PROM. NR. 2772

## Experimentelle Untersuchungen zur Plastizität von Eis

VON DER

#### EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE IN ZÜRICH

#### ZUR ERLANGUNG

DER WÜRDE EINES DOKTORS DER NATURWISSENSCHAFTEN

#### GENEHMIGTE

#### PROMOTIONSARBEIT

VORGELEGT VON

#### SAMUEL STEINEMANN, DIPL. PHYS.

VON ZÜRICH

### REFERENT: HERR PROF. DR. E. BRANDENBERGER Korreferent: Herr Prof. Dr. G. Busch

#### ZÜRICH 1958

ASCHMANN & SCHELLER AG. BUCHDRUCKEREIZUR FROSCHAU

Gleichzeitig erschienen als: Beiträge zur Geologie der Schweiz — Hydrologie 10. Lieferung (1958)

## Lebenslauf

Geboren am 5. Dezember 1923 in Winterthur, verbrachte ich die Jugendzeit in Bülach, durchlief die Primarschule daselbst und in Winterthur. Nach den Mittelschulen Gymnasium in Winterthur und Freies Gymnasium in Zürich mit der Maturität im Jahre 1943 und anschließendem Militärdienst, begann 1945 die Studienzeit an der Eidgenössischen Technischen Hochschule in Zürich, zunächst an der Abteilung für Maschinenbau, später in Experimentalphysik, um 1951 mit dem Diplom abzuschließen. Die vorliegende Arbeit wurde während einer Assistenz am Mineralogisch-Petrographischen Institut bei Prof. Dr. P. Niggli im Jahre 1952 begonnen.

## Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	6
1. Einleitung	7
2. Kristallplastizität des Eises	8
2.1. Problemstellung	8 9 0 1
2.4. Das bildsame Verhalten des Eis-Einkristalles       1         2.4.1. Versuche unter Ausschluß basaler Gleitung       1         2.4.2. Homogene Scherung von Einkristallen im Bausch-Gerät       1         2.4.3. Gleitrichtung       1         2.5. Diskussion       1	2 2 5 5
3. Plastische Verformung polykristallinen Eises in Nähe des Schmelzpunktes       1         3.1. Beziehungen zwischen verschiedenartigen Beanspruchungen       1         3.2. Zug- und Druckversuche an zylindrischen Stäben       1         3.2.1. Herstellung der Prüfkörper und Versuchsführung       1         3.2.2. Die Fließkurve       2         3.2.3. Das Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz       2	.8 .9 19 20
<ul> <li>3.3. Reine Scherverformung und Verformung unter mehrachsialen Spannungszuständen</li></ul>	27 27 27 30 31 32 32
3.4. Die isotherme Rekristallisation       3.4.1. Durchführung der Versuche       3.4.1. Durchführung der Versuche       3.4.2. Rekristallisationsgesetze und Kinetik       3.4.3. Kinetik der Überlagerung von Verformung und primärer Rekristallisation       3.4.3. Kinetik der Überlagerung von Verformung und primärer Rekristallisation	33 33 34 38
3.5. Phänomenologie des Gefüges       4         3.5.1. Korngestalt       4         3.5.2. Korngröße       4         3.5.3. Texturen       4	10 10 11 16

	3.6.1. Relative Grenzflächenspannung an Korngrenzen
	3.6.2. Korngrenzenfließen
3.7.	Einige weitere Untersuchungen zum Formänderungsmechanismus
	3.7.1. Knickbildung
	3.7.2. Röntgen-Feinstruktur-Untersuchungen an einer gezogenen grobkristallinen Platte
	3.7.3. Beobachtungen zum Formänderungsmechanismus an der Mikrostruktur
3.8.	Einschlüsse und Verunreinigungen
3.9.	Diskussion
	3.9.1. Die Natur der Formänderung an Eis
	3.9.2. Grundlegende Hinweise auf die Gletschermechanik
_	
Tem	periertes Eis
4.1.	Thermodynamischer Zustand des temperierten Gletschers
	4.1.1. Zur Wechselwirkung zwischen elastischen und plastischen Formänderungen und dem Gefüge
	4.1.2. Energetische Eigenschaften der Phasengrenze Eis-Flüssigkeit.
	4.1.3. Die Mikrostruktur unbeanspruchten Eises
42	Der Formänderungsmechanismus temperierten Eises

#### Zusammenfassung

Diese experimentelle Arbeit behandelt die grundlegenden Fragen der Formänderung von Eis, und zwar im Hinblick auf den Gletscher unter Dauerbeanspruchung.

Aus allgemeinen Untersuchungen zum Fließverhalten polykristallinen Eises unter verschiedenartigen mechanischen Beanspruchungen und der vollständigen Gefügeanalyse geht hervor, daß während des Fließens kräftige Korngrenzenverschiebungen auftreten, insbesondere aber eine fortgesetzte Rekristallisation abläuft, welche enge gegenseitige Beziehungen zum Beanspruchungszustand aufweist.

Spezielle Untersuchungen behandeln quantitativ die Kristallplastizität und mögliche interkristalline Formänderungsmechanismen; u. a. wird festgestellt, daß Korngrenzenscherung fehlt.

Vor allem anhand thermodynamischer Überlegungen wird endlich abgeklärt, inwieweit die an kaltem Eis bekannten Formänderungsmechanismen auch im temperierten Eis vorliegen.

### 1. Einleitung

Ein natürliches Bestreben hat die Bewohner alpiner Regionen seit jeher zur Beschäftigung mit dem Mineral Eis veranlaßt; aus ihr hat sich im Laufe der Zeiten unter entscheidender Mitarbeit schweizerischer Geologen, Kristallographen und Physiker die Glaziologie zur eigentlichen Wissenschaft entwickelt. Zu Beginn des 18. Jahrhunderts begründete Johann Jakob Scheuchzer eine Gletscherkunde im engeren Sinne. Mit Louis Agassiz setzte anfangs der 1830er Jahre die klassische Periode der Gletscherkunde ein, der weiterhin die Arbeiten von Franz Josef Hugi zugehören. Das «Handbuch der Gletscherkunde» von Albert Heim ist heute noch das klassische Buch über die Gletscher.

Unter den die Glaziologie besonders beschäftigenden Problemen stand die Frage nach Wesen und Mechanismus der Gletscherbewegung immer im Vordergrund. Zunächst als ein rheologisches Phänomen betrachtet, bildete die Annahme, es stelle die Plastizität des Eises eine der Materie inhärente Eigenschaft dar, den Ausgangspunkt (RENDU 1841). Das Fließen des Gletschers erklärt SOMIGLIANA (1921) sodann als rein viskose Formänderung. In neuester Zeit behandelt OROWAN (1949) Eis als ideal-plastischen Körper und NYE (1952, a) berechnet nach dieser Annahme und unter geeigneten Voraussetzungen aus der Oberflächenbewegung die Gletschertiefe. Nach den Messungen der Geschwindigkeitsverteilung am eingebohrten Rohr von GERRARD, PERUTZ und ROCH (1952), McCALL (1952) und SHARP (1953) wie auch nach Laboratoriumsuntersuchungen von GLEN (1952, 1953, 1955) zeigt sich in der Tat, daß dies in guter Näherung möglich ist und sich die Fließgeschwindigkeit beanspruchten Eises als eine Potenzfunktion der Spannung darstellen läßt.

Der im Gletscher vorliegende physikalische Zustand deckt indes bald auch Beziehungen zu einer Metamorphose auf, und viele der stofflichen Besonderheiten scheinen nur aus dem Wesen von Gefügeveränderungen heraus verständlich zu sein. Damit werden zwangsläufig die Experimente zum mechanischen Verhalten von Eis teilweise, vor allem aber dessen Gefügeanalyse, zu einer Frage der Metamorphose, welche alle jene Prozesse innerhalb des ruhenden oder fließenden Gletschers umschließt, die mit einer Substanzumlagerung verknüpft sind. Diese Ansicht findet heute in den Untersuchungen von SELIGMAN (1949), BADER (1951), RIGSBY (1951), MACGREGOR (1951), DEMOREST (1953, im Laboratorium), MEIER, RIGSBY und SHARP (1954) und GLEN (1955) stärkere Beachtung, obwohl auf derartige Umstände bereits von TARR und RICH (1911/12), MATSUYAMA (1920), PHILIPP (1920), HAWKES (1930) und PERUTZ und SELIGMAN (1939) hingewiesen wurde. Die Wirkungen der Umkristallisation auf das Gefüge — Korngröße, Korngestalt und Textur umfassend — sind durch SELIGMAN (1949), BADER (1951), RIGSBY (1951), SCHWARZACHER und UNTERSTEINER (1953) und MEIER, RIGSBY und SHARP (1954) quantitativ festgestellt worden, aber das Wesen und die Existenzbereiche möglicher interkristalliner Formänderungen und insbesondere die Natur und das Ausmaß ihrer Rückwirkungen auf das mechanische Verhalten, gehen aus diesen Untersuchungen nur ungenügend hervor.

Die Kenntnis temperierten Eises hat grundsätzliche Schwierigkeiten noch nicht überwunden. Dessen mechanisches Verhalten unter Beanspruchung wird vielfach durch das Riecke'sche Prinzip in der Anwendung: «Druckschmelzung und Wiedergefrieren im Druckgefälle» umschrieben; doch sagt bezeichnenderweise BEILBY (1921) hiezu: «...this theory could only be made to cover all the known facts, by straining both the facts and the theory.»

Die vorliegenden Untersuchungen behandeln das Fließverhalten polykristallinen kalten Eises unter besonderer Berücksichtigung der Metamorphose. Der Weg dazu ist vorgezeichnet: Fließversuche unter exakt bekannten Beanspruchungsbedingungen und großen Dehnungsbeträgen bei gleichzeitiger vollständiger Kennzeichnung der strukturellen und texturellen Verhältnisse. Die wünschenswerte, umfassende Abklärung vermitteln sodann Studien von Entwicklungstendenzen und treibenden Kräften der wichtigeren Formänderungsprozesse; besondere Beachtung kommt den energetischen Beziehungen an der Korngrenze zu. Letztere bilden sodann die Grundlagen einer Studie zur Thermodynamik des temperierten Gletschers. Eine genauere Bezeichnung der Probleme findet sich jeweilen am Anfang der entsprechenden Teilgebiete.

Zu der im Laufe dieser Arbeit verwendeten Terminologie sei bemerkt, daß sie sich meist an den Sprachgebrauch der Metallkunde anlehnt. Einige Begriffe aus der Petrographie werden dann verwendet, wenn der zeitliche Ablauf grundlegende Bedeutung hat. In jedem Falle ist für die Übertragung der jeweilige Begriffsinhalt voll maßgebend.

## 2. Kristallplastizität des Eises\*)

#### 2.1. Problemstellung

Die Kenntnis der Kristallplastizität — also des Verhaltens des freien Einkristalles unter allen möglichen Arten mechanischer Beanspruchung — bildet eine erste Grundlage für jedes tiefere Verständnis des Mechanismus, nach dem sich intrakristalline Formänderungen im polykristallinen Aggregat abspielen.

Gleitebene für Eis (zugehörig  $D_{6h}$ ,  $D_{3h}$  oder  $C_{6v}$ ) ist (0001) (McConnell 1891, Mügge 1899 und 1900, MATSUYAMA 1920, GLEN und PERUTZ 1954, GRIGGS und Coles 1955), übereinstimmend mit der Regel, daß die basale Gleitung bei hexagonalen Kristallen — für Ionenkristalle spielen auch die Bindungsverhältnisse der Gitterbausteine eine wesentliche Rolle — oberhalb bis wenig unterhalb des c/a-Verhältnisses der dichtesten Kugelpackung vorherrscht (Eis: c/a = 1,629 bei 0° C). Experimente zur Festlegung einer Gleitrichtung deuten darauf hin, daß jede Richtung in (0001) gleichberechtigt ist (Mügge 1899, GLEN und PERUTZ 1954). Andere Gleitelemente werden von MATSUYAMA (1920) und RIGSBY (1951, Texturstudien) vermutet.

Nach einem experimentellen Befund von McCONNELL und KIDD (1888) scheint zwischen Fließgeschwindigkeit und angelegter Spannung keine Proportionalität zu bestehen. Aus Druckversuchen an Einkristallen, deren optische Achse gegenüber der Beanspruchung um 45<sup>o</sup> geneigt war, leiteten GRIGGS und COLES (1955) das empirische Fließgesetz  $\varepsilon = [0,62 (\sigma - 0,02 T^2) t]^2$  her, worin  $\varepsilon$  die Dehnung in Prozenten,  $\sigma$  die Spannung in Kilogramm je Quadratzentimeter, T die Temperatur in Celsiusgraden und t die Zeit in Stunden. Für eine bestimmte Dehnung würde sich danach der Einkristall viskos verhalten. Als Merkmal der Untersuchungen wird von jedem Autor schlechte Reproduzierbarkeit hervorgehoben, die für natürliches (rekristallisiertes) Eis und aus der Schmelze gezüchtete Kristalle besteht.

Im Hinblick auf die erwähnten Unsicherheiten scheint eine Überprüfung der Resultate zum Formänderungsverhalten von Einkristallen angebracht.

<sup>\*)</sup> Eine Mitteilung dieser Resultate findet sich in: Journal of Glaciology 2, 404 (1954).

#### 2.2. Herstellung von Eis-Einkristallen und Methoden zu deren Orientierung

Bei der Züchtung von künstlichen Eis-Einkristallen sind kontrollierte und reproduzierbare Bedingungen bei einer Kristallisation aus dem Schmelze leicht einzuhalten, und die Methode von Stöber (siehe MENZIES und SKINNER 1949) ist im Falle von Eis mit Erfolg angewandt worden (JONA und SCHERRER 1952, GLEN und PERUTZ 1954). Beginnt die Erstarrung von der freien Wasseroberfläche aus, so fallen Dichte- und Temperaturgradient dauernd in gleiche Richtung.

Als Kristallisationsgefäß wurde ein emaillierter Topf von 30 cm Durchmesser und 30 cm Tiefe verwendet. Eine schwache Beheizung der Seitenwände und des Bodens läßt hier eine etwaige Bildung unerwünschter Eiskristalle verhindern, wodurch sich optimale Bedingungen auch für ein gleichmäßiges Fortschreiten der Erstarrungszone ergeben. Bei einer Umgebungstemperatur von etwa -10° C erfährt die freie Wasseroberfläche zunächst eine Unterkühlung, dann erfolgt eine spontane Keimbildung, bis nach etwa einer halben Stunde die ganze freie Oberfläche von einem oder mehreren großen, flachen Dendriten bedeckt und zugleich die Bildung weiterer Keime ausgeschlossen ist; beträgt doch nach den sorgfältigen Untersuchungen von WYLIE (1953) selbst für den günstigsten Inhibitor die notwendige Unterkühlung mindestens 2,5° C, während sich Wasser im Kontakt mit Eis sicher nicht mehr als 0,1° C unterkühlt (WYLIE 1953), Das anschließende Wachstum des Kristalles in die Tiefe wird infolgedessen durch diesen zunächst entstandenen «zweidimensionalen Keim» weitgehend festgelegt. Dessen Qualität bestimmt ferner die Güte des daraus sich bildenden, großen Einkristalles, indem mindestens seine Makrobaufehler sich im wachsenden Kristall fortpflanzen. Solche treten durchwegs dann auf, wenn bei einer starken Unterkühlung und somit hoher linearer Kristallisationsgeschwindigkeit (beobachtet bis über 1000 mm/min, nach TAMMANN und BÜCHNER 1935 einer Unterkühlung von etwa 5º C entsprechend) starke Dendriten wachsen. Sehr feines, dendritisches Wachstum oder blätterförmiges Aussehen der zuerst erstarrten Schicht, wie dies nur bei kleinen Wachstumsgeschwindigkeiten auftreten kann, führt in der Folge immer zu guten Kristallen. Durch geeignete Wahl der Heizleistung für die Seitenwände und den Boden des Gefäßes als auch der Umgebungstemperatur ist die Kristallisationsgeschwindigkeit nach der Tiefe unter etwa 15 mm/d zu halten, womit Gaseinschlüsse und andere Fehlentwicklungen des Eis-Einkristalles allgemein vermieden werden.

Die größten auf diese Weise gezüchteten Einkristalle erreichten die Dimensionen des Kristallisationsgefäßes, also Durchmesser von 30 cm und eine Höhe von 20 cm. Sämtliche Kristallisationsversuche wurden mit Schmelzwasser durchgeführt, welches gesamthaft für alle hier besprochenen Untersuchungen — auch für jene am Polykristall — bei einem starken Schneefall in genügender Menge gesammelt und im Kühlraum eingelagert wurde. Nach Verdampfen dieses *Ausgangsmaterials* blieb ein fester Rückstand von 7,0 mg/l übrig, was etwas unter dem am Gletscher gefundenen Wert liegt (RENAUD 1951). Die Zusammensetzung dieser Verunreinigungen dürfte auf Grund des gleichen Ursprungs im wesentlichen übereinstimmen (NH<sub>4</sub>Cl, NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaCl, Karbonate). Nach den Untersuchungen von WORKMAN und REYNOLDS (1950) zur «Ladungstrennung», welche die Kristallisation in Lösungen begleitet, geschieht der Fremdstoffeinbau im Eisgitter vor allem als Ionen.

Die Orientierungsbestimmung der Eis-Einkristalle bezüglich ihrer optischen Achse ist in konoskopischer Betrachtung leicht auf 1<sup>o</sup> genau ausführbar. Röntgenographisch haben GLEN und PERUTZ (1954) als Längsachse der Dendriten — seien diese aus der Atmosphäre entstanden oder aus der Schmelze gezogen — stets [1120] gefunden. Bei der Züchtung von Einkristallen kann daher die Lage der a-Achse auf der zuerst entstandenen Schicht durch Marken bezeichnet werden, bis die Verdampfung die Sichtbarkeit der Dendritenstrukturen zerstört. Auch für die sogenannten Tyndall-Blumen — unter Einwirkung strahlender Wärme entstehende, sternförmige, parallelgestellte Schmelzfiguren im Innern von Eiskristallen — wurde hier röntgenographisch eine Orientierung bestimmt, wie sie für die Dendriten des Schneekristalles typisch ist (Fig. 1). Ohne Zuhilfenahme röntgenographischer Verfahren gelang es



Fig. 1. Tyndall-Blumen. Orientierung ihrer Fläche und Äste ist identisch mit dem Schneekristall. Vergrößerung 2×.

immer, entweder durch Beobachtung der Dendriten bei Beginn der Kristallisation oder später durch Einmessen der Tyndall-Blumen in einem abgetrennten Stück des Einkristalles, die a-Achse der Eiskristalle auf mindestens 5<sup>o</sup> genau festzulegen.

#### 2.3. Wachstumsphänomene an Eiskristallen

#### 2.3.1. Dendriten und bevorzugte Wachstumsrichtung

Bei der angewandten Zuchtmethode sind die Bedingungen zur Kristallisation im thermischen Gleichgewicht erst beim späteren Wachstum nach der Tiefe erfüllt; die *Phasengrenzfläche* liegt dabei auf dem der Erstarrungstemperatur entsprechenden Niveau. Der Versuch, an wachsenden Einkristallen die Grenzfläche Eis-Wasser durch spontane Trennung des Kristalles vom Wasser freizulegen, zeigt, daß diese, falls parallel zu (0001) verlaufend, eben ist, dagegen Treppen oder sogar vorspringende Kämme – breitblättrige Dendriten – aufweist, wenn die Neigung der Basis gegen die Phasengrenzfläche zunimmt. Fig. 2 zeigt diese Erscheinung an zwei Kristalliten, wobei die Neigung der Grenzfläche gegen (0001) 35-50° beträgt. Das fragliche Präparat stammt aus einer Schmelze, der in größerer Menge ein



Fig. 2. Struktur einer Phasengrenzfläche Wasser-Eis, wie sie während der Kristallisation besteht. Vergrößerung 10×.

oberflächenaktiver Wirkstoff (Invadin CIBA) beigefügt worden war, welcher den Effekt begünstigt. Dieses Verhalten des wachsenden Eiskristalles hängt offenbar mit der bevorzugten Wachstumsrichtung und einem Lamellenwachstum (GRAF 1954) zusammen.

Als *bevorzugte Wachstumsrichtung* wird für Eis vielfach [0001] angenommen und dabei auf die (nur schwache) Anisotropie der Wärmeleitung hingewiesen. Das Studium der Kristallisation auf der freien Wasseroberfläche vermag jedoch den wahren Sachverhalt nicht wiederzugeben, indem Dendriten, wenn sie unbehindert auf einer freien Oberfläche liegen, eine rein mechanische Gleichgewichtslage einnehmen ([0001] senkrecht zum Flüssigkeitsspiegel). Nach Owston (1951) stellt sich die optische Achse senkrecht zum Wärmefluß, wenn Wasser von unten her gefriert. Ebenso verhält sich Kammeis, eine stengelige Wachstumsform von Eiskristallen in durchnäßtem Boden (STEINEMANN 1953). Das würde mit der Ansicht übereinstimmen, daß die bevorzugte Wachstumsrichtung mit der Richtung primärer Dendriten zusammenfällt (siehe MARTIUS 1954).

#### 2.3.2. Der Realbau der Eiskristalle

Die Makrobaufehler des Eiskristalles zeigen typische Formen der Buerger'schen Verzweigungsstruktur (BUERGER 1934) und lassen sich als Auffüllung zunächst gebildeter Dendriten, sei es innerhalb ein und derselben Basisfläche oder aber zwischen verschiedenen, aufeinander gestapelten Dendriten, beschreiben. Eine erste Verzweigung geht nur in wenigen Fällen kontinuierlich in eine zweite über, so daß in Laue-Aufnahmen in der Regel aufgespaltene Interferenzen und seltener lediglich Asterismus beobachtet wird (Photographien bei STEINEMANN 1954, a). Die Orientierungsdifferenz der Verzweigungen kann über eine Entfernung von einigen Zentimetern vom gemeinsamen Keim in der c-Richtung bis zu 10°, in der a-Richtung bis zu 20° betragen. Besonders deutlich zeigt Fensterreif die Desorientierung der Subindividuen, wie aus der Laue-Aufnahme der Fig. 3 hervorgeht. Allgemein beschränken sich Makro-



Fig. 3. Laue-Aufnahme einer dicken Schicht Fensterreif, dessen Krümmung einer Verzweigungsstruktur entspringt.

baufehler dieser Art auf das schnelle Wachstum des «zweidimensionalen Keimes» und sind bei langsam gezüchteten Kristallen nicht anzutreffen. Letzteres Ausgangsmaterial wurde deshalb für die geplanten Versuche bevorzugt, womit eine Störung des mechanischen Verhaltens des Einkristalles durch die an Verwerfungen notwendigerweise entstehenden inhomogenen Deformationen verhindert wird.

Betreffend der *Mikrobaufehler* beschreibt LONSDALE (1947) nach Untersuchungen im divergenten Röntgenstrahl den Eiskristall summarisch als «von hoher Perfektion». Mikrokristalline Einheiten haben unabhängig von den Wachstumsbedingungen Querdimensionen von 3 µm und eine mittlere Länge von 6 µm (TRUBY 1955).

#### 2.4. Das bildsame Verhalten des Eis-Einkristalles

#### 2.4.1. Versuche unter Ausschluß basaler Gleitung

Für den Zug- und Druck-Versuch wie auch bei reiner Scherung gibt es Orientierungen der Versuchskörper, die basale Gleitung verhindern. Für den Biegeversuch verwirklicht die Anordnung nach Fig. 4 unten dieselbe Aufgabe und ist zudem unempfindlich gegen kleinere Fehlorientierungen der Eisproben.



Fig. 4. Biegeversuche zur Untersuchung möglicher Gleitelemente.

Die angestellten Versuche bei fester Einspannung der Endstücke an einkristallinen Stäben der freien Länge von 3-4 cm und des Querschnittes von  $1 \times 1$  cm haben nie eine meßbare Verformung gezeigt. Dem für mehrere Tage bei -2° C angelegten Drehmoment von 3 kg· cm - höhere Momente bis zu 5 kg· cm bewirkten nach kurzer Zeit spröden Bruch - entsprachen Druck- bzw. Zug-Spannungen an den unteren und oberen Oberflächen von  $|\sigma| = 18$  kg· cm<sup>-2</sup>, also etwa den für Eis gemessenen Bruchspannungen. Konnte dagegen nach Fig. 4 oben die Biegung unter Betätigung von (0001) ablaufen, so setzte die Verformung immer unmittelbar mit der Belastung ein. Ein Einfluß der Nebenachsen auf diesen Sachverhalt war nicht nachzuweisen. Diese Resultate weisen deutlich darauf hin, daß die Gleitung im Eiskristall nur nach (0001) erfolgt.

#### 2.4.2. Homogene Scherung von Einkristallen im Bausch-Gerät

Die Untersuchung einer reinen Gleitung im Bausch-Gerät eliminiert die unvermeidlich den Zugversuch begleitenden inhomogenen Deformationen. Insbesondere vermeidet die Scherung langer Kristalle mikroskopische Spannungsfelder, wie RÖHM und KOCHENDÖRFER (1950) aus einer fehlenden Spannungsverfestigung von metallischen Einkristallen ableiten.

