

EUR 164.d

REPRINT

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

DIE DIREKTE DURCHSTRAHLUNG
VON KERAMISCHEN EINKRISTALLEN
IM ELEKTRONENMIKROSKOP

von

H. BLANK (Euratom)

1963



Bericht abgefasst in Rahmen des Euratom/C.E.N.-Vertrages Nr. 063-61-10 RDB

Sonderdruck aus
BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT E. V.
Band 40, Heft 2 - 1963

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Atomgemeinschaft (EURATOM) ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Euratomkommission, ihre Vertragspartner und alle in deren Namen handelnden Personen:

- 1° — keine Gewähr dafür übernehmen, dass die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder dass die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;
- 2° — keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

This reprint is intended for restricted distribution only. It reproduces, by kind permission of the publisher, an article from „BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT e.V.“, Band 40, Heft 2 - 1963, 136-139. For further copies please apply to Schriftleitung „Berichte der DKG“ — 87 Wuerzburg, Neunerplatz 2, Deutschland.

Dieser Sonderdruck ist für eine beschränkte Verteilung bestimmt. Die Wiedergabe des vorliegenden in „BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT e.V.“, Band 40, Heft 2 - 1963, 136-139, erschienenen Aufsatzes erfolgt mit freundlicher Genehmigung des Herausgebers. Bestellungen weiterer Exemplare sind an Schriftleitung „Berichte der DKG“ — 87 Wuerzburg, Neunerplatz 2, Deutschland, zu richten.

Ce tiré-à-part est exclusivement destiné à une diffusion restreinte. Il reprend, avec l'aimable autorisation de l'éditeur, un article publié dans «BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT e.V.», Band 40, Heft 2 - 1963, 136-139. Tout autre exemplaire de cet article, doit être demandé à Schriftleitung «Berichte der DKG» — 87 Wuerzburg, Neunerplatz 2, Deutschland.

Questo estratto è destinato esclusivamente ad una diffusione limitata. Esso è stato riprodotto, per gentile concessione dell'Editore, da «BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT», Band 40, Heft 2 - 1963, 136-139. Ulteriori copie dell'articolo debbono essere richieste a Schriftleitung «Berichte der DKG» — 87 Wuerzburg, Neunerplatz 2, Deutschland.

Deze overdruk is slechts voor beperkte verspreiding bestemd. Het artikel is met welwillende toestemming van de uitgever overgenomen uit „BERICHTE DER DEUTSCHEN KERAMISCHEN GESELLSCHAFT e.V.“, Band 40, Heft 2 - 1963, 136-139. Meer exemplaren kunnen besteld worden bij Schriftleitung „Berichte der DKG“ — 87 Wuerzburg, Neunerplatz 2, Deutschland.

EUR 164.d

REPRINT

DIE DIREKTE DURCHSTRAHLUNG VON KERAMISCHEN EINKRISTALLEN IM ELEKTRONENMIKROSKOP von H. BLANK (Euratom).

EUROPÄISCHEN ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM.

Bericht abgefasst in Rahmen des EURATOM/C.E.N. - Vertrages Nr. 063-61-10 RDB.

Sonderdruck aus „Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft e.V.“ Band 40, Heft 2 - 1963, Seite 136-139.

Die Untersuchungsmethoden für Gitterfehler in Kristallen sind im wesentlichen an Metallen entwickelt worden. Sie lassen sich jedoch in den meisten Fällen auf Nichtmetalle übertragen. Nach einer kurzen Erläuterung der Methode der direkten Durchstrahlung von Kristallen im Elektronenmikroskop und der erforderlichen Präparationstechnik werden einige Ergebnisse an unbestrahltem und bestrahltem UO_2 mitgeteilt.

EUR 164.d

REPRINT

TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY OF SINGLE CRYSTALS OF CERAMIC MATERIALS by H. BLANK (Euratom).

European Atomic Energy Community - EURATOM.

Work performed under the EURATOM/C.E.N. contract No. 063-61-10 RDB.

Reprinted from „Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft e.V.“, Vol. 40, No. 2 - 1963, pages 136-139.

The methods of investigating lattice in crystals have been largely developed on metals. In most cases, however, they can be equally used with non-metals. After a brief description of transmission electron microscopy and the preparation methods involved, some results on irradiated and unirradiated UO_2 are reported.

EUR 164.d

REPRINT

TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY OF SINGLE CRYSTALS OF CERAMIC MATERIALS by H. BLANK (Euratom).

