

УДК 548.571;548.4

©1993

ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ В СУБГРАНИЦАХ ДЕФОРМИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ МОЛИБДЕНА

И.М.Аристова, Л.Н.Пронина

Методами электронной микроскопии проведены исследования дислокационной структуры деформированных прокаткой и отожженных монокристаллов молибдена (001) [110]. При высокотемпературных отжигах любой продолжительности монокристаллы молибдена не рекристаллизуются и сохраняют ориентацию исходного монокристалла. В результате полигонизации образуются области, свободные от дислокаций и субграницы. Проведен анализ особенностей электронно-микроскопического изображения дислокаций в субграницах, а также локальных особенностей строения субграниц, образовавшихся после кратковременного отжига при 2000° С. Сделан вывод, что высокотемпературный отжиг в течение 5 мин уже приводит к образованию субграниц, полностью идентичных наблюдавшимся ранее в деформированных монокристаллических лентах молибдена, отожженных в течение нескольких часов. Основу субграницы составляют длинные прямые краевые дислокации с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = [001]$, лежащие практически параллельно поверхности кристалла.

В настоящей работе проводились исследования монокристаллических молибденовых лент, полученных по разработанной в ИФТТ РАН технологии. Аналогичные ленты с суммарной степенью деформации 90% исследовались в работе [1]. При этом было установлено, что после продолжительного высокотемпературного отжига молибденовые ленты сохраняют ориентацию исходного кристалла, а их структура характеризуется в основном наличием свободных от дислокаций областей и субграниц, состоящих преимущественно из длинных прямолинейных параллельных дислокаций с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = [001]$.

Было обнаружено [2], что при весьма кратковременных отжигах (1 мин, 20 с – 5 мин) наблюдаются субграницы, структура которых схожа со структурой субграниц, получающихся после выдержки при той же температуре (2000° С) в течение 2 ч.

Целью настоящей работы было определить, являются ли прямолинейные параллельные дислокации, образующиеся при кратковременных отжигах, также краевыми дислокациями с $\mathbf{b} = [001]$, как и дислокации в субграницах, образующихся в результате продолжительных высокотемпературных (2000°С, 2 ч) отжигов.

Исследования микроструктуры проводились на электронном микроскопе при ускоряющем напряжении 100 кВ.

Общий вид субграницы, образовавшейся в результате отжига монокристаллической ленты молибдена при 2000° С в течение 5 мин, представлен на рис. 1. Фрагмент субграницы изображен при различных дифракционных условиях на рис. 2, а-г. Толщина фольги ≈ 1300 Å. Поверхность

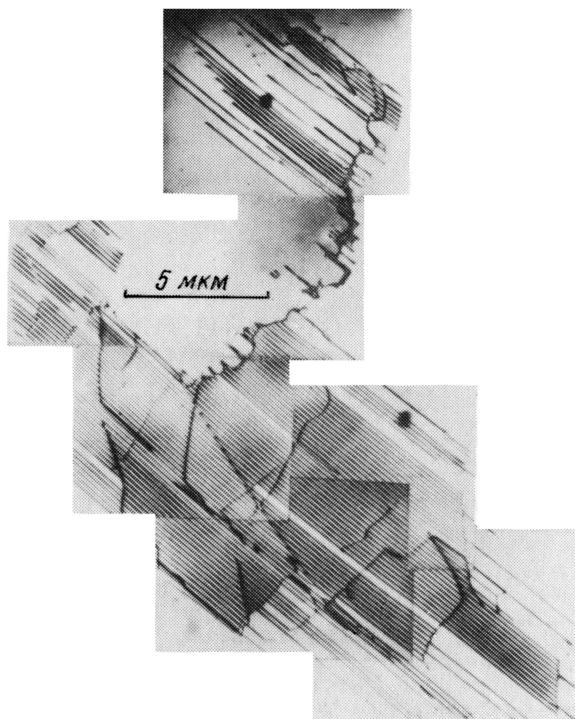


Рис. 1. Общий вид субграницы.
Отжиг при 2000°C , 5 мин.