Einkristalle von 15–25 cm<sup>2</sup> Querschnitt und 2–5 cm Höhe wurden auf gerillten Aluminiumplatten angefroren, die zur Erreichung guter Haftung zuvor mit einem Netzmittel gereinigt worden sind. Die Ebene (0001) der Kristallstücke ist parallel zur Scherungsebene des Gerätes gelegt. Damit schieben sich die Gleitebenen (0001) parallel zu den Halteflächen gegeneinander ab und legen wie bei Metallkristallen auf der Oberfläche Gleitbänder frei, deren Abstand ungleichmäßig ist, aber zwischen 0,2 und 0,6 mm beträgt. In Fig. 5 ist ein nach diesem Vorgehen um etwa 300% gescherter Einkristall gezeigt. Fig. 6 ent-



Fig. 5. Abgleitung eines Einkristalles, wobei ausgeprägte Gleitbänder sichtbar werden. Beobachtungsrichtung [0001], Vergrößerung 1,5×.

hält einige Beispiele gemessener Zeit-Abgleitung-Diagramme (das Verhältnis Verschiebung/Höhe gibt die als Abgleitung  $\gamma$  bezeichnete bildsame Schiebung). Anschließend an ein primäres Fließen, dem hier



Fig. 6. Zeitlicher Verlauf der Abgleitung bei Scherung von Eis-Einkristallen.

keine weitere Beachtung geschenkt wird, läßt sich der zeitliche Verlauf der Abgleitung während des sekundären Fließens unterhalb  $\gamma = 0,1-0,2$  gut als gerade Linie darstellen. Nach einer mehr oder weniger ausgedehnten Übergangszone, deren Lage und Erstreckung diesen Messungen gemäß nicht von der Gleitgeschwindigkeit abhängt, folgt tertiäres Fließen mit wiederum einigermaßen konstanter

Fließgeschwindigkeit. Mit zunehmender Abgleitung nimmt danach der Verformungswiderstand der Eisprobe in diskontinuierlicher Weise ab.

Die Fließkurven von GLEN und PERUTZ (1954) — Zugbeanspruchung an Einkristallen, wobei [0001] 45° zur Beanspruchungsachse geneigt — und die Druck-Versuche von GRIGGS und CoLES (1955) lassen sich für kleine Dehnungen nach entsprechender Übertragung auf den Scherversuch ziemlich gut mit den hier mitgeteilten Resultaten vergleichen; so z. B. für  $\tau = 1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  mit einem Verlauf, wie er in Fig. 6 gestrichelt eingezeichnet ist. Daß im Gegensatz zu diesen Resultaten jene Autoren einen nichtlinearen Verlauf des sekundären Fließens feststellen, soll vorläufig der ungleichen Versuchsführung zugeschrieben werden. In diesem Zusammenhang mag auf einen sehr bedeutenden Anstieg der Gleitgeschwindigkeit aufmerksam gemacht werden, der sich immer dann einstellte, wenn die Eisprobe sich bei ungenügender Haftung leicht von der Halteplatte ablöste und inhomogene Verzerrungen erfuhr.

Der Übergang in das tertiäre Fließen ist unter diesen experimentellen Bedingungen irreversibel. Entlastung und neuerliche Belastung bei gleicher Spannung bewirken keine Diskontinuitäten der Fließgeschwindigkeit, abgesehen von einem nicht in jedem Falle feststellbaren, kurzzeitigen primären Fließen. Immerhin konnte in einigen Experimenten nach einer über mehrere 100 Stunden dauernden Lagerung bei  $-2,3^{\circ}$  C und neuerlicher Belastung eine schwache, aber feststellbare Erhöhung des Verformungswiderstandes beobachtet werden.

Die Abnahme des Verformungswiderstandes mit zunehmender Abgleitung ist nicht in einer Verminderung der effektiven Fläche begründet, da für die Rückdeformation über die Nullage hinaus in zwei Zyklen ( $\gamma_{total} \simeq 1$ ) die Verhältnisse unverändert beibehalten wurden (die Metallkunde stellt derartige Experimente zur Untersuchung des Verfestigungsverhaltens an, sog. Bauschinger-Effekt an Einkristallen); andererseits waren nach großen Scherbeträgen keine inhomogene Deformationen in den Eiskristallen feststellbar.

Folgerichtig ist in der Darstellung der Gleitgeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  in Funktion der Scherspannung  $\tau$  zwischen sekundärem und tertiärem Fließen zu unterscheiden und zwar gelten in Fig. 7 die unteren



Fig. 7. Verlauf der Gleitgeschwindigkeit-Schubspannung-Kurven von Eis-Einkristallen.

Kurven (Kreuze) für den sekundären, die obere (Punkte) für den tertiären Ast der Fließkurve. Formelmäßig ausgedrückt, steigt die Fließgeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  nach einer Potenzfunktion der Schubspannung  $\tau$ an, nämlich

$$\dot{\gamma} = \mathbf{k} (\gamma, \mathbf{T}) \tau^{\mathbf{n}}$$
(1),

worin k und n von der Abgleitung  $\gamma$  und der Temperatur T (n wahrscheinlich weniger) abhängige Größen sind.

Höhere Belastungen als etwa  $\tau \simeq 3 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  führten in der einfachen Meßapparatur zum Bruch der Proben. Weil nach den Untersuchungen von GRIGGS und COLES (1955) auch bei höheren Spannungen der Verformungswiderstand mit zunehmender Dehnung abfällt, kann die Formel (1) nur beschränkte Gültigkeit haben und der tertiäre Ast des Gleitgeschwindigkeit-Schubspannung-Gesetzes wird wahrscheinlich einen ansteigenden Exponenten aufweisen.

Die experimentellen Streuungen in diesen Versuchen waren bedeutend und insbesondere stark für das sekundäre Fließen. Ohne Zweifel ist ein derartiges Verhalten in einer Störungsempfindlichkeit begründet, wobei für kleine Verformungen die den Kristallen eigene Fehlordnung sich in ihrer ganzen Variabilität auswirkt, für die Deformationsgrade des tertiären Fließens dagegen verwischt und offenbar durch eine gleichmäßigere, neu entstehende Fehlordnung ersetzt wird. Wenn nämlich an ein und demselben Kristall die Last stufenweise gesteigert wird, so zeigt die sekundäre Fließgeschwindigkeit tatsächlich nur kleine Streuungen und die Meßpunkte reihen sich gut auf eine Gerade (Fig. 7).

Einige wenige Untersuchungen an Kristallen aus destilliertem Wasser schienen Anhaltspunkte dafür zu geben, daß steigender Reinheitsgrad den Verformungswiderstand erhöht.

Eine kritische Schubspannung der Eiskristalle ist nicht feststellbar; gemessene Fließgeschwindigkeiten sind bis hinunter zu  $\tau = 0.2$  kg · cm<sup>-2</sup> nach Formel (1) darstellbar. Wahrscheinlich weist der Eiskristall, wie ionische Kristalle überhaupt, am Schmelzpunkt keine kritische Schubspannung auf (SCHMID und BOAS 1935).

#### 2.4.3. Gleitrichtung

Verdrehung der Gleitrichtung in (0001) und zwar bei festgehaltener Belastung im Bausch-Gerät beeinflußt die tertiäre Fließgeschwindigkeit innerhalb einer Meßgenauigkeit von einigen Prozenten nicht. Das analoge Experiment im sekundären Fließen ist wegen der progressiven Erniedrigung des Verformungswiderstandes undurchführbar. Eine Gleitrichtung ist unter den obigen Bedingungen nicht ausgezeichnet.

#### 2.5. Diskussion

Zusammenfassend ergibt sich, daß im Eiskristall bei schmelzpunktsnahen Temperaturen bis zur Bruchspannung des freien Kristalles einzig eine Gleitung längs (0001) betätigt wird und daß in dieser Ebene eine Gleitrichtung bei Dehnungen über einige Prozente nicht ausgezeichnet ist. Eine allfällige kritische Schubspannung muß unter 0,2 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup> liegen.

Die Untersuchungen haben weiterhin gezeigt, daß streng homogene Verformung jegliche Kristallneubildung allgemein ausschließt. Eine solche tritt dagegen auf, wenn die Gleitlamellen makroskopische Krümmungen eines Radius von maximal 1—3 mm erfahren (nach Biegegleitversuchen). Zu gleicher Wirkung führen nach dem Dünnschliff der Fig. 8 auch die Makrobaufehler in einer um mehrere 100<sup>0</sup>/<sub>0</sub>



Fig. 8. Primäre Rekristallisation um eine Wachstumsfehlstelle, die im Laufe der Scherung starke inhomogene Verzerrungen erfuhr. Vergrößerung 1,5 × .

«hin- und herdeformierten» Eisprobe, während der umgebende, homogen gescherte Kristall keiner sichtbaren Veränderung unterliegt.

Die über einen großen Temperatur- und Spannungsbereich durchgeführten Druck-Versuche von GRIGGS und COLES (1955) sind geeignet, das Wesen und den Mechanismus des Fließens des Einkristalles näher zu klären. Die aus der empirischen Formel

$$\varepsilon = k (\sigma, T) t^{2} = [0,62 (\sigma - 0,02 T^{2}) t]^{2}$$
(2)

hergeleitete Fließgeschwindigkeit sei der Reaktionsgeschwindigkeit eines Aktivierungsprozesses gleichgesetzt, also:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = 2k (\sigma, T) t = \varepsilon \frac{2}{t} = Ke \frac{Eexp}{RT}$$
(2a),

worin  $E_{exp}$  die «experimentelle Aktivierungsenergie»\*), R die Gaskonstante und T die absolute Temperatur bedeuten. Für die graphische Darstellung ist  $\ln t = \frac{E_{exp}}{RT} + K'$  bei fester Dehnung  $\varepsilon$  maßgebend. Wird jetzt auf die Meßresultate von GRIGGS und COLES zurückgegriffen, so ergeben sich die Kurven der Fig. 9. Nach deren Verlauf sind die Verhältnisse notwendigerweise durch eine «*mittlere Aktivierungsenergie*» zu umschreiben (siehe auch Fig. 86).

Im gegebenen Falle muß die Anwendung eines Aktivierungsprozesses rein formaler Natur bleiben, indem die Vorgänge im atomaren Maßstab — nämlich die Bewegung von Mikroeinheiten weitgehend undefinierter Natur — ungenügend bekannt sind. Nicht-konstante «Aktivierungsenergie» verlangt unmittelbar nach mehreren geschwindigkeitsbestimmenden Faktoren und einer nicht-konstanten «Aktivierungsentropie»; möglicherweise ist in solchen Fällen der Typus der Reaktion uneinheitlich. «Aktivierungsentropie» und Typus der Reaktion gehen in die Größe K der Formel (2a) — später auch (3a) und (8) — ein, sind also unbekannt und können auch aus experimentellen Daten nicht abgespalten werden.

Mit steigender Temperatur fallende Werte einer «experimentellen Aktivierungsenergie» treffen für die Viskosität und die Leitfähigkeit von Glas (siehe SEITZ 1951), sodann für das Fließen des Eis-Ein-

<sup>\*)</sup> Energieschwelle zwischen Gleichgewichtszuständen von Mikroeinheiten, auf deren Bewegung ein untersuchter Vorgang beruht; die Geschwindigkeit des gerichteten Prozesses hängt nach der statistischen Mechanik sodann von der Temperatur ab.

kristalles zu; weitaus häufiger wächst die «experimentelle Aktivierungsenergie» mit steigender Temperatur, so z. B. für die Diffusion in Alkalisalzen (siehe SEITZ 1951) und, wie später ersichtlich, für das Fließen des Eis-Vielkristalles (siehe 3.2.3) und die primäre Rekristallisation (hiezu 3.4.2). Ganz allgemein liegt eine gangbare Auslegung derartiger Verhältnisse nicht nahe.



Fig. 9. log  $t = f(\sigma, 1/T)$  nach den Meßresultaten und einer empirischen Formel zum Fließen des Eis-Einkristalles von GRIGGS und CoLES (1955).

Wie für Metalle bedarf der Elementarschritt der Deformation des Eiskristalles des Mitwirkens einer bestimmten Fehlordnung (dort als Versetzung bezeichnet) und es verschieben sich bekanntlich nicht zwei Gitterebenen als Ganzes gegeneinander. Eine «ideale» Schubspannung kann als nötige Kraft für die simultane Verschiebung aller Wasserstoffbindungen zwischen zwei basalen Nutzebenen abgeschätzt werden. Aus der zur Rotation der Moleküle nötigen Energie berechnet sich  $\tau_{ideal} \simeq 10 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ .

Offenbar sind vor allem häufige Konfigurationsumlagerungen der Wasserstoffbindung für das Fließen des Einkristalles verantwortlich. Immerhin erfährt gleichzeitig oder unabhängig von derartigen Protonenbewegungen auch das Sauerstoffgerüst gewisse bleibende Verrückungen, die in der Folge zu Rekristallisation (siehe 3.4 und 4.2) führen und auch unmittelbar das mechanische Verhalten der Kristalle beeinflussen.

Mit der Deutung der dielektrischen Eigenschaften und Leitfähigkeit des Eises durch BJERRUM (1951) und A. STEINEMANN und GRÄNICHER (1957) und A. STEINEMANN (1957) ist die elektrische Fehlordnung im Eiskristall gut bekannt geworden. Grundtypen der *elektrischen Fehlordnung* sind Orientierungsfehler (Doppelbesetzung O—H...H—O und Leerstellen O—...—O) und Ionenbildungsfehler (H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> und HO<sup>-</sup>), welche durch Moleküldrehung bzw. Protonenverschiebung und anschließende Diffusion isoliert auftreten. Diese Fehlordnung weist allgemein hohe Beweglichkeit auf.

Geometrische Eigenschaften der Versetzungen und gegenwärtige Ansichten zu deren Bewegung werden auch dem Sachverhalt im fließenden Eiskristall gerecht. Diese Strukturfehler sind aber unmittelbar auch mit elektrischer Fehlordnung verknüpft und Energieinhalt, Bewegung und gegenseitige Wechselwirkungen von Versetzungen sollten letztlich aus dem Wesen und dem Verhalten elektrischer Fehlordnung (im weitesten Sinne) heraus verstanden werden. Für schmelzpunktsnahe Temperaturen dürfte jedoch die Einbeziehung von (Molekül-) Leerstellen und thermischen Effekten infolge aller Wechselwirkungen notwendig sein, weil beträchtliche Wärmetönungen vorliegen.

Allgemeine Übersichten zur Kristallplastizität der Metalle vermitteln SCHMID und BOAS (1935), ANDRADE (1952), KOCHENDÖRFER (1952), SEEGER (1954) und MADDIN und CHEN (1954). Das für einen Vergleich naheliegende Zink haben SLIFKIN und KAUZMANN (1952), WEINBERG (1953), HSLIENLI, WASHBURN und PARKER (1953), TANNENBAUM und KAUZMANN (1954), THOMPSON (1955), TYNDALL, ARTMAN, WERT und EISNER (1955) untersucht. Oberhalb 58°C wird an diesem Metall das gleiche Fließgesetz wie für Eis festgestellt und als Vervielfachung aktiver Versetzungen durch Wechselwirkung mit blockierten Versetzungen interpretiert. DROUARD, WASHBURN und PARKER (1953) finden, daß für die Erholung eines gescherten Kristalls Fehlstellenwanderung in der c-Richtung maßgebend ist.

## 3. Plastische Verformung polykristallinen Eises in Nähe des Schmelzpunktes<sup>\*)</sup>

#### 3.1. Beziehungen zwischen verschiedenartigen Beanspruchungen

Gestützt auf theoretische Überlegungen nennt NYE (1953) die Bedingungen, welche für einen isotropen Körper Gleichwertigkeit verschiedener Beanspruchung ergeben und ermöglicht damit, aus der Kontraktion eines Bohrloches oder der Deformation unter Druckbelastung die Fließgeschwindigkeit-Spannung-Zusammenhänge in der für die Gletscherbewegung wichtigen Scherung zusammenzufassen. Laboratoriums- und Gletscher-Messungen für Temperaturen knapp unterhalb oder auf dem Schmelzpunkt stimmen danach bei  $\tau \simeq 1$  kg·cm<sup>-2</sup> leidlich gut überein, jedoch fallen für bisher im Gletscher zugängliche niedrigere Spannungen systematische Unterschiede im experimentellen Befund auf. Was dieses Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz allgemein betrifft, so ist es insbesondere für niedrige Spannungen derzeit Gegenstand einer Kontroverse, indem GERRARD, PERUTZ und ROCH (1952) und GLEN (1952, 1953, 1955) ein Potenzgesetz mit konstantem Exponenten finden, STEINEMANN (1954, b) aber mit steigender Spannung zunehmende Neigung feststellt. Von einer Erweiterung letzterer Experimente, und zwar als Dauer-Versuche, handeln die beiden ersten Teile dieses Abschnittes.

Die Formeln von NYE reichen noch nicht aus, Laboratoriumsbeobachtungen und die verschiedenen Gletschermessungen untereinander zu vergleichen, ist dafür doch auch erforderlich, daß die Gefügeverhältnisse übereinstimmen. Während im Laboratorium die Qualität des Versuchskörpers durchwegs gleich gewählt werden kann, sind im Gletscher Gefüge anzutreffen, welche die Vorgeschichte des

<sup>\*)</sup> Teilweise vorgetragen: Flow and Recrystallisation of Ice, UGGI, Assoc. Int. d'Hydrologie, Rome, publ. 39, 4, 449 (1954).

Beanspruchungszustandes wiederspiegeln und von denen sicher festgestellt ist, daß sie parakinematische\*) Umkristallisationen erfahren haben (SELIGMAN 1949, SCHWARZACHER und UNTERSTEINER 1953, MEIER, RIGSBY und SHARP 1954). Gerade letztere Phänomene, welche im festen Körper allgemein noch wenig bekannt sind, haben entscheidende Bedeutung.

#### 3.2. Zug- und Druck-Versuche an zylindrischen Stäben

Zug- und Druck-Versuche haben den bedeutenden Vorteil, daß sie eines kleineren experimentellen Aufwandes bedürfen als Scherversuche. Sie sind in größeren Reihen durchführbar, während Scherversuche ausgewählten Experimenten vorbehalten bleiben müssen.

#### 3.2.1. Herstellung der Prüfkörper und Versuchsführung

Um Prüfkörper aus blasenfreiem Eis mit in sich homogenem Charakter und isometrischen, regellos orientierten Kristallen zu erhalten, hat sich die Methode von GLEN (1952) gut bewährt. Hierbei wird in ein hylindrisches Gefäß als Keimsubstanz Schnee eingerüttelt und leicht gepreßt, das Gefäß hernach evakuiert und Schmelzwasser von 0° C langsam eingesogen, um anschließend das Ganze auf eine Temperatur von etwa  $-10^{\circ}$  C zu bringen und erstarren zu lassen. Das dabei entstandene reproduzierbare Gefüge (Fig. 10) besaß einen mittleren Korndurchmesser von  $\overline{D}_2 = 0.85 \pm 0.1$  mm. Diese Art



Fig. 10. Gefüge der Eis-Probekörper vor dem Versuch. Vergrößerung 3×.

der Probenherstellung betrifft insofern einen nur bedingt homogenen Kristallzustand, als ein Teil der Kristalle durch Sublimation, das Gros jedoch aus der Schmelze erstarrt ist.

Auf den Querschnitt des Stabes (Durchmesser 30 mm) entfallen im Mittel rund 1600 Körner. Damit darf der Einfluß der relativ frei beweglichen Körner an der Staboberfläche auf das mechanische Verhalten als weitgehend ausgeschaltet gelten. Es besteht nämlich nach den Untersuchungen von PELL-WALPOLE (1943) und EDWARDS und PFEIL (1925) ein wesentlicher Randeffekt nur für Proben, auf deren Querschnitt 20 und weniger Körner fallen. Aber auch dann, wenn während langsamer parakristalliner Deformation in diesen Versuchen große Körner entstanden, waren im Querschnitt noch immer mehr als 30 Kristalle enthalten.

Die in statischer Versuchsführung (konstante Last) geprüften Stäbe von durchwegs 30 mm Durchmesser und 100-120 mm Länge im Druck-Versuch und 150-170 mm im Zug-Versuch wurden in ein

\*) Synchron mit Deformation.

Zuggerät, gebaut für die gleichzeitige Durchführung von sechs Experimenten, eingesetzt. Die Zugproben waren in Halteköpfe von einem inneren Durchmesser von etwa 50 mm eingefroren, die Druckproben (zur Einhaltung der Bedingungen von Taylor) mit einem Haltezäpfchen auf gut geschmierte Flächen aufgesetzt und durch leichtes Anschmelzen den Auflagen angepaßt. Ausgezeichneten Schutz gegen Verdampfung bot ein die Proben lose einhüllendes Plexiglasrohr. Zug-Versuche waren vor allem wegen größerer Probenlänge und daher erhöhter Genauigkeit für Experimente mit kleineren Spannungen geeignet, jedoch gegenüber ungenauer Halterung äußerst empfindlich. Deshalb wurden auch alle Untersuchungen bei höheren Beanspruchungen als Druck-Versuche ausgeführt.

Die Herstellung der Dünnschliffe zur Gefügeuntersuchung folgt einer in der Schneeuntersuchung und Petrographie bekannten Technik. Eine relativ zu den Achsen des Prüfkörpers genau orientierte Schnittfläche wird eben geschliffen und sodann auf einen mit der Hand leicht erwärmten Objektträger aufgesetzt, um die Probe nach geringer Anschmelzung unter mäßigem Andrücken anfrieren zu lassen. Mit einem Sägeschnitt wird die Eisprobe bis auf eine Lamelle von etwa 0,5 mm entfernt, diese auf einem glatten Schmirgeltuch anfänglich mittlerer, später feinster Körnung auf die gewünschte Dicke heruntergeschliffen und schließlich noch mit Papier poliert. Die Konservierung der Dünnschliffe ist in einfacher Weise durch Bestreichen mit Paraffinöl und Aufsetzen eines Deckglases möglich. Für mikroskopische Arbeiten kann vorzugsweise das Deckglas durch leichtes Erwärmen mit dem Finger angefroren werden, wobei nur die Ränder durch Paraffinöl zu schützen sind.

Die niedrige Doppelbrechung von Eis verlangt für die makroskopische und mikroskopische Gefügeuntersuchung eine verhältnismäßig hohe Dünnschliff-Dicke. Für Farbphotographien beträgt sie mehr als 0,40 mm. Gute Schwarz-Weiß-Photographien gelingen bei Dicken von 0,25-0,15 mm, währenddem sich zu Analysen auf dem Universaldrehtisch nur Dünnschliffe von 0,20-0,10 mm eignen; in diesen letzteren sind die Farben verschwunden oder höchstens in einer Braun-Skala vorhanden. Der Vergleich einer bloß angeschliffenen und polierten Oberfläche, die zur Freilegung ihrer Korngrenzen an der Luft angeätzt wurde, mit einem hernach an der gleichen Stelle angefertigten Dünnschliff zeigte, daß das Gefüge im Zusammenhang mit der Herstellung des Dünnschliffes in keiner Beziehung - weder nach Lage der Korngrenzen noch in Form optischer Anomalien - gestört wird und daher in der Tat die im Prüfkörper bestehenden Gefügeverhältnisse zuverlässig zu beurteilen gestattet. Einzig das Schleifen der Eisoberfläche vermag bis in eine Tiefe von einigen Hundertstelmillimetern eine Störung der Kristalle hervorzurufen, die jedoch durch Anlassen bei -10° C während ungefähr eines Monats, bei -2° C während einiger Tage oder durch sorgfältiges leichtes Anschmelzen mit dem Finger behoben wird. Zugleich verstärken die Dünnschliffe, die zunächst eher flau sind, ihre Kontraste. Dünnschliffe von einer Dicke unter 0,30 mm erfahren während der Lagerung weder Umkristallisationen und Korngrenzenverschiebungen noch einen Abbau von intrakristallinen Verzerrungen, selbst wenn sie aus stark verzerrten Versuchskörpern herausgeschnitten wurden.

#### 3.2.2. Die Fließkurve

Einige typische Dehnung-Zeit-Diagramme gibt die Fig. 11 (Definition der Dehnung nach Cauchy). Als vorläufig wichtige Ergebnisse des gesamten Beobachtungsmaterials seien festgehalten, daß Eis bis  $T = -22^{\circ}$  C keine Verfestigung aufweist (konvexe Krümmung der Fließkurven!) und daß das mechanische Verhalten im Zug- und im Druck-Versuch nach Versuchen in sich überschneidenden Spannungsbereichen durchaus übereinstimmt.

Nach Fig. 11 sind drei Bereiche des Fließens zu unterscheiden, nämlich:

1. Ein primäres Fließen, nach ANDRADE auch  $\beta$ -Fließen genannt. GLEN (1955) weist dessen normales

Verhalten nach, womit die Abtrennung des reinen x- oder quasiviskosen Fließens für die Korrektur der Dehnung-Zeit-Kurven unter kleiner Belastung gelingt.



