

Харківський національний університет
імені В. Н. Каразіна
Фізичний факультет



Кафедра фізики кристаллов

Методы наблюдения дислокаций

Лекция

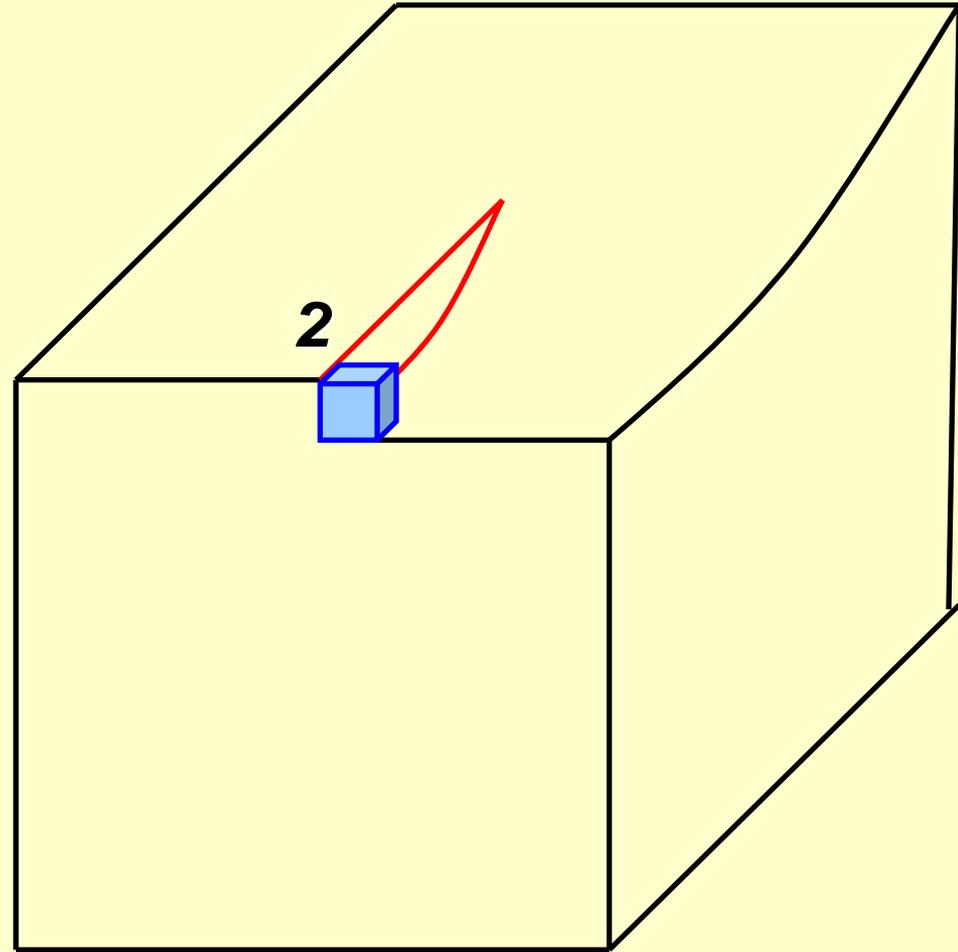
- Косвенные
- «Прямые»

Основные «прямые» методы наблюдения дислокаций

1. Поверхностные
2. Декорирование
3. Рентгеновские дифракционные методы
4. Электронномикроскопические
5. Поляризационно-оптические
6. Прямые методы
 - Ионный проектор
 - Эл. микроскопия

Поверхностные методы

1. Ступеньки скола

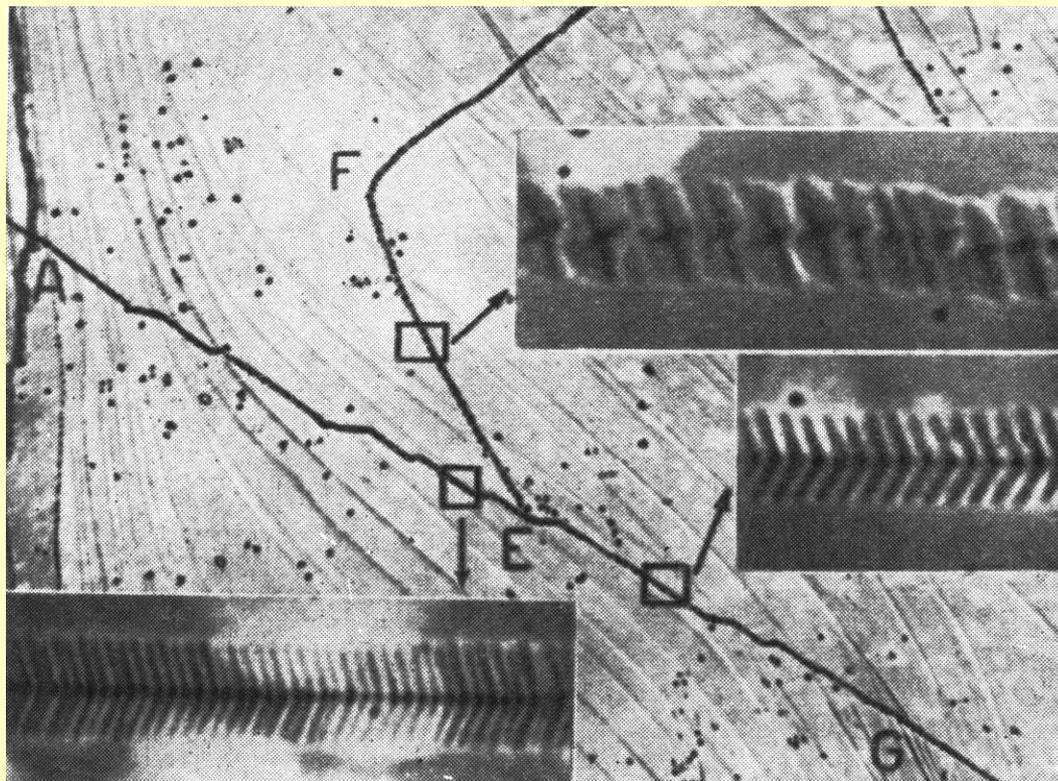


2. Избирательное травление

- Термическое травление
- Избирательное окисление
- Химическое травление
- Травление при растворении

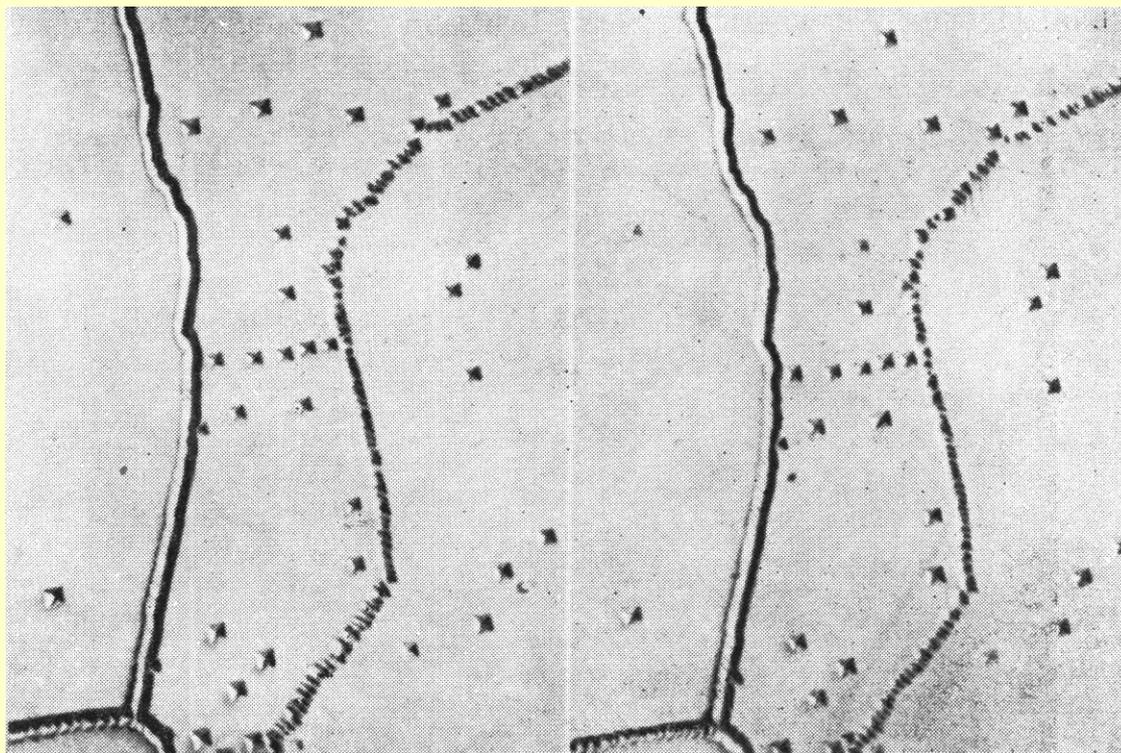
Избирательное травление

Надежность метода



Избирательное травление

Надежность метода



Избирательное травление

Информация

1. Наблюдение линий скольжения

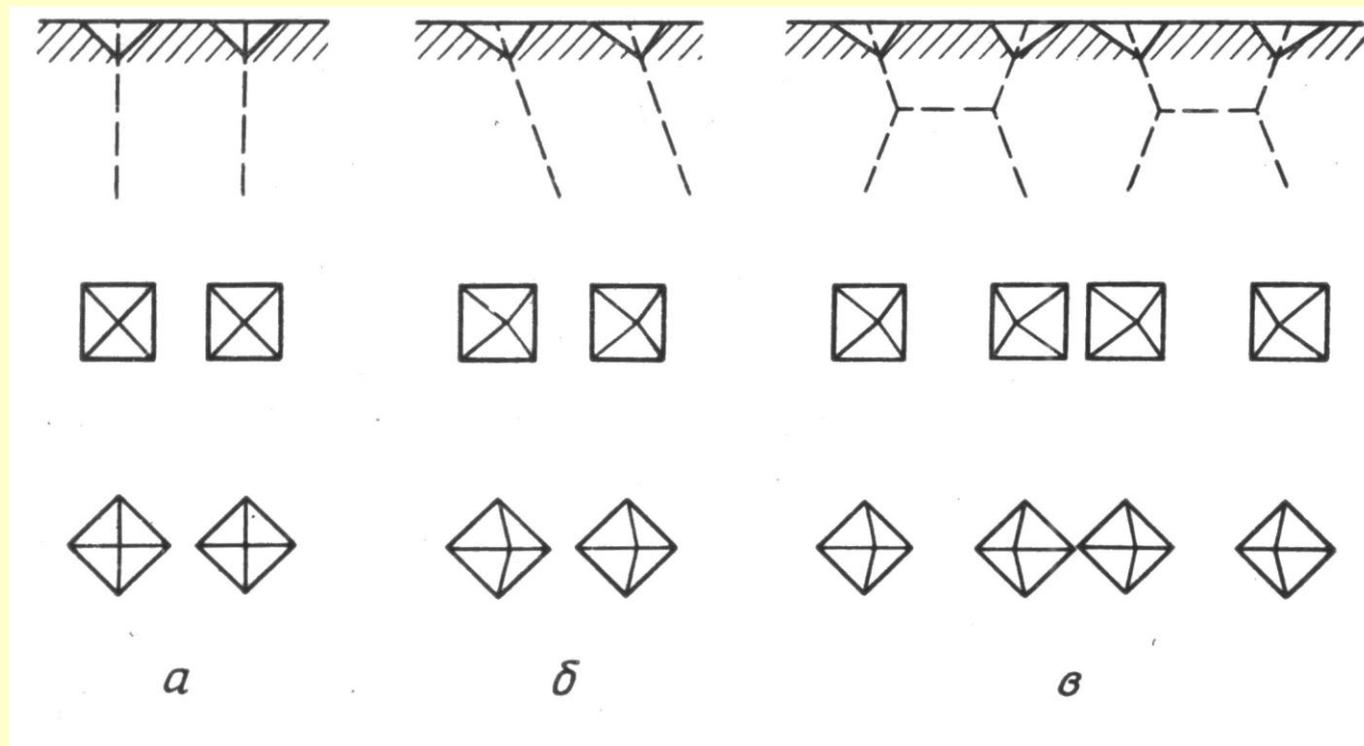


2. Определение углов
разориентации

Избирательное травление

Информация

3. Определение ориентации линии дислокации



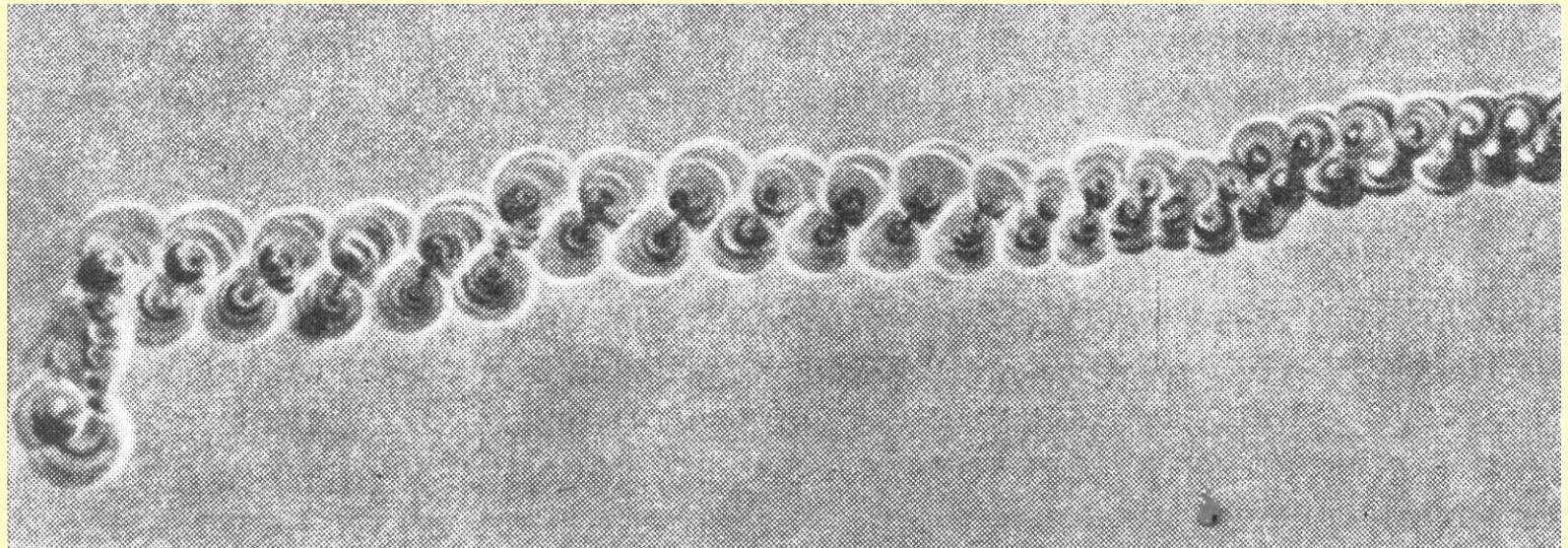
Избирательное травление

Информация

3. Определение ориентации линии дислокации

б) дислокационная линия параллельна поверхности

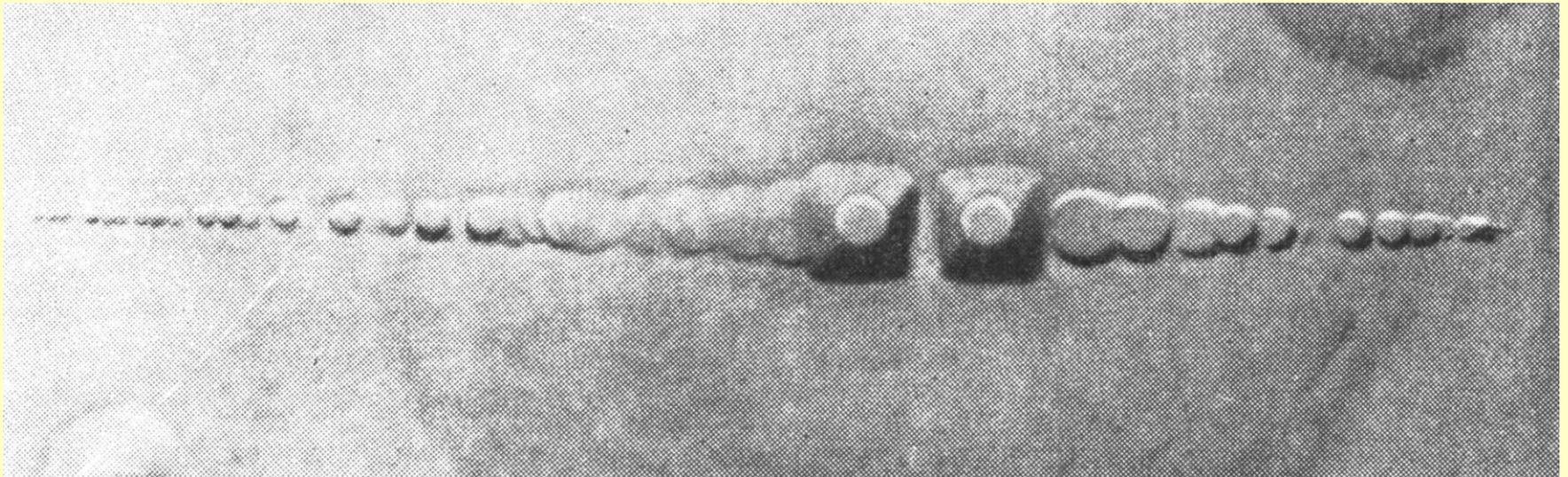
в) геликоидальная дислокация



Избирательное травление

Информация

4. Единственный способ определения зависимости скорости скольжения дислокации от напряжения



Избирательное травление

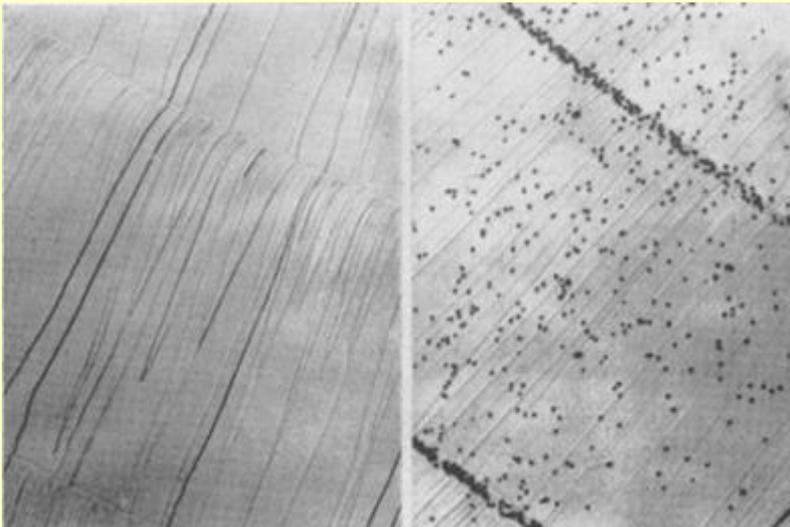
Преимущества

- Простота
- Экспресс-анализ
- Толстые образцы
- Отсутствие дорогостоящего оборудования

Недостатки

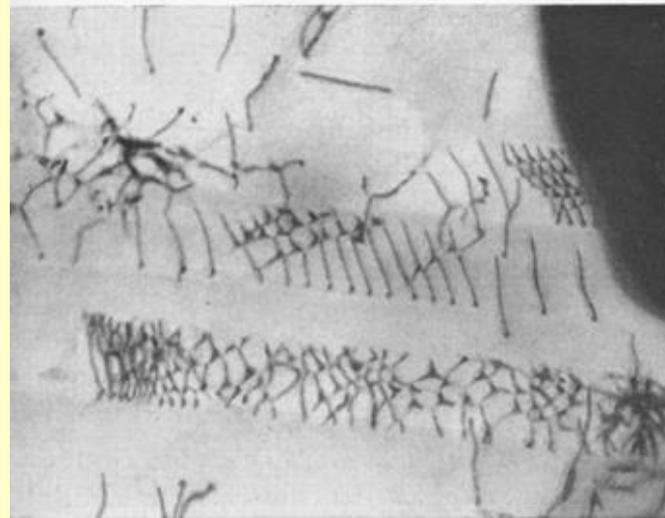
- Поверхность в объеме
несколько сечений
- Ограничения по мах плотности
дислокаций

Наблюдение дислокаций (в фас и в профиль)



Линии
скольжения

Ямки
травления



Просвечивающая
электронная
микроскопия

Основные параметры дислокационной структуры

- Плотность дислокаций – ρ
- Типы дислокаций (вектора Бюргерса b , направления линий дислокаций L)
- Системы скольжения дислокаций
- Форма дислокационных линий
- Типы дислокационных барьеров

Декорирование

Выявить дислокации в объеме по всей их длине (не разрушая кристалл)

- Дислокации должны быть стоком и источником вакансий
- Малая растворимость примесей в кристалле и достаточно большое значение коэффициента диффузии атомов примеси вдоль дислокации
- Кристаллы должны быть прозрачны или в видимой части спектра, или в инфракрасной.