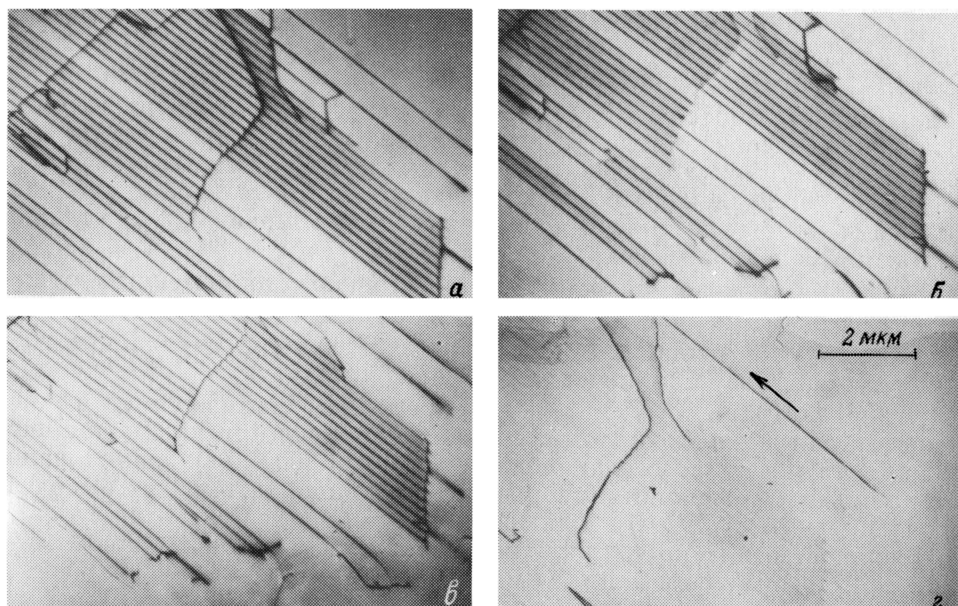


Рис. 2. Участок субграницы в молибдене, снятый при различных дифракционных условиях.

$a - g = [020]$, $б - [\bar{1}10]$, $в - [200]$, $г - [110]$. $m = 0.18$ ($a-e$), $m = 0$ ($г$).

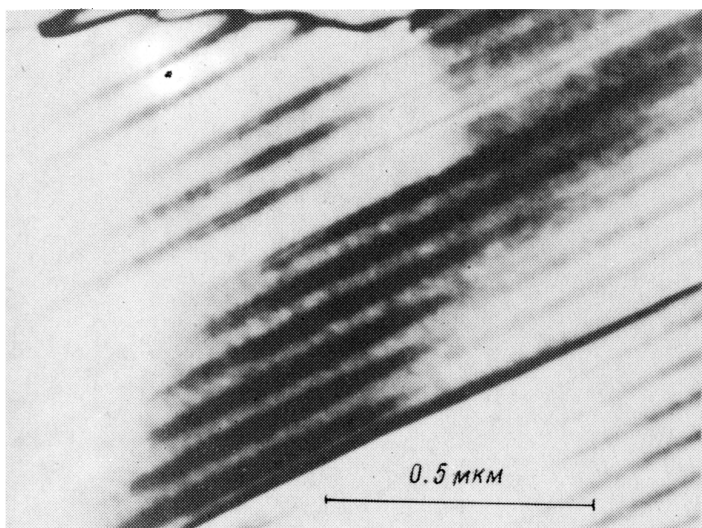


Рис. 3. Двойной контраст на изображении дислокаций.

кристалла соответствует кристаллографической плоскости (001). Длина проекций линий дислокаций, составляющих субграницу, на плоскость (001) ≈ 40 мкм. Следует отметить значительную ширину изображения указанных дислокаций, а также наличие в некоторых случаях двойного контраста (рис. 3).

При указанной толщине фольги и длине проекций линий дислокаций угол наклона линий дислокаций к плоскости (001) не превышает $\alpha \approx 2^\circ$. Это позволяет утверждать, что дислокации лежат практически параллельно поверхности кристалла, которая соответствует кристаллографической плоскости (001). Из рис. 2 следует, что дислокации невидимы при $\mathbf{g} = [110]$ (\mathbf{g} — дифракционный вектор). Таким образом, в соответствии с критерием $\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$ вектор Бюргерса дислокаций может быть $1/2[\bar{1}11]$, $1/2[1\bar{1}1]$ или $[001]$. Если $\mathbf{b} = [001]$, то дислокации, составляющие субграницу, являются краевыми. В таком случае может быть объяснена значительная ширина изображения дислокаций, так как известно [3], что изображение краевой дислокации примерно вдвое шире изображения винтовой.