Fig. 11. Fließkurven von Dauer-Druck-Versuchen unter konstanter Last, Anfangsspannung  $\sigma_0$ .

- 2. Ein sekundäres oder quasiviskoses Fließen mit ziemlich geradlinigem Verlauf.
- Nach einer mehr oder weniger ausgedehnten Übergangszone ein tertiäres Fließen. Hier ist eine konstante Geschwindigkeit angebbar, die aber in Wirklichkeit nicht so einfach definiert ist, indem die Probenverdickung eine leichte Beschleunigung kompensiert, wie z. B. der Ringscherversuch zeigt (siehe 3.3.3, Fig. 24).



Fig. 12. Einsatz des tertiären Fließens polykristallinen Eises als Funktion der sekundären oder quasiviskosen Fließgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_2$ .

Der Bereich des primären und sekundären Fließens bei polykristallinem Eis erstreckt sich für Temperaturen, wie sie im Gletscher gewöhnlich angetroffen werden (bis etwa -15°C), nach Fig. 12 bis zu Dehnungen von einigen Prozenten und hängt stark von Temperatur und Spannung ab. Der



Fig. 13. Einsatz des tertiären Fließens als Funktion der Temperatur.

*Einsatz des tertiären Fließens* ist dabei als jene Dehnung definiert, für welche die minimale Deformationsgeschwindigkeit besteht, um bei weiterem Fließen unmittelbar gegen die höheren Geschwindigkeiten des tertiären Fließens zu streben. Die Darstellung als Funktion der sekundären Fließgeschwindigkeit —



Fig. 14. Verhältnis der sekundären und tertiären Fließgeschwindigkeiten  $\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$  in Funktion von  $\dot{\epsilon}_2$  bzw.  $\dot{\epsilon}_3$  selbst.

die nach Fig. 15 auch in Spannungswerte übertragen werden kann — greift späteren Resultaten vor, welche die Fließgeschwindigkeit und die Temperatur als maßgebende Parameter der primären Rekristallisation, die gleichzeitig mit dem tertiären Fließen einsetzt, erfassen (siehe 3.4.2). Eine Fließgeschwindigkeit von  $2 \cdot 10^{-9}$  sec<sup>-1</sup> ist kaum zu unterbieten, da entsprechende Versuche zu lange dauern würden. In keinem Versuch bei  $-22^{\circ}$  C und bis  $\varepsilon = 13\%$  kam es zu tertiärem Fließen; parakinematische primäre Rekristallisation fehlte, wurde aber offenbar durch «Dehnungs-induzierte» Korngrenzenverschiebung ersetzt, denn Dünnschliffe zeigten nur unbedeutende intrakristalline Verzerrungen (siehe 3.5.1 und 3.6.2). In Fig. 13 ist der Einsatz des tertiären Fließens in Funktion der Temperatur mit dem Parameter Fließgeschwindigkeit dargestellt, zusammen mit dem kritischen Verformungsgrad gemäß den direkten Versuchen zur primären Rekristallisation in 3.4. Die Extrapolation auf 0°C ergibt den hypothetischen Verlauf des Einsatzes des tertiären Fließens am Schmelzpunkt in Fig. 12.

Die Fließgeschwindigkeiten des tertiären und sekundären Bereiches der Zeit-Dehnung-Kurve sind nicht unabhängig voneinander; ihr Verhältnis  $\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$  (*tertiäre/sekundäre Fließgeschwindigkeit*) zeigt, wiederum in Funktion der Fließgeschwindigkeiten, Fig. 14.  $\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$  wird wesentlich durch die Fließgeschwindigkeit bestimmt, nicht aber durch die Temperatur; die Festigkeitsanisotropie durch die Textur der parakinematischen primären Rekristallisation (3.5.3, Fig. 62a—64a) beeinflußt das mechanische Verhalten bedeutend stärker als ein temperaturabhängiger Korngrößeneffekt (3.5.2, Fig. 56).  $\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2 = f(\dot{\epsilon}_2)$  bezieht sich wenigstens makro- und mikroskopisch auf einen einheitlichen Gefügezustand, indem in Stäben, die tertiäres Fließen nicht erreichen, keine Korngrenzenverschiebungen sichtbar waren. Zum Anstieg von  $\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$  oberhalb  $\dot{\epsilon} \simeq 10^{-6}$  sec (entsprechend  $\sigma_0 \ge 10$  kg·cm<sup>-2</sup> bei



Fig. 15. Quasiviskose (minimale) Fließgeschwindigkeit polykristallinen Eises in Funktion der Spannung.

 $T = -1,9^{\circ}$  C und  $\sigma_0 \ge 14$  kg·cm<sup>-2</sup> bei  $T = -4,8^{\circ}$  C) kann offenbar das wechselkörnige Gefüge der parakinematischen primären Rekristallisation unter diesen Bedingungen Anlaß geben (Fig. 48a, 48b; zu dessen Entstehung siehe 3.5.2). Große Rauhigkeit und starke Ausbeulungen der Probenoberfläche fielen mit der Lage der anomal großen Körner zusammen, eine Erniedrigung des Verformungswiderstandes an solchen Stellen lag also tatsächlich vor.



#### 3.2.3. Das Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz

Eine formelle, hingegen nicht analytische Beschreibung der gemessenen Geschwindigkeiten des sekundären ( $\dot{\epsilon}_2$ ) und tertiären ( $\dot{\epsilon}_3$ ) Fließens an vielkristallinen, gedrückten oder gezogenen Eisproben, wie sie in Fig. 15 und 16 als Funktion der Anfangsspannung  $\sigma_0$  mit der Temperatur T als Parameter im üblichen doppelt-logarithmischen Maßstab zusammengestellt sind, gelingt mit:

$$\dot{\varepsilon} = f(\sigma) = k(T) \sigma^{n_o + P(\sigma, T)} = Ke^{-\frac{E_{exp}}{RT}} \sigma^{n_o + P(\sigma, T)}$$
(3),

worin k (T) die Temperaturfunktion einer Arrhenius-Gleichung, no eine Konstante und P ( $\sigma$ , T) ein Polynom von  $\sigma$  und T bedeuten. Fig. 17 zeigt den Exponenten n = n<sub>0</sub> + P ( $\sigma$ , T) in Funktion der

Spannung. Der Anstieg der tertiären Fließgeschwindigkeiten für höhere Spannungen und schmelzpunktsnahe Temperaturen hängt wiederum mit dem wechselkörnigen Gefüge und der dadurch bedingten Gefügeschwächung zusammen.



Fig. 17. Exponent der formelmäßigen Beschreibung des Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetzes.

Aus der logarithmischen Darstellung der Fließgeschwindigkeiten als Funktion der reziproken Temperatur (ln  $\dot{\epsilon} = E_{exp} (\sigma, T)/RT + K' (\sigma)$ ; Fig. 18) läßt sich die als «mittlere experimentelle Aktivierungsenergie» bezeichnete Größe  $E_{exp}$  mit dem Parameter Spannung angeben. Es zeigt sich, daß  $E_{exp}$  mit zunehmender Temperatur und steigender Spannung zunimmt. Nach den Ausführungen in Abschnitt 2.5 laufen danach grundsätzlich mehrere geschwindigkeitsbestimmende Prozesse mit variablen Einflußfaktoren synchron ab. Betreffend der Spannungsabhängigkeit der Aktivierungsenergie bemerkt GLEN (1955) identisches Verhalten mit den Härtemessungen von King. Er selbst bestimmt für  $\sigma \simeq 6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ aus einer beschränkten Anzahl von Fließversuchen eine temperaturunabhängige «Aktivierungsenergie» zu 31,8 kcal·Mol<sup>-1</sup>.

Im Spannungsbereich 0,9—9,0 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup> findet GLEN (1952, 1953, ausführlich 1955) für sekundäres Fließen einen konstanten Exponenten des Gesetzes (3) von 3,17±0,1 für T = -1,5° C und 3,17±0,2 bei --0,02° C, welch letzterer sich nach der Korrektur mittels der Andrade-Formel auf 4,2 erhöht. Die Anzahl seiner Messungen war nicht bedeutend. GLEN hat zudem auch anderes Versuchsmaterial verwendet, nämlich Reif und destilliertes Wasser.

Quantitative Übereinstimmung unserer Resultate mit jenen von GLEN besteht bei  $\sigma = 1-4$  kg cm<sup>-2</sup>. Fließversuche unter niedrigen Spannungen dauerten bis zu acht Monaten und bedurften keiner weitern Korrektur. Numerische Differenzen zwischen GLEN's und diesen Messungen könnten nach den Feststellungen in 2.3.2 und 2.4.2 die andersartigen Materialien genügend erklären; der unverfälschte Charakter der Fließgeschwindigkeit-Spannung-Zusammenhänge scheint hingegen erst mit großen Versuchsreihen ermittelbar zu sein. Tatsächlich entspricht der hier gefundene, nicht konstante Exponent besser den Messungen am Gletscher. Betreffend analoger Gesetzmäßigkeiten an Metallen sei für das Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz auf SMITH (1950) und SHERBY, ORR und DORN (1954) verwiesen, für Messungen der Aktivierungsenergien des Kriechens auf FRENKEL, SHERBY und DORN (1954), sowie FAZAN, SHERBY und DORN



Fig. 18. log  $\dot{\epsilon} = f(\sigma, 1/T) = E_{exp}(\sigma, T)/RT + K'(\sigma)$  Fließgeschwindigkeiten in Funktion der reziproken Temperatur.

(1954). Insbesondere im Zusammenhang mit dem Gefüge der unter erhöhten Temperaturen beanspruchten Metalle sind unter anderen die Arbeiten von GREENWOOD und WORNER (1939), ANDRADE (1952), JAOUL und CRUSSARD (1952) und CHANG und GRANT (1953/54) interessant. SULLY, COLE und WIL-LOUGHBY (1948) behandeln ganz allgemein den Verlauf der Fließkurve.

# 3.3. Reine Scherverformung und Verformung unter mehrachsialen Spannungszuständen

Ring-Scher-Versuche, wie sie im folgenden beschrieben sind, gestatten jene erheblichen Deformationsgrade zu erreichen, wie sie im Gletscher auftreten können. Werden diese Experimente unter gleichen experimentellen Bedingungen wie die Zug- und Druck-Versuche ausgeführt, so ist auch die experimentelle Überprüfung der von NYE (1953) entwickelten theoretischen Ansätze über die Zusammenhänge zwischen verschiedenartigen Beanspruchungszuständen möglich. Danach wäre Druck-Beanspruchung der Scherung gleichwertig, wenn  $\tau = \tau (\dot{\gamma}) = \frac{1}{\sqrt{3}} \sigma (\dot{\epsilon})$  und  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma} (\tau) = \sqrt{3} \dot{\epsilon} (\sigma)$ .

Unter derartiger Beanspruchung erhält das Studium der Gefügeverhältnisse direkte Beziehung zur Natur, wogegen der Druck-Versuch z. B. Texturen teilweise nicht aufzulösen vermag. In einfacher Weise kann im Torsions-Scher-Versuch sodann die wichtige Frage nach der Wirkung überlagerten hydrostatischen Druckes abgeklärt werden.

#### 3.3.1. Durchführung der Versuche

Nach Fig. 19 soll das Gerät reine Scherverformung von Ringproben, Scherung unter gleichzeitigem achsialem Druck und Scherung unter überlagertem hydrostatischem Druck bis 100 atü ermöglichen,



Fig. 19. Der Ring-Scher-Versuch.

alles wiederum unter konstanter Last. Seine praktische Realisierung zeigen Fig. 20 und 21. An wichtigen Details sind zu erwähnen: Gute Haftung von Eis auf den Halteplatten wird durch Aufspritzen einer Aluminiumschicht auf die radial gerillten Halteplatten erreicht. Der Rillenabstand hat mindestens den dreifachen mittleren Korndurchmesser zu betragen, wenn sich die Eisprobe in der Höhe gleichmäßig zerscheren soll. Diese Vorkehren erlaubten, Deformationen bis zu 100% zu erzielen, diese ihrerseits meßbar außerhalb des Gerätes als Verdrehung der Halteplatten. Der hydrostatische Druck wurde durch Paraffinöl übertragen, wobei ein Schutz der Proben nicht nötig war, da das Öl weder inter- noch intra-kristallin in den Prüfkörper eindringt. Die Herstellung der Prüfkörper geschah gleich wie bei den früher verwendeten Stäben; ihre Dimensionen betragen: äußerer Durchmesser 8 cm, innerer Durchmesser 3 cm, Höhe etwa 3 cm.



Fig. 20. Isometrische Zeichnung des Torsions-Scher-Gerätes.



Fig. 21. Das Torsions-Scher-Gerät. Messung der Verdrehung, Druckverformung und des hydrostatischen Druckes mit den Meßuhren links vorne und oben, bzw. dem Manometer linker Hand.

# 3.3.2. Berechnung der Spannungen und Dehnungen bei plastischer Verdrehung zylindrischer Stäbe und Rohre

Für die reine Scherung eines Zylinders, der durch zwei Kräftepaare um seine Längsachse verdreht wird, berechnet NADAI (1927) für ein beliebiges Formänderungsgesetz im Fließbereich den Spannungszustand. Die entsprechende Rechnung für das dauernd sich entfestigende Eis ergibt unter Berücksichtigung der experimentellen Bedingungen nach Fig. 22 folgendes: Zwei Querschnitte verdrehen sich bei Torsion gegeneinander um den Winkel  $\varphi$ , der proportional ihrer Entfernung h ist, somit  $\varphi = \chi \cdot h$  ( $\chi$  spezifischer Verdrehungswinkel). Der Punkt P im Abstand r vom Zentrum verschiebt sich hierbei nach P' und die Mantellinie QP wird zu QP' mit der Neigung  $\gamma'$ . Da PP' =  $\mathbf{r} \cdot d\varphi = \mathbf{r} \cdot \chi \cdot dh$ , stellt tg  $\gamma' = \mathbf{r} \cdot \chi$ und tg  $\gamma' = \gamma$  ein Maß für die spezifische Schiebung dar.



Fig. 22. Torsion eines plastischen Körpers.

Analog gilt für die Geschwindigkeit:  $\frac{d}{dt}(PP') = r \cdot \frac{d\varphi}{dt} = r \cdot \frac{d\chi}{dt} \cdot dh = \frac{d}{dt}(tg \gamma')$ , woraus  $\frac{d}{dt}(tg \gamma') = r \frac{d\chi}{dt} (\frac{d\chi}{dt}$  spezifische Verdrehungsgeschwindigkeit) und  $\frac{d}{dt}(tg \gamma') = \frac{d\gamma}{dt}$ , die spezifische Schiebungsgeschwindigkeit, erhalten wird.

Die Schubspannung  $\tau$  ist für sich fortgesetzt entfestigende Stoffe eine Funktion der Schiebungsgeschwindigkeit, im allgemeinsten Falle aber auch von der Schiebung, somit  $\tau = f(\dot{\gamma}, \gamma)$ . Letzteres gilt für Eis, wenn die ganze Fließkurve betrachtet wird, hingegen ist  $\dot{\gamma}$  innerhalb des sekundären und tertiären Fließens genügend unabhängig von  $\gamma$ , so daß die Rechnung sich auf  $\tau = f(\dot{\gamma})$  beschränken kann.

Für reine Torsion eines Eiszylinders liegt die Spannungsverteilung längs des Radiusvektors zwischen einem rein viskosen und einem ideal-plastischen Verhalten, also etwa so, wie es die Kurve b für einen quasiviskosen Körper darstellt (Fig. 23). Das Moment M erweist sich als Funktion der Verdrehungsgeschwindigkeit zu



Fig. 23. Spannungsverteilung im verdrehten Zylinder.

Da  $\dot{\gamma} = r \cdot \dot{\chi}$ , kann r durch  $\dot{\gamma}$  ersetzt werden, woraus sich in Funktion der Schiebungsgeschwindigkeit ergibt:

$$M = \frac{2\pi}{\dot{\chi}^{3}_{\dot{\gamma}i}} \int^{\cdot \dot{\gamma}_{a}} f(\dot{\gamma}) \dot{\gamma}^{2} d\dot{\gamma}$$
(4)

Dieser Ausdruck gestattet, aus dem Verlauf einer experimentell ermittelten Momentenkurve M =  $f(\dot{\gamma})$  die Abhängigkeit der Schubspannung von der Schiebungsgeschwindigkeit zu ermitteln. Das obige Integral ist eine Funktion beider Grenzen  $\dot{\gamma}_i$  und  $\dot{\gamma}_a$ , dazu wegen  $\dot{\gamma} = r \cdot \dot{\chi}$  auch von  $\dot{\chi}$ .

Für den vollen Zylinder ( $r_i = 0$ ) ist  $\frac{d}{d\dot{\chi}} (M \dot{\chi}^3) = 2\pi f(r_a \dot{\chi}) r_a{}^3 \cdot \dot{\chi}^2 = 2\pi \cdot r_a{}^3 \cdot \dot{\chi}^2 \cdot \tau_a$ , woraus sich die Rand-Schubspannung zu

$$\tau_{a} = \frac{1}{2\pi r_{a}^{3}} \left[ \dot{\chi} \frac{\mathrm{d}M}{\mathrm{d}\dot{\chi}} + 3M \right]$$
(5)

berechnet. Für den Hohlzylinder dagegen gilt:

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}\dot{\chi}}\left(\mathrm{M}\dot{\chi}^{3}\right) = \frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}\dot{\chi}} \left[ 2\pi \int_{r_{\dot{\chi}}\dot{\chi}}^{r_{a}\chi} \mathrm{f}\left(r\dot{\chi}\right)r^{3}\dot{\chi}^{2}\,\mathrm{d}\dot{\chi} \right] = 2\pi \dot{\chi}^{2} \left[\tau_{a}r_{a}^{3}-\tau_{i}r_{i}^{3}\right] = \dot{\chi}^{2} \left[\dot{\chi}\frac{\mathrm{d}M}{\mathrm{d}\dot{\chi}}+3M\right]$$

Mit Einführung der unbekannten Funktion  $\tau_i = \tau_a f(\frac{r_i}{r_a})$  wird für die Rand-Schubspannung beim Hohlzylinder gefunden:

$$\tau_{a} = \frac{1}{2\pi \left(r_{a}^{3} - r_{i}^{3}\right)} \left[ f\left(\frac{r_{i}}{r_{a}}\right) \dot{\chi} \frac{dM}{d\dot{\chi}} + 3M \right]$$
(6),

wobei  $f\left(\frac{r_i}{r_a}\right)$  für den Vollstab den Wert 1, für unendlich dünne Rohre den Wert 0 annimmt.

Bei zusätzlicher, gleichzeitig mit der Scherung erfolgender Druckverformung entspricht der Drucklast P unter Annahme der Volumenkonstanz die Spannung  $\sigma = \frac{P}{q_0} \cdot \frac{1}{l_0}$ .

Die Gleichungen für Druckverformung und Scherung gelten auch bei kombinierter Beanspruchung, da sich Torsions- und Druck-Spannungen unabhängig voneinander überlagern. Eine Theorie des Fließens unter solchen Bedingungen wird im Folgenden nicht gegeben, vielmehr sollen lediglich die experimentellen Ergebnisse von Versuchen mitgeteilt werden, bei denen mit zwei verschiedenen Schubspannungen steigende Drucklasten kombiniert wurden.

#### 3.3.3. Die Fließkurve

Wie bei den Dauer-Zug- und Druck-Versuchen an Stäben durchläuft nach Fig. 24 die Schiebung mit zunehmender Zeit drei Stadien: zunächst primäres Fließen, dann sekundäres und nach einer Übergangszone tertiäres Fließen, letzteres auch hier mit dem Einsatz parakinematischer primärer Re-



Fig. 24. Zeitlicher Verlauf der Schiebung der Torsions-Scher-Versuche.

kristallisation verknüpft (siehe 3.5). Der Einsatz des tertiären Fließens lag bei spezifischen Verdrehungswinkeln von 7,68  $\cdot$  10<sup>-3</sup> — 9,60  $\cdot$  10<sup>-3</sup> rad  $\cdot$  cm<sup>-1</sup>, entsprechend Schiebungen von 0,031—0,038 am äußeren Probenrande (T = -1,9°C). Diese Daten stehen in guter Übereinstimmung mit den Resultaten unserer Zug- und Druck-Versuche.

# 3.3.4. Das Schiebungsgeschwindigkeit-Schubspannung-Gesetz des quasiviskosen Fließens

In Fig. 25 ist das Moment M und die mit Formel (6) berechnete Rand-Schubspannung als Funktion der spezifischen Verdrehungsgeschwindigkeit aufgetragen. Hierbei konnte f  $(r_i/r_a) = 1$  gewählt werden,

da  $\frac{dM}{d\dot{\chi}}$  nur ein kleiner Bruchteil von M darstellte. Diese Messungen bestätigen den nicht-konstanten



Fig. 25. Drehmoment und Rand-Schubspannung tordierter Hohlzylinder in Funktion der spezifischen (sekundären) Verdrehungs-Geschwindigkeit bzw. spezifischen Schiebungsgeschwindigkeit an der äußeren ( $\dot{\gamma}_a$ ) und inneren ( $\dot{\gamma}_i$ ) Wand, als auch der mit Hilfe der Formeln von Nye transformierten Fließgeschwindigkeiten der Stabversuche.

Exponenten im Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz (Formel 3). Die ungleichmäßige Dehnung längs eines Querschnittes verfälscht die Geschwindigkeiten nicht; das primäre Fließen ist am inneren Probenrande weitgehend abgeklungen, wenn außen die minimale Fließgeschwindigkeit erreicht ist.

Exakt gleichen Versuchsbedingungen entsprechen die mit Hilfe der Umdrehungsformeln von NYE (1953) übertragenen, sekundären Fließgeschwindigkeiten der Stabversuche (Fig. 15). Experimentelle Streuungen können diese großen Abweichungen keinesfalls erklären. Die Ansätze von NYE sind also offenbar nicht genügend allgemein.

Tertiäres Fließen wurde im Torsions-Schergerät nicht näher untersucht.

#### 3.3.5. Hydrostatische Überlastung zur Scherung

In diesbezüglichen Experimenten mit konstantem Moment  $M = 795 \text{ kg} \cdot \text{cm} (\tau_a = 6,6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2})$ ergab sich, daß hydrostatischer Druck bis zu 90 atü nach Fig. 26 die quasiviskose Schiebungsgeschwindigkeit nicht beeinflußt. Die Temperaturverhältnisse schließen Druckschmelzung noch aus (hiezu



Fig. 26. Verlauf der Verdrehungsgeschwindigkeit unter konstantem Moment bei Überlagerung hydrostatischen Druckes und einachsialen Druckes senkrecht zur Scherung.

näheres in Kapitel 4). Für den zeitlichen Verlauf der Schiebung sind auch hier Kurven nach Fig. 24 typisch; der Einsatz des tertiären Fließens wird nicht beeinflußt, womit sich die Kinetik der Gefügeumwandlung als von den äußeren Bedingungen offenbar unabhängig erweist.

#### 3.3.6. Überlagerung einachsialen Druckes senkrecht zur Scherung

Nach Fig. 26 erhöht einachsialer Druck längs der Torsionsachse die Schiebungsgeschwindigkeit der gleichzeitigen Scherung. Der Einsatz des tertiären Fließens erfolgt für einen bestimmten Verformungsgrad, welcher durch eine der beiden Beanspruchungen zu erreichen ist; mechanische Wirkungen der Umkristallisation umfassen dann gleichzeitig Scherung und Kompression.

#### 3.4. Die isotherme Rekristallisation

Einen ersten experimentellen Nachweis einer Rekristallisation an Eis geben TAMMANN und DREYER (1929), die an ausgewalzten Eislamellen die lineare Kristallisationsgeschwindigkeit messen. DEMOREST (1953) findet sogar so hohe Wachstumsgeschwindigkeiten dieses offenbar mit Bearbeitungsrekristallisation zu identifizierenden Prozesses, daß er von einer Umklapp-Umwandlung spricht.

Das Interesse richtet sich auf die Bestimmung jener Faktoren, welche die Gesetze und den zeitlichen Verlauf der post- und parakinematischen Rekristallisation vielkristalliner Eiskörper festlegen, falls diese wenig unterhalb ihres Schmelzpunktes bleibend verformt werden. Im Hinblick auf den Gletscher ist isotherme Versuchsführung angebracht.

An den Mineralien Anhydrit, Fluorit, Periklas und Korund haben BUERGER und WASHKEN (1947) Korngrenzenverschiebungen in ganz ähnlicher Art wie bei Metallen beobachtet; für diese letzteren sind die Gesetze weitgehend bekannt (siehe z. B. die Übersichten bei SCHMID und BOAS 1935, BURGERS 1941, BURKE und TURNBULL 1952 und BURGERS 1952).