Способы введения примесей

- 1. В расплав при выращивании кристалла
- 2. Диффузия с поверхности
- 3. Избыток над стехиометрией
- 4. Химическое превращение
- 5. Фазовое превращение

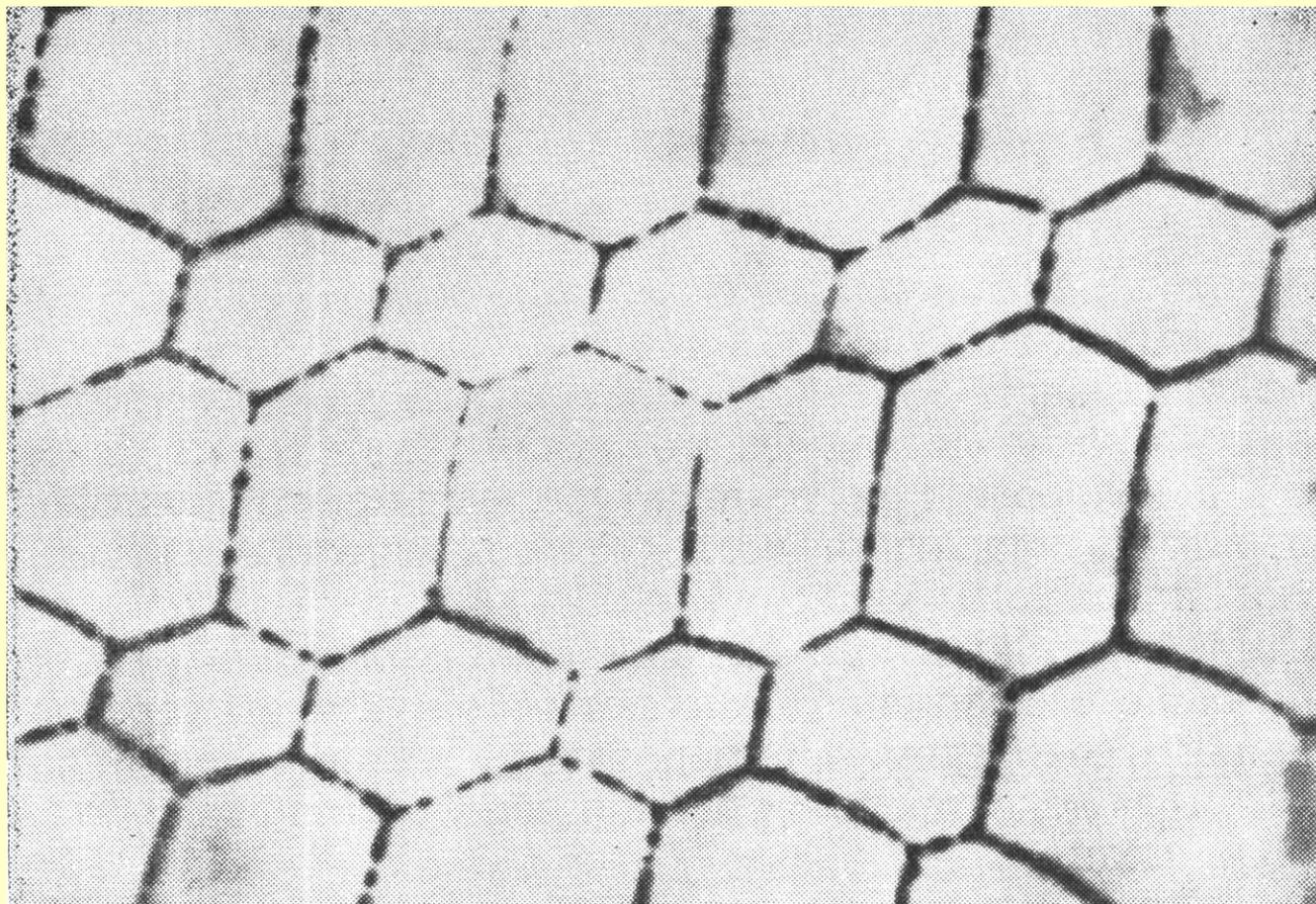
Методики декорирования различных кристаллов

- Галоиды серебра
 - ЩГК
- Фтористый кальций
- Кремний и германий

Г
А
Л
О
И
Д
Ы

С
Е
Р
Е
Б
Р
А

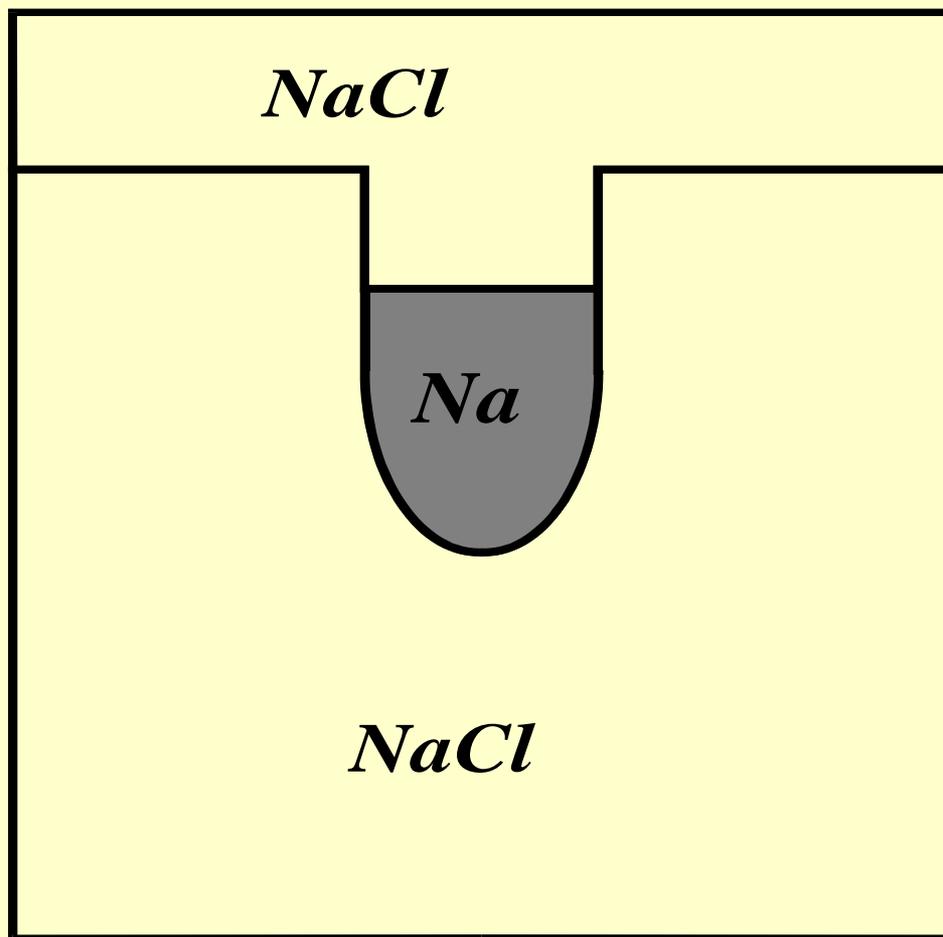
Дислокации в кристалле AgCl при облучении кристалла светом



ЩГК

- 1. Аддитивное окрашивание
- 2. Легирование галоидами тяжелых металлов (Ag, Cu, Pb)
- 3. Декорирование путем осаждения полостей (пустот)
- 4. Легирование двухвалентными примесями
- 5. Диффузия извне

А
Д
Д
И
Т
И
В
Н
О
Е
О
К
Р
А
Ш
И
В
А
Н
И
Е



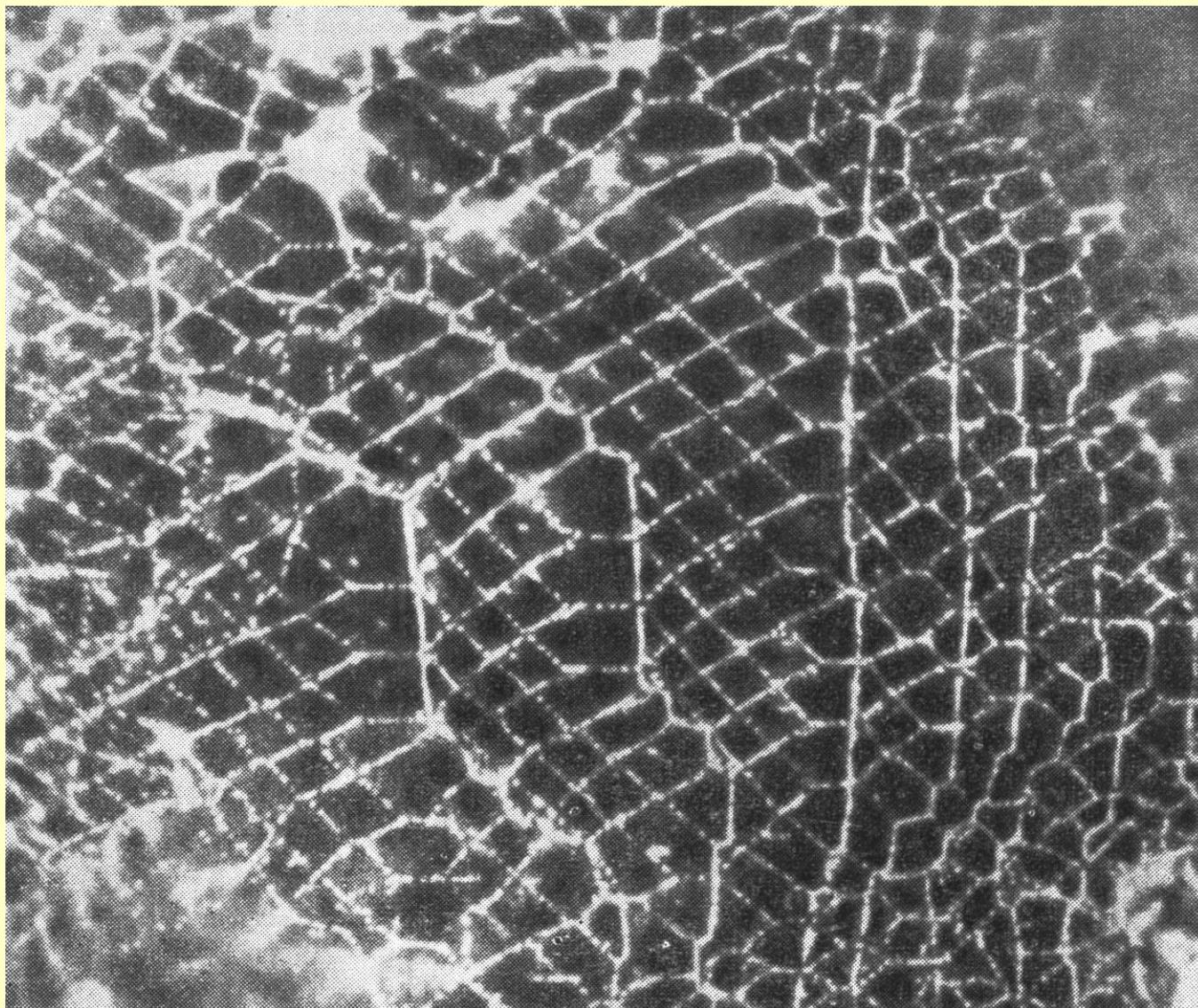
Методика

1. Нагреть до
 $T \cong T_{пл}$
1-2 часа
2. Быстрое
охлаждение
3. Избыточный
Na оседает на
дислокации.

Л
Е
Г
И
Р
О
В
А
Н
И
Е

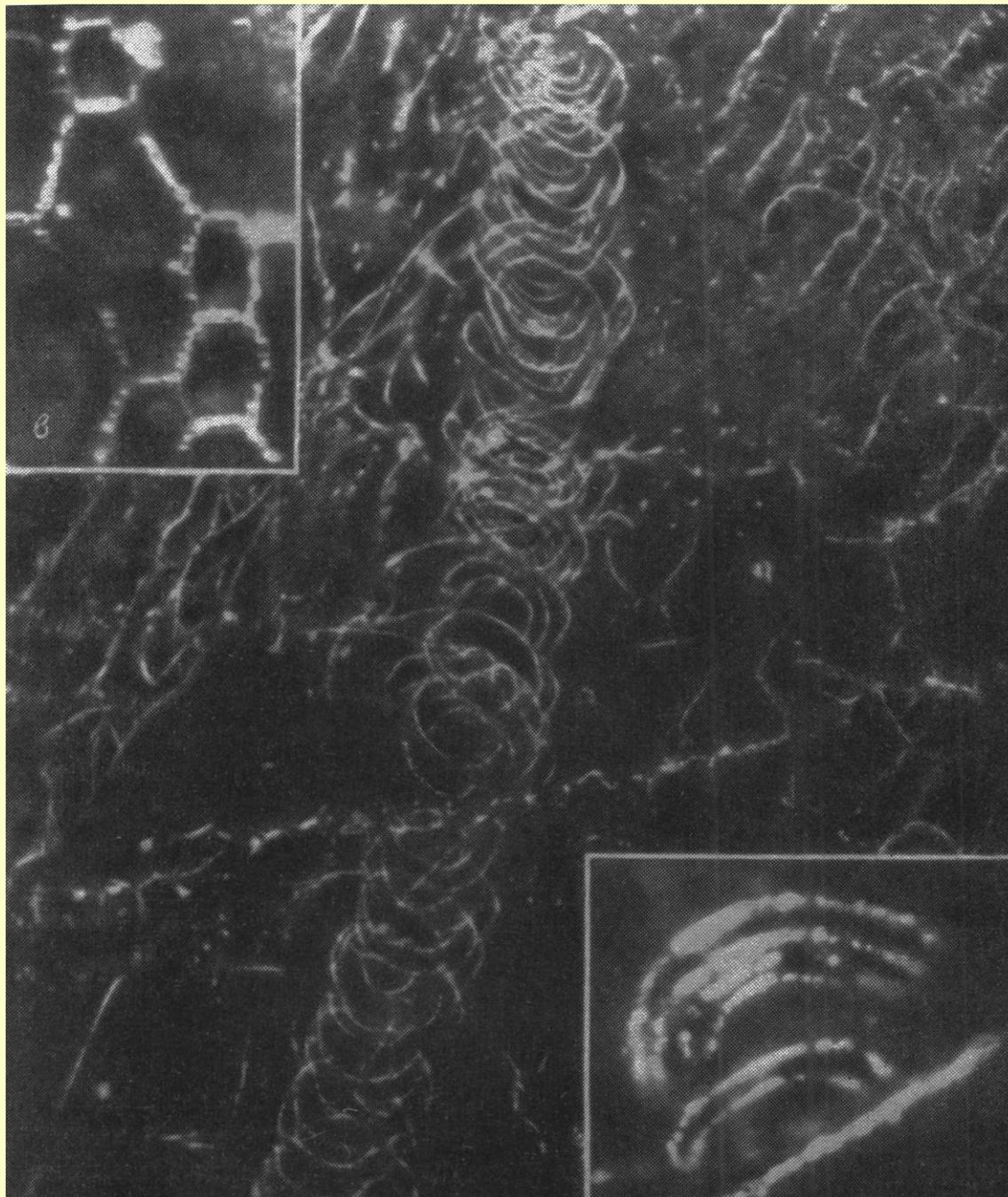
Г
А
Л
О
И
Д
А
М
И

Дислокационная сетка смешанного типа в кристалле КС1



Добавлен AgCl

О С А Ж Д Е Н И Е М И К Р О П О Р



Методика

1. Облучение рентгеном (2-3 ч)
2. Отжиг 500-600 °С
3. Микропоры осаждаются вдоль дислокации