Итак, краевая дислокация параллельна поверхности кристалла, плоскость скольжения дислокации параллельна электронному пучку, так что $\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$. Как указано в работе [4], при этих условиях возникает особый тип изображения краевой дислокации. Контраст обуславливается только смещениями, нормальными плоскости скольжения дислокации. При $w = 0$ (например, в местах пересечения дислокаций экстинкционным изгибным контуром) изображение дислокации двойное (w — параметр отклонения от отражающего положения). С ростом w при отклонении кристалла от точного брэгговского положения симметрия относительно центра в распределении интенсивности нарушается (рис. 3), а знак возникающей асимметрии зависит от того, в каком поле сделан снимок. Известно также, что при $\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$ контраст на изображении краевой дислокации тем

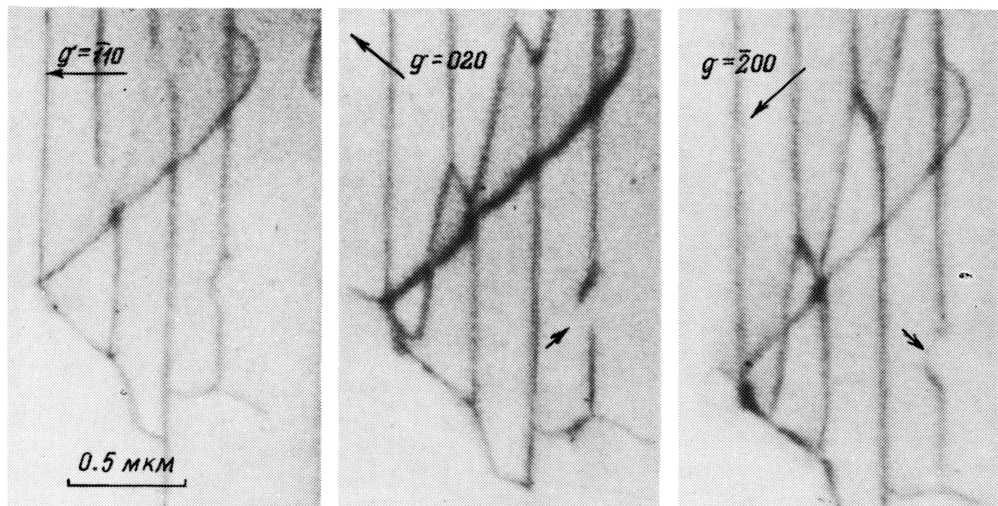


Рис. 4. Поведение контраста на изображении дислокации в зависимости от направления дислокационной линии.

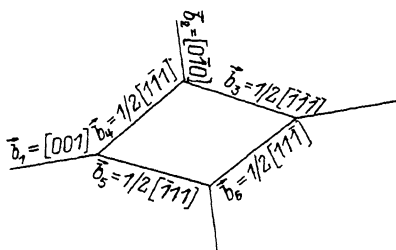
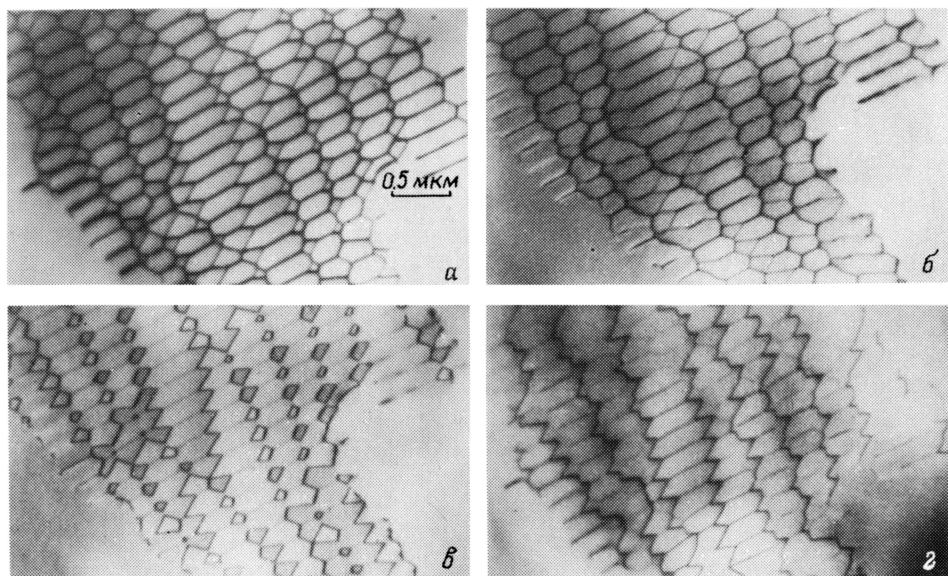


Рис. 5. Участок субграницы в молибдене, содержащей ромбовидные конфигурации. Отжиг 2000°C , 5 мин. $g = [020]$ (а), $[\bar{1}10]$ (б), $[200]$ (в), $[110]$ (г).