European Atomic Energy Community - EURATOM.

Work performed under the EURATOM/C.E.N. contract No. 063-61-10 RDB.

Reprinted from „Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft e.V.“, Vol. 40, No. 2 - 1963, pages 136-139.

The methods of investigating lattice in crystals have been largely developed on metals. In most cases, however, they can be equally used with non-metals. After a brief description of transmission electron microscopy and the preparation methods involved, some results on irradiated and unirradiated UO_2 are reported.

EUR 164.d

REPRINT

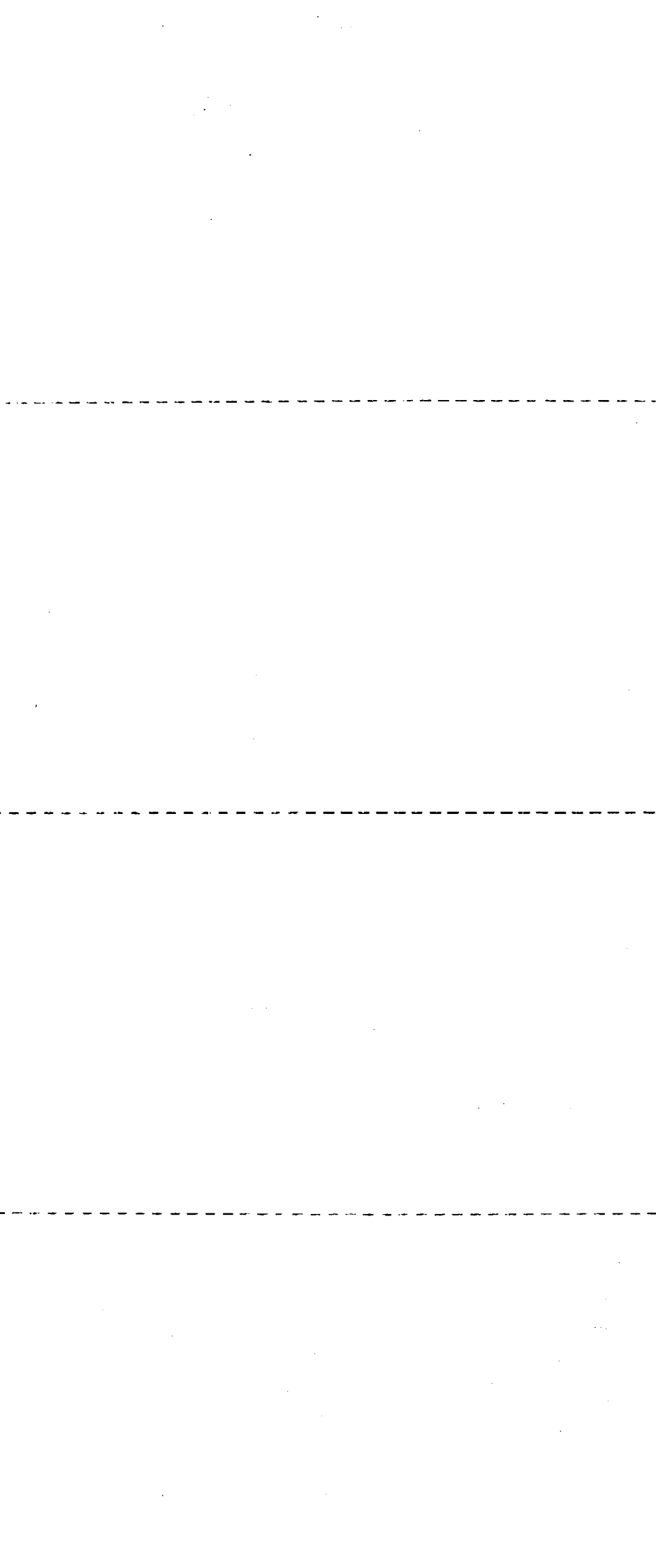
TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY OF SINGLE CRYSTALS OF CERAMIC MATERIALS by H. BLANK (Euratom).

European Atomic Energy Community - EURATOM.

Work performed under the EURATOM/C.E.N. contract No. 063-61-10 RDB.

Reprinted from „Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft e.V.“, Vol. 40, No. 2 - 1963, pages 136-139.

The methods of investigating lattice in crystals have been largely developed on metals. In most cases, however, they can be equally used with non-metals. After a brief description of transmission electron microscopy and the preparation methods involved, some results on irradiated and unirradiated UO_2 are reported.