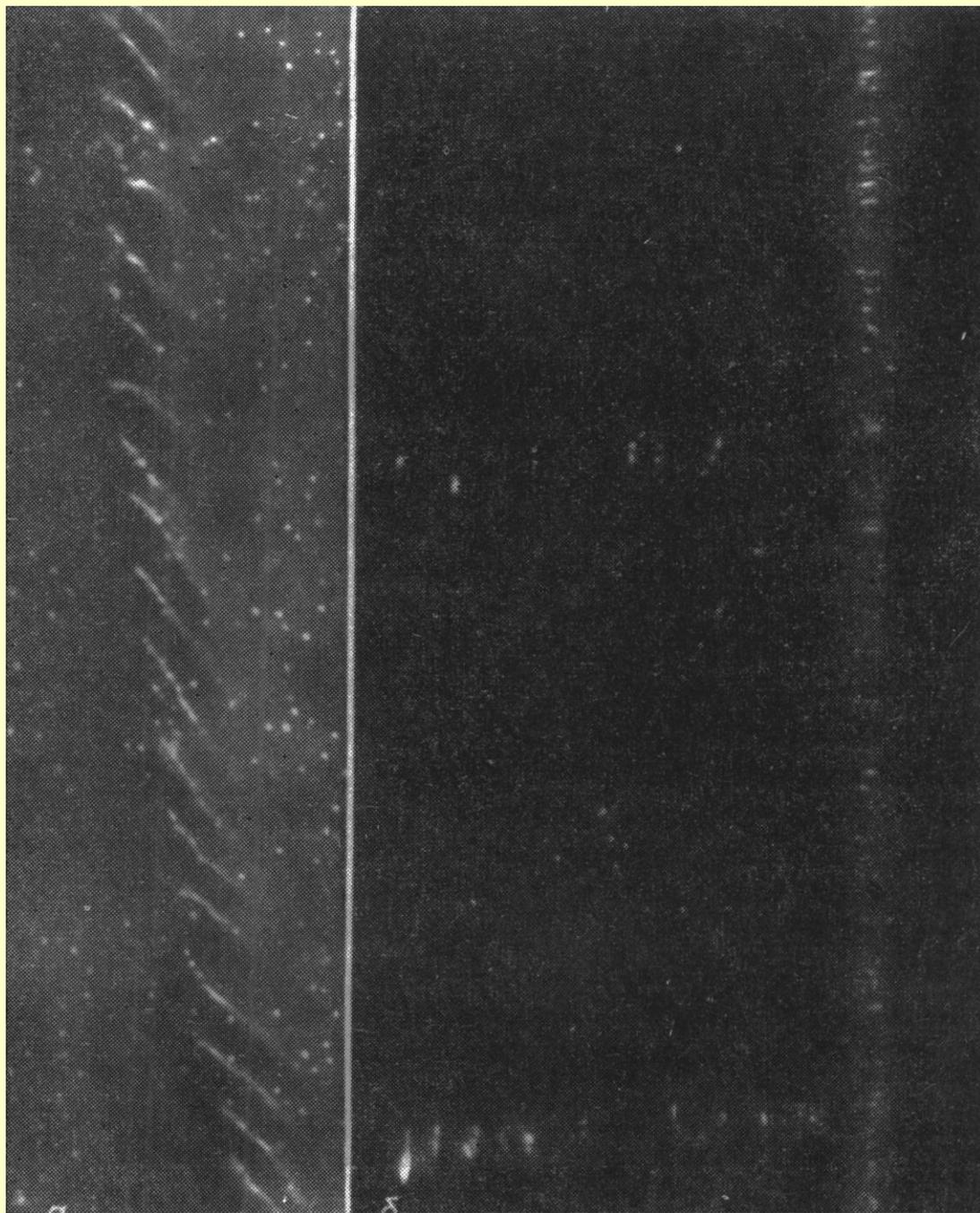
Легирование двухвалентными примесями

Методика

- В расплав
 - $\text{LiF} + \text{CaF}_2$
 - $\text{NaCl} + \text{CaF}_2$ или BaCl_2

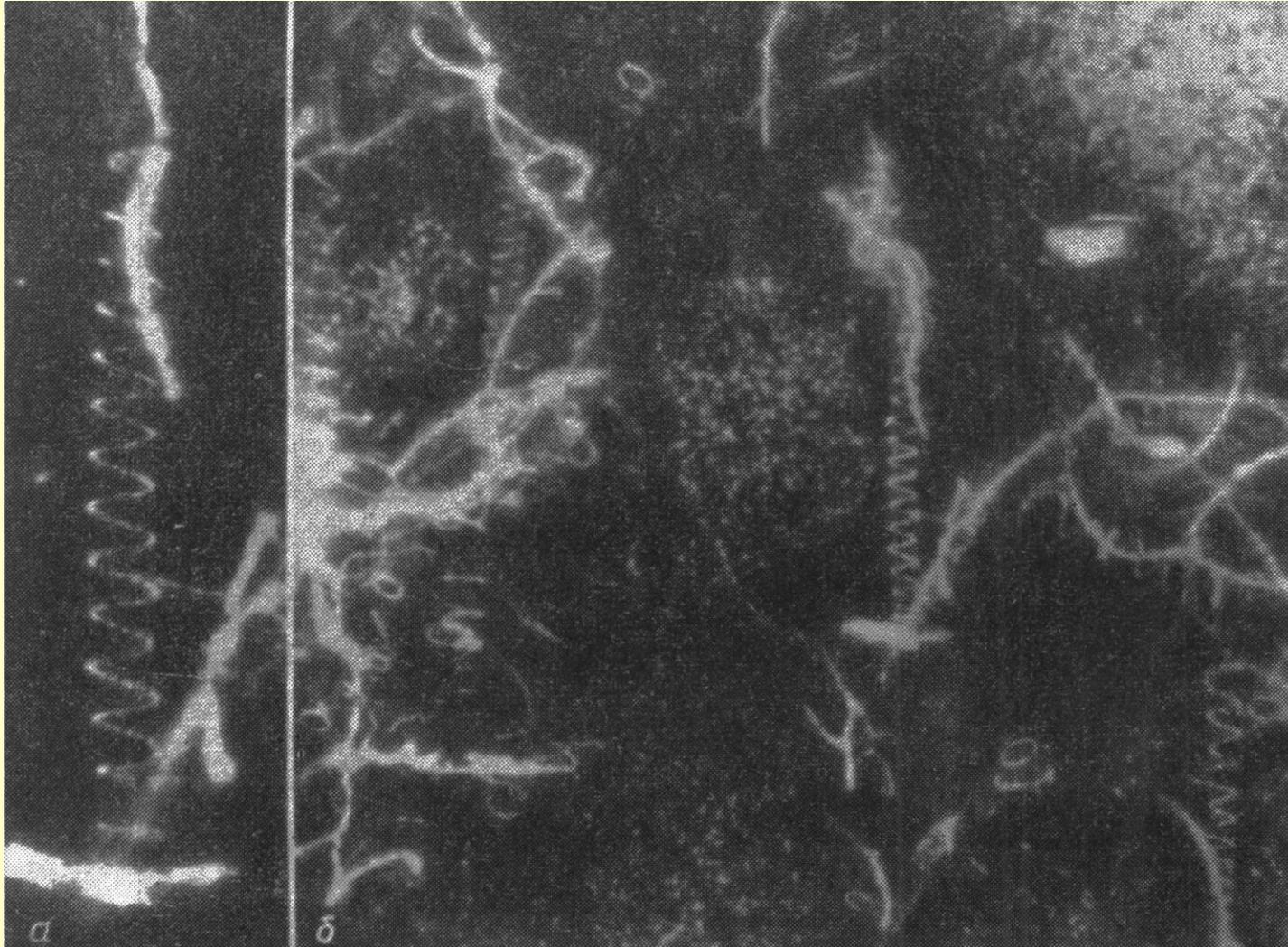
Д
И
Ф
Ф
У
И
Я

И
З
В
Н
Е



Методика

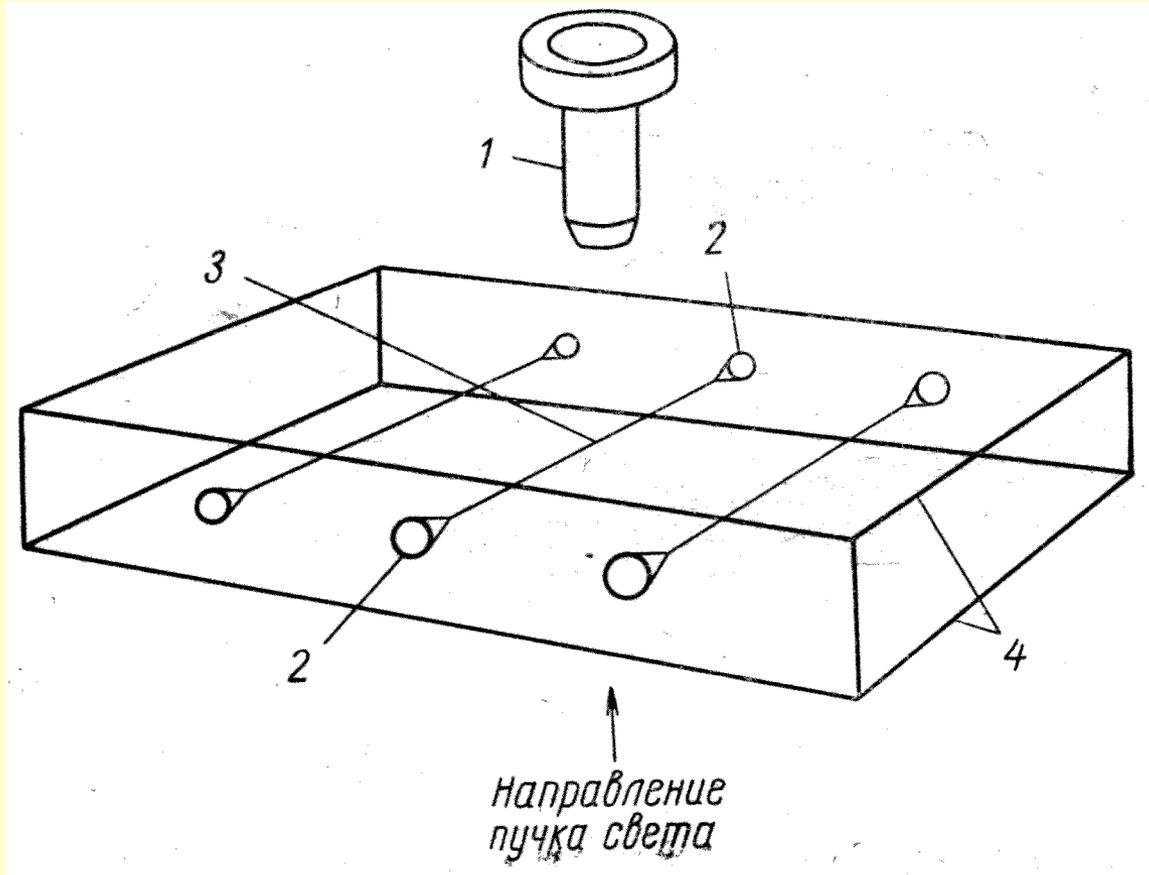
1. $\text{HAuBr}_4(\text{KBr})$
 $\text{HAuCl}_4(\text{NaCl})$
2. Кварцевая
ампула нагрев
(2-3 ч) на
 100°C меньше $T_{\text{пл}}$
3. Частицы Au
осаждаются
вдоль
дислокации



