

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИПА НАКЛОННЫХ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ И ДИПОЛЕЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОРЕОЛОВ ОКОЛО СВЕТЛОПОЛЬНЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

В. Н. Рожанский, И. А. Рагимов, К. Шеершмидт, И. Хейденрайх

Разработана методика электронномикроскопического определения типа дислокационных петель и диполей по ореолам около светлопольных изображений дефектов. В расчетах теоретических изображений релаксация напряжений на поверхности учитывается приближенно, но это оказывается достаточным для формулировки процедуры анализа и дает результаты, удовлетворительно согласующиеся с экспериментом.

На темнопольных электронномикроскопических фотографиях дислокаций вокруг обычных узких изображений, ширина которых не превышает $0.3-0.4\xi_g$, часто наблюдаются ореолы — диффузные изменения интенсивности фона, окружающего основное изображение, шириной $\sim \xi_g$. Такие ореолы обусловлены релаксацией напряжений на поверхности и могут быть использованы для определения типа дислокационных петель и диполей [1-2]. Теоретический расчет контраста изображения наклонного [3] и параллельного [4, 5] поверхности фольги диполя показал [5], что ореолы связаны с изгибом отражающих плоскостей вблизи поверхности фольги.

В данной работе показано, что ореольный контраст имеет место и на светлопольных изображениях, а также излагается методика экспериментального анализа контраста ореолов для определения параметров наблюдаемых дефектов.

1. ЭВМ моделирование светлопольного контраста наклонных диполей в условиях $g \cdot b = 0$

На рис. 1, а, б приведено теоретическое светлопольное изображение диполя, расположенного в фольге под углом 45° к поверхности фольги в условиях $g \cdot b = 0$. Диполь расположен в плоскости (101). Расчет произведен по той же программе, что и в [3]. Действующее отражение $g = [040]$. Ориентация поверхности фольги (001). Диполь внедренного типа. Векторы Бюргера дислокаций диполя соответственно равны $b_1 = a/2 [10\bar{1}]$; $b_2 = a/2 [101]$. Толщина фольги $t = 4\xi_g$; $\xi'_g = \xi''_g = 10\xi_g$, т. е. геометрия расположения и дифракционные условия те же, что и в [3]. Релаксация напряжений на поверхностях фольги учтена приближенно с помощью дислокаций изображения. В отличие от расчета в [3] фон на рис. 1, а и б не нормирован на единицу и не учтен соответствующим символом печатающего устройства. Смещение фона при изменении параметра w от -0.3 до $+0.3$ не учитывалось, а интенсивностям, равным вычисленным, сопоставлялись равные символы на печатающем

дислокаций и дислокационных петель на одном и том же экранированном изображении. Рис. 1, а соответствует светлопольному изображению при $w = 0.3$, а рис. 1, б — $w = -0.3$. Как видно из расчетных изображений, контраст ореолов значительно сильнее в случае $w = -0.3$, чем при $w = 0.3$.

Механизм формирования ореольного контраста на светлопольных изображениях диполя с учетом поверхностной релаксации легко понять с помощью кривых качания для светлопольного изображения (см.

