során a rendszer sajátenergiája alárendelt szerepet játszik az alakváltozás geometriai kényszereihez képest.

3. CuNb multiréteg minták vizsgálata során a következő eredményeket kaptam [36]:

- (a) A röntgenvonalprofil analízis alapján azt kaptam, hogy Cu-Nb multirétegek kiindulási állapotában a diszlokációsűrűség, mindkét réteg típusban, mintegy $2 \times 10^{16} m^{-2}$, igen nagy értékeket ér el. Ez összhangban van azzal, hogy az egymáshoz a Kurdjumov-Sachs szabályok szerint illeszkedő, erőteljesen textúrált rétegek nagy illeszkedési hibája diszlokációk beépülése révén relaxálódik.

- (b) Megállapítottam, hogy a multirétegek további deformációja során a kezdeti igen nagy diszlokációsűrűség egyszerűen nem tud tovább növekedni. A diszlokációsűrűség lényegében nem változik a hengerlés hatására egyik rétegben sem. Ez a jelenség azzal függ össze, hogy a deformáció során ugyan hatalmas diszlokációfluxus megy keresztül az anyagon, de a diszlokációk folyamatos annihilációja következtében a diszlokációsűrűség nem növekszik. A deformáció során, a rendszer a diszlokációsűrűség szempontjából stacionárius állapotban van.
- (c) A Burgers vektor analízis alapján azt találtam, hogy a kiindulási állapotban mindkét rétegben a fólia síkjában vannak a Burgers vektorok, és a réz rétegben így is maradnak a hengerlés után is. A nióbbium rétegben azonban a deformáció hatására randomizálódnak a diszlokációk, és megjelennek olyan Burgers vektorok is, amelyek már nincsenek a fólia síkjában. Megállapítottam, hogy ez utóbbiak csak a hengerlés során fellépő diszlokációreakcióval jöhetnek létre.

Köszönetnyilvánítás

Elsőként témavezetőmnek Ungár Tamásnak szeretnék köszönetet mondani, aki mind az elméleti mind a gyakorlati munkámat folyamatosan nyomon követte, irányította, értékes tanácsaival segítette. Köszönöm Zsoldos Lehelnek, hogy a mérésekkor és kiértékelésekkor segítette munkámat. Köszönöm Ö. Kovács Alajosnak, hogy a minták előkészítésénél segítette munkámat. Köszönöm Tichy Gézának, hogy a kiértékeléseknél segítette munkámat. Köszönöm az ELTE Általános Fizika Tanszék dolgozóinak, hogy körükben nyugodt szellemben dolgozhattam és hozzásegítettek doktori disszertációm elkészültéhez.

Ábrák jegyzéke

2.1. Sematikus ábra az alkalmazott feszültség, a csúszósík normálisa és a csúszási irány geometriai helyzetéről.	9
3.1. Jellegzetes feszültség-deformáció görbe a germánium mintákon. τ az alkalmazott feszültség, γ és $\dot{\gamma}$ a deformáció és a deformáció sebesség, τ^* a feszültség relaxáció mértéke és τ_i az úgynevezett "belső feszültség", ami a megmaradó diszlokációktól származik.	22
3.2. Sematikus ábra a Ge egykristály minták orientációjáról és a méréseknél használt oldallapokról.	24
3.3. Sztereografikus projekció a Ge egykristály minták orientációjáról és az egyik mért oldallapról. A mért zóna tengelye 011	25
3.4. Sztereografikus projekció a Ge egykristály minták orientációjáról és a másik mért oldallapról. A mért zóna tengelye 1-10	26
3.5. Tipikus Image Plate-s képek a Ge egykristály reflexiókról	28
3.6. A négy különböző deformációs állapotú Ge egykristály minta Williamson - Hall ábrája	29
3.7. Módosított Williamson - Hall ábra a 42-es Ge egykristály esetén.	31
3.8. Módosított Williamson - Hall ábra a 45-es Ge egykristály esetén.	33
3.9. Módosított Williamson - Hall plot a 14-es Ge egykristály esetén.	33
3.10. Módosított Williamson - Hall ábra az 54-es Ge egykristály esetén.	35