Методика

1. Нагреть
во влажной
атмосфере
800 °С
0,5 ч
2. CaO
оседает
ВДОЛЬ
ДИСЛОКАЦИИ

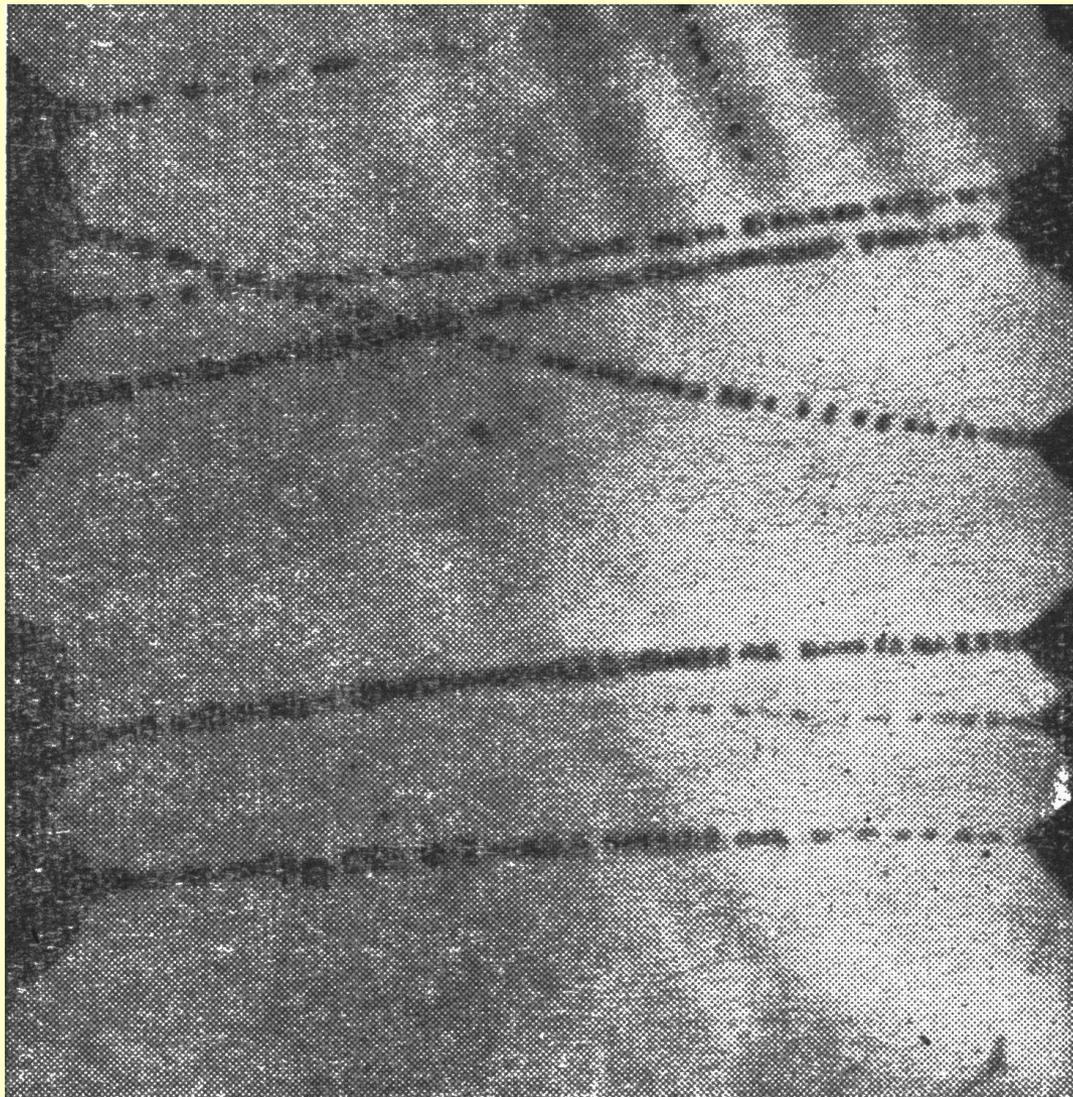
Ge и Si



Методика

1. Ge+Li
Si+Cu
2. Нагреть до 1200 °C
3. Охладить Cu или Li оседает ВДОЛЬ дислокации

Ge и Si



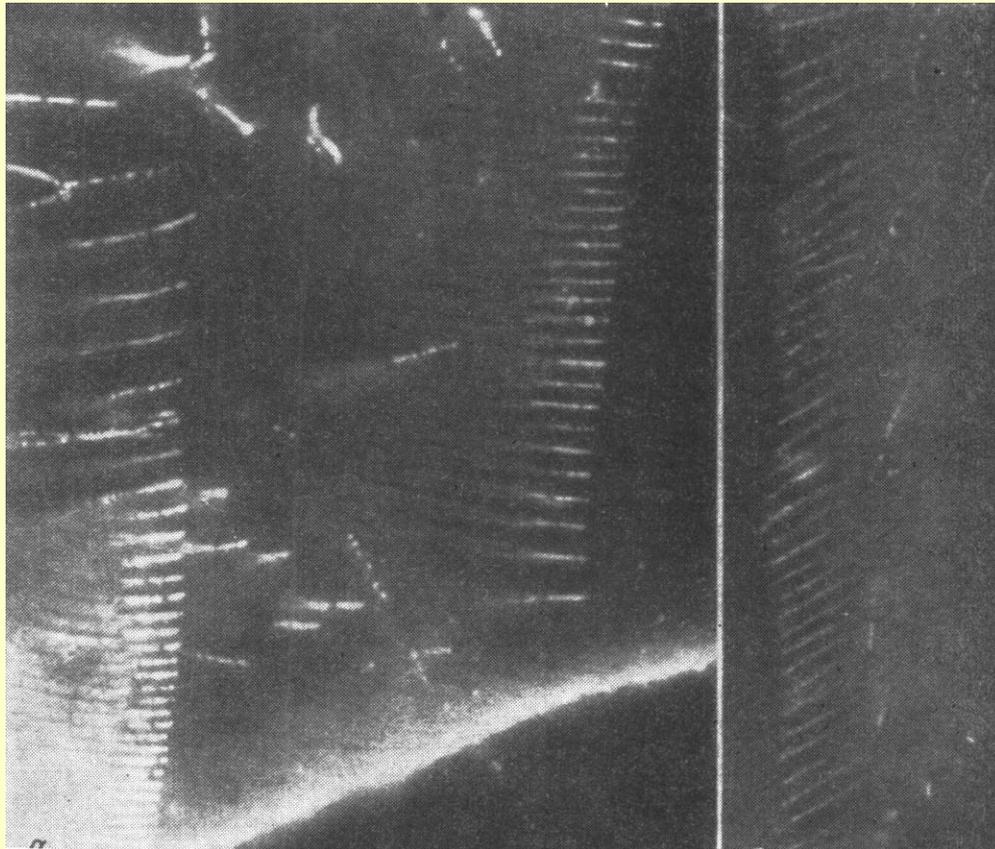
Методика

1. Ge+Li
Si+Cu
2. Нагреть
до 1200 °С
3. Охладить
Cu или Li
оседает
вдоль
дислокации

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

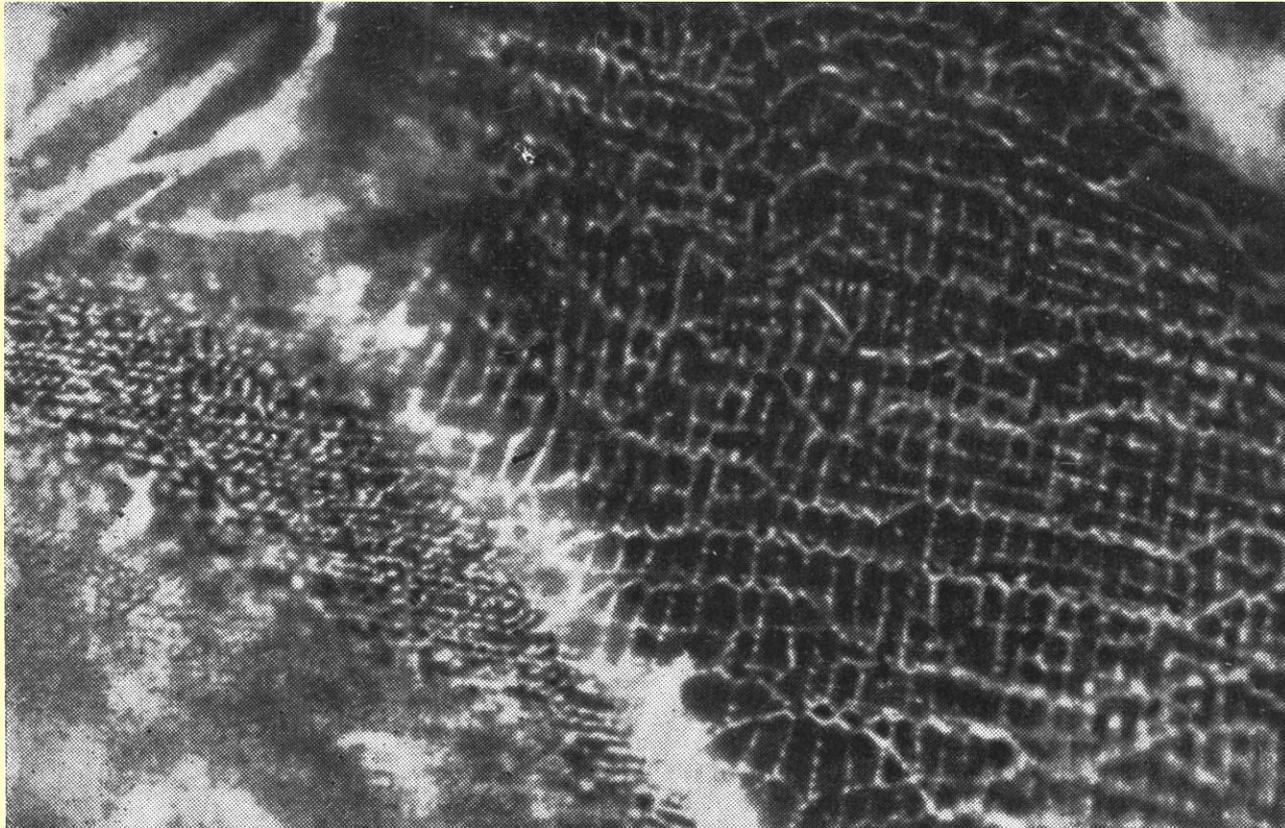


А) Границы наклона

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

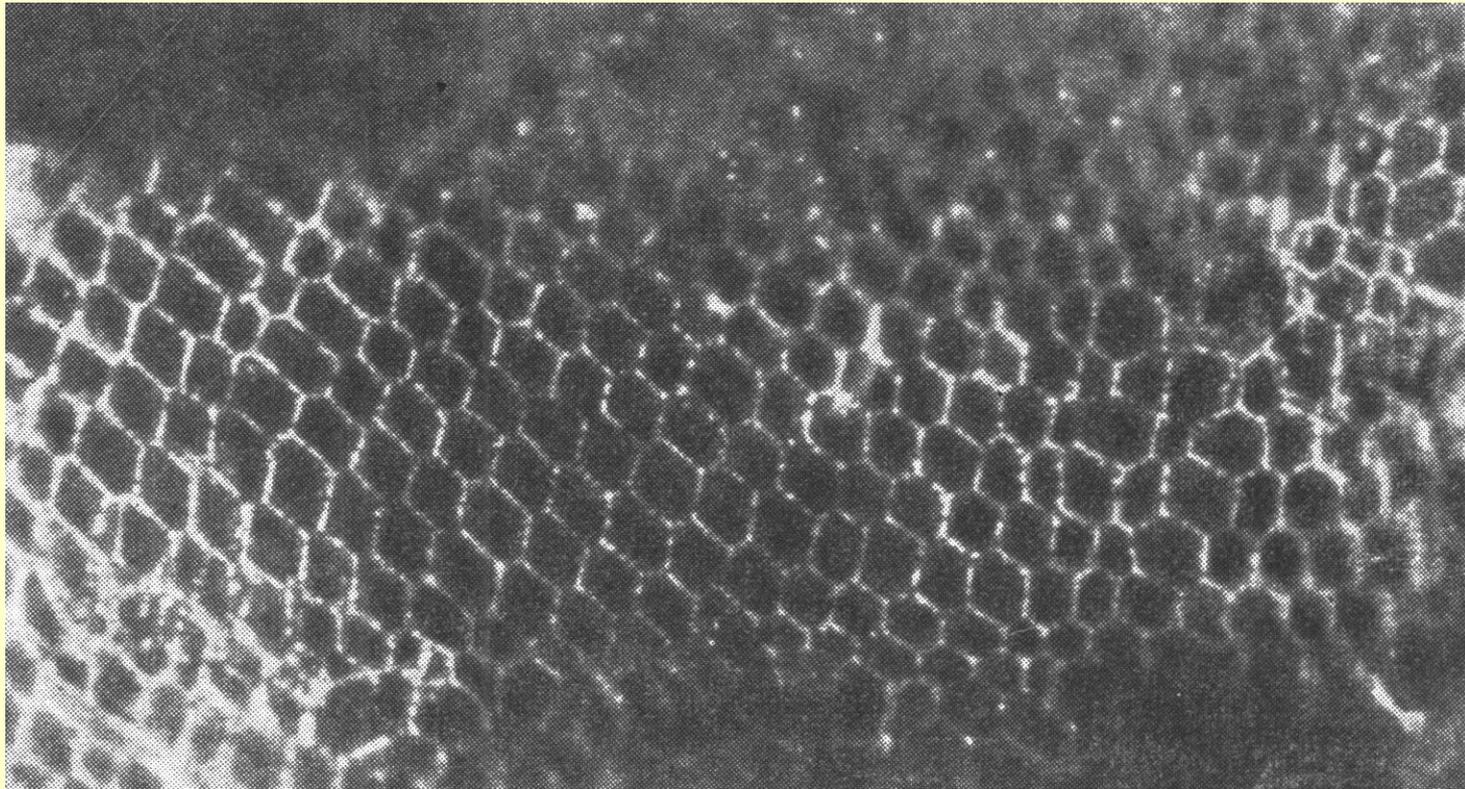


Б) Границы кручения из винтовых дислокаций

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

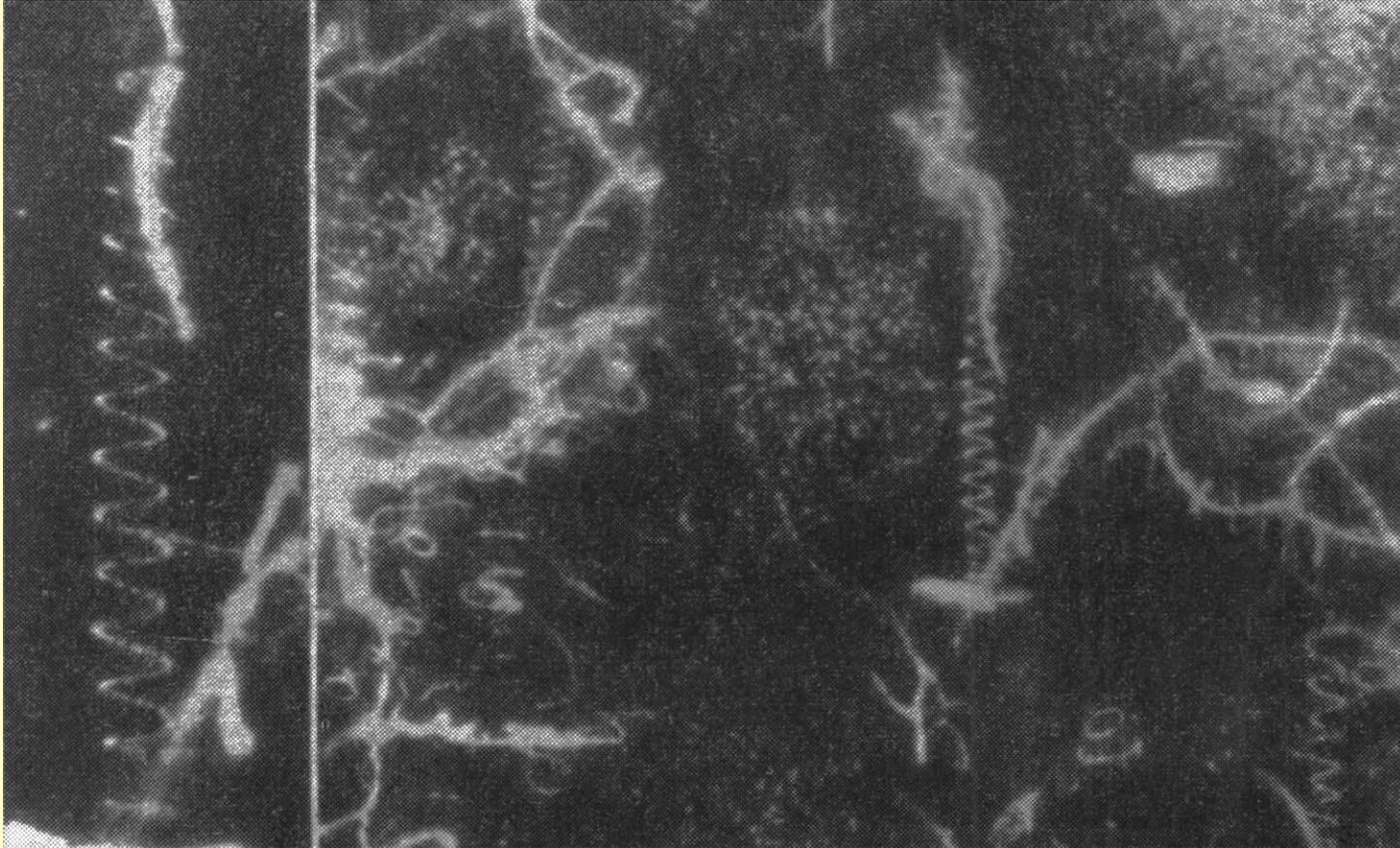


Б) Границы кручения из винтовых дислокаций

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

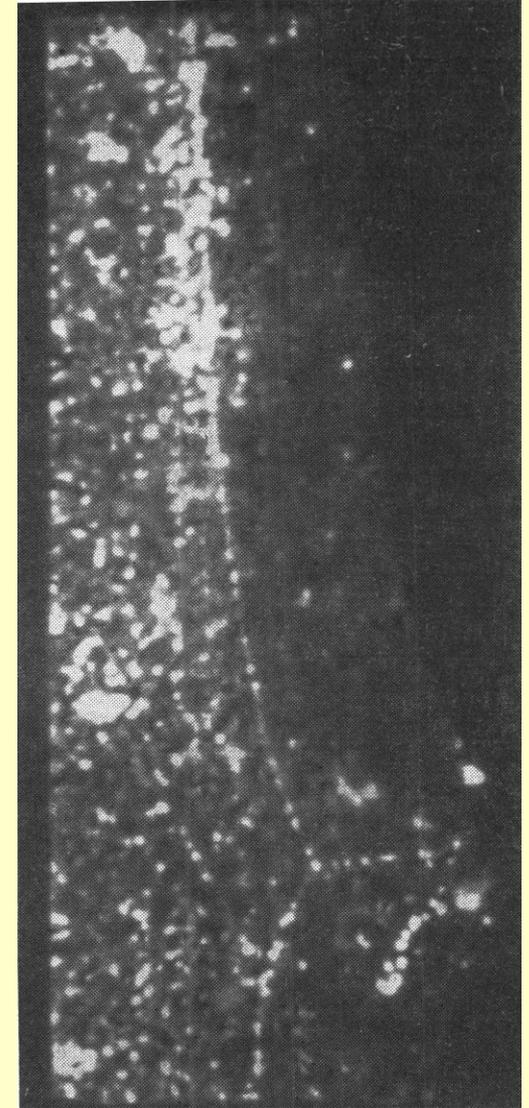
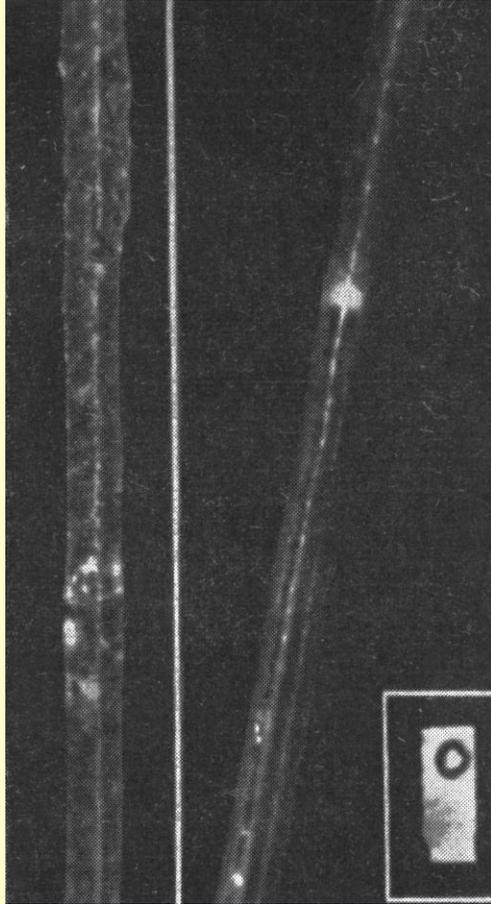


В) Геликоидальные дислокации

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

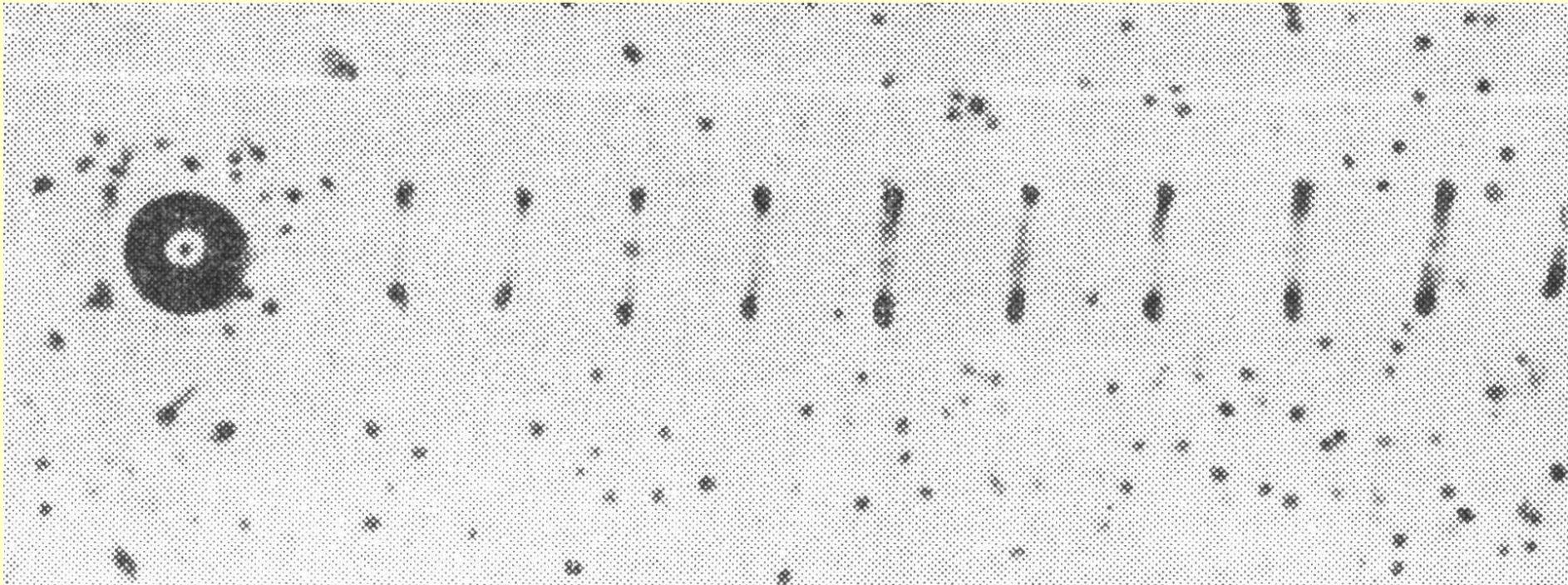


Г) Дислокации в нитевидных кристаллах

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.

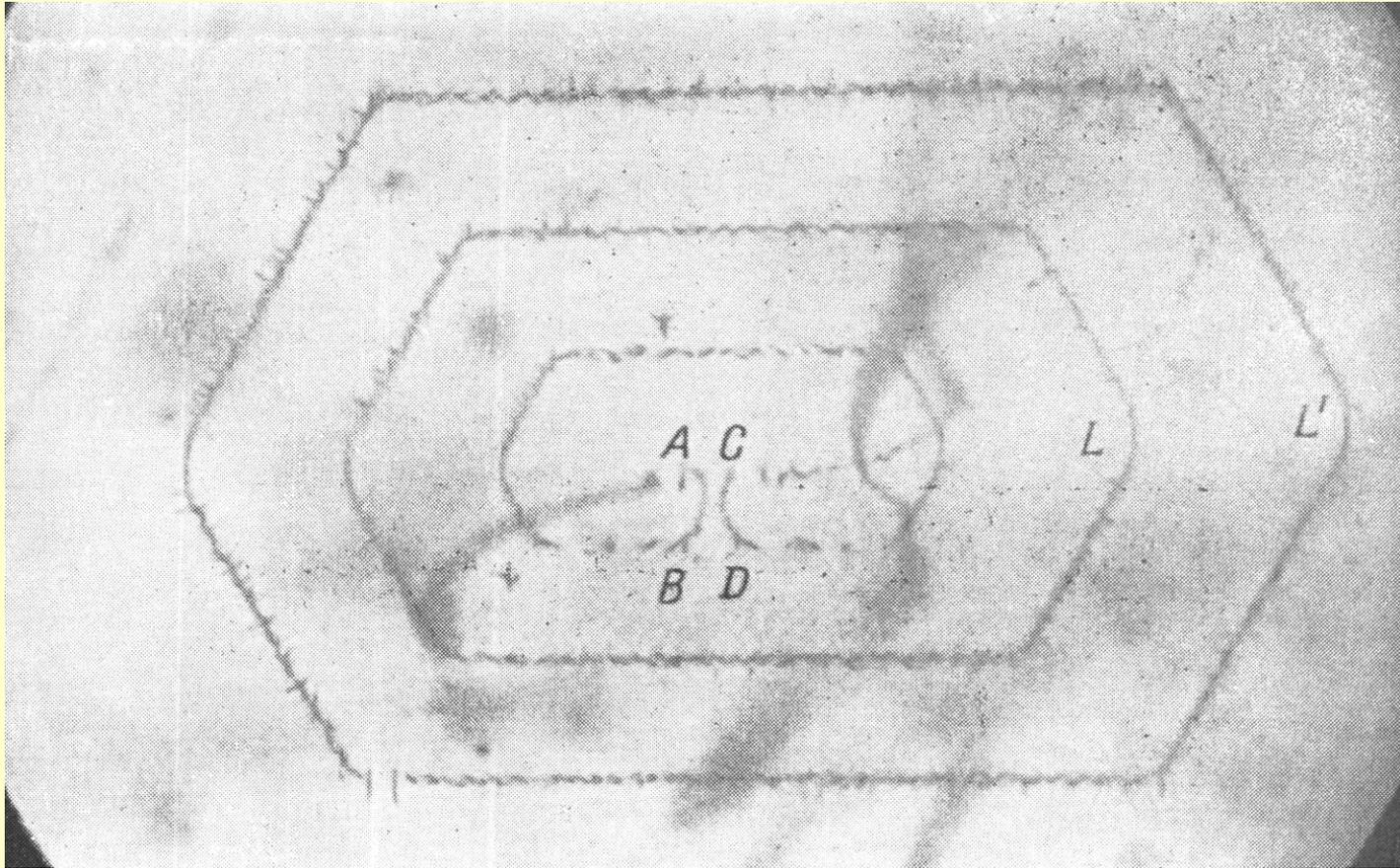


Г) Призматические дислокационные петли

Декорирование

ИНФОРМАЦИЯ –

Геометрия дислокационных границ.