#### 3.4.1. Durchführung der Versuche

Die Transparenz des Eises gestattet im Falle dünner Schichten — Kristalldurchmesser größer als Schichtdicke — in polarisiertem Licht Gefügeänderungen unmittelbar zu verfolgen. Würde die Eisprobe zwischen Glasplatten deformiert, so könnte gleichzeitig ihre Verformung erfaßt werden; dabei bleibt allerdings zu beachten, daß derartige Versuche nur sehr beschränkt dreidimensionale Vorgänge beurteilen lassen. McCRONE (1949) hat auf diese Weise an Oktachlorpropan und Trinitrotoluol das Kornwachstum untersucht, wobei eine kleine Deformation durch thermische Spannungen zwischen Unterlage und aufgeschmolzener Substanz herbeigeführt wurde. Auch bei einem Auswalzen, wie es TAMMANN und DREYER (1929) für Eis, Kampher und Chlorkampher anwandten, sind jedoch die entscheidenden Parameter wie Verformungsgrad und Verformungsgeschwindigkeit wenig bekannt oder unbestimmt. Diese Mängel umging eine Anordnung nach Fig. 27, in welcher die Pressung des Dünnschliffes in einem «Sandwich» während verschiedener Zeiten und unter verschiedenen Lasten erfolgte.



Fig. 27. Plastische Verformung von Eis-Dünnschliffen.

Die Neoprenscheibe auf dem Dünnschliff sollte die Verformung eines dreidimensionalen Gefüges nachahmen, nämlich eine Versperrung bei gleichzeitig beschränktem Ausweichen herbeiführen.

Der Deformationsgrad ist meßbar als Differenz der Flächen des Dünnschliffes vor und nach dem Versuch, nämlich  $\varepsilon = \frac{d1}{l_0} = \frac{F_0 - F}{F}$ ; eine Fließkurve läßt sich aus einer Reihe von Versuchen verschiedener Dauer zusammenstellen. Bei unter Beanspruchung zunehmender Fläche verläuft das Fließen unter diesen Bedingungen nach  $\dot{\varepsilon}(\varepsilon)/\dot{\varepsilon}(0) = (1 - \varepsilon)^{-n}$  (n eine experimentelle Konstante, etwa mit n der Fig. 17 übereinstimmend) mit abnehmender Deformationsgeschwindigkeit und die Zusammendrückung läßt sich gut durch  $\varepsilon = k (\sigma, T) t^m (m = 0, 5-0, 7)$  darstellen. Mit diesen Formeln

können aus den Fließkurven die Geschwindigkeiten  $\dot{\epsilon}$  (0) für die Deformation  $\epsilon = 0$  bestimmt werden. Die Versuchsanordnung gestattet auch, weit über die Bruchspannung liegende Belastungen anzuwenden. Ohne daß diesen Resultaten allzu große Bedeutung zugemessen werden darf, zeigt der Vergleich mit den Fließgeschwindigkeiten an Stäben, daß bei  $\sigma = 15 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  für T = -1,9, -4,8 und --11,5° C mit  $\dot{\epsilon}$  (0) gute Übereinstimmung herrscht und der weitere Verlauf bis  $\sigma = 40 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  durch Formel (3) beschrieben werden kann. Unterhalb  $\sigma = 15 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  fällt  $\dot{\epsilon}$  (0) zu hoch aus.

Bis zur Entlastung war die Probe der Beobachtung entzogen. Unmittelbar danach begann die Beobachtungsreihe durch periodisch in polarisiertem Licht hergestellte Photographien, deren Rhythmus jeweilen der Geschwindigkeit der Gefügeänderung anzupassen war. Gesuchte Größe war immer der Rekristallisationsbetrag in Funktion von Temperatur und Spannung als den einzig wesentlichen Parametern. Zur Ausmessung eignen sich Kopien einer effektiven Vergrößerung von  $2,5 \times$  oder mehr, wobei eine bloße Abschätzung der rekristallisierten Fläche genügende Genauigkeit ergibt.

Die derart erhaltenen Resultate beschränken sich auf die «zweidimensionale» Rekristallisation, deren klassisches Beispiel die Untersuchungen von ANDERSON und MEHL (1945) an Al-Blechen sind.

Gegen die experimentelle Anordnung lassen sich verschiedene Einwände vorbringen, was die Frage nahelegt, inwiefern die Versuche gegenüber der Dicke der Dünnschliffe, der Härte der elastischen Zwischenlage und der primären Korngröße empfindlich sind. Nach Experimenten steht fest: Variable Lamellendicke von 0,4—1 mm beeinflußt die Kinetik der Rekristallisation selbst nicht, dagegen unterbleibt Rekristallisation für dünne Scheiben unter 0,3 mm. Für gleichen Dehnungsbetrag beeinflussen beliebige Probendicken > 0,4 mm ( $\le 1$  mm) weder Fließgeschwindigkeit noch rekristallisierte Korngröße. In bezug auf die im Vorhergehenden untersuchten Eigenschaften haben sich auch verschiedene Härten der elastischen Zwischenlage (Neopren der Shore-Härten 60, 75 und 90°) durchaus indifferent verhalten. Im Gefüge grober Körner ( $\overline{D}_2 > 1$  mm) erscheint inhomogene Verzerrung vor allem im Korngrenzengebiet lokalisiert; eine Rekristallisation beschränkt sich vielfach auf jene Bereiche. Überdies ist der Verformungswiderstand solcher Gefüge wesentlich kleiner.

Alle Versuche wurden mit dem bekannten Gefüge ( $D_2 = 0.85 \pm 0.1$  mm, isometrische Körner, isotrope Polverteilung) bei einer Dünnschliffdicke von  $0.6 \pm 0.05$  mm ausgeführt.

#### 3.4.2. Rekristallisationsgesetze und Kinetik

Im Mehl-Diagramm (erstmals von ANDERSON und MEHL 1945 für Al aufgestellt) ist der rekristallisierte Anteil der Probe gegen die Zeit in Funktion bestimmter Parameter dargestellt, was schematisch zu einem Reaktionsverlauf nach Fig. 28 führt. Im Falle von Eis bestimmen die Parameter Spannung



Fig. 28. Schematischer Verlauf einer kinematischen Rekristallisationskurve.



29a



30a



31a



32a



33a



29b



30b





32b



33b



29c 32 min.



30c 2h 05 min.





32c 75 h



33c 38h



29d 47 min.



30d 5h



31d 2h 10 min.



29e 2h 30 min.



30e 7h 45 min.



31e 7h 40 min.



29f 27h



30f 70h



31f 1000h

#### Rekristallisation in plastisch verformten Dünnschliffen.

a) Gefüge vor der Belastung; b) Gefüge unmittelbar nach der Entlastung; c) bis f) zeitlicher Ablauf der anschließenden Rekristallisation.

Bedingungen:

Vergrößerung  $3 \times$ .

Im Versuch der Fig. 29 findet postkinematische primäre und sekundäre Rekristallisation statt; in den Experimenten der Fig. 30, 31 postkinematische primäre Rekristallisation anschließend an parakinematische (später auch sekundäre Rekristallisation in Fig. 31, f). Der Versuch der Fig. 32 erfährt teilweise primäre postkinematische Rekristallisation und für das Experiment der Fig. 33 fehlt nach parakinematischer primärer Rekristallisation die postkinematische.
(Fließgeschwindigkeit) und Temperatur einigermaßen scharf eine Induktionsperiode (Zeitspanne zwischen Entlastung und Wachstumsbeginn), während welcher mikroskopisch (brauchbare Vergrößerung  $50 \times$ ) keine Gefügeänderungen sichtbar sind, und die Wachstumsdauer (Zeit vom Einsatz bis zur vollständigen sichtbaren Gefügeumwandlung). Beispiele dieses Vorganges geben ausgewählte Gefügebilder (Fig. 29–33). Gesamthaft ist jedoch die Rekristallisation in Form nachstehender *Rekristallisations*gesetze beschreibbar, wobei der Natur der Sache gemäß auch die Resultate der unter diesen Bedingungen parakinematisch ablaufenden Rekristallisation beigefügt sind:

1. Ein minimaler Deformationsgrad ist nötig für den Einsatz der Rekristallisation von Eis, wobei diese als kritische Deformation bezeichnete Größe mit steigender Temperatur abnimmt.

So hat z. B. der bei  $-11,5^{\circ}$  C um 6% deformierte und bei gleicher Temperatur gelagerte Dünnschliff der Fig. 32 nur teilweise rekristallisiert und bei T =  $-22^{\circ}$  C sind für das gleiche Verhalten sogar Dehnungen von 25% nötig. Andererseits genügt nach Fig. 13 bei  $-1,9^{\circ}$  C eine Deformation von 2,2%, um Rekristallisation herbeizuführen. Die kritische Deformation an gedrückten Dünnschliffen ist von der angelegten Spannung unabhängig; demgegenüber besteht offenbar im plastisch verformten Stab, wobei die Rekristallisation unter Beanspruchung einsetzt, nach Fig. 12 und 13 eine Spannungsabhängigkeit.

2. Mit steigender Temperatur wird ein bestimmter Rekristallisationsbetrag in kürzerer Zeit erreicht und zwar unabhängig davon, ob die primäre Rekristallisation postkinematisch oder parakinematisch erfolgt; dabei verkürzen sich sowohl Induktionsperiode als auch Wachstumsdauer.

Siehe Fig. 35 und 36.

3. Mit steigender Spannung (somit höheren Fließgeschwindigkeiten) wird ein bestimmter Rekristallisationsbetrag in postkinematischer und parakinematischer Rekristallisation in zunehmend kürzerer Zeit erreicht, wobei wieder sich Induktionsperiode und Wachstumsdauer verkürzen. Der Deformationsgrad selbst ist gegenüber der Deformationsgeschwindigkeit von durchaus sekundärer Bedeutung; im Falle niedriger Spannung ist bei schwacher Verformung die Reaktion relativ verlangsamt.

In dieser Beziehung sei wiederum auf die Fig. 35 und 36 verwiesen. Den Einfluß des Deformationsgrades ersieht man z. B. aus dem MEHL-Diagramm der Versuchsreihe  $T = -4,8^{\circ}$  C (Fig. 34), wo bei Einbeziehung aller Versuche die experimentelle Streuung für niedrige Spannungen und kleine Dehnung entsprechend einer Verlangsamung der Rekristallisation erweitert wird. Ebenso verzögern zunehmende Korngrößen die Rekristallisation, wobei damit zusammenhängend auch die kritische Deformation erhöht wird (z. B. ist für  $T = -4,8^{\circ}$  C und  $D_2 = 0,85$  mm  $\varepsilon_c = 4,0\%$  und für  $\overline{D}_2 \simeq$ 1,2 mm  $\varepsilon_c = 7,0\%$ ).

4. Mit steigendem Verformungsgrad — ausgehend vom frischen Gefüge — setzt parakinematische Rekristallisation (oder auch Rekristallisation unter Beanspruchung) ein; der sichtbare Beginn des Kornwachstums erfolgt mit steigenden Spannungen bei zunehmend höheren Deformationen. Im allgemeinen rekristallisieren solche Gefüge auch postkinematisch.

Für die ausführliche Behandlung dieses Gesetzes siehe 3.4.3.

5. Nach einer Rekristallisation infolge Verformung unter hohen Spannungen, die zunächst feines Korn bei hoher Wachstumsgeschwindigkeit ergibt, tritt (gleichmäßige) Kornvergröberung auf.

Beispiele gibt der Vergleich der Fig. 29e und 31e mit 29f und 31f.

Wesentlich durch die Spannung und weniger durch die Temperatur wird die rekristallisierte Korngröße bestimmt (hiezu 3.5.2). Innerhalb der Gesamterscheinung der Rekristallisation kennzeichnen die Gesetze 1—4 die primäre oder Bearbeitungs-Rekristallisation, Gesetz 5 die sekundäre Rekristallisation. Gegenüber dem Befund an Metallen besteht der methodische Unterschied, daß nicht die Deformation, sondern die Deformationsgeschwindigkeit bestimmender Parameter ist. Ein Beispiel eines *Mehl-Diagramms* zeigt Fig. 34, enthaltend Mittelwerte über 80 Versuche. Allgemein erstrecken sich die Spannungen für alle drei Meßtemperaturen von 5 bis 40 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup> und genügend Messungen fallen in den besonders interessanten Bereich bis 20 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup>.



Fig. 34. Gemessenes Mehl-Diagramm der isothermen Rekristallisation.

Zur genauen Analyse der Rekristallisationskurven wurden von KRUPKOWSKI und BALICKI, COOK und RICHARDS, JOHNSON und MEHL und AVRAMI formale Theorien aufgestellt (siehe BURKE und TURN-BULL 1952, LAURENT und BATISSE 1952\*). AVRAMI legte seiner Theorie den Mechanismus selbst — Keimbildung und Kornwachstum — zugrunde, die ersten beiden Arbeiten betrachten ein Umwandlungsgesetz erster Ordnung. Alle Theorien führen zur analogen Formel

$$\mathbf{x} = \mathbf{e}^{-\mathbf{k} (\sigma, T) t^{\alpha}} \tag{7}$$

oder auch

$$\frac{\mathrm{d}x}{\mathrm{d}\left(\ln t\right)} = \alpha \cdot x \cdot \ln x \tag{7a},$$

worin x der Rekristallisationsbetrag, k (T) der Temperaturfaktor und der Exponent  $\alpha$  für die drei ersten Theorien 1, 2 bzw. 4 beträgt, in der allgemeineren Theorie von AVRAMI aber von der Kornform abhängt und sich zu 1,3-4,2 berechnet (niedrige Werte für nadelförmige Kristalle).

Für 0,1 < x < 0,9 lassen sich alle Resultate gut durch Formel (7) darstellen, indem  $\ln \ln 1/x = \alpha \cdot \ln t + \text{const.}$  in der graphischen Darstellung geradlinig verläuft; daraus hergeleitete Exponenten  $\alpha$  sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Exponenten  $\alpha$  der kinetischen Theorie (Formel 7):

T (º C)	—1,9	4,8	—11,5
$\overline{\sigma_0}$ (kg/cm- <sup>2</sup> )	<u> </u>	(5,0) 1,24	
	(17,0) 1,33	(18,5) 1,37	(18,0) 1,87
	(24,5) 1,39 (33,0) 1,43	(26,3) 1,50 (35,7) 1,24	(25,0) 1,67 (32,5) 1,70
		(43,8) 1,23	

<sup>\*)</sup> Ansätze zu einer Kinetik von Umwandlungen in festen Metallphasen finden sich bereits bei DEHLINGER (1932).

 $\alpha$  ist offenbar temperaturabhängig, womit die Wachstumsgeschwindigkeit bei tiefen Temperaturen relativ zunimmt; andererseits ist die Spannungsabhängigkeit für T = -1,9° C unsicher.

Werden, unter Beachtung der Definitionen in Fig. 28, den MEHL-Diagrammen bei verschiedenen Temperaturen *Wachstumsdauer* und *Induktionsperiode* entnommen, so ergibt sich Fig. 35. Die 50%-*Rekristallisation* in Funktion der Temperatur mit dem Parameter Spannung zeigt Fig. 36.



Fig. 35. Verlauf der Wachstumsdauer und Induktionsperiode in Funktion der Spannung.

Nach LAURENT und BATISSE (1952) folgt aus Formel (7) eine «Reaktionsgeschwindigkeit» zu

$$\frac{\mathrm{d}x}{\mathrm{d}t} = x \cdot \ln x \cdot \frac{\alpha}{\mathrm{t}} = \mathrm{Ke}^{-\frac{\mathrm{Eexp}}{\mathrm{RT}}}$$
(8)

und eine «experimentelle Aktivierungsenergie» aus dem Diagramm ln t =  $E_{exp}/RT + K'(\sigma)$  für jeden bestimmten, konstanten Rekristallisationsbetrag x, z. B. x = 50%. Weil nach dem Vorhergehenden  $\alpha$ wenig durch Spannung und Temperatur beeinflußt wird, ist — notwendige Bedingung der Formel (8) —  $E_{exp}$  unabhängig von x. Nach Fig. 36 enthält der Temperaturfaktor eine «*mittlere experimentelle Aktivierungsenergie*», die, wie für das Fließen vielkristallinen Eises, mit steigender Temperatur und Spannung zunimmt. Soweit sich die Fließgeschwindigkeit-Spannung-Kurven bei verschiedenen Temperaturen überdecken, ist in Fig. 36 auch die 50%-Rekristallisation für konstante (anfängliche) Fließgeschwindigkeit eingetragen.

#### 3.4.3. Kinetik der Überlagerung von Verformung und primärer Rekristallisation

Der Versuch der Fig. 29 unterscheidet sich von jenen der Fig. 30 und 31 vor allem durch höhere Dehnungen. Es ist leicht festzustellen, daß in der ersteren Probe bis zur Entlastung eine parakinematische primäre Rekristallisation vollständig abgelaufen ist. Der zeitliche Verlauf der anschließenden postkinematischen Rekristallisation fällt trotz derartiger Unterschiede allgemein gleich aus, wenn die Proben nach Rekristallisationsgesetz (3) genügende Dehnung erfahren.



Fig. 36. 50%-Rekristallisation in Funktion der reziproken Temperatur.

Die Beobachtung der Gefüge bei Abbruch der Belastung vermittelt den Einblick in das zeitliche Zusammenspiel von Verformung und Kristallisation (Fig. 37). Analoge Diagramme für die Temperaturen —1,9 und —11,5° C weisen entsprechend den Rekristallisationsgesetzen (1) und (2) Verschiebungen der kritischen Verformung und der Grenzen für Beginn und Ende der parakinematischen primären Rekristallisation auf.

Solche Diagramme können auch aus entsprechenden Daten zum Fließen und zur Rekristallisation konstruiert werden, indem in der Fließkurve vom Zeitpunkt des Erreichens der kritischen Verformung an der entsprechende zeitliche Verlauf der primären Rekristallisation eingetragen wird. Dem diesbezüglichen Beispiel an Dünnschliffen (Fig. 38) sind die in Fig. 37 gestrichelt eingezeichneten Grenzen entnommen; die Übereinstimmung für den Beginn der Rekristallisation ist gut, jedoch kommt für höhere Spannungen das Kristallwachstum wegen der Störung durch andauernde Verformung in Wirklichkeit früher zum Stillstand.

38

Für schwach belastete Dünnschliffe wurde beobachtet, daß nach einer parakinematischen Rekristallisation in gewissen Dehnungsbereichen postkinematische Umkristallisation ausblieb (z. B. für T =  $-4,8^{\circ}$  C und  $\sigma_{o} = 6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  bei  $\varepsilon = 8\%$ ). Diese Dünnschliffe erfuhren somit für einen nächsten



Fig. 37. Kinematische Verhältnisse der primären Rekristallisation in beanspruchtem Eis.



Fig. 38. Kinetik der parakinematischen primären Rekristallisation in den Fließkurven.

Wachstumszyklus nur ungenügende Verzerrungen. Nach Fig. 37 und 38 scheint ein derartiges periodisches Kristallwachstum dann möglich, wenn die Deformation während der Wachstumsperiode den 1- bis 1,5 fachen Betrag der kritischen Verformung nicht überschreitet. Weil nach Fig. 38 die Dauer der Wachstumsperiode mit zunehmender Spannung weniger abfällt als der Zeitbedarf zur Dehnung bis zum Betrag der kritischen Verformung, verläuft das Kristallwachstum oberhalb einer ziemlich exakt bestimmbaren Belastung ununterbrochen. Die Grenze liegt für -4,8° C bei  $\sigma_0 \simeq 8 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ , für -1,9° C bei etwa 7 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup> und für -11,5° C bei 10-15 kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup>. Selbst bei niedrigsten Spannungen scheint nach Fig. 38 ein beschränkter Einfluß der Verformung auf die Kristallisation immer möglich zu sein, weil während ihrer Dauer die Dehnung bedeutend bleibt (zu derartigen Wirkungen siehe 3.5.2 und 3.5.3).

Demgegenüber ist bei kontinuierlicher Rekristallisation dauernd ein Kristallwachstum zu beobachten, indem bei mittleren Spannungen (nach Fig. 38 für T = -4,8°C bei  $8 \le \sigma_0 \lesssim 20 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) die Keimbildung zwar noch periodisch erfolgen mag, aber das Wachstum mit oder schon vor dem Ende der vorangehenden Umkristallisation einsetzt. Bei hohen Spannungen ( $\sigma_0 \gtrsim 20 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) kann sodann bereits die Induktionsperiode des Wachstums kleiner sein als der Zeitraum zur Verformung über den Betrag der kritischen Deformation.

## 3.5. Phänomenologie des Gefüges

Tieferen Einblick in das Zusammenspiel von intrakristallinen und interkristallinen Formänderungen vermittelt die Gefügeanalyse, indem die bisher nur kinematisch erfaßten Verhältnisse sich hier in Ordnungsprinzipien ausdrücken, die trotz ihrer statischen Natur zur Differenzierung des Momentanzustandes und einer unmittelbaren Vorgeschichte unerläßlich sind.

Einige Beispiele von Gefügebildern ausgiebig verformter Stäbe und gescherter Ringproben zeigen die Fig. 39-49 bzw. 50-53.

#### 3.5.1. Korngestalt

Zwei Haupttypen sind zu unterscheiden, wovon der erste von isometrischer Korngestalt, geometrisch als kompakte Packung eben begrenzter Polygone beschreibbar, im primären Gefüge aller Versuche (Fig. 10) und im rekristallisierten Gefüge der postkinematischen primären Rekristallisation nach hohen Belastungen anzutreffen ist (gedrückte Dünnschliffe Fig. 31f, 33f; Dauer-Druck-Versuche an Stäben Fig. 45, 47, 49; Torsions-Scher-Versuche Fig. 53). Der zweite Typus, verhakte Strukturen, welche auch bei geschmolzenen Korngrenzen nicht ohne intrakristalline Trennung aufteilbar wären, liegt nach jeglicher Kristallisation unter parakinematischen Bedingungen vor und zwar ausgeprägt bei primärer Rekristallisation, sodann auch nach «Dehnungs-induzierter» Korngrenzenverschiebung (siehe 3.6.2, Fig. 74 und 75). BADER (1951) hat die in bezug auf das mechanische Verhalten des Eisgefüges wichtige, verhakte Struktur im Malaspina-Gletscher an einem Korn von 20 cm Durchmesser in eindrücklicher Weise durch sukzessive Schnitte in verschiedener Höhe freigelegt. Je nach Stärke von Verwachsungsund Durchwachsungserscheinungen werden nämlich grob interkristalline Formänderungen als Folge von Drehungen und Verschiebungen der Kristallite behindert oder sogar vollkommen unterdrückt.

Beispiele verhakter Strukturen der parakinematischen primären Rekristallisation zeigen die Fig. 39, 40, 42, 44, 46, 48, 50, 52 und die Mikrographie Fig. 54. Zu ihren Erscheinungsformen ist weiterhin folgendes zu bemerken: Die Kornbindungszahl fällt mit steigender Fließgeschwindigkeit. «Dehnungsinduzierte» Korngrenzenverschiebung nach 3.6.2, wie sie bei  $T = -22^{\circ}$  C nach einer Dehnung von 13% einzig vorliegt, hat feinere Gliederung von Verwachsungserscheinungen zur Folge (Fig. 74 und 75). Gefügebilder der Dauer-Druck-Versuche an Stäben.

a) Schnitt senkrecht zur Beanspruchungsachse; b) Längsschnitt, Stabachse senkrecht.

Bedingungen:  $T = -1,9^{\circ} C$ :

Fig. 39:	$\sigma_{o} = 3,35 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2};$	$\dot{z}_3 = 8,68 \cdot 10^{-8} \text{ sec}^{-1}$
Fig. 40, 41:	$\sigma_0 = 6,0 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2};$	$\dot{\epsilon}_3 = 2,96 \cdot 10^{-7} \text{ sec}^{-1}$
Fig. 42, 43:	$\sigma_o=-8,55~kg\cdot cm^{-2};$	$\dot{\epsilon}_3 = 9,50 \cdot 10^{-7} \text{ sec}^{-1}$
Fig. 44, 45:	$\sigma_o = 11,0$ kg $\cdot$ cm <sup>-2</sup> ;	$\dot{\epsilon}_3 = 2,52 \cdot 10^{-6} \text{ sec}^{-1}$
Fig. 46, 47:	$\sigma_o = 13,5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2};$	$\dot{\epsilon}_3 = 9,2 \cdot 10^{-6} \text{ sec}^{-1}$
Fig. 48, 49:	$\sigma_{o} = 16,0~$ kg $\cdot$ cm <sup>-2</sup> ;	$\dot{\epsilon}_3 = 1,74 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$

Fig. 39, 40, 42, 44, 46, 48: Parakinematisches Rekristallisationsgefüge; Fig. 41, 43, 45, 47, 49 nach einer weiteren postkinematischen Rekristallisation (fehlt beim Versuch der Fig. 39). Vergrößerung  $3 \times$ .





40a



42a



39b



40b



41a





42b



43a











44b



45a



45b



46b



47a



48b



49a



#### Gefügebilder der Torsions-Scher-Versuche.

a) Schnitt senkrecht zur Torsionsachse (t); b) radialer Schnitt, aufgespannt durch Radiusvektor (r) und Mantellinie (t); c) tangentialer Schnitt, senkrecht zu Radiusvektor (r).