3.11. A számolt kontraszt faktorok a mérték függvényében, és az egy meredekecsű egyenes.	37
3.12. A Ge42 és a Ge54 minták Williamson-Hall plotjainak összehasonlítása. A legkisebb és a legnagyobb deformációs állapot Williamson-Hall plotjai.	37
3.13. A Ge14 és a Ge45 minták Williamson-Hall plotjainak összehasonlítása. Hasonló deformáció más hőmérsékleten.	38
3.14. Tipikus Image Plate-s kép az 54-es Ge egykristály 333 reflexiójáról	39
3.15. Tipikus mérési eredmények a Ge egykristály különböző helyein. Az a, b és c ábrákon a vonalak az azonos intenzitású helyeket kötik össze. A sematikus minta ábráján a rövid kis vonalak az egyes mérési helyzeteket mutatják sematikusán. A három hosszú nyíl az (a), (b) és (c) mérések sematikus helyét mutatja a mintában.	40
3.16. Sematikus ábra a Ge egykristály deformációjaker kialakult blokkosodásról.	41
3.17. TEM kép az alakított Ge14 egykristály mintáról. A kép síkja ($1\bar{2}1$), az elsődleges csúszási sík normálisa (111)	42
3.18. A diszlokációsűrűség helyfüggése a Ge egykristály mintában.	43
4.1. Különböző textúrájú NiAl minták alakítási görbéi	45
4.2. A NiAl minták sematikus ábrája	46
4.3. 6%-osan deformált $\langle 100 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája az öszenyomás irányára merőleges (körök) illetve az ezzel párhuzamos (háromszögek) felületeken mérve.	48
4.4. 6%-osan deformált $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája. Mindkét plot az öszenyomás irányával párhuzamos (B) lapokhoz tarozó mérések alapján.	49
4.5. 6%-osan és a 30%-osan deformált 100 orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrái. Az ábra jelölései: Side = B oldal Axial = A oldal.	50

4.6.	30%-osan deformált $\langle 110 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája.	51
4.7.	30%-osan deformált $\langle 111 \rangle$ orientációjú NiAl minta Williamson-Hall ábrája.	52
4.8.	Mért (körök) és a fittelt (folytonos vonal) profilok a 30%-osan deformált $\langle 111 \rangle$ textúrájú minta B oldala esetén. A mért és a fittelt görbék közötti eltérést az ábra alján lévő görbe mutatja. 54	
4.9.	Az $\langle 110 \rangle$ és az $\langle 111 \rangle$ textúrájú minták pszeudó Williamson-Hall ábrái 6%-os deformáció esetén. Az $\langle 110 \rangle$ textúrájú minta 220 reflexiója és az $\langle 111 \rangle$ textúrájú minta 211 reflexiója majdnem sűrűlőde beesés mellett lett mérve (GI = grazing incident) A megfelelő Bragg szögek: 45.95 (220) és 40.77 fok. (211)	62
5.1.	Cu-Nb fázisdiagrammja	67
5.2.	Világos látóterű TEM kép a NbCu multiréteg keresztmetszetéről. 68	
5.3.	A textúra sematikus ábrázolása	68
5.4.	Világos látóterű TEM képek a CuNb mintasorozatról	69
5.5.	Röntgen diffraktogramm a mintáról reflexiós geometriában lineáris és logaritmus skálán.	70
5.6.	Néhány tipikus profil a réz rétegről.	71
5.7.	Néhány tipikus profil a nióbbium rétegről.	71
5.8.	Williamson-Hall ábra a réz rétegekről kiindulási állapotban, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.	72
5.9.	Williamson-Hall ábra a réz rétegekről 100% hengerlés után, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.	73
5.10.	Williamson-Hall ábra a réz rétegekről 150% hengerlés után, transzmissziós illetve reflexiós mérési geometriákban.	74
5.11.	A réz rétegekhez rögzített koordináta rendszer és a megoldásként kapott Burgers vektorok és súlyfaktoraik.	76