Д) Источник Франка-Рида

Декорирование

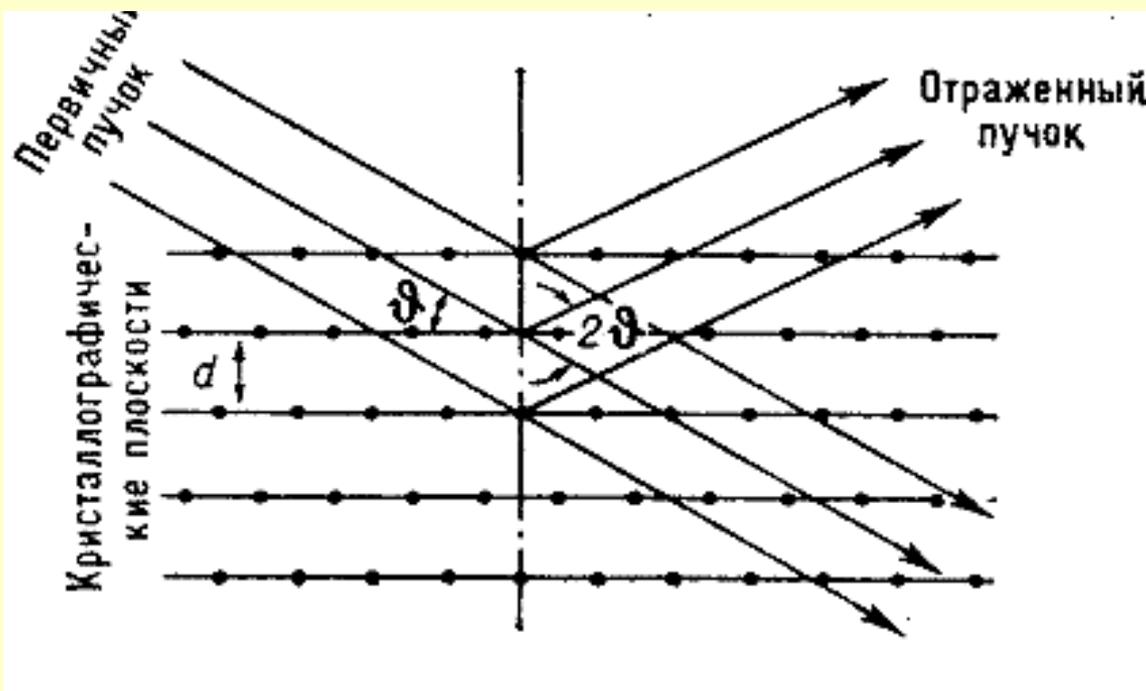
Преимущества

- Наблюдение линий дислокаций в объеме без разрушения
- Отсутствие дорогостоящего оборудования

Недостатки

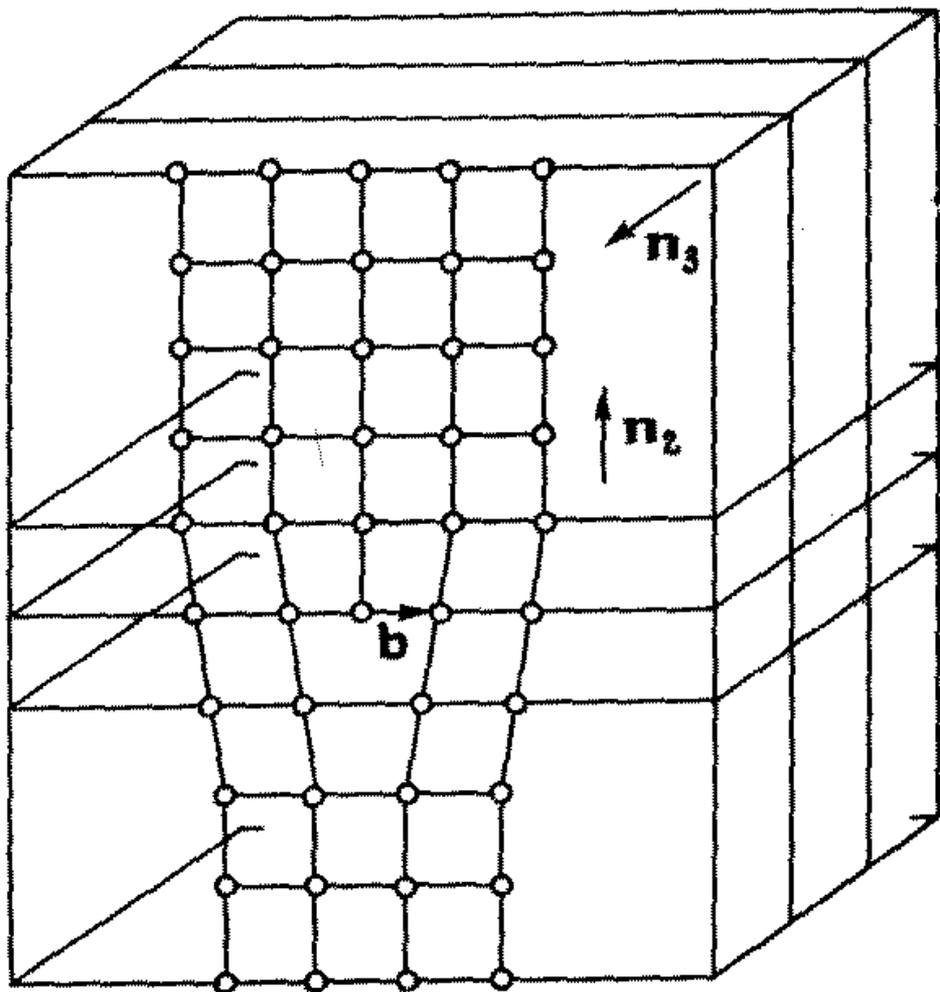
- Наблюдение только отождженной структуры
- Дислокации становятся неподвижными

Рентгеновские дифракционные методы



$$2d \sin \theta = n\lambda ,$$

Рентгеновские дифракционные методы



$$\mathbf{n}_2 \cdot \mathbf{b} = 0$$

$$\mathbf{n}_3 \cdot \mathbf{b} = 0$$

Рентгеновские дифракционные методы

Схема Ньюкирка
(на отражение)

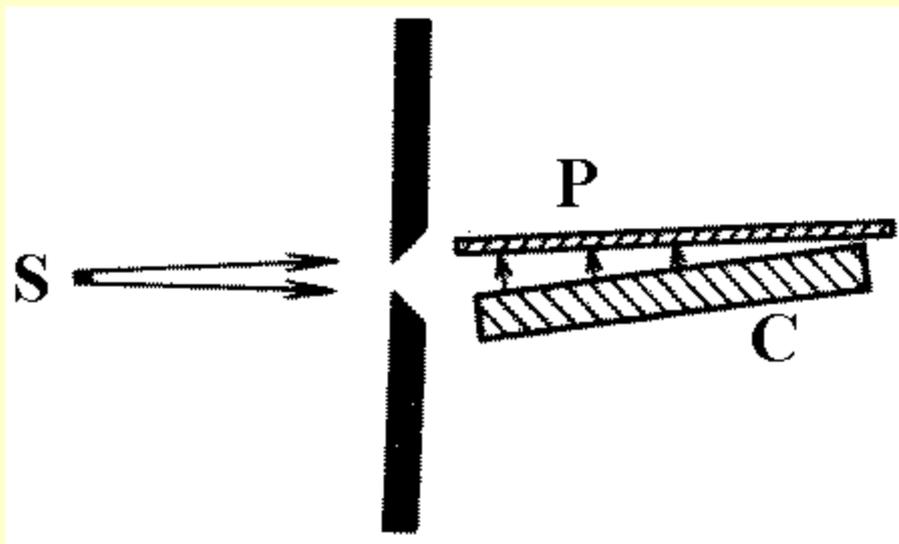
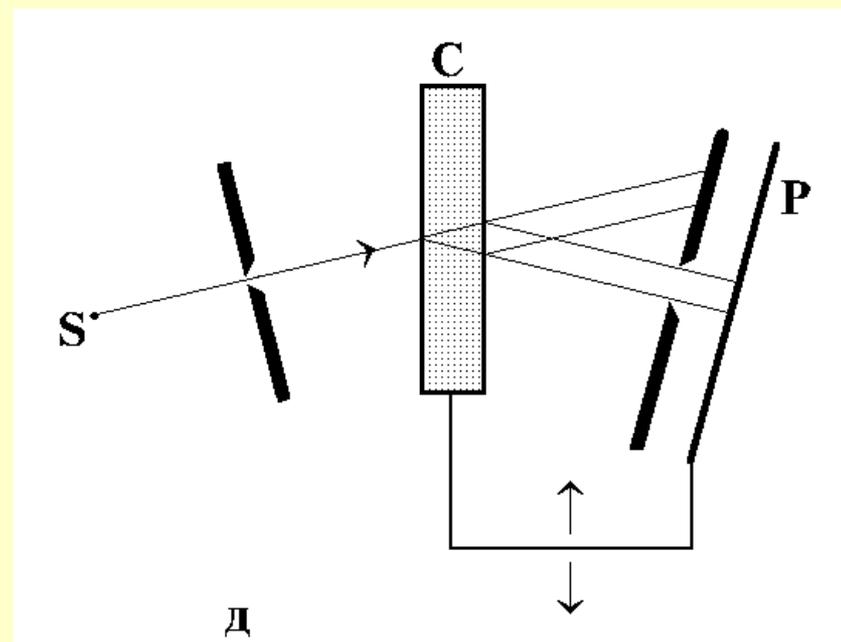


Схема Лэнга
(на просвет)



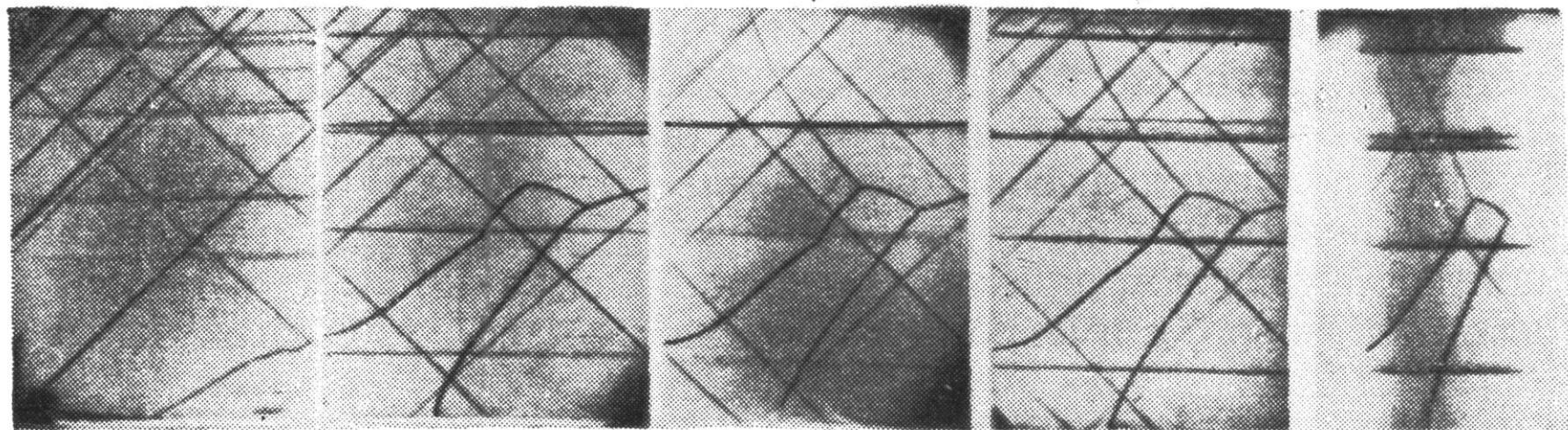
$\bar{2}20$

$\bar{2}20$

022

$0\bar{2}2$

200



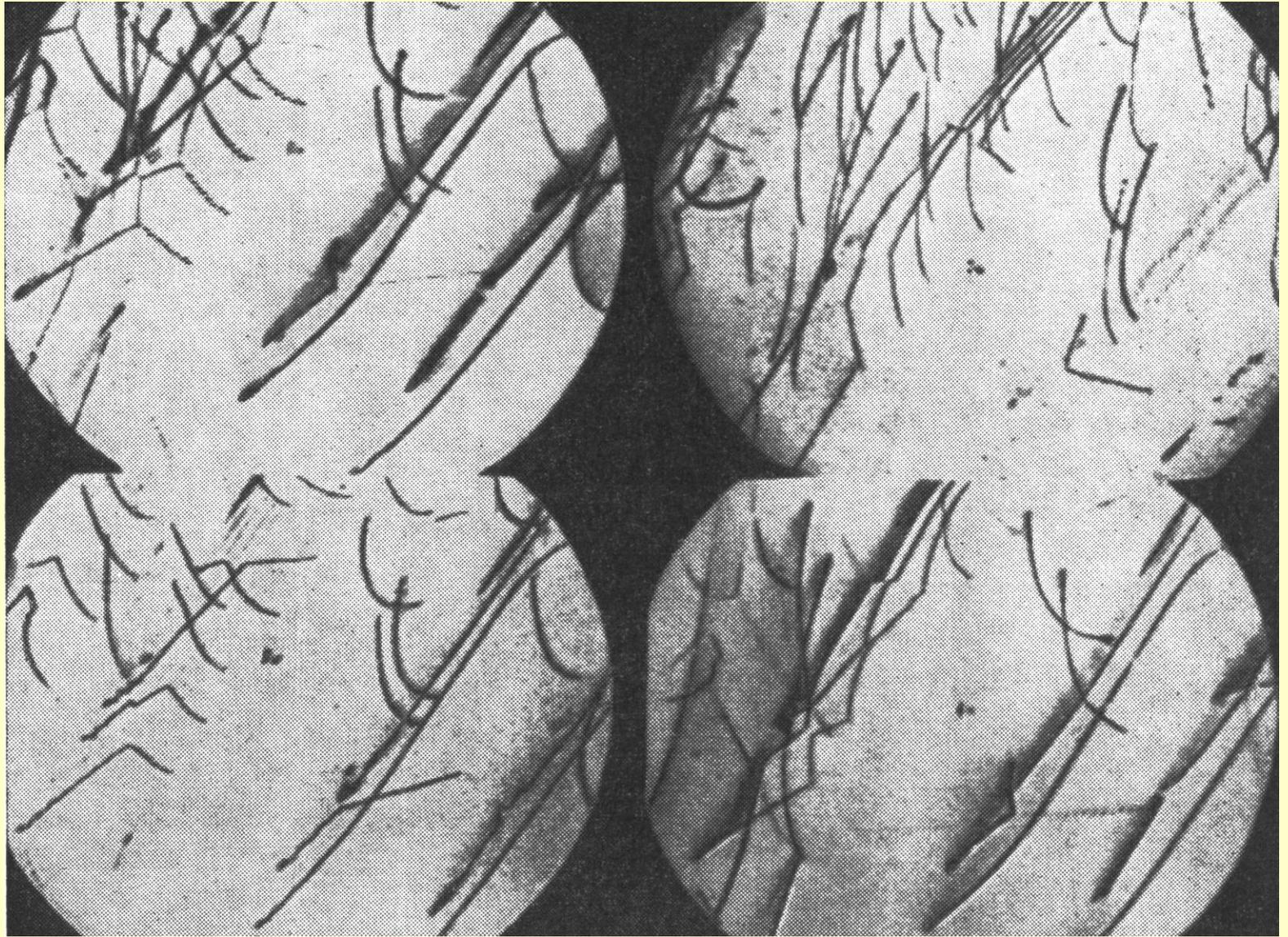
a

b

$\frac{b}{0,5\text{mm}}$

г край кристалла

д





a



б

Рентгеновские дифракционные методы

ИНФОРМАЦИЯ

- Определение направления вектора Бюргерса
- Распределение дислокаций в объеме

Рентгеновские дифракционные

МЕТОДЫ

Преимущества

- Наблюдение линий дислокаций в объеме без разрушения
- Массивные образцы
- Отсутствие дорогостоящего оборудования

Недостатки

- Ограничения по максимуму плотности дислокаций

Электронная микроскопия



Сканирующий электронный микроскоп



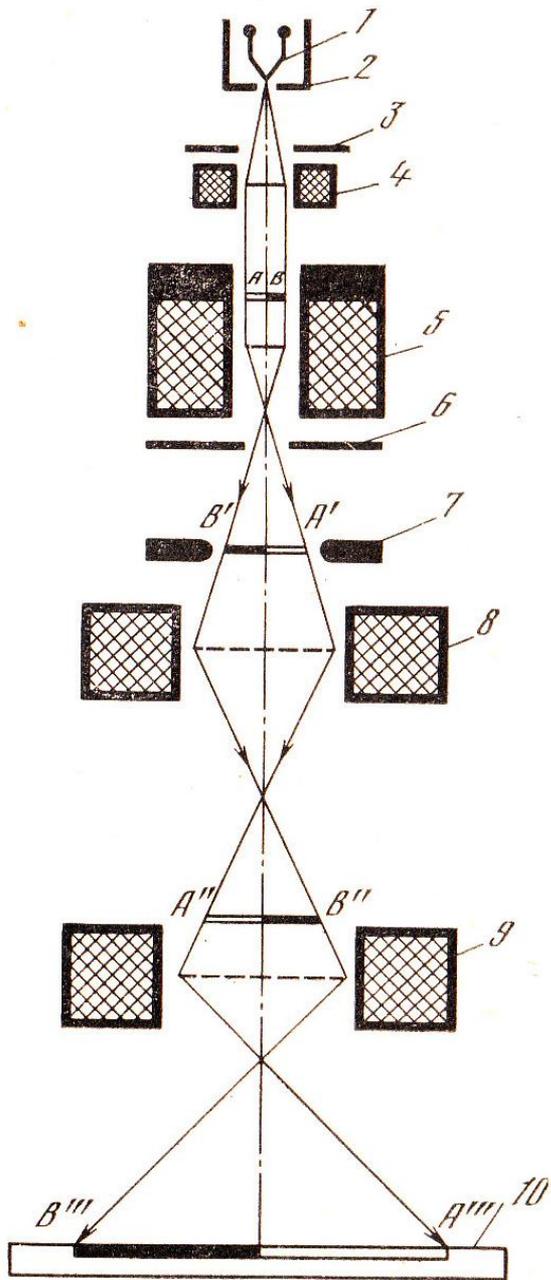
Просвечивающий электронный микроскоп

Просвечивающая электронная МИКРОСКОПИЯ

Выявление дислокаций основано на отражении потоков электронов атомными плоскостями.