не менее не ослабевает, если величина $m = 1/8(\mathbf{g}\mathbf{b} \times \mathbf{u})$ больше, чем 0.1 [3] (\mathbf{u} — единичный вектор, направленный вдоль линии дислокации).

Как видно из рис. 2, длинные дислокации параллельны направлению $[110]$, т.е. $\mathbf{u} = \sqrt{2}/2[110]$. Так как дислокации лежат параллельно поверхности кристалла, т.е. отражающей плоскости (001), то, если вектор Бюргера $\mathbf{b} = [001]$, он параллелен падающему пучку электронов и направлен в противоположную сторону. Очевидно, что лишь в случае, когда $\mathbf{g}_4 = [110]$ (вектор \mathbf{g} параллелен \mathbf{u}), $m = 0$. Для остальных действующих отражений (рис. 2) $m = 0.18$. Таким образом, резкое ослабление интенсивности изображения указанных дислокаций может наблюдаться только при отражении $\mathbf{g} = [1\bar{1}0]$ (рис. 2, $a-z$).

Когда направление дислокации (т.е. вектор \mathbf{u}) параллельно \mathbf{g} , $m = 0$ для любого \mathbf{g} . Такое поведение контраста можно пронаблюдать на искривленных участках описанных дислокаций. Как показано на рис. 4, отрезок дислокационной линии, отмеченный стрелкой, невидим, когда он практически параллелен вектору \mathbf{g} . (Аналогичное поведение контраста на дислокациях наблюдалось в [1]).

Описанные особенности контраста на длинных прямых параллельных дислокациях, лежащих в плоскости (001) и составляющих основу субграниц, могут быть объяснены, если вектор Бюргера дислокаций $\mathbf{b} = [001]$, а следовательно, дислокации краевые.

Этот вывод может быть также подтвержден соотношением между векторами Бюргера в тройном узле, где $\sum_{i=1}^3 \mathbf{b} = 0$. Так, при отжиге в режиме

2000° С, 5 мин в местах пересечений дислокаций внутри субграниц образуются связки из четырех тройных узлов (рис. 5, a, b). Анализ контраста на дислокациях 3, 4, 5, 6 позволяет считать, что векторы Бюргера этих дислокаций $\mathbf{b}_3 = 1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, $\mathbf{b}_4 = 1/2[1\bar{1}\bar{1}]$, $\mathbf{b}_5 = 1/2[\bar{1}11]$, $\mathbf{b}_6 = 1/2[1\bar{1}\bar{1}]$. Вектор $\mathbf{b}_2 = \mathbf{b}_3 + \mathbf{b}_4$. Получаем $\mathbf{b}_2 = [0\bar{1}0]$, что согласуется с характером контраста на дислокации 2 при отражении $\mathbf{g} = [200]$. Вектор $\mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_4 + \mathbf{b}_5$, т.е. $\mathbf{b}_1 = [001]$, что согласуется с выводами, сделанными выше.

Проведенный анализ дислокационной структуры показал, что высокотемпературный отжиг исследуемых монокристаллических лент в течение 5 мин уже приводит к образованию субграниц, полностью идентичных субграницам, наблюдавшимся ранее [3] в деформированных до такой же степени суммарной деформации монокристаллических лентах молибдена, подвергнутых высокотемпературному отжигу (2000° С) в течение 2 ч.

Список литературы

- [1] Pronina L.N., Takeuchi S., Suzuki K., Ichihara M. // *Phil. Mag.* A. 1982. V. 45. N 5. P. 859-865.
- [2] Аристова И.М., Пронина Л.Н. // Тез. докл. Всесоюз. симпозиума «Электронная микроскопия и электронография в исследовании образования, структуры и свойств твердых тел». М., 1983. С. 161.
- [3] Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. *Электронная микроскопия тонких кристаллов*: Пер. с англ. М., 1968. 574 с.
- [4] Мышляев М.М., Ходос И.И., Лавыдова Л.Б. // *ФТТ*. 1975. Т. 17. № 12. С. 3519-3528.

Институт физики твердого тела РАН
Черноголовка
Московская область

Поступило в Редакцию
19 мая 1993 г.