Die direkte Durchstrahlung von keramischen Einkristallen im Elektronenmikroskop

Von H. B l a n k

Die direkte Durchstrahlung von keramischen Einkristallen im Elektronenmikroskop

Von H. B l a n k *)

(Vortrag anl. der Gemeinschaftssitzung des Ausschusses für Reaktormetalle der DGM mit der DKG am 9. Nov. 1962 in Baden-Baden)

Inhalt:

Die Untersuchungsmethoden für Gitterfehler in Kristallen sind im wesentlichen an Metallen entwickelt worden. Sie lassen sich jedoch in den meisten Fällen auf Nichtmetalle übertragen. Nach einer kurzen

Erläuterung der Methode der direkten Durchstrahlung von Kristallen im Elektronenmikroskop und der erforderlichen Präparationstechnik werden einige Ergebnisse an unbestrahltem und bestrahltem UO_2 mitgeteilt.

Transmission electron microscopy of single crystals of ceramic materials

Abstract:

The methods of investigating lattice defects in crystals have been largely developed on metals. In most cases, however, they can be

equally used with non-metals. After a brief description of transmission electron microscopy and the preparation methods involved some results on irradiated and unirradiated UO_2 are reported.

Etude directe des monocristaux céramiques par microscopie électronique

Résumé:

Les méthodes d'investigation des défauts réticulaires dans les cristaux ont été mises au point principalement pour les métaux. Dans la plupart des cas, elles peuvent toutefois être appliquées aux

corps non métalliques. Après une brève description de la méthode d'étude directe des cristaux par microscopie électronique et de la technique de préparation, l'auteur fournit quelques résultats obtenus avec UO_2 non irradié et irradié.

1. Einleitung

Die genaueren Vorstellungen über Gitterbaufehler und Kristallplastizität sind vorwiegend durch Untersuchungen an Metallen entwickelt worden. Dabei wurde der Begriff der Versetzung als Eigenspannungsquelle und als wesentliches Element der plastischen Vorgänge zwar schon früh geprägt und theoretisch ausgearbeitet, jedoch hat es geraume Zeit gedauert, bis es gelungen ist, diese Gitterbaufehler mit Hilfe der Durchstrahlung von Kristallfolien im Elektronenmikroskop direkt sichtbar zu machen. Zuvor war es, abgesehen von Oberflächenuntersuchungen, lediglich möglich gewesen, Versetzungen in optisch transparenten Ionenkristallen durch Dekoration mit Ausscheidungen im Lichtmikroskop zu studieren¹⁾. Bei dieser Methode kann man nicht die Versetzungen selbst sehen, sondern nur die Ausscheidungen einer zweiten Phase, für die die Versetzungslinien als bevorzugte Stellen der Keimbildung wirken.

Wegen der zentralen Bedeutung, die die Metalle lange Zeit in der Festkörperphysik besaßen, wurde die elektronenmikroskopische Durchstrahlungsmethode zunächst für Metalle entwickelt. Nach einer ersten Arbeit von R. Heidenreich²⁾ gelangte sie 1956 bis 1960 vorwiegend durch Arbeiten in England³⁻⁵⁾ zu so experimenteller und theoretischer Reife, daß sie inzwischen eines der wichtigsten Instrumente für das Studium der Gitterfehler in Metallen geworden ist.

Mit der zunehmenden Bedeutung von Stoffen mit überwiegend ionischer und homöopolarer Bindung in der Halbleitertechnik und als Hochtemperaturwerkstoffe im Reaktor- und Raketenbau ist das Interesse an den Gitterbaufehlern dieser Kristallarten stärker in den

Vordergrund gerückt. Man ist daher bemüht, die an Metallen gewonnenen Erkenntnisse auf keramische kristalline Stoffe anzuwenden und Kristallplastizität, Spalt- und Bruchvorgänge oder Strahlenschäden zu untersuchen. Damit wird die Durchstrahlung von Kristallen aus keramischen Materialien im Elektronenmikroskop ebenfalls interessant.

2. Direkte Durchstrahlung von Kristallen im Elektronenmikroskop

Da dieses Arbeitsgebiet noch relativ jung ist, seien hier einige erläuternde Bemerkungen eingefügt.