Отличия от рентгеновских лучей

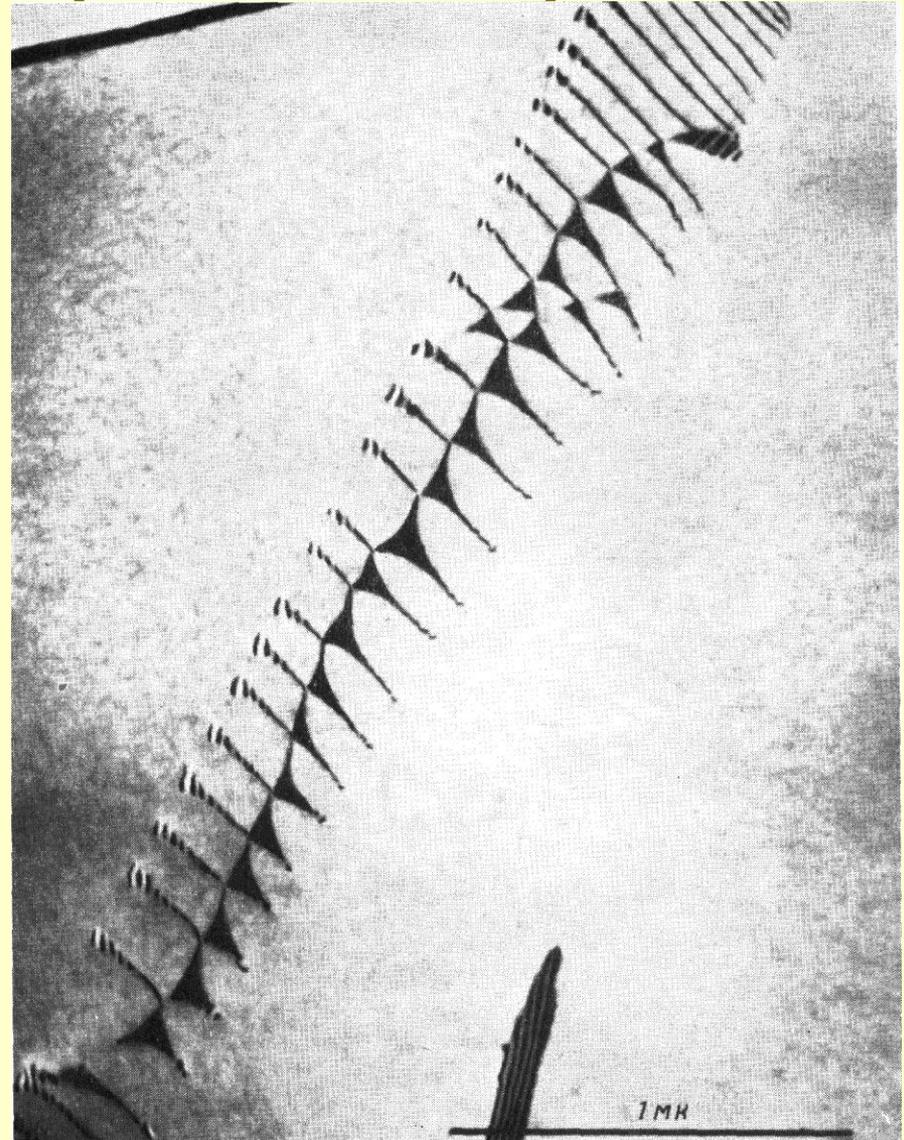
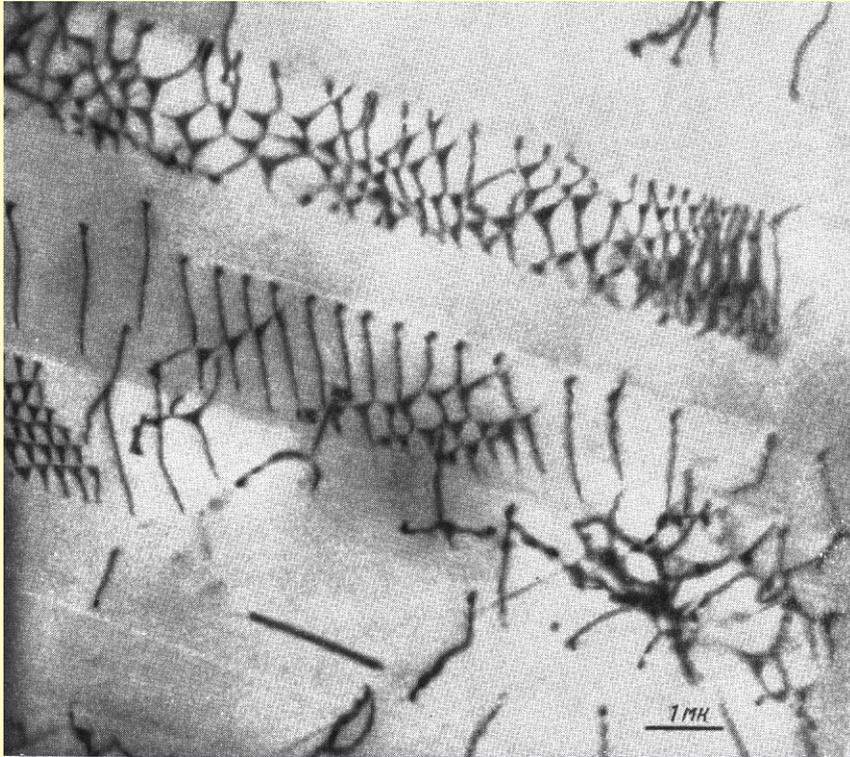
- Длина волны зависит от энергии электронов
- Более высокое разрешение



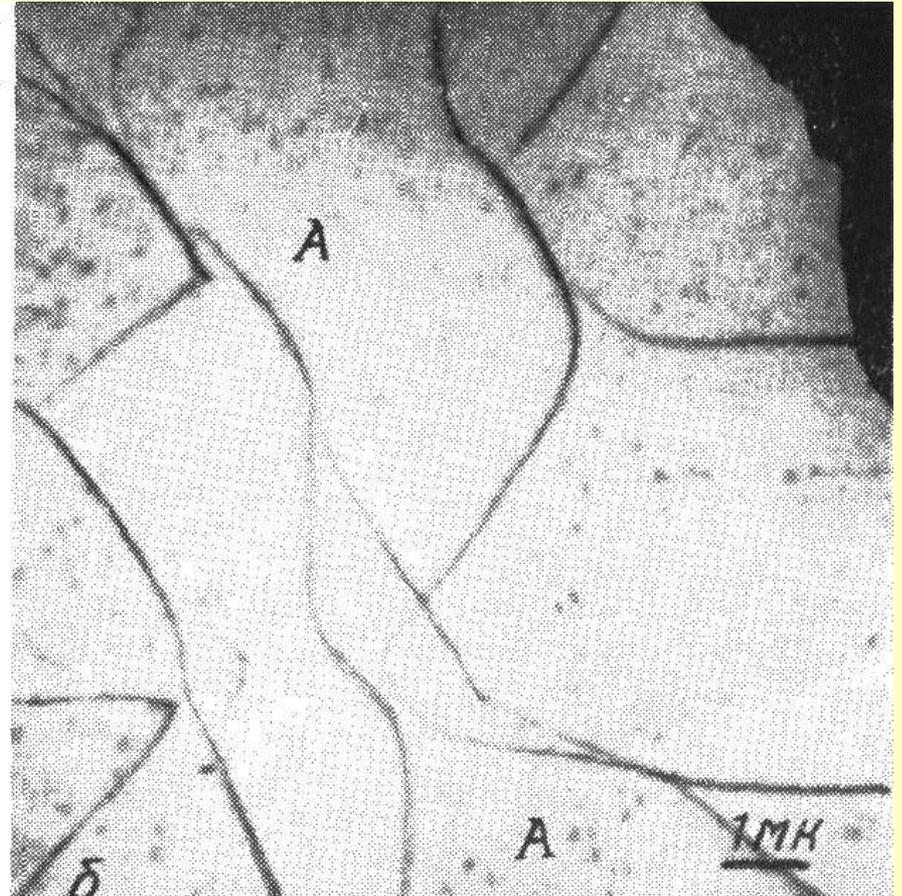
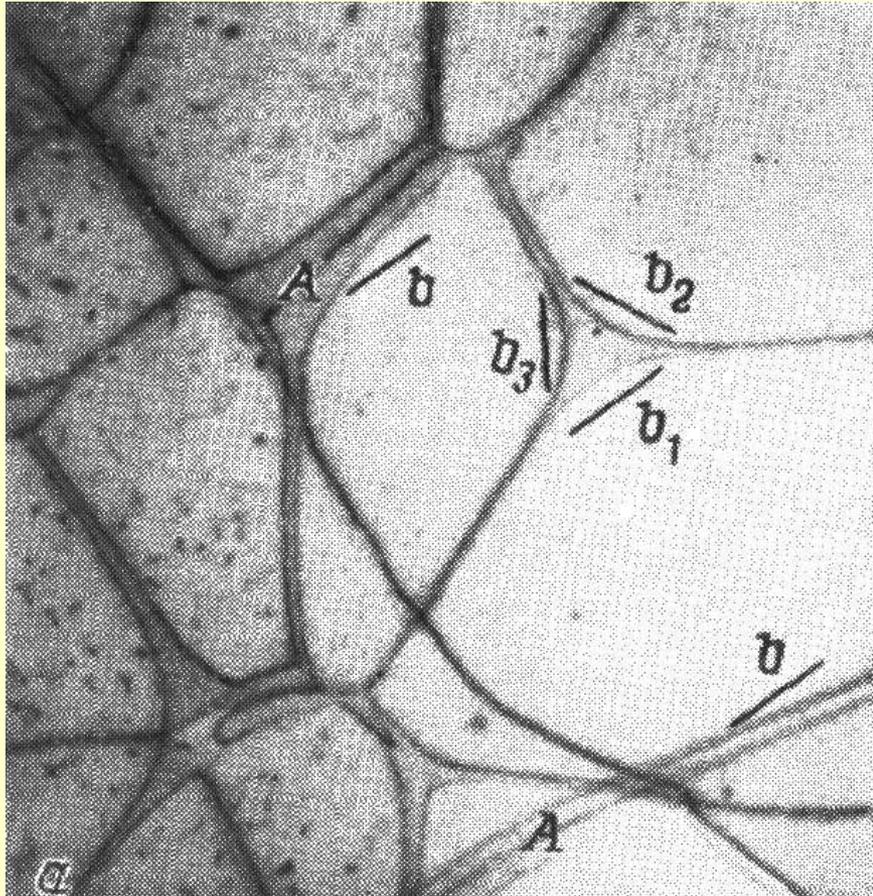
Оптическая схема просвечивающего электронного микроскопа

1-катод, 2-управляющий электрод,
3-анод, 4-конденсорная линза,
5-объективная линза, 6-апертурная
диафрагма,
7-селекторная диафрагма, 8-промежуточная
линза,
9-проекционная линза, 10-экран
(фотопластинка)

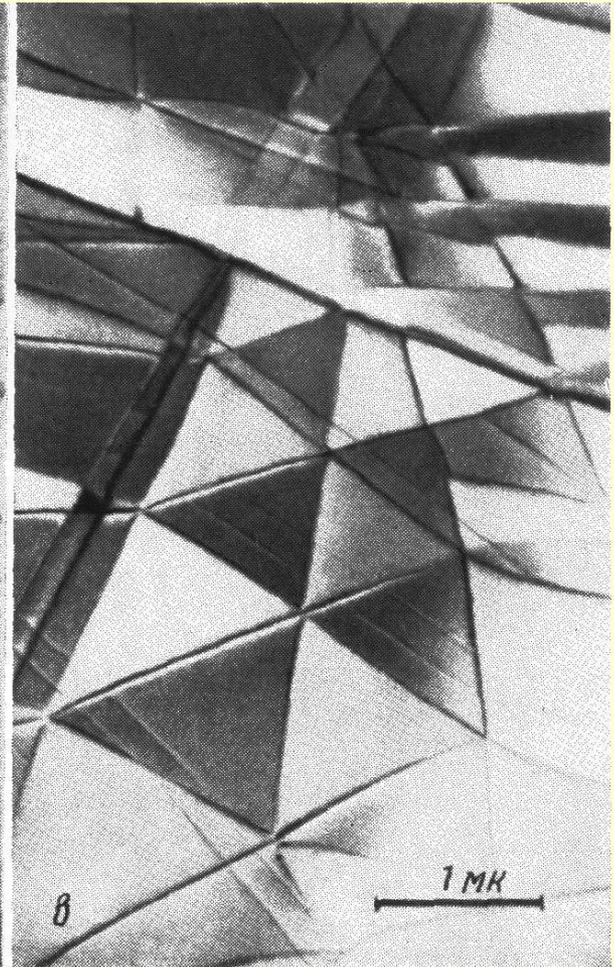
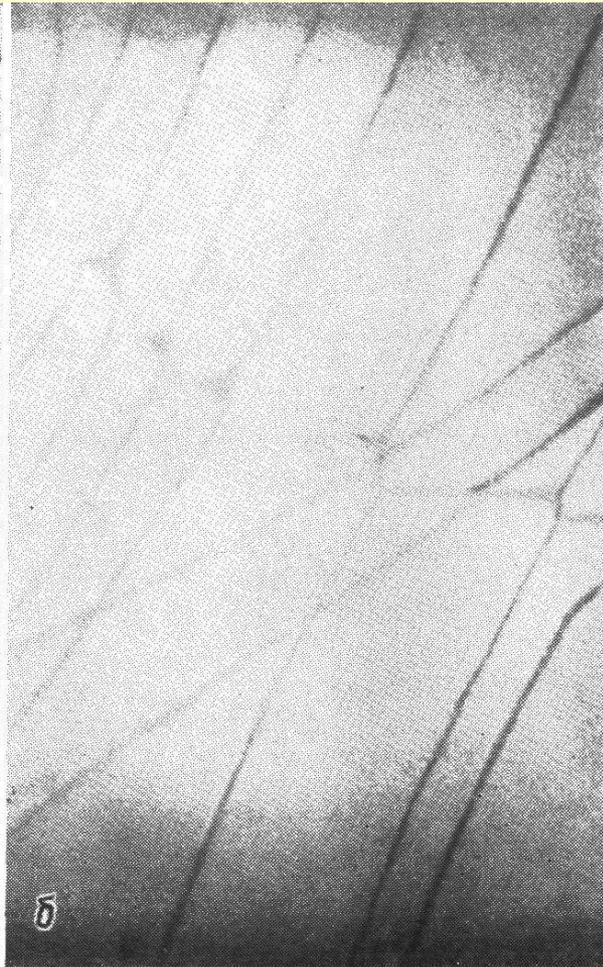
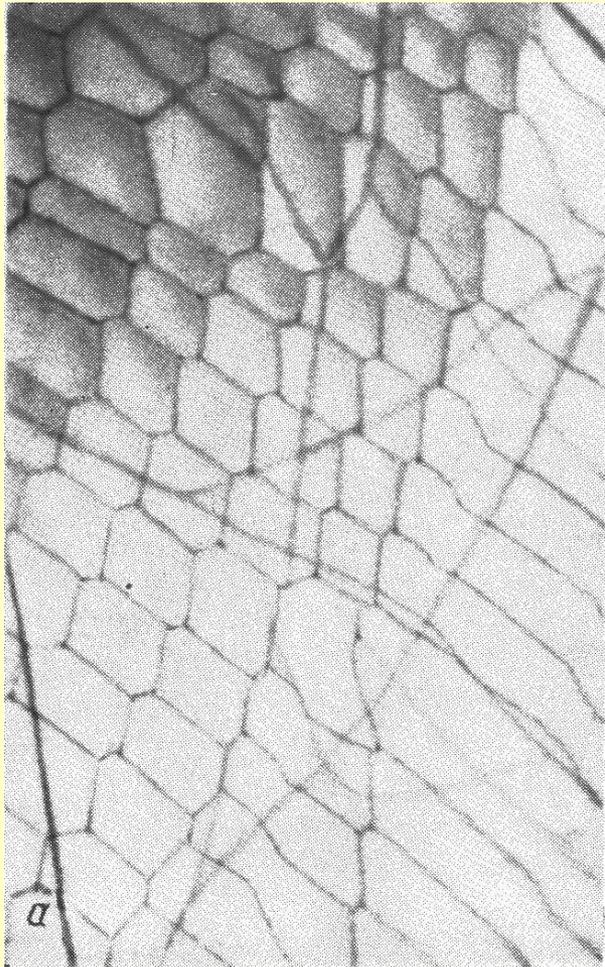
Просвечивающая электронная микроскопия