Bedingungen:  $T = -1,9^{\circ} C$ :

Fig. 50, 51:  $\tau_a = 4.2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ;  $\dot{\chi}_2 = 5.75 \cdot 10^{-8} \text{ rad} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{sec}^{-1}$ 

Fig. 52, 53:  $\tau_a = 6.6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ;  $\dot{\chi}_2 = 3.27 \cdot 10^{-7} \text{ rad} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{sec}^{-1}$ Fig. 50, 52 unter parakinematischen Bedingungen, Fig. 51, 53 nach einer weiteren postkinematischen Rekristallisation. Vergrößerung  $3 \times$ .







50b







51a





52b



53b





53c

In beschränkter Weise führt auch postkinematische primäre Rekristallisation zu Verwachsungs- und Durchwachsungserscheinungen (Fig. 41, 43 und 51), jedoch für  $T = -1.9^{\circ}$  C nur unterhalb  $\sigma \simeq 9 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  und  $\tau \simeq 5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ .



Fig. 54. Verhakte Struktur. Bedingungen: T =  $-1,9^{\circ}$  C,  $\tau_a = 6,6$  kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup>,  $\dot{\epsilon}_3 \simeq 3 \cdot 10^{-6}$  sec<sup>-1</sup>. Vergrößerung 9×.

Die Krümmungsradien der Kornoberflächen sind allgemein kleiner in parakinematischer denn in postkinematischer Rekristallisation, gleichen sich aber mit fallenden Spannungen mehr und mehr an. Systematische Gefügeregelung ist in Druck-Versuchen nicht feststellbar. Im Scher-Versuch legen sich im parakinematischen Rekristallisationsgefüge als «mittlere» Korngestalt leicht abgeplattete Kristalle

in die Scherebene.

#### 3.5.2. Korngröße

Die mittlere Korngröße ist als Flächenanteilfunktion

$$\overline{\mathbf{D}}_{2} = \frac{\int_{0}^{\infty} \overline{\mathbf{D}} \cdot \mathbf{D}^{2} \cdot \mathbf{f}(\mathbf{D}) \, \mathrm{d}\mathbf{D}}{\int_{0}^{\infty} \overline{\mathbf{D}}^{2} \cdot \mathbf{f}(\mathbf{D}) \, \mathrm{d}\mathbf{D}}$$

definiert. Einer allfälligen Gefügeregelung tragen verschiedene Schnittrichtungen Rechnung. Der mittlere räumliche Durchmesser beträgt sodann  $\overline{D}_3 = 1,29 \cdot \overline{D}_2$ . Fig. 55 zeigt einige Verteilungen ausgemessener Dünnschliffe (grobe Gefüge planimetriert, feine durch Vergleich mit Raster). Das ungleichmäßige Gefüge bei größeren Durchmessern rührt von der relativ kleineren Anzahl ausgemessener Körner her, wird aber durch mehrere Messungen gut ausgeglichen. Die anomal großen Körner der unter hohen Spannungen verformten Stäbe sind nicht mitgezählt.

Auf diese Weise ausgeführte Korngrößenbestimmungen zeigen die Fig. 56 und 57 und zwar jeweilen für parakinematische und postkinematische Rekristallisationsgefüge. Für die Dauer-Druck-Versuche an Stäben und die Torsions-Versuche an Hohlzylindern ist letzteres Gefüge nach der Entlastung einer weit ins tertiäre Fließen verformten Probe entstanden; in den meisten Fällen betrifft der Vergleich sogar die gleichen Versuchskörper, aus welchen unmittelbar nach Versuchsabbruch und nach langer Lagerung auf der Versuchstemperatur erneut Dünnschliffe herausgeschnitten wurden.

Der Beanspruchungszustand scheint die Korngröße nur unbedeutend zu beeinflussen, indem die Resultate der Torsions-Scher-Versuche in nachstehender Tabelle leidlich gut mit jenen der Dauer-Druck-Versuche übereinstimmen.

$ au_{a}$ in kg $\cdot$ cm- <sup>2</sup>	Entsprechend einer Druck- spannung nach der Formel von Nye (1953), in kg $\cdot$ cm <sup>-2</sup>	D <sub>2</sub> der parakinematischen Rekristallisation, in cm	D <sub>2</sub> der postkinematischen Rekristallisation, in cm
4,2 6,6	7,3 11,4	$\begin{array}{rrrr} 0,315 \ \pm \ 0,05 \\ 0,16 \ \pm \ 0,035 \end{array}$	$\begin{array}{rrr} 0,86 \ \pm \ 0,15 \\ 0,27 \ \pm \ 0,02 \end{array}$





Fig. 55. Beispiele einiger Verteilungen der Flächenanteilfunktion (oben: bei parakinematischer Rekristallisation, unten: bei postkinematischer Rekristallisation).

Übersichtlicher verhalten sich die Korngrößen als Funktion der tertiären Fließgeschwindigkeit nach Fig. 58, womit die eigentlichen Parameter des Kornwachstums hervorgehoben werden.

Für die Gefüge der Torsions-Scher-Versuche unter hydrostatischem Druck gelten die Kennzeichen der Scher-Versuche ohne Überlastung.

Es seien im folgenden kurz jene Überlegungen zusammengestellt, welche für das Verständnis der Zusammenhänge zwischen Kristallisationsgeschwindigkeit, Keimbildung, Korngröße und Korngestalt einerseits und äußeren Bedingungen andererseits wesentlich sind.



Scher-Versuch.

 $\begin{array}{cccc} 2 & 5 & 10 \\ Spannung & \sigma_0 & (kg \, cm^{-2}) \end{array}$ Fig. 56. Mittlere Korngröße  $\overline{D}_2$  ausgiebig verformter Stäbe Fig. 57. M im Dauer-Druck-Versuch und tordierter Zylinder im



Fig. 57. Mittlere Korngröße  $\overline{D}_2$  der gedrückten Dünnschliffe.

Das mechanische Verhalten vielkristalliner Materie unter hohen Temperaturen ist nach MOTT (1952) und BOULANGER und CRUSSARD (1956) durch die Superposition zweier Faktoren bestimmt:

- 1. Durch die Verzerrung in der Weise, daß Erzeugung und gleichzeitiger teilweiser Abbau der Fehlordnung durch Diffusion und Rekristallisation einen Gleichgewichtszustand ergeben und
- 2. durch die eigentliche Wirkung der Fehlordnung im gegebenen Zustand.

Indem die Bildungsfrequenz der (elektrischen und strukturellen) Fehlordnung im Eis durch die Fließgeschwindigkeit, die Abbaugeschwindigkeit jedoch durch Temperatur und Fehlordnungsdichte bestimmt wird, ist die verbleibende latente Verformungsenergie im Gleichgewichtszustand mindestens von der Temperatur und der Fließgeschwindigkeit abhängig und zwar hat sie einen so um höheren Betrag, je größer die Fließgeschwindigkeit einerseits und je tiefer die Temperatur andererseits. Bei konstanter Temperatur muß also die Kristallneubildung durch zunehmende Fließgeschwindigkeit beschleunigt werden. Der Temperatureinfluß auf den mittleren Verzerrungsgrad als wichtigster Faktor, dann aber auch der direkte Einfluß der Temperatur auf die Platzwechselvorgänge, bewirken, daß bei konstanter Fließgeschwindigkeit die Geschwindigkeit der Neubildung mit zunehmender Temperatur beschleunigt wird.

Mutatis mutandis sind die Überlegungen, die ANDERSON und MEHL (1945) zum Kornwachstum an Metallen angestellt haben, auch auf Eis übertragbar, indem der Übergang von der Dehnung zur Dehnungsgeschwindigkeit nurmehr methodischer Natur ist. Aus Fig. 35 ist ersichtlich, daß die Kristallisationsgeschwindigkeit G (Wachstumsdauer) mit steigender Spannung monoton zunimmt. Da für die im Rekristallisationsgefüge schließlich erreichte Korngröße der Quotient aus G und der Keimzahl N verantwortlich ist, muß die Keimzahl, um die richtige Abhängigkeit der Korngröße von der Fließgeschwindigkeit zu ergeben, in höherer Potenz der Spannung ansteigen und umgekehrt das rekristallisierte Korn mit fallender Fließgeschwindigkeit an Größe zunehmen, weil dann N stärker abfällt als G. In einer rohen Analyse von N und G an den gedrückten Dünnschliffen bestätigte sich tatsächlich dieser Sachverhalt. Diese Überlegungen sind prinzipiell für die para- und postkinematische Rekristallisation gültig; die



Fig. 58. Mittlerer Korndurchmesser  $D_2$  ausgiebig verformter Stäbe in Funktion der tertiären Fließgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_3$ .

Wirkung andauernder Deformation liegt im ersten Falle wohl einzig darin, die Kristallisationsgeschwindigkeit G — durch eine Störung des Wachstums oder sogar Desaktivierung der vordringenden Korngrenze (an Metallen von VAN ARKEL und VAN BRUGGEN 1927 und VAN ARKEL und PLOOS VAN AMSTEL 1930 beobachtet) — mit steigender Fließgeschwindigkeit (ohne Beeinflussung von N) zunehmend zu vermindern, sodaß das rekristallisierte Korn durchgehend kleiner ausfällt als in postkinematischer Rekristallisation.

Weil für die Korngröße der primären Rekristallisation nach den vorliegenden Experimenten einzig die Fließgeschwindigkeit und nicht die Dehnung maßgebend und der Nullpunkt der Zeitskala der postkinematischen Rekristallisation für den Betrag der vorgängigen Deformation unempfindlich ist, muß die *Keimbildung (potentielle Keime*, die jedoch noch nicht die Lagebeziehungen neu entstehender Kristalle wiedergeben müssen; siehe hiezu 3.5.3) im Endstadium der Verformung stattfinden. Keimzahl N und Kristallisationsgeschwindigkeit G des auf diese Keime aufbauenden späteren Wachstums sind nach dem zuvor Gesagten durch die Fließgeschwindigkeit vollauf vorbestimmt. Über die Natur der Keime läßt sich keine Aussage machen; eine Hypothese von CAHN (1950), wonach sie in den am stärksten inhomogen gedehnten Gitterbereichen (über einen Polygonisationsprozeß) zu lokalisieren sind, dürfte auch für Eis vorläufig naheliegend sein.

Zu den hier aufgeworfenen Fragen zur rekristallisierten Korngröße hat GLEN (1955) in ähnlicher Weise argumentiert.

Zur Erläuterung des Gesagten sei das typische Beispiel eines Torsions-Scher-Versuches angeführt, der

kurz nach Einsatz des tertiären Fließens abgebrochen wurde (spezifische Schiebung am Rand bei Versuchsabbruch nach 8 h 50 min  $\gamma_a = 0,05$ , für Einsatz des tertiären Fließens bei 4 h 50 min  $\gamma_a = 0,031$ ; Randschubspannung  $\tau_a = 6,6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  und  $T = -1,9^{\circ}$  C). Fig. 59 zeigt, daß während 4 h die Rekristallisation zu etwa 70% fortgeschritten ist und daß die Körner bedeutend größer als jene nach ausgiebiger Verformung aber sonst übereinstimmenden Bedingungen (vergleiche Fig. 52) ausfallen. Als bestimmen-



Fig. 59. Gefüge eines Torsions-Scher-Versuches kurz nach Beginn des tertiären Fließens. Rekristallisationsbetrag etwa 70%.
 a) Schnitt senkrecht zur Torsionsachse; b) radialer Schnitt; c) tangentialer Schnitt, Torsionsachse durch Pfeil markiert. Vergrößerung 3×.

der Parameter ist die sekundäre Fließgeschwindigkeit zu betrachten; deren Betrag liegt nur wenig unter der tertiären Geschwindigkeit einer Fließkurve bei  $\tau_a = 4,2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ . Die Korngrößen stimmen dann überein (Fig. 50). Nach den Resultaten zur primären Rekristallisation (3.4.2) hätte dieser Versuch für  $\alpha = 1,35$  eine nach Fig. 28 definierte, volle Wachstumsdauer von 10 h gehabt und andererseits entspricht diesen Beanspruchungsbedingungen ( $\sigma = \sqrt{3} \tau = 11,4 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) nach Fig. 35 eine Wachstumsdauer von ebenfalls 10 h. Auch aus anderen Beispielen geht hervor, daß die Resultate der Versuche an dünnen Schichten die Verhältnisse in großen Versuchskörpern gut wiederzugeben vermögen. Sodann erstreckt sich bei Druck- und Scher-Versuchen die Übergangszone zum tertiären Fließen, während welcher die erste Rekristallisation abläuft, etwa über gleiche Zeitspannen, wie sie nach Fig. 35 für das Wachstum gemessen wurden. Bemerkenswert gut passen zudem die rekristallisierten Korngrößen der «zweidimensionalen» Rekristallisation nach Fig. 57 in die Kurven der Messungen an Stäben nach Fig. 56. Nach den theoretischen Untersuchungen von JOHNSON und MEHL (1939) und den Experimenten an Aluminium von ANDERSON und MEHL (1945) sollte die «dreidimensionale» Rekristallisation gegenüber der «zweidimensionalen» verlangsamt sein.

Nach den Gefügebeobachtungen und der in 3.4.3 gegebenen Ableitung ist eine zweite parakinematische Rekristallisation ziemlich unabhängig von der Fließgeschwindigkeit für Scher-Versuche etwa bei  $\gamma = 0,12$  (T =  $-1,9^{\circ}$  C) und für Druck-Versuche etwa bei 8 bzw. 10 und 13% Dehnung (T = -1,9, bzw. -4,8 und  $-11,5^{\circ}$  C) abgeschlossen. Diese Umwandlung wird vollkommen durch die höher liegende tertiäre Fließgeschwindigkeit beherrscht. Unter festgehaltenen Beanspruchungsbedingungen erreichen die resultierenden Korngrößen mit dieser zweiten Umkristallisation bereits einen stationären Zustand, denn sie ändern für noch höhere Dehnungen nurmehr unmerklich.

In der bei hohen Fließgeschwindigkeiten für Dehnungen unter 1% beobachteten intrakristallinen Rißbildung liegt offenbar die erste Ursache für die Ausbildung anomal großer Körner (Fig. 46 und 48). Die Gefügeversperrung in der Umgebung solcher Fehler fällt ab, womit in deren Einflußbereich die zur Rekristallisation nötige Dehnung vorerst nicht erreicht werden kann. Das Ganze rekristallisiert dann von einem oder wenigen Keimen aus, die in einer genügend deformierten Zone liegen.

Hydrostatische Überlastung bis 90 atü im Torsions-Scher-Versuch hat die rekristallisierte Korngröße nicht beeinflußt.

Wie in den Versuchen an gepreßten Dünnschliffen verläuft auch in großen Versuchskörpern die parakinematische Rekristallisation für niedrige Spannungen periodisch (siehe unter 3.4.3), wogegen für hohe Fließgeschwindigkeiten das Wachstum eines ersten Zyklus in der ganzen Probe noch nicht beendet sein muß, wenn ein zweiter einsetzt. Die Grenzen liegen für  $T = -1,9^{\circ}$  C bei  $\sigma \simeq 5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ und für  $T = -11,5^{\circ}$  C bei  $\sigma \simeq 8 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ . Unweit dieser Werte geht in postkinematischer Rekristallisation die bei hohen Fließgeschwindigkeiten isometrische Korngehalt eher in verhakte Struktur über.

Endlich sei noch nach jener Spannung bzw. Fließgeschwindigkeit gefragt, für welche parakinematisch und postkinematisch rekristallisierte Körner unter sonst identischen Bedingungen gleich groß ausfallen und eine Störung des Kristallwachstums durch andauernde Verformung nicht mehr besteht. Legt man in Fig. 56 durch die Meßpunkte versuchsweise Geraden (gestrichelt), so würde dies unterhalb von  $\sigma_0 \simeq 1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  (T = -1,9° C,  $\dot{\epsilon}_3 = 2 \cdot 10^{-8} \text{ sec}^{-1}$ ) zutreffen.

#### 3.5.3. Texturen

Die Analyse der Texturen auf dem Universaldrehtisch (LEITZ) wurde unter folgenden Bedingungen ausgeführt: Präparation der Dünnschliffe nach 3.2.1; zwei Schnittlagen für Stabversuche, wovon eine senkrecht zur Beanspruchungsachse, die andere als Längsschnitt, enthaltend die Beanspruchungsachse; drei Schnittlagen der Torsions-Scher-Versuche, nämlich senkrecht zur Torsionsachse, radial, enthaltend die Torsionsachse und der zu diesen Lagen senkrechte tangentiale Schnitt (es wurde unterlassen, in erster und dritter Schnittlage je nach Ort des Kristalles auf den Radiusvektor zu korrigieren; Verdrehungen von  $\pm 10^{\circ}$  um den Pol der Scherebene können die Folge sein!) Zur Auswertung sind die Projektionen der verschiedenen Schnitte ineinander übergeführt. Der mittlere Fehler der Einzelbeobachtung über den ganzen Projektionsraum beträgt — abgesehen vonder erwähnten Unsicherheit — etwa 3°. Jede Texturbestimmung umfaßt mindestens 200 Kristalle.

Als zunächst wichtiges Resultat ergab sich, daß bereits die erste primäre Rekristallisation von einem ungeregelten Gefüge zu einer straffen Textur polykristallinen Eises überleitet, wofür nach Fig. 12 und 13 im Druck-Versuch Deformationen von einigen Prozenten und im Torsions-Scher-Versuch spezifische Verdrehungswinkel von etwa 0,01 rad · cm<sup>-1</sup> genügen.

Ein Einblick in das Prinzip der Regelung wird durch die *Textur der reinen Scherung* vermittelt, für welche nach Fig. 60 und 61 grundsätzlich zwischen der *parakinematischen* und der *postkinematischen Rekristallisationstextur* unterschieden werden muß. Bedingungen dieses Versuches waren:  $T = -1,9^{\circ}$  C,  $\tau_a = 4,2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ , spezifische Schiebung am Probenrande bei Versuchsabbruch 1,09. Dieselbe Analyse bei  $\tau_a = 6,6 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  bestätigt das gewonnene Resultat, wenn auch bei höherer Fließgeschwindigkeit die Texturen etwas verschmiert werden.

Typus der parakinematischen Rekristallisationstextur sind drei Häufungen mit etwa gleicher Besetzungsdichte, nämlich zwei Maxima mit der Achsenneigung nahe 25° (19 und 25°) in der Ebene senkrecht zur Bewegungsrichtung und ein drittes mit einer Neigung von 40° zur Bewegungsrichtung. Es wurde nicht untersucht, in welchem Sinne letztere Häufung in die Bewegungsrichtung weist (Drehsinn der Schubkräfte). Postkinematische Rekristallisation führt zu einem einzigen Maximum im Pol der Scherebene.

Für die *Texturen der Dauer-Druck-Versuche* an Stäben ergibt sich folgerichtig mit der Auflösung in Scherspannungen eine Gürtelregelung und zwar straffer für postkinematische Rekristallisation als für parakinematische, bei welcher die in die Bewegungsrichtung weisende Häufung zur Dispersion der Kristallagen beitragen muß.



Fig. 60. Stereographische Projektion der Textur eines Torsions-Scher-Versuches unmittelbar nach Entlastung, die Verhältnisse während der Verformung wiedergebend. s : Pol der Scherebene, r : Ausstich des Radiusvektors. Besetzungsdichte der Polausstiche nach Legende rechts oben.



Fig. 61. Stereographische Projektion der Textur des Torsions-Scher-Versuches der Fig. 60, wobei eine weitere postkinematische Rekristallisation abgewartet wurde. s : Pol der Scherebene, r : Ausstich desRadiusvektors. Besetzungsdichte der Polausstiche nach Legende rechts oben.



Stereographische Projektion der Texturen der Dauer-Druck-Versuche an Stäben:

a) Unmittelbar nach Versuchsabbruch, den Zustand während des Versuches wiedergebend; b) nach einer weiteren postkinematischen Rekristallisation.

 $\begin{array}{l} \text{Bedingungen: } T = -1,9^{\,0} \text{ C:} \\ \text{Fig. 62: } \sigma_{o} = 3,35 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}; \\ \dot{\epsilon}_{3} = 8,68 \cdot 10^{-8} \text{ sec}^{-1} \\ \text{Fig. 63: } \sigma_{o} = 11,0 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}; \\ \dot{\epsilon}_{3} = 2,52 \cdot 10^{-6} \text{ sec}^{-1} \\ \text{Fig. 64: } \sigma_{o} = 16,0 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}; \end{array}$ 

$$\dot{\epsilon}_3 = 1,74 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$$
  
Besetzungsdichte der Polausstiche nach

Legenden rechts oben.

Beim Versuch der Fig. 62 fehlt die postkinematische Rekristallisation. 63b



47

Bei Auszählung nach Breitenkreisen (Fig. 65), wobei auf die Kugelfläche reduzierte prozentuale Anteile eine quantitative Übersicht vermitteln, ist die höhere Einregelung der postkinematischen Rekristallisation deutlich erkennbar. Mit zunehmender Fließgeschwindigkeit verschiebt sich das Maximum



Fig. 65. Auszählung nach Breitenkreisen der Texturen an ausgiebig verformten Stäben (T : -1,9° C).

der Lageverteilungen bei para- und postkinematischer Rekristallisation gegen die Beanspruchungsachse. Auch geht die straffe Regelung unter parakinematischen Bedingungen mit zunehmender Fließgeschwindigkeit zurück, um bei höchsten Spannungen nach Fig. 64 und 65 zugunsten ungeordneter Häufungen zu verschwinden.

Keine der gegenwärtigen Theorien zur *Texturbildung* wird allein und widerspruchslos dem Sachverhalt an Eis gerecht. Weil nach 3.5.2 potentielle Keime während der Verformung entstehen müssen, vermag die Hypothese der orientierten Keimbildung nach BURGERS (BURGERS und TIEDEMA 1940, BURGERS 1952) den Einfluß äußerer Bedingungen nicht zu erklären. Demgegenüber würde Wachstumsauslese, wie BECK vorschlägt (BECK, SPERRY und HSUN HU 1950, BURGERS 1952), verschiedene Entwicklungstendenzen der para- und postkinematischen Rekristallisation grundsätzlich ermöglichen, hingegen fehlen Vorstellungen darüber, in welcher Weise die Zusammenhänge zwischen Orientierungsbeziehungen des wachsenden Kristalles zur verschwindenden Matrix einerseits und der Wachstumsgeschwindigkeit andererseits durch die äußeren Bedingungen beeinflußt werden könnten. Grundlegend dürfte weiterhin die Frage sein, ob das Fließen selbst oder bereits die elastische Verspannung maßgebend ist. In Fig. 66 sind zum Zwecke eines Vergleiches alle bekannten Texturstudien zusammengestellt. BADER (1951) und RIGSBY (1951) identifizieren die Scherebene mit der Bänderung im Gletscher (hauptsächlich Dichteunterschiede durch schichtförmige Luftblaseneinlagerung über Distanzen von einigen Zentimetern und mehr; in der Gefügekunde üblicherweise mit *s*-Flächen bezeichnet). Ein Teil der Resultate



Fig. 66. Rekristallisationstexturen des Experimentes und der Gletscherstudien, stereographische Projektion. s = Pol der Scherebene, t : Haupttransportrichtung.

von MEIER, RIGSBY und SHARP (1954) entspricht den Beobachtungen von RIGSBY (1951); hier ist eine Identifizierung von Scherebene mit Bänderung jedoch nur teilweise angängig. In RIGSBYS Untersuchungen scheint sodann eine zweite Häufung in der Scherebene von ungenügender Bezeichnung der Dünnschliffe oder einer alternierend gegenläufigen Differentialbewegung herzurühren.

Nach ihrem Ursprung gliedern sich die Texturen in drei Systeme, nämlich: parakinematische Rekristallisationstextur von BADER (B<sub>2</sub>), RIGSBY (R) und unseres Experimentes (E<sub>2</sub>), nur im Laboratorium gefundene, postkinematische Rekristallisationstextur (B<sub>1</sub>) und (E<sub>1</sub>) und offenbar «Rekristallisationsfremde» Lagen von SCHWARZACHER und UNTERSTEINER (1953) und MEIER, RIGSBY und SHARP (1954). Primäre Rekristallisation fehlt für letztere Verhältnisse offenbar vollkommen, weil die nötigen Deformationen nach Fig. 12 nur einige Prozente betragen würden. SCHWARZACHER und UNTERSTEINER haben ihre starken «Feinlagen» (auf der Haupttransportrichtung) als Kornzerscherung nach SANDER gedeutet, wobei ganz beträchtliche Deformationsgrade im Spiele sein müßten und die beiden Hauptspannungsrichtungen nach NYE (1952, b) regelnde Elemente wären. Die gleichzeitig beobachteten verhakten Strukturen hätten sodann ihren Ursprung in «Dehnungs-induzierter» Korngrenzenverschiebung (siehe 3.6.2). Würde Kataklase Eis in genügenden Bereichen entspannen, so könnte aber auch postkinematische Rekristallisation neue Bedeutung erhalten.