2.1 Merkmale der Durchstrahlungsmethode

Wegen der im Vergleich zu Röntgenstrahlen außerordentlich starken Wechselwirkung zwischen den Elektronen und den Gitterbausteinen der Kristalle müssen die hier benutzten Präparate dünner als etwa 1000 bis 2000 Å sein. Derartig dünne Kristallschichten lassen sich relativ leicht durch Verdampfen der Substanz und Kondensation auf einer geeigneten Unterlage herstellen. Jedoch kann man auf diese Weise nicht die charakteristischen Anordnungen von Gitterfehlern in den Präparaten erzeugen, wie sie bei plastischer Verformung oder bei Bestrahlung im kompakten Material auftreten. Man ist daher bei systematischen Untersuchungen bemüht, nach der erforderlichen Vorbehandlung (plastische Verformung, Bestrahlung usw.), aus größeren Kristallen Schichten herauszuschneiden, die dann für die Durchstrahlung im Elektronenmikroskop präpariert werden.

Für die Deutung der gewonnenen Bilder ist die Entstehung des Bildkontrastes, d. h. der Zusammenhang zwischen dem Bild auf dem Leuchtschirm bzw. der photographischen Platte und dem tatsächlichen Kristallbaufehler entscheidend. Die hierzu nötige Theorie ist auf Grund der Untersuchungen an Metallen genügend weit entwickelt worden, siehe z. B. ⁵⁾. Da der Bildkontrast in diesen elektronenmikroskopischen Aufnahmen in erster Näherung allein von der Bragg-Bedingung für die Beugung der Elektronen im Kristallgitter bestimmt wird, ist für die Kontrastentstehung allein die Periodizität des Gitters bzw. deren Störung durch Versetzungen, Stapelfehler usw. entscheidend. Die Art der

*) Dr. H. B l a n k, EURATOM, zur Zeit Studiecentrum voor Kernenergie SCK, Lab. Fysika, Mol-Donk, Belgien.

¹⁾ S. A m e l i n e c k x und Mitarbeiter: *Phil. Mag.* **46** (1955), 450.

²⁾ R. H e i d e n r e i c h: *J. Appl. Phys.* **20** (1949), 993.

³⁾ W. B o l l m a n n: *Phys. Rev.* **103** (1956), 1588.

⁴⁾ P. M. K e l l y und J. N u t t i n g: *J. Inst. Metals* **87** (1958/59), 385.

⁵⁾ Übersichtsartikel von P. B. H i r s c h: *Metallurg. Rev.* **4** (1959), Nr. 14, 101.

A. H o w i e: *Metallurg. Rev.* **6** (1961), Nr. 24, 467.

G. T h o m a s: *Transmission electron microscopy of metals*. John Wiley & Sons, New York 1962.

Bindung zwischen den Gitterbausteinen geht nicht mit ein. Daher läßt sich die an den Metallen entwickelte Kontrasttheorie auf alle anderen kristallinen Stoffe direkt anwenden.

2.2 Präparationstechnik

Bei den Metallen ist die erforderliche Präpariertechnik inzwischen zu Standardmethoden entwickelt worden. Nach der Herstellung von sehr dünnen Blechen durch Walzen geschieht das Abtragen des Materials, um die endgültige dünne, durchstrahlbare Metallfolie zu erhalten, vorwiegend durch elektrolytisches Polieren. Die günstigsten Polierbedingungen für verschiedene Metalle und Legierungen, sowie die entsprechenden experimentellen Anordnungen sind veröffentlicht worden⁴⁾. Man kann auf diese Weise Folien in einkristalliner und polykristalliner Form herstellen.

Bei den Nichtmetallen hängt das geeignete Verfahren zur Herstellung durchstrahlbarer Folien stark vom Material ab. Kristalle mit einer ausgesprochenen Schichtstruktur wie z. B. Graphit, Glimmer, Talkum, MoS₂, Bi₂Te₃ u. a. lassen sich meist leicht durch Spalten für die Durchstrahlung präparieren. Derartige Materialien sind bisher hauptsächlich durch S. Amelinckx und Mitarbeiter untersucht worden⁶⁻⁹⁾. In anderen Fällen ist es möglich, Kristalle durch Sublimation aus der Gasphase direkt in Form von durchstrahlbaren dünnen Nadeln oder Plättchen zu züchten wie z. B. ZnS, CdS oder AlN¹⁰⁾.