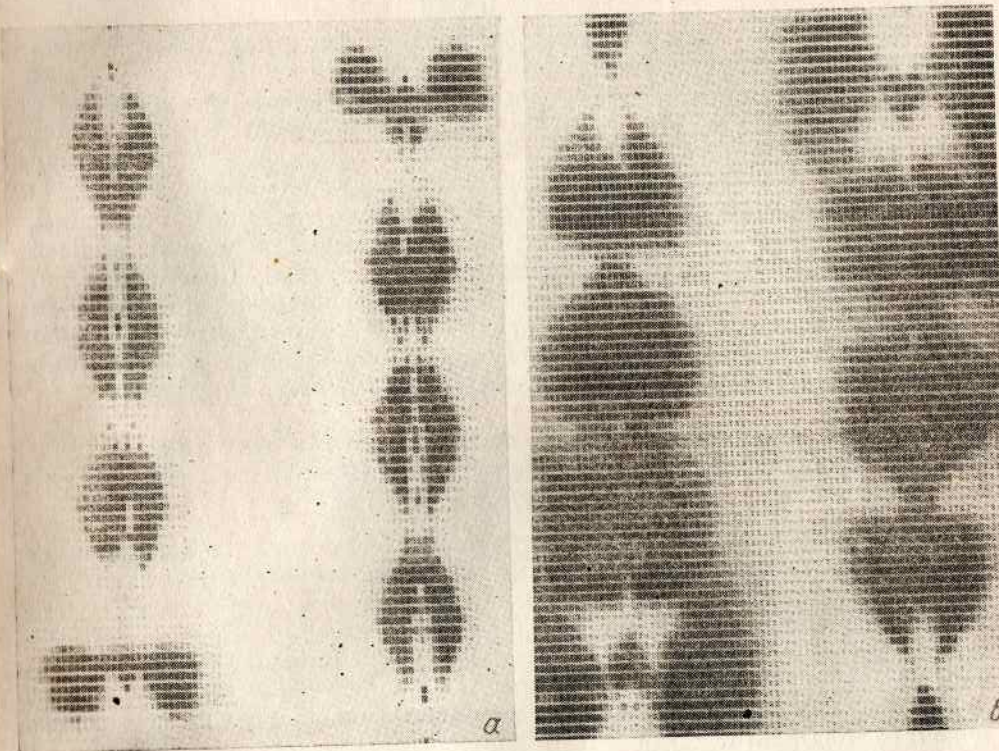


Рис. 1. Теоретическое светлопольное электронномикроскопическое изображение наклонного диполя внедренного типа в условиях $g \cdot b = 0$.

а — $w = 0.3$ (контраст светлых ореолов почти не отличается от фона; б — $w = -0.3$ (контраст ореолов ярко выражен; в верхней части левой дислокации наблюдается светлый ореол, а в нижней — темный ореол. Для правой дислокации картина обратная).

рис. 172 в [6]). Для простоты рассмотрим кристалл, находящийся в точно отражающем положении. Релаксация на поверхностях фольги напряжений, созданных дислокациями диполя, вызывает изгиб отражающих плоскостей вблизи верхней и нижней поверхностей и выводит их из точного отражающего положения. Отклонения от отражающего положения для каждой дислокации у разных поверхностей фольги имеют разный знак. Знак отклонения изменяется также на противоположный вблизи концов разных дислокаций диполя, выходящих на одну и ту же поверхность фольги. Смена контраста ореолов обусловлена асимметричностью кривой качания светлопольного изображения (с учетом поглощения) [6]. С этим же связано усиление контраста ореолов на изображениях диполя при $w = -0.3$ и ослабление ореольного контраста при $w = 0.3$. При положительном отклонении ($w > 0$) сильно возрастает интенсивность фона, которая почти не отличается от интенсивности светлых ореолов, поэтому видимость ореолов ухудшается. При отрицательном отклонении ($w < 0$),

в обоих случаях важную роль играет конкретная экспозиция экспериментального изображения.

На рис. 1, б можно видеть распространение ореолов одного знака вплоть до середины фольги, в то время как без учета релаксации напряжений на поверхности ореолы локализованы у точек пересечения дислокаций с поверхностью фольги в пределах $0.5\xi_g$ от поверхности [3]. Это явление зависит от выбранной интенсивности фона и, кроме того, от точности модели учета релаксации напряжений на поверхностях фольги.

При больших толщинах фольг для верхней части диполя играет роль только изгиб у верхней поверхности, а для нижней части — изгиб у нижней поверхности, так как напряжения быстро падают при удалении от дислокации и релаксация напряжений на удаленной от дислокации поверхности перестает играть роль. Однако при уменьшении толщины фольги $t < 4\xi_g$ на формировании контраста ореолов сказывается релаксация напряжений на обеих поверхностях фольги. Как видно из кривых качания, относительное изменение интенсивности для темных ореолов, вызванных отрицательным отклонением от условий Брэгга ($w < 0$), выше, чем для светлых ореолов, вызванных положительным отклонением от условий Брэгга ($w > 0$), если предполагать почти идентичную экспозицию обоих изображений, поэтому на светлополюсных изображениях в тонких фольгах преобладают темные ореолы.

2. Использование ореольного контраста светлополюсных изображений дислокационной петли в условиях $gb=0$

В [3] была показана возможность определения типа дислокационных петель, пересекающих поверхность фольги, используя контраст ореолов на светлополюсном изображении при $gb=0$ в точках пересечения петли с поверхностью. Данные, приведенные выше, в связи с тем, что противоположные ветви петлей можно аппроксимировать диполем, позволяют распространить эту методику и на определение типа наклонных дислокационных петель, лежащих в объеме фольги и не пересекающих поверхность фольги.