5.12. Számolt kontraszt faktorok a mérték függvényében (réz rétegek 0% hengerlés), a kontraszt faktorok az 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva. . .	77
5.13. Számolt kontraszt faktorok a mérték függvényében (réz rétegek 100% hengerlés), a kontraszt faktorok a 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva. . .	78
5.14. Számolt kontraszt faktorok a mérték függvényében (réz rétegek 150% hengerlés után), a kontraszt faktorok a 5.2. táblázatban megadott diszlokációk figyelembevételével lettek számolva.	79
5.15. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (0% hengerlés) . .	79
5.16. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (100% hengerlés)	80
5.17. Williamson-Hall ábrák a nióbbium rétegekről (150% hengerlés)	80
5.18. A nióbbium rétegekhez rögzített koordináta rendszer és a megoldásként kapott Burgers vektorok és súlyfaktoraik.	81
5.19. Az első három réz réteg	82
5.20. Az első három réz réteg felülnézetből	83
5.21. A szimulációból és a 0 %-osan deformált Cu mintán végzett mérésekből kapott W-H plot.	83
5.22. A szimulációból és a 0 %-osan deformált Cu mintán végzett mérésekből kapott W-H plot. (Ábrázoltam az 1 meredekségű egyenest is.)	84

Táblázatok jegyzéke

2.1. Az fcc rácsban előforduló él- és csavardiszlokációk vonalvektorra (\mathbf{l}), síknormálisa (\mathbf{n}) és Burgers vektora (\mathbf{b}).	7
2.2. Az gyémánt rácsban előforduló 60 fokos diszlokációk vonalvektora (\mathbf{l}), síknormálisa (\mathbf{n}) és Burgers vektora (\mathbf{b}).	8
3.1. A minták mechanikai előállítási körülményei.	23
3.2. A deformációs anizotrópia illesztési eljárásából kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a 42-es Ge egykristály esetében.	30
3.3. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 42-es Ge egykristály esetében	30
3.4. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a 45-ös és a 14-es Ge egykristályban.	31
3.5. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 45-ös Ge egykristály esetén.	32
3.6. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok a 14-es Ge egykristály esetén.	32
3.7. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai az 54-es Ge egykristályban. Az értékek után zárójelben láthatjuk a becsült hibát	34
3.8. A mért és az illesztési eljárásból kapott számolt kontraszt faktorok az 54-es Ge egykristály esetében.	34

3.9. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk súlyfaktorai a Ge egykristályokban. A 60 fokos diszlokációknál a három vektor sorrendben: Burgers vektor, vonal vektor illetve a normális vektor.	36
3.10. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációsűrésűségek a Ge egykristályokban. (Az értékek után zárójelben láthatjuk a becsült hibát)	36
4.1. A lehetséges csúszási rendszerek Schmid faktorai a három különböző textúrájú minta esetében.	49
4.2. A különböző minták esetében használt kiértékelési eljárások. Mind az öt diffrakciós profilt 110-tól 310-ig egyszerre értékeltem ki az MWP módszerrel. \bar{C} azt jelenti, hogy a köbös kristály hkl szabályainak megfelelő átlagos kontraszt faktorokat használtam, míg a C_{IND} azt jelenti, hogy a mért profilokból kapható feszültség anizotrópiát egyedi kontraszt faktorok segítségével írtam le. Néhány esetben kombináltam a két kiértékelési eljárást.	55
4.3. Mért q paraméterek az átlagos kontraszt faktorok figyelembevételével.	55
4.4. A különböző csúszási rendszerek q paraméterei.	55
4.5. A különböző csúszási rendszerek A és B paraméterei a 2.17 egyenletnek megfelelően.	56
4.6. A különböző textúrájú minták B paraméterei és az illesztések megoldása. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható.	57
4.7. A három mintában mért diszlokációsűrésűségértékek a <i>kemény</i> és a <i>puha</i> szemcsékben. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható.	58
4.8. Mért individuális kontraszt faktorok. Mindhárom textúra A oldalon mért reflexióinak kontraszt faktorai 6%-os deformáció esetén.	59