Viele Kristalle dagegen müssen mit einer Technik präpariert werden, die dem elektrolytischen Polieren der Metalle analog ist. Da es sich bei diesen Stoffen um ausgesprochene Isolatoren handelt, ist das elektrolytische Polieren selbst wenig geeignet. Man arbeitet daher meist rein chemisch, indem man die Kristalle in Lösungsmittel (meist Säuren) legt, die die Oberfläche sehr gleichmäßig angreifen und keine Ätzgruben verursachen. Bei Metallen ist diese Art von Oberflächenangriff als „chemisches Glänzen“ bekannt.

Bisher hat sich Orthophosphorsäure bei MgO, UO₂ und BaTiO₃ recht gut bewährt. Germanium und Silizium lassen sich mit einer Säuremischung behandeln, die unter dem Namen CP 4 bekannt ist. Neben der Art der Säure spielen ihre Temperatur, die Kristallorientierung und auch Verunreinigungen eine wichtige Rolle. Bisher wurde ausschließlich mit Einkristallen gearbeitet. Die Präparation durchstrahlbarer polykristalliner Schichten aus massiven Proben ist bei Nichtmetallen offenbar noch nicht in befriedigender Weise gelungen.

Im Jahre 1960 wurde die erste Arbeit veröffentlicht¹¹⁾, in der die Durchstrahlung eines hochschmelzenden Metalloxides, MgO, beschrieben wird.

Die weiter unten kurz beschriebenen UO₂-Kristallfolien wurden folgendermaßen präpariert. Man stellt aus größeren Einkristallen kleine Plättchen von 0,1 bis 0,15 mm Dicke und einigen mm Durchmesser durch Schneiden und Schleifen her, die anschließend chemisch

dünn gemacht werden. Dazu wird in einem geeignet geformten Gefäß durch ungleichmäßige Erwärmung in der Säure ein Konvektionsstrom erzeugt¹²⁾, der gegen ein kleines Loch in einem Platinblech gerichtet ist. Dieses Loch ist mit dem UO₂-Plättchen abgedeckt und wird von unten beleuchtet. Von oben beobachtet man durch die Flüssigkeit hindurch das Plättchen mit einem schwach vergrößernden Mikroskop. Das Plättchen wird nun in der Mitte stärker von der Säure abgetragen als an den Rändern, und man findet meist nach einiger Zeit, daß es in der Mitte optisch transparent wird. Das UO₂ zeigt dabei zuerst eine rubinrote Farbe, die mit abnehmender Schichtdicke schließlich in ein fahles Gelb übergeht, kurz ehe Löcher in der Folie entstehen. Die Ränder dieser Löcher sind meist für Elektronen von 100 kV durchlässig. Dieses Verfahren läßt sich natürlich auch für andere Nichtmetalle benutzen.

Zur Untersuchung im Elektronenmikroskop kann man die transparenten Teile des Kristalles auf Trägernetze aufbringen, die vorher mit der verdünnten Lösung eines Klebmittels (z. B. Tesafilm) haftfähig gemacht wurden. Bei geeigneter Ausgangsform des Plättchens, kann man es unter Umständen auch direkt in den Präparatehalter des Elektronenmikroskopes einsetzen. Wegen der Sprödigkeit der meisten keramischen Materialien erfordert die Handhabung der dünnen Kristallfolien eine gewisse Übung.

3. Untersuchungen an UO₂-Kristallen

Als Beispiel für die Möglichkeiten, die die Durchstrahlungsmikroskopie in der Untersuchung keramischer Kristalle bietet, seien einige Ergebnisse mitgeteilt, die kürzlich an UO₂ gewonnen wurden¹³⁾.

3.1 Unbestrahlte Kristalle

Saubere UO₂-Kristalle von nahezu stöchiometrischer Zusammensetzung mit Durchmessern von 0,5 bis 1 cm lassen sich durch Sublimation aus der Gasphase herstellen¹⁴⁾. Sie enthalten kaum Versetzungslinien aber über mikroskopisch weite Bereiche ein dichtes Muster von kleinen quadratischen Versetzungsschleifen (loops), deren Durchmesser im Mittel bei 300 bis 500 Å liegt (Bild 1). Diese Versetzungsringe haben sich gebildet als die bei etwa 2300° C gewachsenen Kristalle relativ rasch abgekühlt wurden. Dabei haben sich die im Überschub vorhandenen Gitterlücken bei tieferen Temperaturen vermutlich bevorzugt in {110}-Ebenen ausgeschieden. In der Nähe von Ausscheidungen einer zweiten Phase oder von Kleinwinkelkorngrenzen fehlen diese Versetzungsringe (Bild 2), da der Platzbedarf der wachsenden Ausscheidung am einfachsten durch eindiffundierende Leerstellen befriedigt werden kann. Nach einer Glühbehandlung bei 1500° C sind diese Versetzungsringe verschwunden, und die im Kristall vorhandenen Eigenspannungen sind vorwiegend durch Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen abgebaut worden (Bild 3). Diese Glühbehandlung kann für kleine Bereiche eines Präparates auch im Mikroskop durchgeführt werden, indem man die Intensität des Elektronenstrahles vorsichtig erhöht.