Для определения типа дислокационных петель из светлополюсных изображений можно предложить следующую последовательность операций.

1. Получить светлополюсную микрофотографию с ореольным контрастом в двухлучевых условиях при $gb=0$. Для улучшения контраста ореолов следует использовать небольшие отклонения от условий Брэгга и рефлексы высокого порядка.

2. Определить наклон петли, т. е. верх и низ петли, вращением фольги на большой угол вокруг горизонтальной оси, лежащей в плоскости петли.

3. На больших петлях, простирающихся от верхней поверхности до нижней на боковых наклонных ветвях петли при $gb=0$, должен наблюдаться противоположный контраст ореолов у верхней и у нижней частей петли.

Если вдоль вектора g у верхней поверхности фольги наблюдается светло-темное чередование контраста ореолов у наклонных участков петли, то петля принадлежит к внедренному типу, если чередование темно-светлое, — то к вакансионному типу. Для нижней поверхности фольги картина обратная.

Если петли маленькие и они расположены вблизи верхней или нижней поверхности, то прежде всего следует установить, какой тип

участок петли, находящийся вблизи поверхности, а зная наклон петли, — установить, около какой поверхности расположена петля.



Рис. 2. Светлополюсное электрономикроскопическое изображение наклонных петель в германии, легированном мышьяком.

а — для петель 1 и 2 удовлетворяется условие $gb=0$, на наклонных ветвях петель наблюдается ореольный контраст. Петли 1 лежат вблизи верхней поверхности фольги, а петля 2 — вблизи нижней поверхности, поэтому контраст на них имеет противоположный знак. Хорошо виден различный контраст ореолов в верхней и нижней частях наклонной дислокации 3, пересекающей обе поверхности фольги ($gb=0$); б — для наклонных петель p и Q $g \cdot b \neq 0$. Темный ореол наблюдается на горизонтальных ветвях петли p , лежащих вблизи нижней поверхности фольги и на горизонтальных ветвях петли Q , лежащих вблизи верхней поверхности фольги e .

Далее по чередованию контраста ореолов вдоль вектора g , как описано выше, определяется тип петли.

Из вышеприведенного рассмотрения следует, что эффект появления

лись предусмотренные выше дифракционные условия формирования контраста.

Особенности возникновения ореольного контраста на светлополюсных изображениях можно проиллюстрировать экспериментальными снимками дислокационных петель в кристалле германия, приведенными на рис. 2. Это петли типа внедрения, что было установлено ранее независимой методикой [7]. На рис. 2, а петли 1 и 2 внедренные и находятся в условиях $gb=0$. Толщина фольги $t \approx 8\xi_g$. Ориентация фольги (111). Петли призматические, лежат в плоскостях $\{110\}$ и имеют векторы Бюргерса типа $1/2 [110]$. Петли 1 лежат у верхней поверхности фольги, а петля 2 — у нижней. Хорошо виден асимметричный ореольный контраст на обеих петлях, причем для петли 2, лежащей у нижней поверхности, чередование контраста ореолов вдоль вектора темно-светлое, а у петель 1, лежащих у верхней поверхности, — светло-темное. У поверхности фольги контраст ореолов усиливается и уширяется по сравнению с участками петли, расположенными ближе к средней части фольги. Различный контраст ореолов в верхней и нижней частях хорошо виден у наклонной дислокации 3, пересекающей обе поверхности фольги и находящейся в условиях $gb=0$, причем контраст ореола одного знака четко наблюдается до глубины $\sim 2.5\xi_g$.

3. Использование ореольного контраста светлополюсных изображений дислокационной петли при $gb \neq 0$.

Можно предложить другой способ определения типа петель, основанный на использовании ореольного контраста на светлополюсных изображениях наклонных петель, но в условиях $gb \neq 0$. В этом случае используются ореолы на противоположных горизонтальных ветвях наклонной петли, лежащих вблизи поверхностей фольги.

Если при формировании светлополюсного изображения наклонных петель использовать отражения от плоскостей, почти параллельных горизонтальным ветвям петли, то при дифракционном условии, близком к брэгговскому, можно получить ореольный контраст на горизонтальных ветвях наклонной петли, лежащих вблизи поверхностей фольги.