4.9. A 200, 211 és a 220 reflexiókra számolt elméleti kontraszt faktorai az $\langle 111 \rangle$ csavar diszlokációnak az $\langle 100 \rangle$ textúrájú minta kemény szemcséiben. A számításokat az anize program segítségével végeztem el.	60
4.10. A három mintában mért tárolt energia a <i>kemény</i> és a <i>puha</i> szemcsékben. Zárójelben a mért értékek becsült hibája látható. 64	
5.1. A réz rétegek mikroszerkezeti paraméterei	75
5.2. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a réz rétegekben mindhárom minta esetében.	75
5.3. A nióbbium rétegek mikroszerkezeti paraméterei	81
5.4. Az illesztési eljárásból kapott diszlokációk és azok súlyfaktorai a nióbbium rétegekben mindhárom minta esetében.	82

Irodalomjegyzék

- [1] William F. Hosford "Mechanical behavior of materials" Cambridge University Press (2005)
- [2] Schmid E., Boas W. "Plasticity of Crystals" Chapman and Hall London (1986)
- [3] Warren, B. E., "X-ray Studies of Deformed Metals" Progr. Metal Phys. **8**, (1959) 147-202
- [4] Klimanek P., Kuzel R. JR.: "X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. I. General considerations and the case of elastic isotropy applied to hexagonal crystals" in J. Appl. Cryst., **21**, (1988) 59-66.
- [5] Kuzel R.JR., Klimanek P.: "X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. II. The case of elastic anisotropy applied to hexagonal crystals" in J. Appl. Cryst., **21**, 363-368, (1988).
- [6] Kuzel R.JR., Klimanek P.: "X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. III. Experimental results for plastically deformed zirconium" in J. Appl. Cryst. **22**, 299-307, (1989).
- [7] Ungár, T., Borbély, A.: "The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: a new approach to line profile analysis" in Appl. Phys. Lett., **69**, 3173-3175, (1996).

- [8] Ungár, T., Révész, Á., Borbély, A.: "Dislocations and grain size in electrodeposited nanocrystalline Ni determined by the modified Williamson-Hall and Warren-Averbach procedures" in *Appl. Cryst.* **31**, 554-558 (1998).
- [9] T. Ungár, G. Tichy: "The effect of dislocation contrast on X-ray line profiles in untextured polycrystals", *Phys. Stat. Sol. (a)* **147** (1999) 425-434.
- [10] Ungár, T., Leoni, M., Scardi, P.: "The dislocation model of strain anisotropy in whole powder-pattern fitting: the case of an Li-Mn cubic spinel" in *J. Appl. Cryst.*, **32**, 290-295 (1999).
- [11] P.B. Hirsch et al., "Electron Microscopy of Thin Films", Butterworths, London (1965)
- [12] Williamson, G.K. AND Hall, W.H.: "X-Ray Line Broadening from Filed Aluminium and Wolfram" in *Acta Met.* **1**, 22-31, (1953)
- [13] Williamson, G.K., Smallman, R.E.: "Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer Spectrum" in *Phil. Mag.* **1**, 34-46 (1955)
- [14] Caglioti, G., Paoletti, A., Ricci, F. P.: "Choice of Collimator for a Crystal Spectrometer for Neutron Diffraction" in *Nucl. Instrum. Methods* **3**, 223-228 (1958)
- [15] Warren, B.E., Averbach, B. L.: "The effect of cold-work distortion on X-ray patterns" in *J. Appl. Phys.* **21**, 595-599, (1950)
- [16] Warren, B.E., Averbach, B. L.: "The separation of cold-work distortion and particle size broadening in x-ray patterns" in *J. Appl. Phys.* **23**, 497 (1952)
- [17] Krivoglaz M. A., in "Theory of X-ray and Thermal Neutron Scattering by real Crystals", Plenum Press, N. Y. (1969); and in "X-ray and

Neutron Diffraction in Nonideal Crystals", Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, (1996).