Bei einiger Übung läßt sich diese Art der lokalen Wärmebehandlung mit dem Elektronenstrahl variieren.

¹²⁾ H. B. Kirkpatrick und S. Amelinckx: Rev. Sci. Instr. **33** (1962), 488.

¹³⁾ H. Blank und S. Amelinckx: J. Appl. Phys. (demnächst).

¹⁴⁾ W. Van Lierde, R. Strumane, E. Smets und S. Amelinckx: J. Nucl. Mat. **5** (1962), 250.

⁶⁾ P. Delavignette und S. Amelinckx: J. Nucl. Mat. **5** (1962), 17.

⁷⁾ S. Amelinckx und P. Delavignette: J. Appl. Phys. **32** (1961), 341.

⁸⁾ P. Delavignette und S. Amelinckx: Proc. Europ. Reg. Conf. on Electron Micr., Vol. I, 404. Delft 1960.

⁹⁾ V. A. Phillips und P. Cannon: G. E. Research Rept. Nr. 60-RL-(2473 M), 1960.

¹⁰⁾ H. Blank, P. Delavignette und S. Amelinckx: Physica Status Solidi **2** (1962), 1670.

¹¹⁾ J. Washburn und Mitarbeiter: Phil. Mag. **5** (1960), 191.

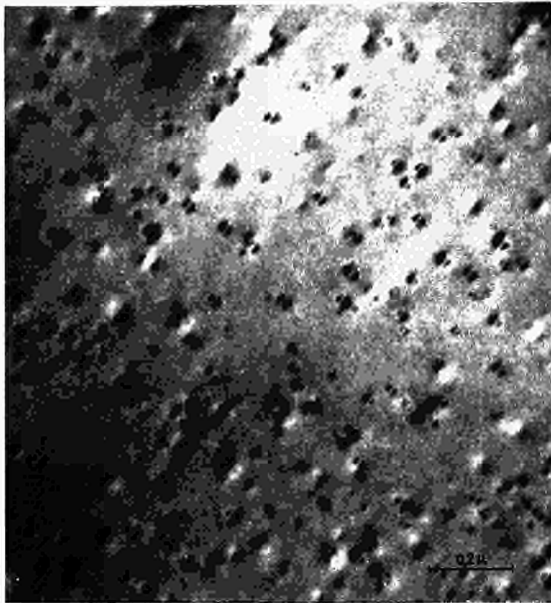


Bild 1. Versetzungsringe (loops) in einem UO_2 -Kristall, der nach seiner Entstehung bei etwa $2300^\circ C$ rasch abgekühlt wurde. Die Ringe sind aus eingefrorenen Leerstellen entstanden, die sich bevorzugt in bestimmten Gitterebenen (wahrscheinlich $\{110\}$) ausgeschieden haben, siehe ¹³⁾. Zur Bildung eines Ringes werden etwa 5 bis $10 \cdot 10^3$ Leerstellen benötigt.



Bild 2. Die Umgebung der Ausscheidung einer zweiten Phase ist frei von Versetzungsringen, da die Leerstellen für den Platzbedarf der wachsenden Ausscheidung verbraucht worden sind.

Man kann z. B. die ein wenig zu dicken Bereiche eines Präparates zum Teil für Elektronen transparent machen, indem man vorsichtig einen Teil des UO_2 mit dem Elektronenstrahl verdampft, oder man kann durch thermische Schocks in genügend dicken Präparaten Risse erzeugen, in deren Umgebung infolge der thermischen Spannungen Versetzungen erzeugt werden, z. B. Bild 4.

Das Verhalten von Versetzungen in UO_2 läßt sich genauer studieren, wenn man die Präparate aus Einkristallen herstellt, die vorher bei genügend hohen Temperaturen plastisch verformt worden sind.