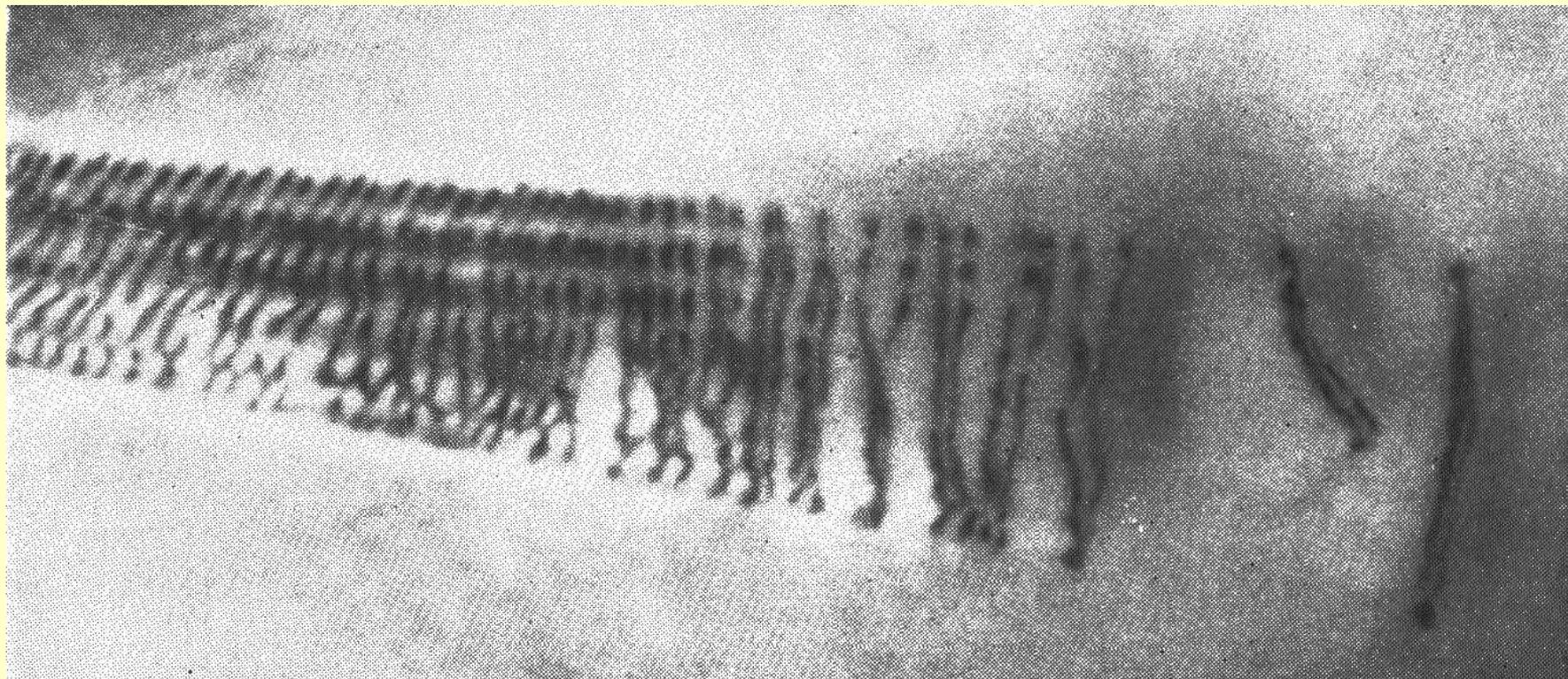
Просвечивающая электронная микроскопия



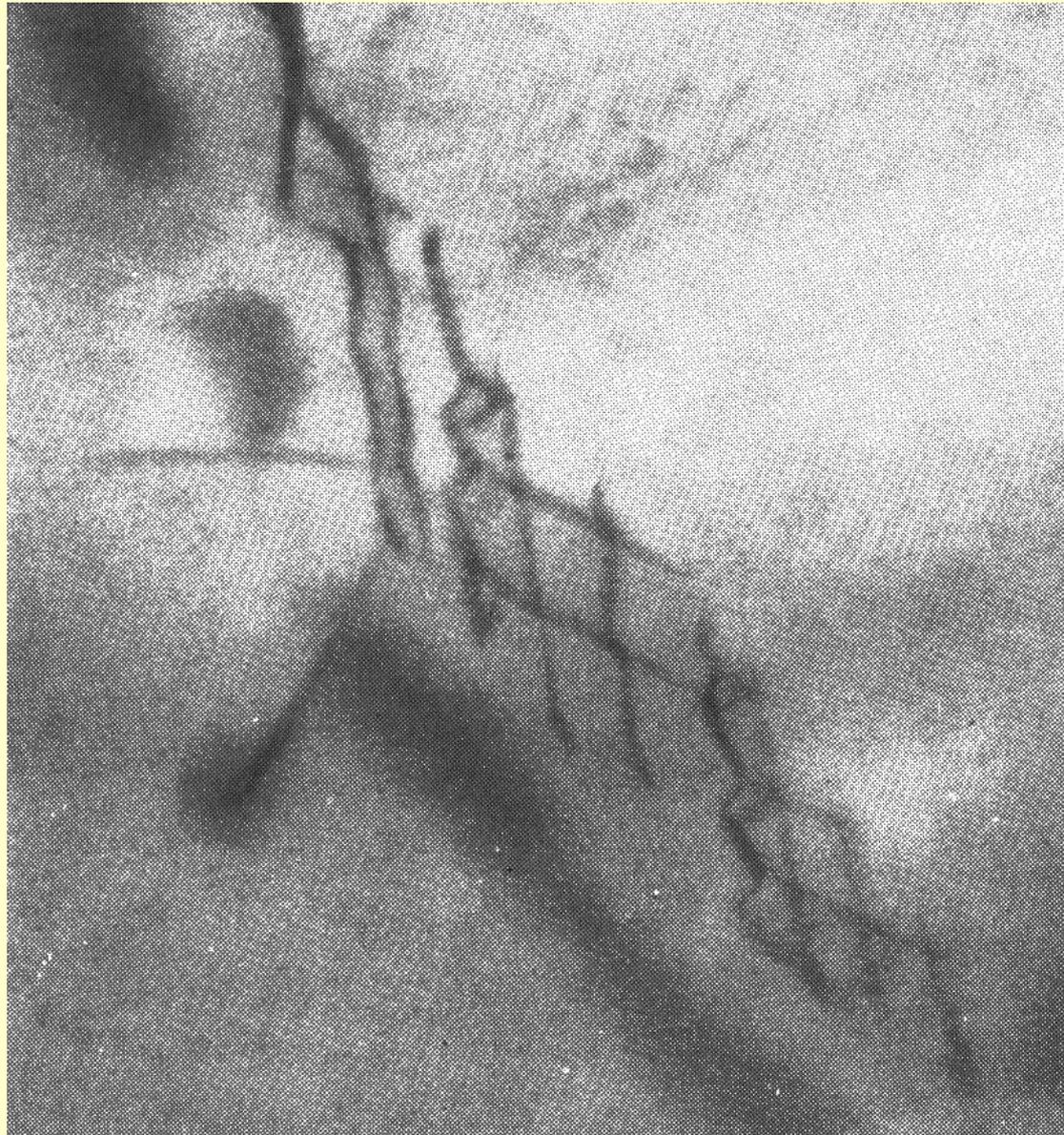
Просвечивающая электронная микроскопия



Просвечивающая электронная микроскопия



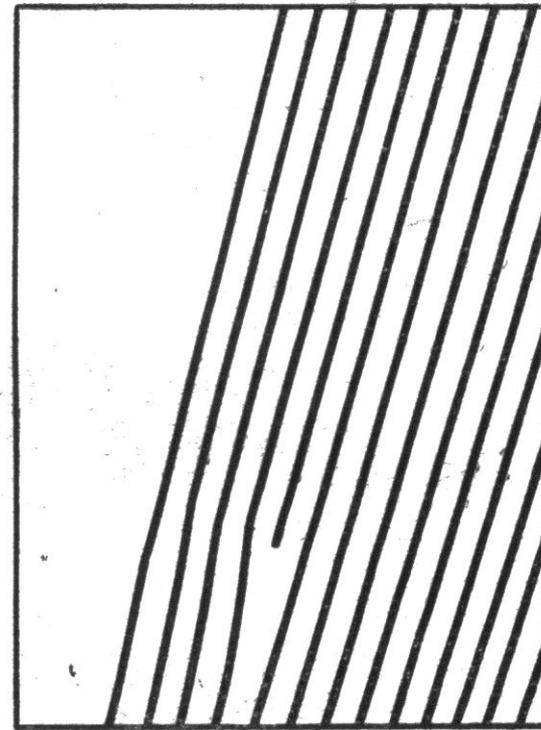
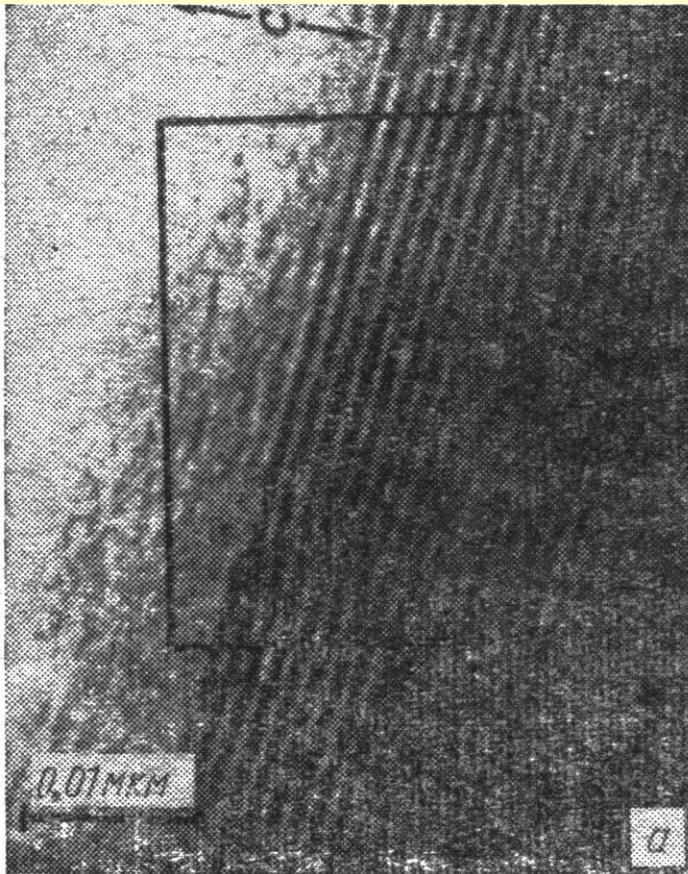
Просвечивающая электронная микроскопия



Просвечивающая электронная микроскопия

Особые случаи

➤ $d=10-12$ Å (Фталоцианид платины)



δ

Просвечивающая электронная микроскопия

Особые случаи

➤ Эффект муара

Золото $d=1,37 \text{ \AA}$

Палладий $d=1,44 \text{ \AA}$



Просвечивающая электронная микроскопия

ИНФОРМАЦИЯ

- Определение направления вектора Бюргерса
- Наблюдаются отдельные дислокационные скопления, дефекты упаковки

Просвечивающая электронная

МИКРОСКОПИЯ

Преимущества

- Любые конфигурации дислокаций
- Нет ограничения по плотности дислокаций
- Определяется ориентация дислокаций
- Определяется направление вектора Бюргерса

Недостатки

- Сложное оборудование
- Приготовление тонких пленок
- Структура пленки должна соответствовать структуре реального кристалла

Поляризационно-оптический метод

Основан на фотоупругости – это искусственное двулучепреломление (в оптически изотропных материалах, где показатель преломления не зависит от ориентации), при наличии внешнего механического напряжения.

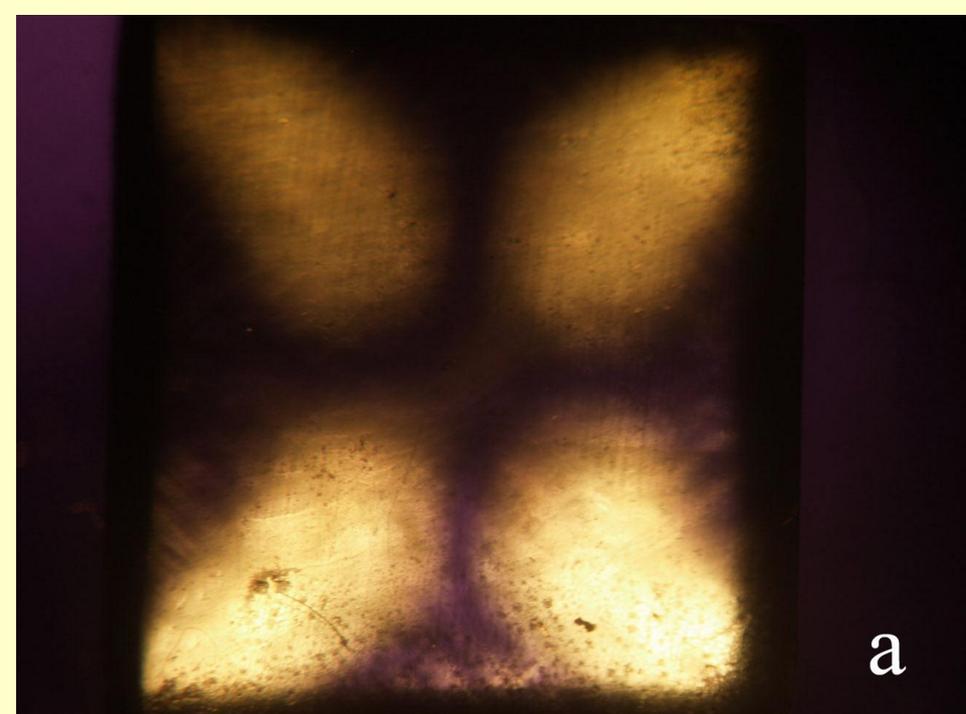
Поляризационно-оптический метод

Схема съемки

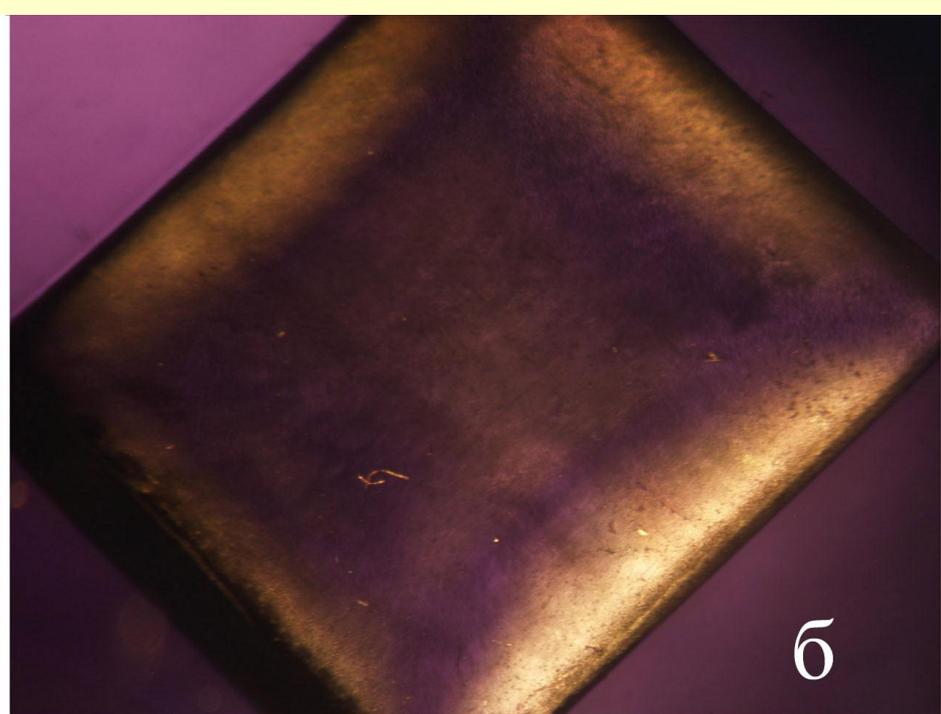
Поляризационно-оптический метод

ИНФОРМАЦИЯ

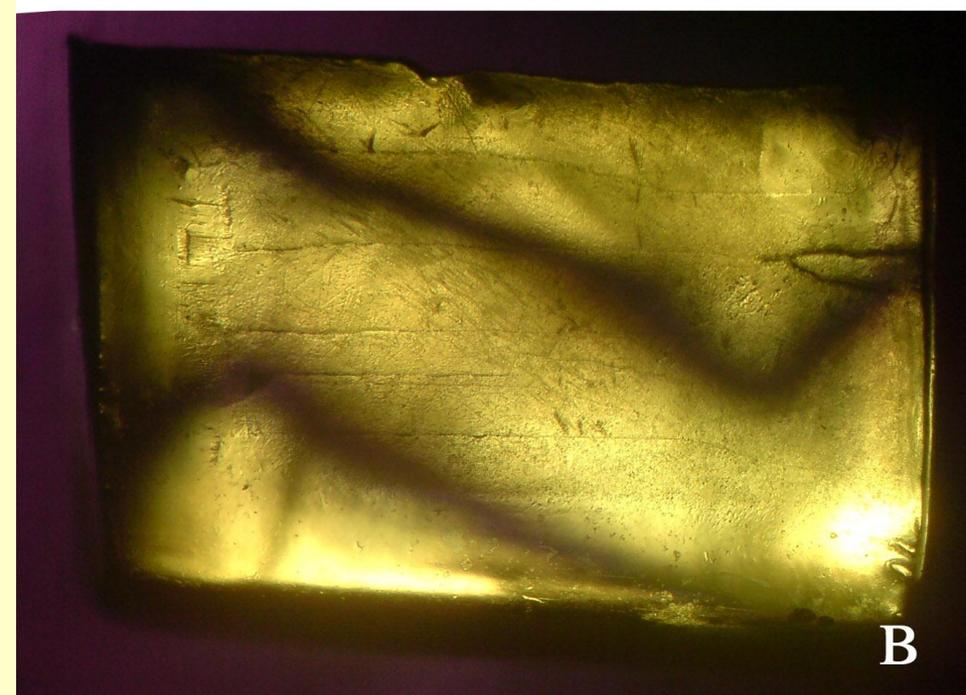
- Наблюдают контуры равных напряжений от отдельных дислокаций
- Наблюдаются отдельные дислокационные скопления, линии скольжения



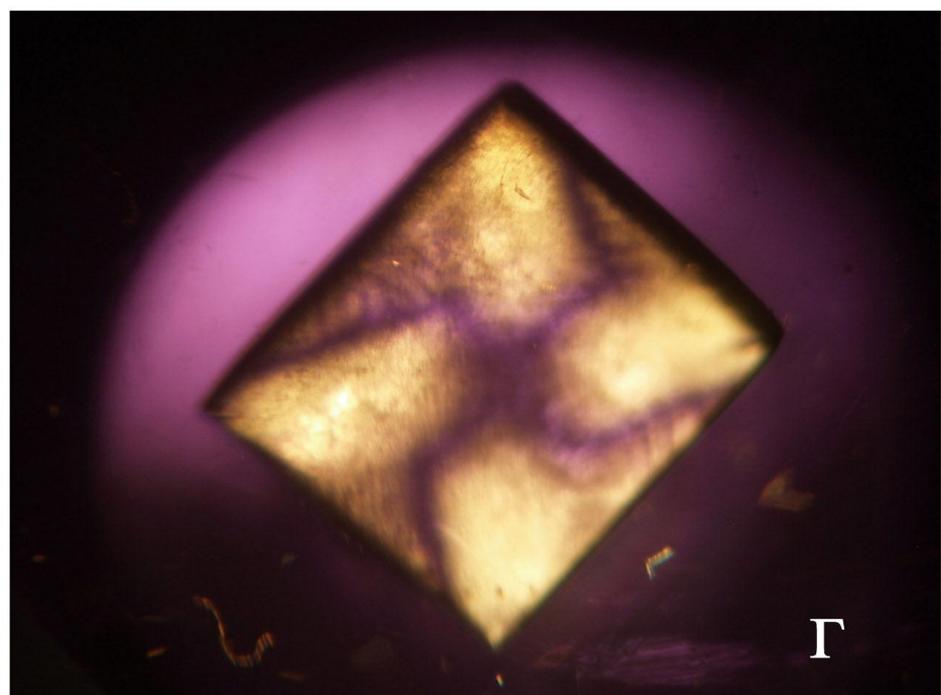
a



б



B



Г

Поляризационно-оптический

МЕТОД

Преимущества

- Контуры равных напряжений от отдельных дислокаций
- Отсутствие сложного оборудования