Aus der Beobachtung, daß selbst bei kleinsten Spannungen (im Gletscher bis  $0,1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) paravon postkinematischen Bedingungen scharf abgegrenzt sind, ergibt sich eine strenge Fassung der Begriffe. Postkinematische Rekristallisation hat nur den Sinn einer reinen Abbildungskristalloblastese, wie GRUBENMANN und NIGGLI (1924) vorschlagen. Innerhalb parakinematischer Kristallisation kann sodann eine Abgrenzung nach kinematischen Gesichtspunkten vorgenommen werden, welche den sichtbaren Zusammenhängen zwischen äußeren Bedingungen einerseits und Korngröße, Korngestalt, intrakristallinen Formänderungen u. a. m. andererseits gerecht wird (siehe 3.4.3).

## 3.6. Korngrenzeneigenschaften

Die energetischen Eigenschaften der Korngrenze und ihrer unmittelbaren Umgebung sind für jede interkristalline Formänderung von grundlegender Bedeutung, insbesondere für schmelzpunktsnahe Temperaturen. Ein wichtiger Zusammenhang besteht bereits zwischen geometrischen und energetischen Eigenschaften der Korngrenze. Wegweisend zu solchen Betrachtungen waren C. S. SMITH mit «Grains, Phases and Interfaces» (1948) und andere (READ und SHOCKLEY 1952, SMITH 1952, HERRING 1953).

#### 3.6.1. Relative Grenzflächenspannung an Korngrenzen

Eine der wichtigsten Methoden, Aufschluß über energetische Eigenschaften der Grenzflächen zu gewinnen, ist die Messung der Winkel dreier sich längs einer Kante schneidender Grenzflächen im Gleichgewicht (freie Energie des ganzen Systems minimal, wenigstens stationär). Dabei sei in folgendem einheitlich von Spannungen und nicht von Energien die Rede, obwohl für Gleichgewichtsformen von Kristallen die wirkenden Oberflächenkräfte eine genauere Bezeichnung erfordern würden (siehe z. B. SHUTTLEWORTH 1950, 1952). Die Verhältnisse lassen sich nach HERRING (1953) mit der Fig. 67 folgendermaßen veranschaulichen: Die Bedingung, daß

$$\sum_{i=1}^3 \int {\gamma_i} \; d\, F_i$$

(9)



Fig. 67. Kräftegleichgewicht längs einer Korngrenze.

stationär in bezug auf virtuelle Verschiebungen der Grenzflächen ist (z. B. für die Umgebung von 0 eine Verschiebung nach P), führt im Falle orientierungsabhängiger Grenzflächenspannungen  $\gamma_i$  zu

$$\sum_{i=1}^{3} \left( \begin{array}{c} \overrightarrow{\gamma_{i} t_{i}} + \frac{\partial \gamma_{i}}{\overrightarrow{\sigma_{i}}} \\ \overrightarrow{\partial t_{i}} \end{array} \right) = 0$$
(10)

 $\overrightarrow{t_i}$  Einheitsvektor senkrecht zur Kante in die i-te Grenzfläche weisend,  $\overrightarrow{\frac{\partial \gamma}{\partial t_i}}$  senkrecht zu  $t_i$  mit der Länge

 $\frac{\partial \gamma}{\partial \omega}$ ). Ohne die kleinen Beiträge  $\frac{\partial \gamma}{\partial t}$  weiter zu beachten, geben also die Winkel längs einer Kante nach

der vektoriellen Beziehung

$$\frac{\gamma_{12}}{\sin\Theta_3} = \frac{\gamma_{23}}{\sin\Theta_1} = \frac{\gamma_{13}}{\sin\Theta_2}$$
(10a)

definitionsgemäß Auskunft über die Abhängigkeit der Grenzflächenspannung von der gegenseitigen Kornorientierung.

Aus verschiedenen Gründen haben Versuche, direkt solche Stoßstellen zu züchten, das Ganze leicht zu verformen und anschließend anzulassen (wie es z. B. AUST und CHALMERS 1950 für Sn durchführten), meist fehlgeschlagen. Das gestellte Ziel wurde dann aber mit einer statistischen Analyse an vielkristallinem Eis erreicht.

Der Dünnschliff ist ein ebener Schnitt durch eine dreidimensionale Struktur, so daß der beobachtete Öffnungswinkel gegen ein Korn von der Lage der Kante gegen die Schnittebene abhängt, aber mit dem wahren Öffnungswinkel (Diederwinkel) verknüpft ist. Haben die Kanten isotrope Lageverteilung, so kann eine Verteilungsfunktion für die beobachteten Öffnungswinkel angegeben werden, für die in jedem Falle der wahrscheinlichste Winkel in der gemessenen Verteilung mit dem wahren Diederwinkel übereinstimmt (HARKER und PARKER 1945). In Dünnschliffen können starke Neigungen der Kanten eliminiert werden und der Vergleich experimenteller und theoretischer Verteilungskurven zeigte bereits bei 20 Körnern gute Übereinstimmung. Die Winkelmessungen erfolgten auf Photographien des Dünnschliffes, der, nach Körnern numeriert, sodann auf dem Universaldrehtisch in bezug auf die gegenseitige Orientierung der Kristalle untersucht wurde. Die absoluten Fehler der Einzelbeobachtungen betrugen: relative Orientierung  $\pm 2^{0}$ , Öffnungswinkel  $\pm 1,5^{0}$ .

Untersuchungsmaterialien sind zwei in bezug auf den inneren Zustand verschiedene Eiskörper, nämlich eine parakinematische Rekristallisationsstruktur und postkinematisch rekristallisiertes und (bei --2°C während einem Monat) angelassenes Eis. Die Proben stammten aus Torsions-Scher- und Dauer-Druck-Versuchen mit gröberen Gefügen.

Für parakinematische Rekristallisationsstrukturen ist zwischen der Orientierungsdifferenz zweier Körner und dem Öffnungswinkel gegen das dritte Korn kein systematischer Zusammenhang nach Formel (10a) gefunden worden; vielfach war sogar eine eigentliche Verteilungskurve nicht aufstellbar. Die Ausbildung der Gleichgewichtskonfiguration der Korngrenzen unter Wirkung der Grenzflächenspannungen ist durch den lokalen Dehnungszustand gestört und die geometrischen Eigenschaften der Korngrenze hängen gesamthaft vor allem von diesen Bedingungen ab.

Nach Fig. 68, welche das Resultat der statistischen Studie über insgesamt etwa 300 Körner an rekristallisiertem und angelassenem Eis wiedergibt, sind demgegenüber diese Öffnungswinkel und somit die Grenzflächenspannungen eine Funktion der Orientierungsdifferenz (Punkte geben den wahrscheinlichsten Diederwinkel, eingezeichnete Fehler entsprechen den absoluten Streuungen). Nach dem Korngrenzenmodell von READ und SHOCKLEY (1950, 1952, SHOCKLEY 1952) würde die Grenzflächenspannung mit abnehmender Orientierungsdifferenz stärker abfallen, wie Versuche an Metallen belegen (siehe SHOCKLEY 1952). Die beobachtete Abweichung kann verschiedene Ursachen



Fig. 68. Relative Grenzflächenspannung in Funktion der Orientierungsdifferenz für rekristallisiertes und angelassenes Eis.

haben: Im rekristallisierten und angelassenen Eisgefüge ist der Gleichgewichtszustand noch nicht voll erreicht und zwar deshalb, weil entweder strukturelle Fehlordnung nicht genügend eliminiert oder die Beweglichkeit der Korngrenzen unter Wirkung ihrer Grenzflächenspannung ungenügend ist. Die hiefür maßgebende *absolute Grenzflächenspannung* (für große  $\Delta$ ) beträgt nämlich bei T = 0° C nur 40,2 dyn · cm<sup>-1</sup> (nach 4.2.1 ist die relative Grenzflächenspannung Eis—Wasser/Eis—Eis  $\gamma_{sl}/\gamma_{ss} = 0,585$ und nach JACOBI 1955  $\gamma_{sl} = 23,5$  dyn · cm<sup>-1</sup>). Andererseits muß das Modell überhaupt gewisse Störungen erfahren, weil die Natur der Fehlordnung in Eis nach 2.5 nicht den gewöhnlichen Charakter einer Versetzung hat.

Der kleine Absolutwert der Grenzflächenspannung erklärt, weshalb selbst für langdauerndes Anlassen stark gekrümmte Korngrenzen und sogar Durchwachsungen (Fig. 39b, 41b) haltbar sind.

#### 3.6.2. Korngrenzenfließen

In vielkristallinem Material erlaubt Korngrenzenfließen den Abbau lokaler Spannungskonzentrationen und trägt damit direkt zur Deformation des Kristallhaufwerkes bei. Beliebige Formänderungen werden jedoch allgemein einzig unter gleichzeitiger Beteiligung intrakristallin sich abspielender Deformationen stattfinden.

Nach den Richtungswirkungen: tangential oder normal zur Grenze, wird zwischen der Korngrenzenscherung und der Korngrenzenverschiebung (senkrecht zur Korngrenze) unterschieden.

Unter Bedingungen des Kriechens sind diese Phänomene bei Metallen z. B. untersucht durch CHAL-MERS (1952) in einer Übersicht, CHANG und GRANT (1953), FAZAN, SHERBY und DORN (1954), MCLEAN und FARMER (1954/55). Korngrenzenscherung und Korngrenzenverschiebung scheinen stark kooperative Prozesse zu sein, die nach Betrag und Richtung aufeinander einwirken. Als spezielle Untersuchungen sind zu erwähnen: Innere Reibung Kê (1947), Scherung von Bikristallen KING, CAHN und CHALMERS (1948) und WEINBERG (1954). SHOCKLEY (1952) legt in einer theoretischen Untersuchung der Krongrenzenscherung eine Fehlstellendiffusion zugrunde. Einige Anhaltspunkte zum Verhalten der Korngrenzen vermittelt das Studium der Brucherscheinungen. Es bricht nämlich Eis bei schlagartigen Beanspruchungen und einer Zug- oder Druck-Belastung von über 18 kg · cm<sup>-2</sup> selbst am Schmelzpunkt immer spröde und transkristallin. Bruch nach ausgedehntem Fließen erfolgt meist transkristallin, kann aber an vereinzelten Stellen unabhängig von der Fließgeschwindigkeit längs Gleitebenen (Gleitungsbruch) verlaufen; interkristalliner Bruch fehlt praktisch vollkommen.

Aus der gewöhnlichen Gefügeuntersuchung geht nicht unmittelbar hervor, inwieweit eine Korngrenzenscherung möglich ist. Das Experiment der Scherung von Bikristallen sollte abklären, ob Korngrenzenscherung unter sehr günstigen Bedingungen ( $T = -0,1^{\circ} C$ ) vorliegen kann oder nicht.

Ein äußerst genau arbeitender Kryostat für Temperaturen unmittelbar unterhalb des Schmelzpunktes läßt sich dadurch verwirklichen, daß ein Meßtopf weit in eine stark umgerührte Sole eintaucht, deren Temperatur durch Zuckerzugabe geregelt ist. In ein solches Gerät wurde das Instrument zur Scherung von Bikristallen (Fig. 69 oben) eingesetzt. Die Scherkräfte überträgt ein Neusilbergestänge von außen her; die Probekörper selbst sind in Aluminiumhülsen eingefroren.



Fig. 69. Solekryostat und Meßgerät zur Scherung von Bikristallen.

Der Ursprung der verwendeten Bikristalle ist zweierlei Art; ein Teil wurde nach geeignet liegenden Keimen aus der Schmelze gezüchtet, ein anderer durch Faraday'sches Wiedergefrieren so hergestellt, daß orientierte und polierte Eiskristalle bei -0,01° C angelassen, unter Eiswasser miteinander in Kontakt gebracht und ein weiteres Mal angelassen wurden (-0,01° C, 24 h). Letzteres Vorgehen führt zu vollkommen ebenen Korngrenzen. Das mechanische Verhalten der durch Züchtung oder Wiedergefrieren erhaltenen Bikristalle zeigt keine Unterschiede.

Die Untersuchungen betreffen Bikristalle mit Verdrehungen der a-Achsen von 5, 10, 20 und 30° in einer Lage nach Fig. 70 oben, womit Gleitung nach (0001) unterdrückt ist, und Verdrehungen der c-Achse von etwa 10° in der verformbaren Lage nach Fig. 70 unten. Eine außerhalb des Meßtopfes angebrachte Meßuhr zeigte die Gesamtdeformation an; die eigentliche Korngrenzenscherung konnte nach Versuchsabbruch an der unter Luftabschluß gehaltenen Probe mikroskopisch auf 0,01 mm genau gemessen werden. Nach Experimenten bei  $\tau = 10 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  bis zu einer Dauer von 50 h, und bei  $\tau = 15 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ während etwa 1 h (Bruch!) unterbleibt eine meßbare Deformation und Korngrenzenscherung der Bi-



Fig. 70. Lage der Bikristalle in den Untersuchungen zur Korngrenzenscherung.

kristalle, welche Gleitung nach (0001) ausschließen. Andererseits aber haben sich Verzerrungen, wie Fig. 71 zeigt, von der Halterung weg in die Kristalle ausgebreitet und die Rekristallisation des gesamten, verspannten Gebietes eingeleitet (Fig. 72). Eine Korngrenzenscherung fehlt nach mikroskopischen



Fig. 71. Ausbreitung einer inhomogenen Verzerrung in einem verspannten Bikristall, der Gleitung nach (0001) ausschließt. Vergrößerung  $4 \times .$ 



Fig. 72. Im verspannten Gebiet rekristallisierter Bikristall. Vergrößerung 4×.

Untersuchungen auch vollkommen in jenen Bikristallen, die Gleitung nach (0001) gestatten. Nach dem Dünnschliff der Fig. 73 können Verzerrungen unter mehr oder weniger starker Störung durch die Korngrenze hindurchtreten und in besonders stark inhomogen verzerrten Bereichen Rekristallisation einleiten (rechtsseitiger Kristall). Die vor dem Versuch glatte Korngrenze hat zudem unter der Wirkung lokaler Spannungskonzentrationen und Dehnungen kleine Verschiebungen erfahren. In bezug auf die Richtung der wirkenden Kräfte weitgehend unabhängig ist die nach BECK und SPERRY (1950, siehe auch BURGERS 1952) als *«Dehnungs-induzierte» Korngrenzenverschiebung* bezeichnete Umlagerung der Korngrenzen unter Wirkung lokaler Dehnungsunterschiede in aneinandergren-



Fig. 73. Verformter Bikristall einer Lage, die Gleitung nach (0001) ermöglicht. Vergrößerung 4×.

zenden Kristallen, wobei thermodynamisches Gleichgewicht durch Abbau des stärker (inhomogen) verzerrten Kristalles angestrebt wird. «Dehnungs-induzierte» Korngrenzenverschiebung führt unter Beibehaltung gewisser Orientierungsbeziehungen, die vor allem dem lokalen Dehnungszustand entspringen, nicht direkt zu einer Regelung, wohl aber zu Verwachsungserscheinungen mit kleinem Einfluß auf die mittlere Korngröße.

MATSUYAMA (1920) liefert mit seinen Zeichnungen nach dem Gefüge einer gebogenen Platte den Beweis für das Zutreffen dieses Prozesses in Eis (Fig. 74). Neben den vielen, während der Deformation



Fig. 74. «Dehnungs-induzierte» Korngrenzenverschiebung in gebogenen Eisplatten (nach MATSUYAMA 1920).

entstehenden Unregelmäßigkeiten werden ganze Teile der Korngrenze verschoben. Der Dünnschliff der Fig. 75 zeigt, daß der relativ unverspannte (im Bild dunkle) Kristall besonders an jenen Stellen stark vorgerückt ist, die durch hohe inhomogene Verzerrungen im verschwindenden Kristall gekennzeichnet sind. Offenbar ist dieser Prozeß für tiefe Temperaturen relativ wirksamer als die primäre Rekristallisation, indem bei T =  $-22^{\circ}$  C bis  $\varepsilon = 15\%$  ohne bedeutende sichtbare intrakristalline Verzerrungen und ohne Rekristallisation (keine Textur) ausgeprägte Verwachsungserscheinungen der Kristalle auftraten.



Fig. 75. «Dehnungs-induzierte» Korngrenzenverschiebung, die gegen inhomogene Verzerrungen vorstößt. Bedingungen: T = 1,9° C,  $\sigma_0 = 16,0 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ,  $\dot{\epsilon}_3 = 1,74 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ . Vergrößerung  $10 \times .$ 

## 3.7. Einige weitere Untersuchungen zum Formänderungsmechanismus

Dieser Abschnitt behandelt Beobachtungen an Dünnschliffen und Experimente der gleichzeitigen optischen und röntgenographischen Untersuchung einer grobkristallinen Eisplatte, welche geeignet sind, das Verständnis des Gesamtablaufes der Formänderung zu fördern statt bloß den Momentanzustand zu erfassen.

#### 3.7.1. Knickbildung

Im parakinematischen Rekristallisationsgefüge der Fig. 48 sind in den anomal großen Kristallen Bänder zu erkennen, die teilweise oder ganz die Körner durchlaufen. Fig. 76 zeigt zwei Mikrographien solcher Stellen. Nach Fig. 77 und 78 besteht zwischen Mutterkristall und Band keine feste Lagebezeichnung,





Fig. 76. Knickbildung in anomal großen Körnern des parakinematischen Rekristallisationsgefüges. Bedingungen:  $T = -1.9^{\circ} C, \sigma_o = 14.8 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}, \dot{\epsilon}_3 = 1.09 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}. \text{ Vergrößerung } 9 \times .$ 

was ihre Deutung als mechanische Zwillingsbildung ausschließt. Es handelt sich um Knicke, wie sie auch an hexagonalen Metallen gefunden werden (OROWAN 1942 an Cd, WASHBURN und PARKER 1952 und GERVAIS, NORTON und GRANT 1954 an Zn) und die nach HESS und BARRETT (1940) eine einfache Form der Deformationsbänder sind, bei denen Biegung der Gleitlamellen besteht. Die Bedingungen, daß die



Fig. 77. Polausstiche des Mutterkristalles (×) und des Knickbandes (·) in anomal großen Körnern. A: Beanspruchungsachse.



Fig. 78. Verteilung der relativen Orientierung der Knickbänder in bezug auf den Mutterkristall.

Knickebene die Winkelhalbierende zu den Gleitebenen auf beiden Seiten der Knickgrenze bildet und daß zwischen Gleitbändern die progressive Rotation im Knickband um eine Achse geschieht, welche als Schnittgerade zwischen der Biegungsebene und der Gleitebene (Achse vom Taylor-Typ) ausfällt, sind nach unseren Beobachtungen erfüllt. WASHBURN und PARKER sehen die Umstände, welche zu Knickbildung führen darin, daß nicht gleichmäßiges Fließen durch die Gefügeversperrung oder kombiniert mit ihr besteht. Insbesondere große Körner inmitten eines feinkörnigen Gefüges erfahren sehr ungleichmäßige Verzerrungen. Doch liegt es nicht nahe, dem Prozeß auch unter kleinen Fließgeschwindigkeiten besondere Bedeutung beizumessen, obwohl Durchwachsungs- und Verwachsungserscheinungen ihn begünstigen.

Knickbildung braucht nicht unbedingt frei von jeder inhomogenen Verzerrung zu verlaufen und teilweise Rekristallisation kann auftreten (Fig. 79).



Fig. 79. Rekristallisation um Knickbänder. Bedingungen: T =  $-1,9^{\circ}$  C,  $\sigma_0 = 16,0$  kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup>,  $\dot{\epsilon}_3 = 1,74 \cdot 10^{-5}$  sec<sup>-1</sup>, unmittelbar nach Versuchsabbruch. Vergrößerung  $10 \times .$ 

#### 3.7.2. Röntgen-Feinstruktur-Untersuchungen einer gezogenen grobkristallinen Platte

Gleichzeitige optische und röntgenographische Untersuchung einer grobkristallinen Eisplatte (Dicke  $\simeq$  2 mm) während langsamer plastischer Deformation ( $\varepsilon \simeq 10^{-6} \sec^{-1}$ , T =  $-3^{\circ}$  C) erlaubt, ohne merkliche Störung des Interferenzbildes (Expositionszeit etwa 10 min) den Kristallzustand an ausgewählten Stellen zu kennzeichnen. Fig. 80 zeigt eine Eisplatte bei Versuchsbeginn und unmittelbar vor ihrem Bruch; in den Fig. 81 I—III, sind ausgewählte LAUE-DurchstrahlungsAufnahmen wiedergegeben. Nach dem optischen



Fig. 80. Gezogene grobkristalline Eisplatte: a) bei Versuchsbeginn; b) unmittelbar vor Bruch. Vergrößerung 1,35×.

Befund besteht — sich meist über mehrere Körner erstreckend — stark ungleichmäßiges Fließen. Dabei weichen nach den Interferenzbildern die Verzerrungen im Korninnern und im Korngrenzengebiet all-



Fig. 81. Laue-Durchstrahlungs-Aufnahmen nach den in Fig. 80 bezeichneten Lagen. Distanz Präparat=Film 4 cm. Kornneubildung in Fig. 81 III (→).

gemein wenig voneinander ab (vergleiche Fig. 81 I und 81 II) und der Verzerrungsgrad zweier Reflexserien im Korngrenzengebiet ist etwa gleich. Soweit wenige Versuche den Sachverhalt beurteilen lassen, würde danach der Dehnungszustand an den Korngrenzen weder sprunghaft ändern noch in ihrer Umgebung stark ansteigen.

Nach Fig. 81 III trifft der Primärstrahl bis zu sechs Teilindividuen, die durch leichte Biegung, insbesondere aber gegenseitige Verdrehung in sich wenig verzerrter basaler Platten den aufgespaltenen Asterismus erzeugen; derartige Interferenzmuster können sich nach Lage und Art auch bei einer Verschiebung des Primärstrahles erhalten. Damit wird eine Polygonisation nach CAHN (1949) als Erklärung sicher ungenügend, auch wenn sie in anderen Fällen zuzutreffen scheint (GLEN und PERUTZ 1954).

#### 3.7.3. Beobachtungen zum Formänderungsmechanismus an der Mikrostruktur

In den Gefügeuntersuchungen der Versuchsstücke, an welchen das mechanische Verhalten studiert wurde, finden — soweit dies noch nicht geschehen — die im Vorhergehenden einzeln behandelten Prozesse ihre Bestätigung.

Je nach den lokalen Beanspruchungsbedingungen haben in den anomal großen Körnern der Fig. 82 und 83 kräftige Verformungen im Korninneren oder im Korngrenzengebiet stattgefunden. In den Fig. 59, 75 und 79 durchlaufen sichtbare Verzerrungen gleichmäßig einen oder mehrere ganze Kristalle.

Undulöse Auslöschungen sind unter niedrigen Fließgeschwindigkeiten (grobkörnige Gefüge) selten, dann aber, bei ausgiebiger Abgleitung günstig liegender Kristalle stark ausgebreitet. Unter hohen Fließgeschwindigkeiten, wahrscheinlich begünstigt durch ein feinkörniges Gefüge, sind derartige Verzerrungen stark lokalisiert; nach Fig. 84 wird Verbiegung von Verwachsungen oder eigentliche Kornzertrümmerung erzwungen.

Anzeichen kristallographisch unbestimmter Formänderungen, insbesondere einer Zellbildung, waren mit den von uns angewandten Untersuchungsmethoden nicht zu erkennen. Die gelegentlich nach einer Biegung von Einkristallen und auch im Haufwerk beobachtete Aufteilung der gebogenen Partie in grobe Segmente würde jedoch die Merkmale einer Polygonisation nach CAHN (1949) tragen.



Fig. 82. Primäre Rekristallisation im stark verspannten Krongrenzengebiet. Bedingungen: T =  $-1,9^{\circ}$  C,  $\sigma_{o} = 14,8 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ,  $\dot{\epsilon}_{s} = 1,09 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ , unmittelbar nach Versuchsabbruch. Vergrößerung  $10 \times .$ 



Fig. 83. Inhomogene Verzerrungen im Korninneren, teilweise genügend, um primäre Rekristallisation zu provozieren. Bedingungen: T =  $-1,9^{\circ}$  C,  $\sigma_0 = 16,0$  kg  $\cdot$  cm<sup>-2</sup>,  $\dot{\epsilon}_3 = 1,74 \cdot 10^{-5}$  sec<sup>-1</sup>, unmittelbar nach Versuchsabbruch. Vergrößerung  $10 \times .$ 



Fig. 84. Feinkörniges parakinematisches Rekristallisationsgefüge mit beschränkten undulösen Auslöschungen in den Verwachsungen. Bedingungen: T = --1,9° C,  $\sigma_0 = 14,9 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ,  $\dot{\epsilon}_3 = 9,28 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ . Vergrößerung  $20 \times$ .