3.2 Bestrahlte Kristalle

Im natürlichen Uran sind 0,7% der Uranatome durch thermische Neutronen spaltbar. Man kann deshalb in

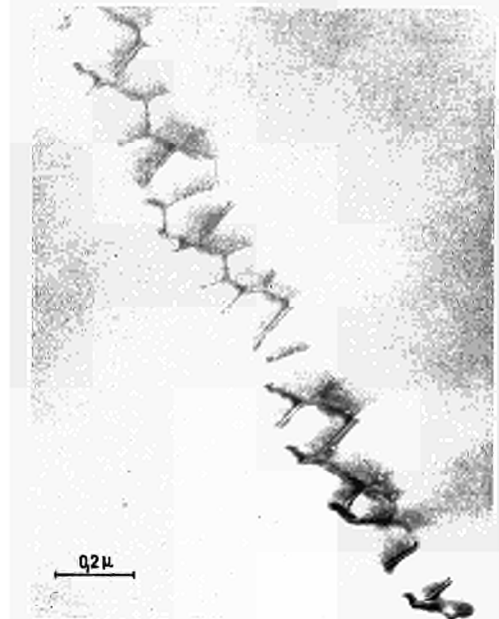


Bild 3. Kleinwinkelkorngrenze in einem bei $1500^\circ C$ gegläuteten UO_2 -Kristall. Das Versetzungsnetzwerk ist durch die Reaktion von zwei Scharen von Versetzungen mit verschiedenen Burgersvektoren entstanden. Die eine Schar zeigt Doppelkontrast, d. h. jede Doppellinie entspricht dem kurzen Stück einer Versetzung. Die freien Enden der Versetzungen liegen tatsächlich an der Ober- bzw. Unterseite der Kristallfolie.

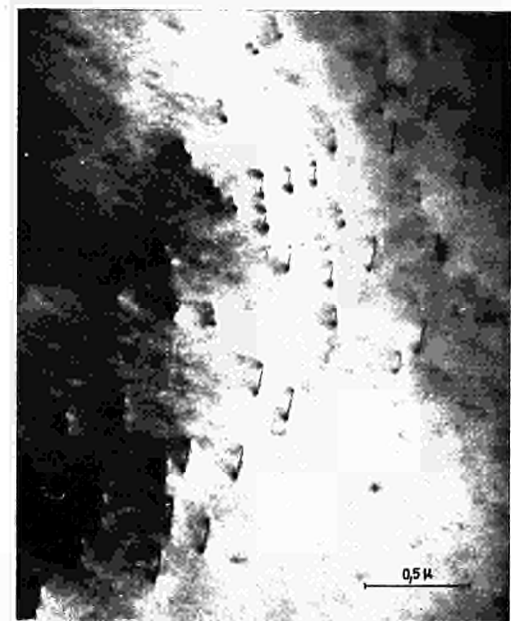


Bild 4. Versetzungen in einer plastisch verformten UO_2 -Folie. Die Versetzungslinien sind ähnlich wie in Bild 3 stark gegen die Folienebene geneigt.

entsprechenden UO_2 -Kristallen, die im Reaktor bestrahlt worden sind, mit der Durchstrahlungsmethode die Gitterschäden direkt untersuchen, die durch die Kernspaltung im Kernbrennstoff verursacht werden. Die Art und Weise wie die hohe kinetische Energie der Spaltatome in Gitterfehlstellen und in nutzbare Wärme umgesetzt wird, ist bis jetzt erst in groben Umrissen bekannt, z. B. ¹⁵⁾.

Die ersten Untersuchungen von Spaltschäden in UO_2 mit dem Elektronenmikroskop wurden an dünnen aufgedampften Schichten ¹⁶⁾ und an dünnen Uranfolien

¹⁵⁾ J. A. B r i n k m a n : *Fission damage in metals*. Summer course on radiation damage in solids, Ispra, Sept. 1960.

durchgeführt, die im Elektronenmikroskop zu UO_2 oxydiert worden waren¹⁷⁾.

Spaltschäden in UO_2 -Kristallen, die nach der oben beschriebenen Methode als dünne Folien präpariert und mit etwa 10^{15} nvt im Reaktor bestrahlt worden waren.