Механизм формирования ореольного контраста на горизонтальных ветвях наклонной петли такой же, что и на наклонных ветвях петли в условиях $gb=0$. Ореолы образуются в результате изгиба отражающих плоскостей у поверхностей фольги. Однако ввиду того, что изгиб отражающих плоскостей, параллельных горизонтальным ветвям петли, у входной и выходной поверхностей фольги имеет один и тот же знак, наблюдаемые ореолы на противоположных горизонтальных ветвях большой наклонной петли, лежащих вблизи поверхностей, будут одного знака, поэтому для определения типа петли достаточно определить знак контраста ореола на одной из горизонтальных ветвей петли.

В отличие от светлополюсного изображения на темнопольном контрасте ореолов на противоположных горизонтальных ветвях большой наклонной петли имеет противоположный знак, так как темнопольное изображение петли в нижней половине фольги дополнительно светлопольному изображению [2].

Для сравнительно маленьких петель, лежащих около одной из поверхностей, следует использовать ореол у той из горизонтальных ветвей, которая ближе к поверхности фольги.

Последовательность операций при определении типа петли в условиях $gb \neq 0$ следующая.

1. Получить ореольный контраст из любой горизонтальной

ров g , близких к нормальным. При горизонтальном направлении контраста ореолов можно также производить небольшие отклонения от условий Брэгга.

2. Определить наклон петли в фольге, т. е. установить верх и низ петли вращением фольги на большой угол вокруг горизонтальной оси, лежащей в плоскости петли.

3. По знаку контраста ореола на горизонтальной ветви наклонной петли определяется тип петли.

Если темный ореол находится около верхней ветви наклонной петли и эта ветвь ближайшая по направлению вектора g , то петля принадлежит к вакансионному типу. Изменение нечетного числа этих условий на противоположные меняет результат определения природы петли на противоположный. Если изменены два условия, то петля по-прежнему определяется как вакансионная.

При определении типа петель лучше использовать темный ореол, так как интенсивность относительно фона у темного ореола выше, чем у светлого. Если светлый ореол виден плохо, следует изменить направление вектора g на противоположное и получить темный ореол.

Следует отличать ореольный контраст от более узкого двойного изображения петель. Ореольный контраст можно отличить по изменению знака контраста при перемене знака g .

Пример определения типа петель с использованием ореольного контраста на горизонтальных ветвях наклонной петли при $gb \neq 0$ приведен на рис. 2, б. Петли P и Q призматические, внедренного типа, лежат в плоскостях $\{110\}$ и имеют векторы Бюргерса $b=1/2 [110]$. Петли P лежат у нижней поверхности фольги, а петли Q — у верхней.

Как видно из рисунка, контраст ореола на горизонтальной ветви петли P вблизи нижней поверхности фольги n — темный. Такой же контраст наблюдается на горизонтальной ветви петли Q вблизи верхней поверхности фольги e . На горизонтальных ветвях этих петель, расположенных ближе к средней части фольги c , ореолы не наблюдаются. Петли p и q наклонены в фольге в направлении вектора g слева — вверх — направо. На ветви петли Q вблизи верхней поверхности e наблюдается темный ореол, и эта ветвь дальняя в направлении вектора g . Следовательно, петля Q внедренного типа. На ветви петли P вблизи нижней поверхности наблюдается темный ореол, и эта ветвь ближняя в направлении вектора g . Следовательно, петля p также внедренного типа.

Этот способ можно также применить и к определению типа петель, имеющих сдвиговую компоненту вектора Бюргерса.

Л и т е р а т у р а

- [1] И. А. Рагимов, В. Н. Рожанский. ФТТ, 15, 1648, 1972.
- [2] И. А. Рагимов, В. Н. Рожанский. ФТТ, 17, 3098, 1975.
- [3] В. Н. Рожанский, И. А. Рагимов, К. Шеершмидт, И. Хейдепайх. ФТТ, 17, 2705, 1975.
- [4] S. K. Maksimov, V. D. Verner, D. I. Piskunov, M. N. Myshlyayev. Phys. Stat. Sol., a, 31, 693, 1975.
- [5] В. Л. Иденбом, В. А. Чамров. Кристаллография, 25, 465, 1980.
- [6] H. Hashimoto, A. Howie, M. J. Whelan. Proc. Roy. Soc., A269, 80, 1962.
- [7] И. А. Рагимов, И. П. Арсентьева, В. Н. Рожанский. ФТТ, 11, 992, 1969.

Институт кристаллографии АН СССР
Москва

Институт физики твердого тела
и электронной микроскопии АН ГДР,

Поступило в Редакцию
21 апреля 1980 г.
В окончательной редакции
3 сентября 1980 г.