Fig. 85. Intra- und interkristalline Einschlüsse mit mehreren Verankerungen der Korngrenze. Bedingungen: T =  $-1,9^{\circ}$  C,  $\tau_a = 4,2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ postkinematische Rekristallisation. Vergrößerung 9×.

### 3.8. Einschlüsse und Verunreinigungen

RENAUD (1951) weist nach, daß im (temperierten) Gletschereis bei Verunreinigungen eines Gewichtsanteiles von etwa  $7 \cdot 10^{-6}$  der Großteil im Korngrenzengebiet eingelagert ist. Derartige Konzentrationen sind aber nach WORKMAN und REYNOLDS (1950) bei Erstarrung aus der Schmelze im Gitter einbaufähig (siehe unter 2.2), so daß offenbar Korngrenzenverschiebungen einen Reinigungseffekt durch Ausscheidung bewirken. Damit liegt nahe, einen bedeutenden Einfluß von Art und Konzentration der Verunreinigungen auf interkristalline Formänderungen anzunehmen. Die eine Rekristallisation hindernde Wirkung von inter- und intrakristallinen Ausscheidungen an Metallen ist experimentell und theoretisch untersucht worden (siehe bei BURKE und TURNBULL 1952). Neuerdings finden MASING, LÜCKE und NÖTLING (1956) daß gelöste Fremdatome bei einer Konzentration von 0,01 At.% die Korngrenze zu blockieren vermögen, indem sie die Energie der Subgrenzen herabsetzen.

Grobe, kristalline Strukturfehler wie Risse, Einschlüsse von Fremdsubstanzen und Luftblasen, vermögen Korngrenzenverschiebungen aufzuhalten, und zwar entweder als Abstoßung oder als eine Verankerung, je nach dem Betrag der Oberflächenenergie dieses Strukturfehlers in intra- oder interkristalliner Lage. Für die intrakristalline Luftblase des Volumens V ist

$$B^1 = 4\pi r^2 \gamma_{sg} = 475 \cdot V^2/3 \text{ erg}$$

und bei interkristallinem Einschluß zwischen zwei Körnern

$$B^2 = 0_{sg} \gamma_{sg} - 0_{ss} \gamma_{ss} = 715 \cdot V^2/3 \text{ erg}$$

 $(O_{sg}$  Oberfläche der Blasen,  $O_{ss}$  verschwindende Fläche des Kornkontaktes), womit Luftblasen eher im Korninneren zu finden sind. Andererseits scheinen Fremdsubstanzen nach Fig. 85 die Korngrenzen aufzufangen (B<sup>2</sup> < B<sup>1</sup>).

### 3.9 Diskussion

#### 3.9.1. Die Natur der Formänderung an Eis

Über die Beträge der intra- und interkristallinen Formänderungen innerhalb der aus den Gefügeuntersuchungen ersichtlichen gemischten Formänderung, geben die «mittleren Aktivierungsenergien» nach Fig. 86 direkt keine Auskunft; diese dürften aus den Koeffizienten  $\alpha$  in

$$\varepsilon = \alpha_i A_i e - \frac{E_{exp,i}(\sigma,T)}{RT} + \alpha_k A_k e^{-\frac{E_{exp,k}(\sigma,T)}{RT}}$$

worin sich i auf intra-, k auf interkristalline Prozesse (Aktivierungsenergien von der Größe nach Fig. 86) bezieht, ersichtlich sein. Immerhin stellt die niedrige «Aktivierungsenergie» der Gleitung den Beitrag intrakristalliner Verzerrungen in Übereinstimmung mit den Gefügeuntersuchungen — übrigens verstärkt durch fehlende Krongrenzenscherung und Verwachsungserscheinungen --- immer in den Vordergrund. Dabei bestimmen nicht die Korngrenzen per se den Verformungswiderstand im Kristallhaufwerk, sondern die gegenseitigen Wirkungen von Kristallen unterschiedlichen elastischen und plastischen Verhaltens, und zwar auf eine Weise, wie sie etwa die Untersuchungen von CHALMERS (1937) zur Festigkeit von metallischen Bikristallen verschiedener Lagebeziehung nachgewiesen haben. Nach dem Verhalten des Eis-Einkristalles, insbesondere der Abnahme des Verformungswiderstandes mit steigender Dehnung, ist eine sogenannte Korngrenzenverfestigung ausgeschlossen. Andererseits begünstigt der obige Sachverhalt eine Verstärkung der Dehnungen im Korngrenzengebiet nicht. Es ist unter diesen Bedingungen fraglich, ob die bei der parakinematischen Rekristallisation und der «Dehnungs-induzierten» Korngrenzenverschiebung festgestellten umfangreichen Platzwechselvorgänge in bemerkenswertem Maße einen direkten Beitrag zur Fließgeschwindigkeit ergeben können. Immerhin führen diese Prozesse, abgesehen von der erstmaligen Rekristallisation nach Änderung des Beanspruchungszustandes, immer zu einer Erhöhung des Verformungswiderstandes, indem besonders jene Teile im Kristallhaufwerk verschwinden, welche während der Dehnung weniger formbeständig wurden.

Läßt sich der Platzwechsel einem zeitweisen Übergang in den geschmolzenen Zustand gleichsetzen, so ist dafür die «Freie Energie der Aktivierung»  $F = n \cdot \Delta H (1 - T/T_0)$  nötig (n Anzahl der beteiligten Moleküle,  $T_0 = 273,2^0$  K, evtl. jedoch eine höhere «lokale» Schmelzpunktstemperatur, welche in 4.1 und 4.1.3 besprochen,  $\Delta H$  Schmelzwärme). Damit wird  $E_{exp} \equiv n \cdot \Delta H$ , so daß nach Fig. 86 immer größere Gruppen von Molekülen am Platzwechsel beteiligt sind.



Fig. 86. «Mittlere Aktivierungsenergien» des Fließens des Einkristalles, des Polykristalles und der primären Rekristallisation.

Weil für die mechanischen Eigenschaften des Ganzen das Mikroverhalten ausschlaggebend ist, findet die Variation des Exponenten im Fließgeschwindigkeit-Spannung-Gesetz des polykristallinen Eises im Hinblick auf die Gefügebeobachtungen (3.7.3) ihre Erklärung in den Eigenheiten des Fließens des Einkristalles. Nach 2.4.2 fällt nämlich während ausgedehnter Gleitung günstig liegender Kristalle der Exponent ab, während er für große Fließgeschwindigkeiten höhere Werte beibehält, insbesondere wenn die Gesamtdehnung sich auf häufige, relativ schwächere Verzerrungen verteilt.

#### 3.9.2. Grundlegende Hinweise auf die Gletschermechanik

GLEN (1955) nimmt an, daß mit der Korrektur von ANDRADE im Experiment Werte einer quasiviskosen Fließgeschwindigkeit gemessen werden, welche für den Gletscher Anwendung finden können. Weil jedoch für schmelzpunktsnahe Temperaturen und für beliebige Beanspruchung nach Dehnungen von einigen Prozenten eine parakinematische Rekristallisation die Regel ist (vielleicht mit vereinzelten Ausnahmen, siehe 3.5.3), sind die quasiviskosen Fließgeschwindigkeiten des Experimentes höchstens im Einzugsgebiet des Gletschers maßgebend, nicht aber während seines gewöhnlichen Fließens. Dieser Fließzustand ist in Felduntersuchungen aus den Gefügecharakteristiken, vorab der Textur, dann der Korngestalt, Korngröße als auch eventuellen, sichtbaren intrakristallinen Verzerrungen hinreichend bestimmbar. Weiterhin darf aus diesen Daten auf den momentanen Beanspruchungszustand und den unmittelbar vorhergehenden Dehnungsverlauf geschlossen werden. Hingegen erweist es sich als unmöglich, eine weitere Vorgeschichte zu erkennen, weil eine praktisch vollkommene Anpassung der Gefügeverhältnisse an eine bestimmte Beanspruchung nach Dehnungen von wenigen Prozenten stattfindet. Dabei vermag jedoch ein hoher Luftgehalt den lokalen Beanspruchungszustand und Korngrenzenverschiebungen zu stören.

# 4. Temperiertes Eis

#### 4.1. Thermodynamischer Zustand des temperierten Gletschers

Die Wärmezufuhr von außen und die Verformungswärme bringen die Gesamtmasse des Gletschers im Laufe seines Vordringens gegen wärmere Zonen auf den temperierten Zustand.

Nach den Randbedingungen eines idealisierten temperierten Gletschers — andauerndes Schmelzen an der Oberfläche und im Kontakt mit dem Untergrund — kann durch *thermische Leitung* dem Gletscherinneren keine Wärme zugeführt werden. Dabei hält eine berechenbare und Messungen zugängliche Schmelzpunktserniedrigung  $\Delta T$ , als Folge der Beanspruchungsbedingungen, einen Wärmefluß W aufrecht, welcher den Gletscher von oben nach unten durchquert (für rein hydrostatische Beanspruchung

beträgt nach Formel (12a) 
$$\frac{\Delta T}{\Delta x} = \frac{T_o (v^s - v^l)}{\Delta H} \cdot \rho \cdot g = 6.7 \cdot 10^{-6} \text{ grad} \cdot \text{cm}^{-1}, W = -\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} = 0$$

 $3,6 \cdot 10^{-8}$  cal·cm<sup>-2</sup>·sec<sup>-1</sup>). Demgegenüber wird im Inneren des Gletschers *Verformungswärme* erzeugt und die Untersuchung der Gleichgewichtszustände, welche Auskunft über die Phasenstabilität und die Bildung einer eventuellen flüssigen Phase geben soll, darf auf Grund durchaus lokal gearteter Phänomene unter Annahme von Temperatur- und Volumen-Konstanz vorgenommen werden.

Im temperierten Gletscher ändern die äußeren Bedingungen genügend langsam, so daß das Ganze als System im *stationären Nicht-Gleichgewicht* angesprochen werden kann.

# 4.1.1. Zur Wechselwirkung zwischen elastischen und plastischen Formänderungen und dem Gefüge

Die Variationen des chemischen Potentials im elastisch verformten Eiskristall betragen: hydrostatischer Druck

$$d\mu = v^{s} \cdot dp \tag{11a}$$

einachsiale Beanspruchung (Zug negativ, Druck positiv)

$$d\mu = \frac{v^{s}}{3} \cdot d\sigma \quad (\text{Verhoogen 1951}) \tag{11b}$$

63

reine Scherung

$$d\,\mu = \,\frac{2\,v^s\,\left(1\,+\,P\right)}{E}\,\tau\cdot d\,\tau = \,\frac{v^s}{G}\,\,\tau\cdot d\,\tau \eqno(11c)$$

und in einer möglicherweise eingeschlossenen Schmelzung

$$d\mu = v^l \cdot dp \tag{11d},$$

wobei v<sup>s</sup> und v<sup>l</sup> die Molvolumen des festen bzw. flüssigen Zustandes [19,63 bzw. 18,0 cm<sup>3</sup>], E der Elastizitätsmodul [1 · 10<sup>5</sup> kg · cm<sup>-2</sup>], P die Poisson-Zahl [0,335], G das Schubmodul,  $\sigma$  [kg · cm<sup>-2</sup>] die Druckspannung,  $\tau$  [kg · cm<sup>-2</sup>] die Scherspannung und p [kg · cm<sup>-2</sup>] den hydrostatischen Druck bezeichnen. Durch Auflösen der Gibbs-Duhem-Gleichungen und Integration berechnen sich die entsprechenden Schmelzpunktserniedrigungen  $\Delta T$  [<sup>0</sup> C] = (T<sub>0</sub> - T) für die gesamte Oberfläche eines verspannten Eiskörpers zu:

hydrostatischer Druck

$$\Delta T = \frac{T_o (v^s - v^l)}{\Delta H} \Delta p = 0,0073 \cdot \Delta p \qquad (12a)$$

einachsiale Beanspruchung (im Kontakt mit einer entspannten flüssigen Phase)

$$\Delta T = \frac{T_{o} \cdot v^{s}}{3\Delta H} \Delta \sigma = 0,0294 \cdot \Delta \sigma$$
(12b)

reine Scherung

$$\Delta T = \frac{T_0 v^s (1+P)}{E \Delta H} (\Delta \tau)^2 = 1,2 \ 10^{-6} \cdot (\Delta \tau)^2$$
(12c).

Darin bedeuten  $T_0$  die Schmelzpunktstemperatur für p = 760 mm Hg und  $\Delta H$  die Schmelzwärme [bei  $T_0$ : 1430 cal · Mol<sup>-1</sup>). Bei Überlagerung verschiedenartiger Beanspruchungen sind die Schmelzpunktserniedrigungen der Komponenten zu addieren.

Mit den Formeln (12) können die Oberflächentemperaturen des temperierten Gletschers berechnet werden (für den ruhenden auch im Innern), wobei im Kontakt mit dem Untergrund Schmelzen wie an einer freien Oberfläche angenommen werden darf. Jeglicher Einfluß einer Scherung ist unmeßbar klein und unbedeutend.

Bei elastischer Formänderung eines Kristallhaufwerkes verhält sich das chemische Potential uneinheitlich, weil der Spannungszustand heterogen ist. Schwankungen des hydrostatischen Druckes und der Scherspannung gestatten prinzipiell lokale Schmelzungen und die Kristallisation nach Entlastung muß wegen der Anisotropie der Grenzflächenspannung nicht mehr unbedingt der ursprünglichen Konfiguration folgen (insbesondere, wenn Korngrenzen in die Schmelzung einbezogen waren). Während eines derartigen Prozesses kann in der flüssigen Phase keinesfalls ein Druckgefälle auftreten. Andererseits sind im kompakten Gefüge Spannungsschwankungen in einachsialer Beanspruchung nie die Ursache von Schmelzungen nach Formel (12b), weil die flüssige Phase ebenso verspannt sein müßte und ihr chemisches Potential unter hydrostatischem Druck gleicher Größe wie die einachsiale Beanspruchung

 $(\Delta \mu^{l} = v^{l} \Delta p \equiv v^{l} \Delta \sigma)$  dabei höher liegen würde als dasjenige der festen Phase ( $\Delta \mu^{s} = \frac{v^{s}}{3} \Delta \sigma$ ). Ein eventueller Beitrag der latenten Verformungsenergie zum chemischen Potential (welcher immer positiv ist; elastischer Fall entspricht minimalen Bedingungen) ist immer vernachlässigbar, denn bereits die totale Formänderungsarbeit für Dehnungen von einigen Prozenten (nach welchen Rekristallisation auftritt) beträgt in beliebiger Beanspruchung nur einen verschwindend kleinen Bruchteil von  $\Delta \mu_{elastisch}$ . Das vor allem auf Schwankungen der einachsialen Beanspruchung zielende (Rieckesche) Prinzip:

Druckschmelzung und Wiedergefrieren im Druckgefälle, welches als eigentlicher Formänderungsprozeß in die glaziologische Literatur eingegangen ist, erweist sich danach als Fehlschluß.

Von der gesamten, durch die angreifenden Kräfte geleisteten Arbeit wird im inkompressiblen Körper der Anteil

$$\mathbf{A} = \sigma_{\mathbf{i}\mathbf{j}'} \dot{\mathbf{\varepsilon}}_{\mathbf{i}\mathbf{j}} \tag{13a}$$

$$\sigma'_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \sigma_{kk} \tag{13b}$$

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$$
(13c)

$$(\delta_{ij} = \begin{cases} 1\\0 \end{cases} f \ddot{u} r \begin{cases} i = j\\i \neq j \end{cases})$$

in Wärme umgewandelt, also z. B. bei einachsialer plastischer Formänderung

und bei reiner Scherung

$$A = \sigma \varepsilon \tag{13d}$$

$$\mathbf{A} = \frac{1}{2} \ \tau \dot{\gamma} \tag{13e}.$$

Die hiermit im fließenden Gletscher erzeugte Wärme beträgt nach den Fließdaten von GERRARD, PERUTZ und ROCH (1952) für  $\tau = 0.2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2} \text{ A} = 2.4 \cdot 10^{-12} \text{ cal} \cdot \text{cm}^{-3} \cdot \text{sec}^{-1} \text{ und } \tau = 0.8 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2} \text{ A} = 8.3 \cdot 10^{-11} \text{ cal} \cdot \text{cm}^{-3} \cdot \text{sec}^{-1}$  und kann im abgeschlossenen temperierten System nach  $\Delta t = 9620$  bzw.  $\Delta t = 278$  Jahren oder Dehnungen von  $\gamma = 300$  bzw.  $\gamma = 72.9$  zu einer Schmelzung von 1% Volumenanteil führen. Bezüglich der Auswirkungen dieser Wärme sind Singularitäten im Kristallhaufwerk (beliebige Fehlordnung, Korngrenzen; mit Ausnahme punktförmiger Störungen) von entscheidendem Einfluß auf das Phasengleichgewicht und die Fremdkeimbildung. Das Faradaysche Wiedergefrieren stellt bereits sicher, daß mindestens zwischen zwei Kristallen (flächenhaft) auch am Schmelzpunkt festes Korngrenzenmaterial vorliegt (siehe BRAGG 1938). Es ist daher nicht nötig, Verwachsungs- und Durchwachsungserscheinungen des Rekristallisationsgefüges als das naturgegebene Mittel des Gefügezusammenhaltes anzusehen. Über das Verhalten der Stoßstellen von drei und vier Körnern ist nichts bekannt.

Die vereinzelten Angaben über allgemeines Korngrenzenschmelzen bei Metallen unterhalb deren Schmelzpunkt (siehe SMITH 1952) entsprechen kaum einem Gleichgewichtszustand.

Laboratoriumsuntersuchungen auf der Schmelzpunktstemperatur sind delikat, weil eine genügende Abschirmung gegen äußere Einflüsse nur schwer erreichbar ist. Insbesondere muß strahlende Wärme peinlich vermieden werden, da unter deren Wirkung Schmelzungen, vor allem an Stellen erhöhter Fehlordnung, so z. B. an Korngrenzen, entstehen. Totale Absorption der Infrarot-Strahlung erfordert eine Eisdicke von etwa 30 cm. Ideales Experimentierfeld bleibt der Gletscher, wo das Verhältnis Oberfläche/Volumen des Probekörpers groß ist und die Halterung keine Schwierigkeiten bereitet (z. B. besteht zwischen Al und Eis bereits bei etwa -0,01°C ein Flüssigkeitsfilm).

# 4.1.2. Energetische Eigenschaften der Phasengrenze Eis-Flüssigkeit

Zur Untersuchung des Systemes Eis—Schmelzwasser mit den Verunreinigungen nach 2.2 ist wie folgt verfahren worden: Ein Dünnschliff der Dicke 0,3—0,5 mm (isometrisches Eisgefüge, hergestellt nach dem in 3.2.1 beschriebenen Verfahren) wurde im Kühlraum bei —0,5<sup>o</sup> C in einem auf dem Mikroskop

(10 1)

montierten, mit Eiswasser gefüllten Kryostaten eingesetzt, durch Annähern mit der bloßen Hand mehrere Male leicht angeschmolzen und erstarren gelassen, bis ein kleiner Anteil des Dünnschliffes verflüssigt und ein stationärer Zustand erreicht war. Mikrophotographien in polarisiertem Licht, die zur Verhinderung eines Schmelzens in schneller Folge ausgeführt wurden, dienten zur Auswertung.

In den Versuchen am System Eis-Lösung wurde auf den Dünnschliff ein zuvor bei der Versuchstemperatur ins Gleichgewicht gebrachter Tropfen der Lösung aufgesetzt und wiederum das Ganze durch leichtes Schmelzen und Gefrieren oder auch nur durch genügend lange Lagerung ins Gleichgewicht gebracht.

Durch dieses Vorgehen werden allgemein die Oberflächen angegriffen, die flüssige Phase schiebt sich längs der Korngrenzen zwischen die Körner ein, kann aber meist nicht durchdringen. Demgegenüber bilden sich in den Stoßstellen dreier Körner bis auf die Glasunterlage durchgehende Tröpfchen aus, deren Öffnungswinkel gegen die Korngrenzen die gesuchte Größe darstellt. Da keinerlei Regelung der Kristallorientierungen vorliegt, entspricht der in der Verteilungskurve am häufigsten auftretende Wert dem wahren Öffnungswinkel. Die Statistik umfaßt pro Meßpunkt 10-50 Winkel, wobei die Halbwertsbreiten 12º nicht überschreiten (Eis-Schmelzwasser 35 Winkel, Halbwertsbreite 8º). Einige Beispiele der Zweiphasensysteme in Dünnschliffen zeigen die Fig. 87-89.









Fig. 87. Zweiphasensystem Eis - Fig. 88. Eis-Ammoniumchloridlö- Fig. 89. Eis-Buttersäurelösung bei -- 5° C. Vergrößerung 50×.

Nach Fig. 90 und Formel (10) erweist sich die relative Grenzflächenspannung zu  $\gamma_{sl}/\gamma_{ss}$ =  $\frac{1}{2\cos(\Theta/2)}$  (10b), wobei jeglicher Orientierungs- und Anisotropiebeitrag wegfällt. Alle Resultate sind in Fig. 91 zusammengestellt. Danach verhält sich die Grenzflächenspannung offenbar unabhängig von der Oberflächenspannung der flüssigen Phase (Oberflächenspannungen im Bereiche 30-74 dyn · cm<sup>-1</sup>



Fig. 90. Oberflächenkräfte im Zweiphasensystem.

bei den Konzentrationen: Sacharose 30%, Butter- und Propionsäure etwa 10%). Hingegen scheinen Elektrolyte eine ausgezeichnete Rolle zu spielen und die Aktivität der Salze entspricht der Reihenfolge des Betrages ihrer Ladungstrennung an der Phasengrenze, welche von WORKMAN und REYNOLDS



Fig. 91. Relative Grenzflächenspannungen verschiedener Zweiphasensysteme Eis-Flüssigkeit.

(1950) untersucht wurde. Eine außerordentliche Empfindlichkeit der Grenzflächenspannung auf kleine Verunreinigungen von Ammoniumchlorid läßt den Schluß zu, daß der unübersichtliche Verlauf oder die Streuung einiger Messungen (z. B.  $NH_4NO_3$ ) auf einem derartigen Einfluß beruhen könnte.

Der Absolutwert der Grenzflächenspannung Eis—Wasser ist aus dem Unterkühlungsverhalten kleiner Tröpfchen von FISHER, HOLLOMON und TURNBULL (1949) zu 32,8 dyn · cm<sup>-1</sup> und von JACOBI (1955) zu 23,5 dyn · cm<sup>-1</sup> (T = 0° C mit der Temperaturabhängigkeit  $\frac{d \gamma_{sl}}{dT} = -0,015 \text{ dyn} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{grad}^{-1}$  bestimmt worden.

#### 4.1.3. Die Mikrostruktur unbeanspruchten Eises

Unter der Annahme, daß die thermodynamischen Koeffizienten in einer kleinen Schmelzung mit denjenigen großer Volumen übereinstimmen und daß die Dehnungsenergie als Folge von Druckänderungen während des Phasenwechsels vernachlässigbar klein ist, berechnet sich die Freie Energie oder Bildungsarbeit einer im Gefüge eingeschlossenen Schmelzstelle des Volumens V<sup>1</sup> nach CLEMM und FISHER (1955) zu:

$$\Delta G_{v} = O_{sl} \gamma_{sl} - O_{ss} \gamma_{ss} + V^{l} \frac{\Delta G}{v^{l}} = r^{2} (b \gamma_{sl} - a \gamma_{ss}) + r^{3} c \frac{\Delta G}{v^{l}}$$
(14)

wobei  $O_{sl} \gamma_{sl} = br^2 \gamma_{sl}$  die zugeführte Oberflächenenergie des entstandenen Tropfens,  $O_{ss} \gamma_{ss} = ar^2 \gamma_s$  die freiwerdende Oberflächenenergie im Falle einer ersetzten festen Korngrenze,  $\Delta G = G^l - G^s =$
- pdv = 9,96 · 10<sup>3</sup> erg·Mol<sup>-1</sup> ( $p_T = 0^{\circ} c = 4,58 \text{ mm Hg}$ ) die Differenz der Helmholtz Freien Energien zwischen flüssigem und festem Zustand, v<sup>1</sup> das Molarvolumen der flüssigen Phase (18 cm<sup>3</sup>), a, b und c Funktionen von  $\gamma_{sl}/\gamma_{ss}$  und r den Krümmungsradius der Tropfenoberflächen in Zentimetern bezeichnen. Indem der Gleichgewichtszustand eines Tropfens zwischen zwei, drei oder vier Körnern nicht mit beliebigen Öffnungswinkeln der flüssigen Phase verträglich ist, kann der Oberflächenanteil der Bildungsarbeit je nach dem numerischen Wert von  $\gamma_{sl}/\gamma_{ss}$  positiv oder negativ ausfallen. Letzteres trifft unter Energieabgabe dann zu, wenn für einen Tropfen

beträgt. Vergleichshalber lautet die Bedingung für das Schmelzen einer ebenen Kristalloberfläche  $\gamma_{sg} \geq \gamma_{sl} + \gamma_{lg}$ .