Bild 5. Spuren von Spaltatomen in bestrahltem UO_2 . Die Wege, die die Spaltprodukte nach der Spaltung eines ^{235}U -Kernes durch das Kristallgitter nehmen, sind als gerade Spuren in elektronenoptischen Bild sichtbar. Sie sind manchmal mit dunklen Punkten besetzt. Durch Änderung der Abbildungsbedingungen läßt sich der Kontrast einer gegebenen Spaltspur verändern. Die dabei auftretenden Gesetzmäßigkeiten erlauben es, Aussagen über die Eigenschaften dieser Gitterstörungen zu machen, siehe¹³⁾. Die dunkle Linie in der Nähe des oberen Bildrandes ist eine Versetzung.

¹⁶⁾ T. V. Bierlein und B. Mastel: J. Appl. Phys. 31 (1960), 2314.

T. S. Noggle und J. O. Stiegler: J. Appl. Phys. 31 (1960), 2199.

¹⁷⁾ A. D. Whapham und M. J. Makin: AERE-R 4066, 1962.

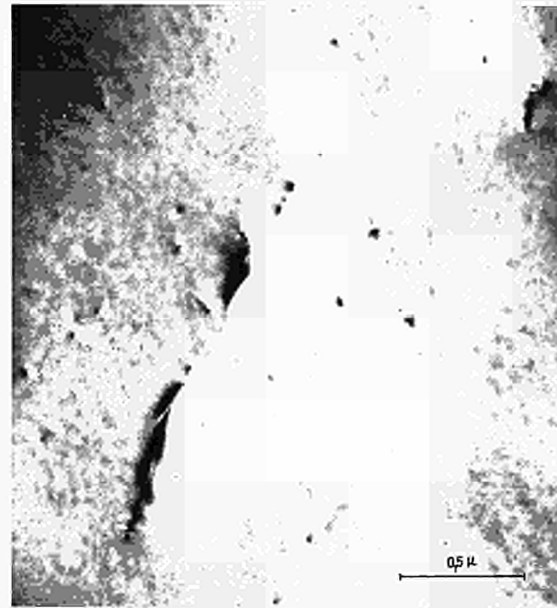


Bild 6. Wechselwirkung zwischen einem Spaltatom und Versetzungen. Die durch einige dunkle Punkte markierte Bahn eines Spaltatoms tangiert die beiden Versetzungslinien.

zeigen Bild 5 und 6. Die Spuren der Spaltatome zeichnen sich als mehr oder weniger gut sichtbare gerade Linien ab, die in seltenen Fällen einen Knick aufweisen können und manchmal durch kleine dunkle Punkte markiert sind. Auch isolierte dunkle Punkte und kurze Versetzungslinien treten nach der Bestrahlung auf. Die Einzelheiten der Bilder lassen sich bis jetzt noch nicht in allen Teilen sicher deuten. Jedoch gestattet die elektronenmikroskopische Durchstrahlungsmethode Aussagen über Art und Eigenschaften dieser Gitterfehler zu machen, wenn ihre elektronenoptischen Kontrastbedingungen genauer studiert worden sind. Einzelheiten sind der ausführlicheren Arbeit¹³⁾ zu entnehmen.

Eingegangen am 7. 1. 1963.

Diskussionsbemerkung

E. Gebhardt: Sie alle haben wahrscheinlich gemerkt, daß uns Herr Dr. Blank eine Delikatesse aus dem Bereich der Metallographie, wenn man das so bezeichnen darf, gereicht hat. Daß man überhaupt Versetzungen sehen kann, ist ein großer Fortschritt auf diesem Gebiet. Dazu gehören aber eine außerordentlich große Experimentiertechnik und eine sehr große Erfahrung, um die Effekte, die man auf den Bildern sehen

kann, richtig zu deuten. Was die Experimentiertechnik anbetrifft, dürfen wir Herrn Dr. Blank zu seinen wunderbaren Aufnahmen gratulieren. Bezüglich der Deutung des Gezeigten weiß ich nicht, ob genügend Fachleute hier sind, die dazu etwas sagen können. Was Sie angedeutet haben, ist einleuchtend und erfüllt das, was man von einer solchen Aufnahme erwarten darf.

Berichtigung zu Ziffer 3.1:

Auf Grund weiterer Untersuchungen hat sich herausgestellt, dass die Bilder 1 und 2 nicht vorwiegend Versetzungsringe zeigen, die durch Kondensation von Leerstellen entstanden sind, sondern kohärente Ausscheidungen. Diese und andere Ausscheidungen in UO_2 -Kristallen werden in einer demnächst erscheinenden Arbeit eingehender behandelt.

CDNA00164DEC