- [18] Wilkens, M.: "The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles" in Phys. stat. sol. (a) **2**, 359-370, (1970)
- [19] Ungár, T., Groma, I., Wilkens, M.: "Asymmetric X-ray line broadening of plastically deformed crystals. II. Evaluation procedure and application to [001]-Cu crystals" in J. Appl. Cryst. **22**, 26-34, (1989)
- [20] G. Ribárik, T. Ungár, J. Gubicza: "MWP-fit: a program for Multiple Whole Profile fitting of diffraction peak profiles by ab-initio theoretical functions" J. of Applied Crystallography **34** 669-676 (2001)
- [21] Groma I., Ungár T., Wilkens M.: "Asymmetric X-Ray Line Broadening of Plastically Deformed Crystals. Part I: Theory" in J. Appl. Cryst., **21**, 47-54, (1988)
- [22] Borbely, A. Dragomir-Cernatescu, J. Ribarik, G. Ungar, T.: "Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals" Journal of Applied Crystallography, **36**, PART 1, (2003) pages 160-162
- [23] K. Nýilas, C. Dupas, T. Kruml, L. Zsoldos, T. Ungár, J.L. Martin: "Dislocation structures and mechanical behaviour of Ge single crystals deformed by compression." Mat. Sci. Eng. A 387-389 25-28 (2004)
- [24] H. Alexander and P. Haasen: "Dislocations and Plastic Flow in the Diamond Structure" Solid State Physics, edited by H. Ehrenreich, F. Seitz, and D. Turnbull (Academic, New York, 1968), Vol. 22, p. 27.
- [25] A. George, J. Rabier: "Dislocations and plasticity in semiconductors 1. Dislocation-structures and dynamics", Rev. Phys. Appl. **22** 941 (1987)

- [26] T. Ungár K. Nyilas , W. Skrotzki , "Dislocation densities in soft and hard oriented grains of compressed NiAl polycrystals" *Int. J. Mater. Res.* **99** 725-733 (2008)
- [27] R. D. Noebe, R. R. Bowman, M. V. Nathal, "The Physical and Mechanical Metallurgy of NiAl" in: N. S. Stoloff, V. K. Sikka (Eds.), *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*, Chapman & Hall, New York, 212 (1996)
- [28] R. von Mises, *Z. Angew. Math. Mech.* **8** 161 (1928)
- [29] M. S. Paterson: "A high-pressure, high-temperature apparatus for rock deformation" *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* **7** 517 (1970)
- [30] J. T. Kim, R. Gibala, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **213** 261 (1991)
- [31] S. A. Maloy, G. T. Gray III, R. Darolina: "High strain rate deformation of NiAl" *Mater. Sci. Eng. A* **192-193** 249 (1995)
- [32] Y. Q. Sun, G. Taylor, R. Darolia, P. M. Hazzledine, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **364** 261 (1995)
- [33] P. Veyssiere, R. Noebe: "Weak-beam study of $\langle 111 \rangle$ superlattice dislocations in nial" *Phil. Mag* **A65** Issue 1 page 1-13 (1992)
- [34] X. Shi, T. M. Pollock, S. Mahajan, V. S. Arunachalam, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **460** 493 (1997)
- [35] N. Rusovic, H. Warlimont: "The elastic behaviour of β -NiAl alloys" *Phys. Stat. Sol. (a)* **44** 609 (1977)
- [36] K. Nyilas, A. Mistra and T. Ungár: "Micro-strains in cold rolled Cu-Nb nanolayered composites determined by X-ray line profile analysis" *Acta Materialia* **54**, Issue 3, Pages 751-755, February 2006

- [37] P. M. Anderson, J. F. Bingert, A. Misra and J. P. Hirth: "Rolling textures in nanoscale Cu /Nb multilayers" *Acta. Mat.* **51** (2003) 6059-6075
- [38] A. Misra, J. P. Hirth, R. G. Hoagland, J. D. Embury, H. Kung: "Dislocation mechanisms and symmetric slip in rolled nano-scale metallic multilayers" *Acta. Mat.* **52** (2004) 2387-2394
- [39] Kurdjumov, G. Sachs, G, *Zeitschrift für Physik*, **64** (1930) 325.