Fig. 91 zeigt, daß in Eis bei kleinem Gehalt an Verunreinigung Tropfen zwischen zwei und drei Körnern wie auch intrakristallin jederzeit den Gleichgewichtszustand einnehmen können ( $\gamma_{sl}/\gamma_{ss} = 0,585$ ), wobei aber zur Bildung der Tropfen in Funktion des Krümmungsradius für die Oberflächen die Energien

intrakristallin	$_1O_{sl}$ $\gamma_{sl}=2,95\cdot 10^2\cdot r^2$ erg	
in der Korngrenze	$_{2}O_{sl}\gamma_{sl}{2}O_{ss}\gamma_{ss} = 8,7 \cdot r^{2} \text{ erg}$	
in der Kante	$_{3}O_{sl}\gamma_{sl}{3}O_{ss}\gamma_{ss} = 8,55 \cdot 10^{-2} \cdot r^{2} \text{ erg}$	
und für entsprechende Volumen die Energien		
intrakristallin	$_{1}V^{l} \frac{\Delta G}{V^{l}} = 2,32 \cdot 10^{3} \cdot r^{3} \text{ erg}$	
in der Korngrenze	$_2$ V <sup>1</sup> $\frac{\Delta G}{v^1} = 6,97 \cdot 10^1 \cdot r^3 \text{ erg}$	
in der Kante	$_{3}V^{1} \frac{\Delta G}{V^{1}} = 4,42 \cdot 10^{-1} \cdot r^{3} \text{ erg}$	

aufgebracht werden müssen. Andererseits sind die negativen Oberflächenenergien für Tropfen in Ecken (zwischen vier Körnern, punktförmige Störung) nicht berechenbar, da in der Umgebung seiner Kanten konkave Krümmung und auf seinen vier Flächen konvexe Krümmung vorliegt, sodaß der Geometriefaktor zu Formel (14) nicht erfaßbar ist. Vom Schnittpunkt der Korngrenzen ausgehend, erfolgt demnach an solchen Gefügeplätzen ein spontaner Phasenwechsel, welcher ohne Wärmezufuhr bis zu einem beschränkten Volumen weiterlaufen kann. Ein Grenzvolumen kann bei maximal V<sup>1</sup>  $\simeq$  10<sup>-7</sup> cm<sup>3</sup> liegen, wie der Vergleich mit den obigen Oberflächen- und Volumenenergien zeigt. Alle andern Gefügeplätze sind am Schmelzpunkt prinzipiell stabil. Eine Phasenumwandlung kann erst für T > T<sub>o</sub> und zwar über Keimbildung verlaufen, wobei wie oben die Oberflächenenergien positiv sind, der Volumenanteil mit dem Auftreten der Schmelzentropie aber zunehmend negativ wird.

Wie auf der ebenen Eisoberfläche ist damit der Phasenübergang fest-flüssig im Innern eines Kristallhaufwerkes kontinuierlich. Ein diskontinuierlicher Wechsel tritt nur unter besonderen Bedingungen auf. Die Kristallisation von Wasser andrerseits ist bekanntlich ein diskontinuierlicher Übergang (HOLLOMON und TURNBULL 1953). Diese Beobachtungen sind nicht notwendigerweise auch kennzeichnend für das Verhalten der Entropie.

Die nach den üblichen Ansätzen der Theorie der Reaktionen berechenbaren kinetischen Verhältnisse der Phasenumwandlung ergeben, daß beim Experiment und im Gletscher der Gleichgewichtszustand praktisch immer erreicht werden dürfte. Schmelzungen eines Volumens  $V^1 \simeq 10^{-7}$  cm<sup>3</sup> haben selbst bei mittleren und kleinen Korngrößen kaum einen bemerkenswerten Einfluß auf den Formänderungswiderstand und müssen der Beobachtung entgehen. Weil Schmelzungen in den Ecken punktförmig lokalisiert sind, ist grobkörniges temperiertes Eis wasserundurchlässig.

## 4.2. Der Formänderungsmechanismus temperierten Eises

Die unmittelbaren Konsequenzen vorstehender Untersuchungen sind:

Das Innere des ruhenden und beanspruchten temperierten Gletschers nimmt mittlere Temperaturen an, welche einzig durch den hydrostatischen Druck nach Formel (12a) bestimmt sind.

Mikroskopisch führt die Verformungswärme zu Überhitzungen im Gefüge, welche durch Wärmeleitung gegen eine Temperatur-konstante Senke — alle Ecken der Kristalle (ausgenommen zwischen Körnern, die nahezu gleiche Orientierung aufweisen) und gegen beliebig liegende größere Schmelzungen und Lufteinschlüsse — ausgeglichen werden und dort fortgesetzte Schmelzung zur Folge haben.

Danach bestimmt der Verformungsverlauf vom Zeitpunkt  $t_o$  an, für welchen  $T_o - \Delta T_{hydrostatisch}$  erreicht ist, nämlich

$$\frac{1}{\Delta H \cdot \rho_{\text{Eis}}} \bigvee_{t_0} \int_{0}^{t} \sigma'_{ij}(t) \dot{\varepsilon}_{ij}(t) dt$$
(16)

(nur die Dehnung in Eis, Verformungswärme des viskosen Fließens in bestehenden Tröpfchen vernachlässigt) den Wassergehalt. Zwischen letzterem und der Gefügeschwächung bestehen keine einfachen Beziehungen; immerhin ist ein schneller Zusammenbruch oberhalb etwa 10% Wassergehalt zu erwarten, weil dann in den Ecken liegende Schmelzungen kommunizieren und die Struktur wasserdurchlässig wird. Nach den Zahlenwerten von 4.1.1 kann derartiges Schmelzen in tieferen Zonen des fließenden Gletschers zur Auflockerung und zu seinem Abbau beitragen, so daß das mechanische Verhalten des Ganzen bedeutende Wirkungen erfährt (z. B. im Arolla-Gletscher, siehe die Fließdaten bei NyE 1953).

Abgesehen von Verzerrungen der Flüssigkeitseinschlüsse müssen bleibende Verformungen auf den vom kalten Eise her bekannten intra- und interkristallinen Formänderungen beruhen, weil das Gefüge nur punktförmig gestört wird. Direkt nachweisen läßt sich die primäre Rekristallisation, indem nämlich Verwachsungs- und Durchwachsungserscheinungen und die unverkennbare parakinematische Rekristallisationstextur auch im temperierten Gletscher auftreten und zwar oft so stark, daß andere regelnde Prozesse ausgeschlossen scheinen. Damit sind andererseits die Bedingungen zu «Dehnungs-induzierter» Korngrenzenverschiebung erfüllt; Korngrenzenscherung scheint aber auch unter diesen Verhältnissen auszufallen. Da Texturen eng mit dem Gleitverhalten der Kristalle zusammenhängen, müssen für intra-kristalline Formänderungen die bekannten Mechanismen gelten. In Gletscherstudien fanden bisher lediglich die undulösen Auslöschungen in Schliffen Beachtung.

Die Oberflächenenergie einer bestehenden Schmelzung beträgt:

intrakristallin	$113,5 \cdot V^2/3 erg$
zwischen zwei Kristallen	$34,6 \cdot V^{2/3} erg$
zwischen drei Kristallen	14,6 $\cdot$ V <sup>2</sup> / <sub>3</sub> erg

so daß Schmelzungen die Tendenz haben, entweder Korngrenzverschiebungen entgegenzuwirken oder im Laufe ihrer Bewegung mitgezogen zu werden.

Eine einfache Extrapolation der Fließdaten kalten Eises auf  $T_0$  (ohne Wassergehalt) ist wahrscheinlich zulässig; aus thermodynamischen Gründen ist Diskontinuität während des Überganges sicher ausgeschlossen, hingegen könnten diffusionsmäßige Formänderungen nach NABARRO (Fehlstellenwande-

rung im Dehnungsgefälle, siehe HERRING 1953) oder lokales kurzzeitiges Schmelzen einiger Moleküle (wie MOTT 1952 für die Diffusion bei erhöhten Temperaturen annimmt) das mechanische Verhalten verhältnismäßig stärker beeinflussen, als es bei einigen Graden unterhalb  $T_o$  der Fall ist. Die Untersuchungen von GLEN (1955) bei --0,02° C zeigen tatsächlich einen Anstieg der Fließgeschwindigkeit, jedoch scheinen diese Resultate wegen möglicher Schmelzungen an den Auflagen unsicher (nach Formel 12b besteht nämlich in diesen Experimenten Druckschmelzung).

## 4.3. Verunreinigungen

Inwieweit die Verunreinigungen direkt oder mittels lokaler Schmelzungen das mechanische Verhalten temperierten Eises beeinflussen können, hängt von ihrem Gehalt, Art und Verteilungsgrad ab. Weil nach HERRING (1953) im Gleichgewicht — welches hier angenommen sei — alle Komponenten identisches chemisches Potential aufweisen müssen, kann der Einfluß von Verunreinigungen auf Phasenumwandlungen mit Formel (14) und den Resultaten der Fig. 91 untersucht werden (punktförmige chemische Fehlordnung im Kristallinnern ausgenommen). Unter den untersuchten Substanzen ergibt NH<sub>4</sub>Cl einen schwach negativen Oberflächenbeitrag der Bildungswärme für Tropfen in Kristallitecken. Für die anderen Salze hingegen wird ein Oberflächenbeitrag der Bildungswärme immer positiv. Wenn jedoch die eingeschlossenen Salze eine negative Lösungswärme aufweisen, so ist streng lokalisierte Verflüssigung an beliebigen Stellen möglich und diese Tröpfchen wären je nach Größe mehr oder weniger übersättigt. Die kleine Konzentration der Verunreinigungen ergibt in jedem Falle in den Korngrenzen nur eine sehr schwache Bedeckung mit Lösungstropfen. Gleich wie für kaltes Eis dürften diese die Beweglichkeit der Korngrenze jedoch nachhaltig beeinflussen.

## 5. Abschließende Bemerkungen

Unsere Untersuchungen über das plastische Verhalten von Eis sind ein sprechendes Beispiel dafür, daß eine Übereinstimmung in der mechanischen Phänomenologie, also etwa des Eises mit jener der Metalle, nur beschränkt auf Gleichartigkeit oder auch nur Analogie im Mikroverhalten oder gar in atomaren Prozessen zu beruhen braucht.

Experimente an Eis, die im Hinblick auf die Klärung des Verhaltens des Gletschers ausgeführt werden, können dem Faktor Zeit nur ungenügend gerecht werden. Die kurzzeitig erzwungenen Veränderungen des Materials lassen wohl analoge Erscheinungen wie während verlangsamter Bewegung zeigen, hingegen bleibt die numerische Extrapolation immer unsicher. Andererseits ist bei Felduntersuchungen die Würdigung der einzelnen Parameter nicht einfach.

Die vorliegende Arbeit wurde 1952 durch Herrn Prof. Dr. P. NIGGLI angeregt und seit 1953 unter Aufsicht von Herrn Prof. Dr. E. BRANDENBERGER zu Ende geführt. Die unmittelbare Leitung der Untersuchungen lag in den Händen von Herrn Dr. M. DE QUERVAIN, indem im Institut für Schnee- und Lawinenforschung auf Weißfluhjoch/Davos bis 1955 die experimentellen Arbeiten ausgeführt wurden. In diesem Institut haben mir manche, besonders jedoch Herr Fr. BRÄNDLIN, wertvolle Hilfe geboten.

Die Herren Prof. Dr. H. MÜGELI und P.-D. Dr. P. DINICHERT des Laboratoire Suisse de Recherches Horlogères in Neuchâtel förderten seit 1953 in verständnisvoller Weise die Auswertungsarbeit und Beendigung der Versuche. Dank schuldet der Autor auch Herrn SIDNEY DE COULON, Generaldirektor der Ebauches S. A. in Neuchâtel für seine wohlwollende Unterstützung.

Der Physiker HANS ENZ hat bei der Auswertung bedeutende Hilfe geleistet.

## Literatur

- W. A. ANDERSON und R. F. MEHL, Trans. AIME 161, 140 (1945). E. N. DA C. ANDRADE, Revue Metallurgie 49, 469 (1952).

- A. E. VAN ARKEL und M. G. VAN BRUGGEN, Zeits. Physik 42, 795 (1927). A. E. VAN ARKEL und J. J. A. PLOOS VAN AMSTEL, Zeits. Physik 62, 43 (1930).
- K. T. AUST und B. CHALMERS, Proc. Roy. Soc. A 201, 210 (1950).
- H. BADER, Geologie der Schweiz. Geot. Serie, Hydrologie, Lieferung 3 (1938).
- H. BADER, Journ. Geol. 59, 519 (1951).
- C. S. BARRETT: Structure of Metals (1952).
- P. A. BECK und PH. R. SPERRY, Journ. Appl. Phys. 21, 150 (1950).
- P. A. BECK, PH. R. SPERRY und HSUN HU, Journ. Appl. Phys. 21, 420 (1950).
- G. BEILBY: Aggregation and Flow of Solids (1921).
- N. BJERRUM, Dan. Mat. Fys. Med. 27, no. 1 (1951). CH. BOULANGER und C. CRUSSARD, Revue Metallurgie 53, 715 (1956).
- Sir W. BRAGG: Ice, Weekly Evening Meeting Royal Institution of Great Britain, March 18 (1938).
- M. J. BUERGER, Zeits. Krist. A 89, 242 (1934).
- M. J. BUERGER und L. WASHKEN, Amer. Mineral. 32, 296 (1947).
- W. G. BURGERS: Rekristallisation, verformter Zustand und Erholung, in Masing: Handbuch der Metallphysik 3, no. 2 (1941).
- W. G. BURGERS und J. TIEDEMA, Proc. Acad. Sc. (Amsterdam) 53, 1525 (1950).
- W. G. BURGERS: Recrystallisation and Grain Growth in Solid Metals, L'état solide, 73 (1952).
- J. E. BURKE und D. TURNBULL: Recrystallisation and Grain Growth, Progr. Metal Physics 3, 220 (1952).
- R. W. CAHN, Journ. Inst. Metals 76, 121 (1949).
- R. W. CAHN, Proc. Phys. Soc. 63, 323 (1950). J. G. McCALL, Journ. Glaciol. 2, 122 (1952).
- B. CHALMERS, Proc. Roy. Soc. A 162, 120 (1937).
   B. CHALMERS: The Properties and Effects of Grain Boundaries, Imperfections in nearly Perfect Crystals, 441 (1952).

- B. CHALMERS: The Properties and Effects of Grain Boundaries, Imperfections in H. C. CHANG und N. J. GRANT, Trans. AIME 197, 305 (1953).
  H. C. CHANG und N. J. GRANT, Journ. Inst. Metals 82, 229 (1953/54).
  P. J. CLEMM und J. C. FISHER, Acta Metallurgica 3, 70 (1955).
  J. C. MCCONNEL und D. A. KIDD, Proc. Roy. Soc. 44, 331 (1888).
  J. C. MCCONNEL, Proc. Roy. Soc. 49, 323 (1891).
  W. C. MCCRONE, Disc. Far. Soc. 5, 158 (1949).
  U. DEHLINGER, Zeits. Physik 74, 267 (1932).
  M. H. DEMOREST (ELEONORA B. KNOPF), Journ. Glaciol. 2, 201 (1953).
  R. DROUARD, J. WASHBURN und E. R. PARKER, Trans. AIME 197, 1226 (1953).
  C. A. EDWARDS und L. B. PFFL. JOURN IND Steel. Inst. 112, 79 (1925).
- C. A. EDWARDS und L. B. PFEIL, JOURN. Iron Steel. Inst. 112, 79 (1925). B. FAZAN, O. D. SHERBY und J. E. DORN, Trans. AIME 200, 919 (1954).
- J. C. FISHER, J. H. HOLLOMON und D. TURNBULL, Science 109, 168 (1949).
- R. E. FRENKEL, O. D. SHERBY und J. E. DORN, Univ. Calif. Minerals Research Lab. Rep. (1954).
- A. M. FREUDENTHAL und J. H. WIENER, JOURN. Appl. Phys. 27, 44 (1956).
- M. GENSAMER: The Effect of Grain Boundaries on mechanical properties, Relation of Properties to Microstructure, 16 (1954).
- J. A. F. GERRARD, M. F. PERUTZ und A. ROCH, Proc. Roy. Soc. A 213, 546 (1952).
- A. M. GERVAIS, J. T. NORTON und N. J. GRANT, Trans. AIME 197, 1487 (1954).
- J. W. GLEN, JOURN. Glaciol. 2, 111 (1952).
- J. W. GLEN, Nature 172, 721 (1953). J. W. GLEN und M. F. PERUTZ, JOURN. Glaciol. 2, 397 (1954).
- J. W. GLEN, Proc. Roy. Soc. A 228, 519 (1955). L. GRAF, Zeits. Metallk. 45, 36 (1954).
- D. N. GREENWOOD und H. K. WORNER, Journ. Inst. Metals 64, 135 (1939).
  A. G. MACGREGOR, JOURN. Glaciol. 1, 564 (1951).
  D. T. GRIGGS und N. E. COLES, SIPRE Report 11 (1955).
  U. GRUBENMANN und P. NIGGLI: Die Gesteinsmetamorphose (1924).

- D. HARKER und E. PARKER, Trans. ASM 54, 156 (1945). L. HAWKES, Geol. Mag. 67, 111 (1930).
- C. HERRING: The Use of Classical Macroscopic Concepts in Surface-Energy Problems, Structure and Properties of Solid Surfaces, 5 (1953).
- J. B. HESS und C. S. BARRETT, Trans. AIME 137, 150 (1940). J. H. HOLLOMON und D. TURNBULL: Nucleation, Progr. Metal Physics 4, 333 (1953).
- W. JACOBI, Zeits. Naturforschung 10a, 322 (1955).
- B. JAOUL und C. Crussard, Met. Ital. 44, 175 (1952).
- B. 5405L unit C. Clussald, Mct. Ital. 74, 179 (1932).
   W. A. JOHNSON und R. F. MEHL, Trans. AIME 135, 416 (1939).
   F. JONA und P. SCHERRER, Helv. Phys. Acta 25, 35 (1952).
   T'ING SUI KÊ, JOURN. Appl. Phys. 20, 274 (1949).
   R. KING, R. W. CAHN und B. CHALMERS, Nature 161, 682 (1948).

- A. KOCHENDÖRFER, Archiv Eisenhüttenwesen 23, 183 (1952).
- P. LAURENT und M. BATISSE, Revue Metallurgie 49, 485 (1952); 49, 593 (1952).
- D. McLean und M. H. FARMER, Journ. Inst. Metals 83, 1 (1954/55).

- C. H. LI, J. WASHBURN und E. R. PARKER, Trans. AIME 197, 1223 (1953).
- KATHLEEN LONSDALE, Phil. Trans. Roy. Soc. A 240, 219 (1947).
- R. MADDIN und N. K. CHEN: Geometrical Aspects of the Plastic Deformation of Metal Single Crystals, Progr. Metal Physics 5, 53 (1954).
- URSULA M. MARTIUS: Solidification of Metals, Progr. Metal Physics, 5279 (1954).
- G. MASING, K. LÜCKE und P. NÖTLING, Zeits. Metallkunde 47, 64 (1956). M. MATSUYAMA: JOURN. Geol. 28, 607 (1920).
- M. F. MEIER, G. P. RIGSBY und R. P. SHARP, Arctic 7, 1 (1954).
- N. F. MONT: Diffusion, Work-hardening, Recovery and Creep, L'état solide, 515 (1952).
- O. Mügge, Neues Jahrb. Mineral. Geol. Paläont. 2, 123 (1899). O. Mügge, Neues Jahrb. Mineral. Geol. Paläont. 2, 80 (1900).
- A. NADAI: Der bildsame Zustand der Werkstoffe (1927).
- M. W. NATHAUS und E. R. PARKER, U. S. Atomic Energy Commission Publ. C00-18 (1950).
- J. F. Nye, Nature 169, 529 (1952), a.
- J. F. Nye, Journ. Glaciol. 2, 12 (1952), b.
   J. F. Nye, Proc. Roy. Soc. A 219, 477 (1953).
   E. OROWAN, Nature 149, 643 (1942).

- E. OROWAN, Nature 149, 643 (1942).
  E. OROWAN und andere, Journ. Glaciol. 1, 231 (1949).
  P. G. OWSTON, Journ. Glaciol. 1, 571 (1951).
  W. T. PELL-WALPOLE, JOURN. INSt. Metals 69, 131 (1943).
  M. F. PERUTZ und G. SELIGMAN, Proc. Roy. Soc. A 172, 335 (1939).
  M. F. PERUTZ, Proc. Phys. Soc. 52, 132 (1940).
  H. PHILIPP, Neues Jahrb. Min. Geol. und Paläont. Beilage 43, 439 (1920).
  W. T. READ und W. SHOCKLEY, Phys. Rev. 78, 275 (1950).
  W. T. READ und W. SHOCKLEY: Dislocation Models of Grains Boundaries, Imperfections in Nearly Perfect Crystals, 352 (1950). (1952).
- A. RENAUD, UGGI Assoc. int. d'Hydrologie Scientifique Bruxelles 1, 206 (1951).
- L. RENDU: Théorie des glaciers de la Savoie (1841). G. P. RIGSBY, JOURN. Geol. 59, 590 (1951).
- E. Röhm und A. Kochendörfer, Zeits. Metallk. 41, 265 (1950). E. Schmid und W. Boas: Kristallplastizität (1935).
- W. SCHWARZACHER und N. UNTERSTEINER, Sitzber, Öster, Akad, Wiss, math.-naturw, Kl. Abt. IIa, 162. Bd., 1.–4. Heft.
- (1953).
- A. SEEGER, Zeits. Naturforschung 9a, 758 (1954). F. SEITZ: Fundamental Aspects of Diffusion in Solids, Phase Transformation in Solids 77 (1951).

- G. SELIGMAN, JOURN. Glaciol. 1, 254 (1949).
  R. P. SHARP, JOURN. Glaciol. 2, 182 (1953).
  O. D. SHERBY, R. L. ORR und J. E. DORN, Trans. AIME 200, 71 (1954).
- W. SHOCKLEY: Dislocation Models of Grain Boundaries, L'état solide 431 (1952).
- R. SHUTTLEWORTH, Proc. Phys. Soc. A 63, 444 (1950). R. SHUTTLEWORTH: The Equilibrium Shape of Crystals and Surface Forces, Imperfections in nearly Perfect Solids, 343 (1952).
- L. SLIFKIN und W. KAUZMANN, JOURN. Appl. Phys. 23, 746 (1952).
- C. S. SMITH, Metals Technology TP 2387 (1948). C. S. SMITH: Interfaces between Crystals, L'état solide, 11 (1952)

- R. C. WYLIE, Proc. Phys. Soc. B 66, 241 (1953).

C. S. SMITH, Metals Technology TP 2387 (1948).
C. S. SMITH: Interfaces between Crystals, L'état solide, 11 (1952).
G. V. SMITH: Properties of Metals and elevated Temperatures (1950).
C. SOMIGLIANA, R. C. Accad. Lincei 30 (1921), no. 1, p. 291, 323, 360, no. 2, p. 3.
A. STEINEMANN und H. GRÄNICHER, Helv. Phys. Acta 30, 553 (1957).
A. STEINEMANN, Helv. Phys. Acta 30, 581 (1957).
S. STEINEMANN, Zeits. angew. Math. u. Phys. 4, 500 (1953).
S. STEINEMANN, Journ. Glaciol. 2, 404 (1954), a.
S. STEINEMANN, JOURN. Glaciol. 2, 404 (1954), a.
S. STEINEMANN, UGGI Assoc. Int. d'Hydrol. Rome, publ. 39, 4, 449 (1954), b.
A. H. SULLY, G. N. COLE und G. WILLOUGHBY, Nature 162, 411 (1948).
G. TAMMANN und K. L. DREYER, Zeits. anorg. u. allg. Chemie 183, 289 (1929).
G. TAMMANN und A. BÜCHNER, Zeits. anorg. u. allg. Chemie 222, 12 (1935).
M. TANNENBAUM und W. KAUZMANN, JOURN. Appl. Phys. 25, 451 (1954).
R. S. TARR und J. L. RICH, Zeits. Gletscherkunde 6, 235 (1911/12).
D. O. THOMPSON, Journ. Appl. Phys. 26, 280 (1955).
F. K. TRUBY, Journ. Appl. Phys. 26, 120 (1955).
F. M. TYNDALL, R. A. ARTMAN, C. A. WERT und R. EISNER: Journ. Appl. Phys. 26, 286 (1955).
J. VENHOOGEN, Trans. Amer. Geophys. Union 32, 251 (1951).
J. WASHBURN und E. R. PARKER, Trans. AIME 194, 1076 (1952).
F. WEINBERG, Acta Metallurgica 2, 889 (1954).
H. E. WEINBERG, Journ. Appl. Phys. 24, 734 (1953).
E. J. WORKMAN und S. E. REYNOLDS, Phys. Rev. 78, 254 (1950).
R. C. WYLIE, Proc. Phys. Soc. B 66, 241 (1953).