Недостатки

- Ограничение по тах плотности дислокаций
- Массивные кристаллы

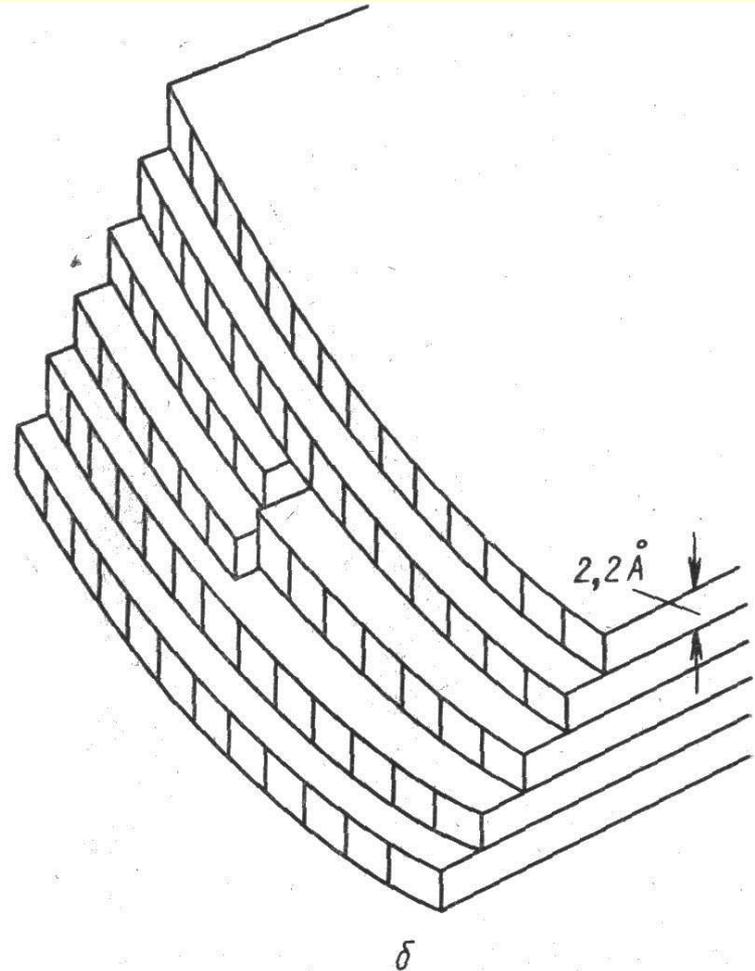
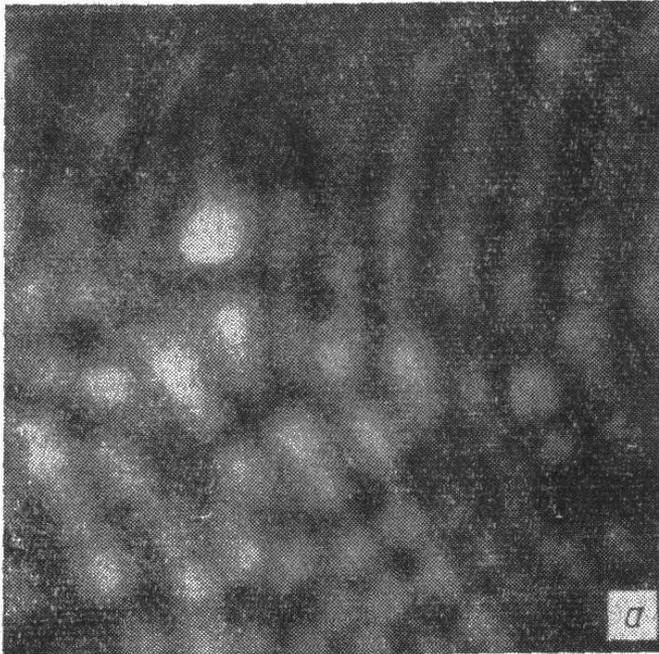
Прямые методы

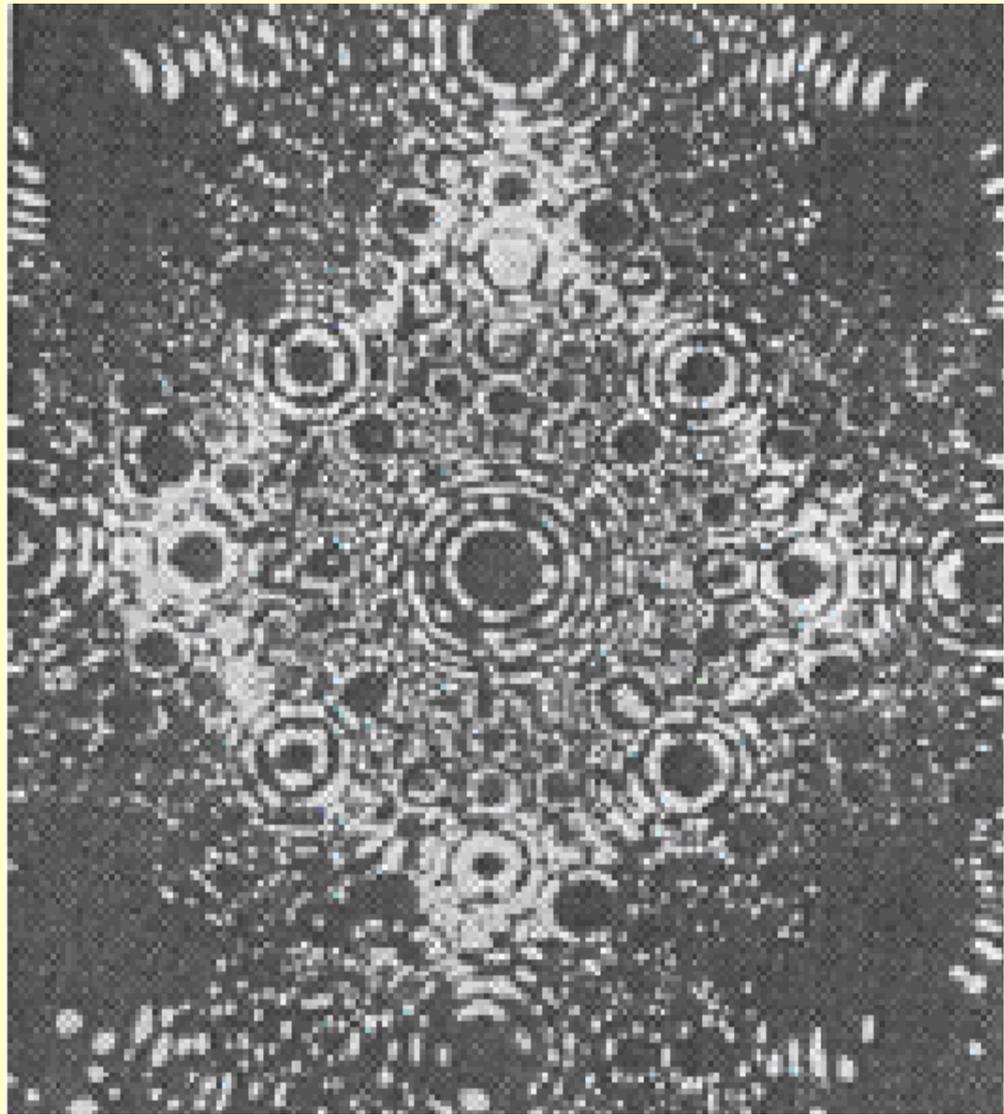
1. Ионный проектор

**2. Электронная микроскопия
высокого разрешения**

Ионный проектор

Метод основан на автоионизации атомов в сильном электрическом поле.





Симметричное расположение атомов в монокристалле платины, сфотографированное с помощью ионного проектора

Ионный проектор

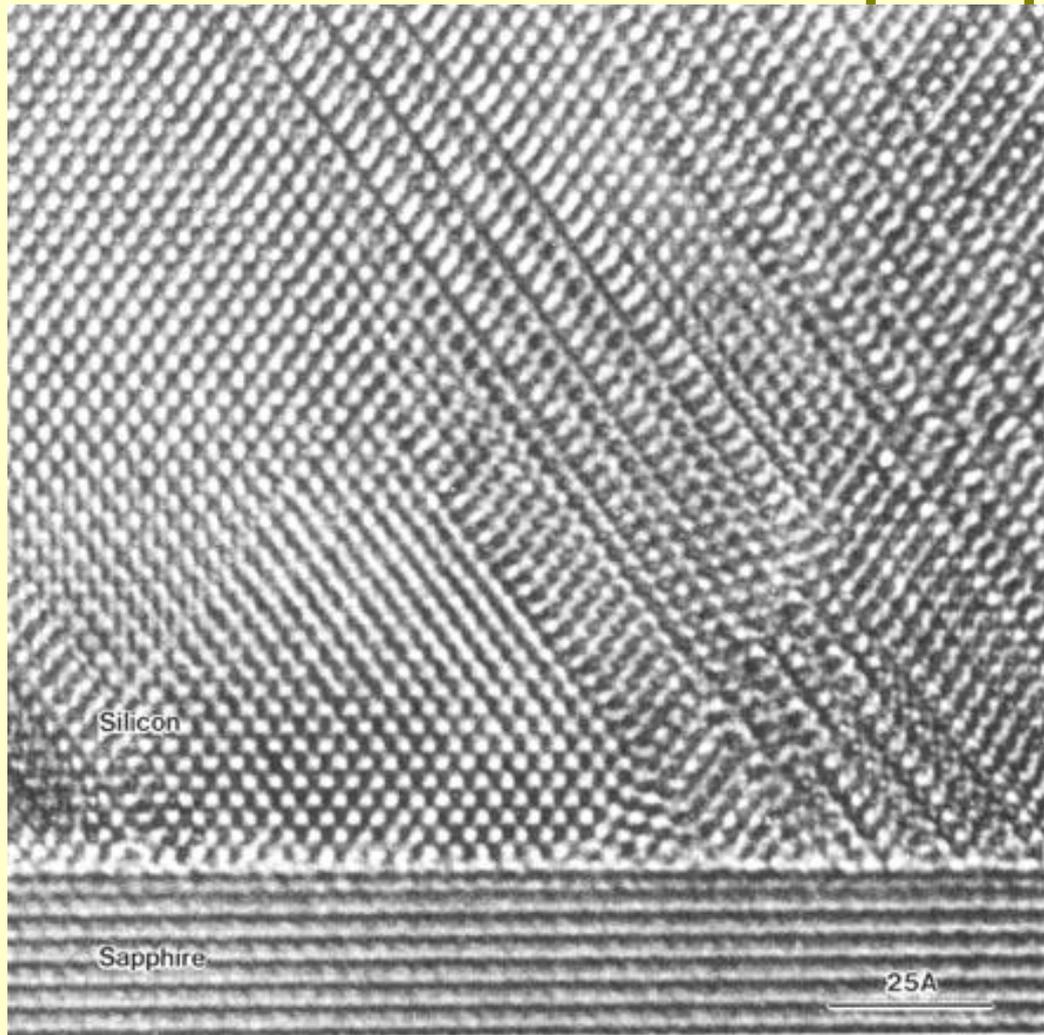
Преимущества

- Видны отдельные атомы
- Разрешение 2-3 А

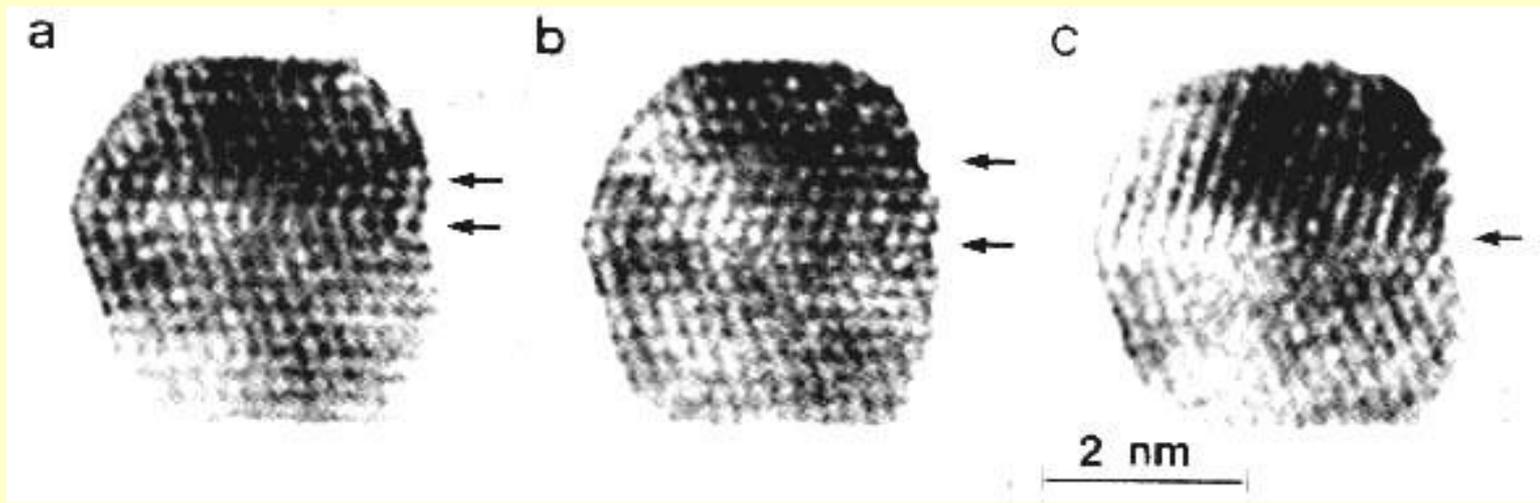
Недостатки

- Сложное оборудование (высокий вакуум, высокое напряжение)
- Исследование поверхности малой площади
- Сверхчистый гелий
- Образец-игла (и только металлы с сильными связями Mo, W)
- Охлаждение образца (жидкий азот или водород)

Электронная микроскопия высокого разрешения



ЭМ изображение высокого разрешения поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. Ось $\langle 110 \rangle$ решетки кремния параллельна оптической оси микроскопа



Высокорастворяющее изображения частички золота, снятые с интервалом 0.5сек. Ось зоны $[110]$ перпендикулярна плоскости рисунка. Наблюдается динамика изменений двойниковой прослойки в средней части кластера

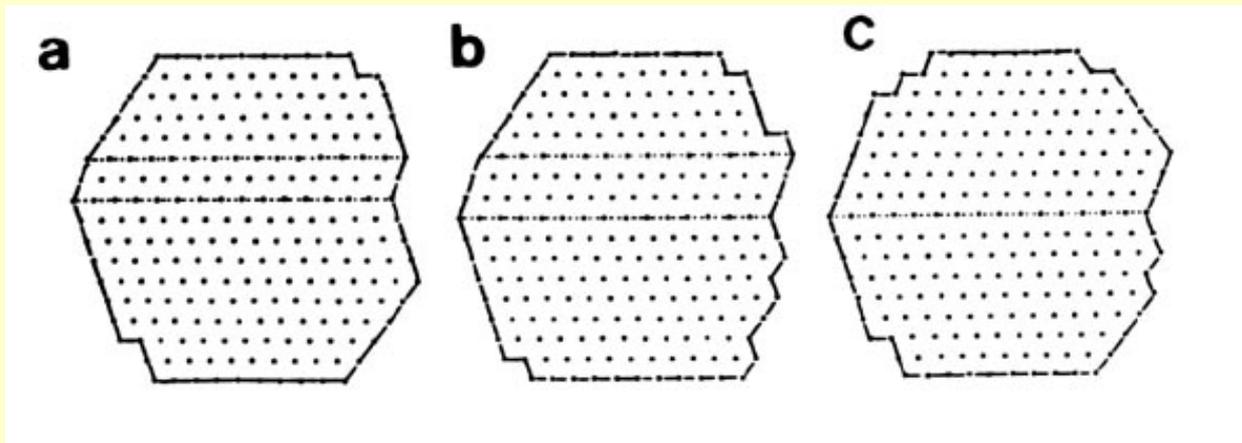
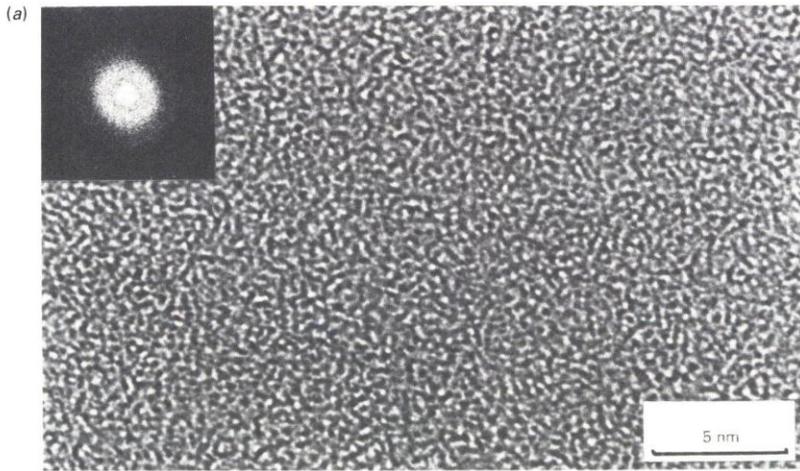
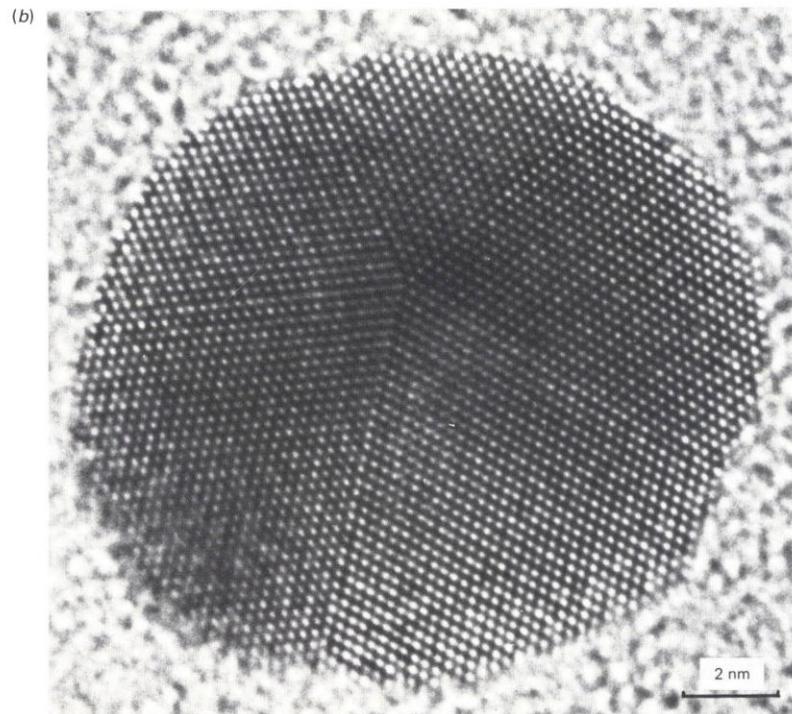


Схема иллюстрирующая модель изменений двойниковой прослойки.

Электронная микроскопия



**Частица золота диаметром около
6-7 nm на поверхности углеродной
пленки**



Электронная микроскопия высокого разрешения

Преимущества

- Видны отдельные атомы
- Наблюдение взаимодействия дислокаций
- Движение дислокаций
- Нет ограничения по max плотности дислокаций

Недостатки

- Очень дорого

