

研 究 簡 报

在石墨薄膜中所观察到的一个平行位错列的分析*

李日升 关若男 何怡贞

(中国科学院)

在应用电子显微镜透射技术直接观察晶体薄膜中的位错时,为了进一步了解所观察到的位错线的性质,应当在同一视场尽可能地改变成象条件进行观察,以便充分利用位错的衍衬效应,提供更多的有助于进行分析的素材.

一般的明场象,往往是在若干衍射光束同时参与成象的条件下得到的.因此,应用现有的只考虑一个强衍射束的衍衬理论对这种象进行分析时,有一定的困难.克服困难的途径有两种^[1]:(1)把样品倾斜,使某一衍射斑点的强度大大超过其它斑点的强度而在成象时起主导作用;(2)利用暗场技术,即用光阑选定某一较强的衍射斑点来成象.我们采用第二种方法在石墨薄膜中看到了一些有意义的现象.下面是关于一个平行位错列的分析.

实验结果和分析

石墨薄膜的制备和观察的方法与以前所报导的相同^[2].

图 1, 2, 3 是在一个条状的薄膜试样上对同一视场进行观察时所看到的现象.图 4 是用来表明薄膜的取向的衍衬象和衍射斑点的示意图.

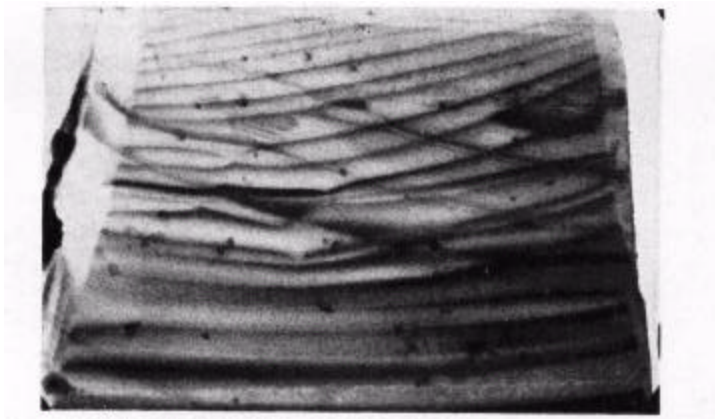


图 1 平行位错列的明场衍衬象.位错线都终止在解理台阶处 约 $\times 12000$

我们首先在明场下进行观察,看到薄膜的中部有一系列接近平行的线条(图 1).从照片上可以看出,上部的线条衬度清晰,下部的花样除了有线条的衬度外,在线条之间也

* 1964 年 7 月 16 日收到.

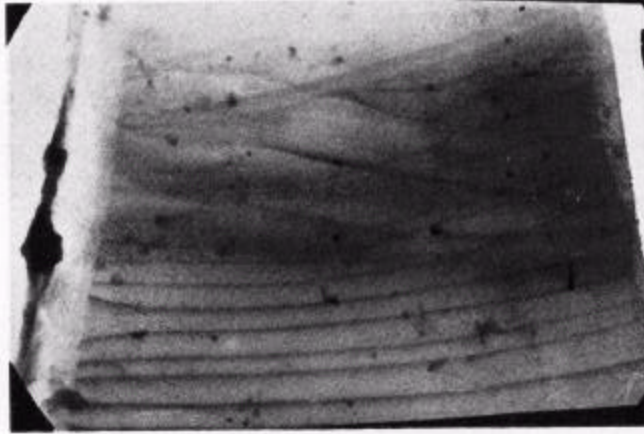


图2 与图1同一视场。把入射电子束倾斜后,位错线的象的衬度有所改变,但位置没有变化

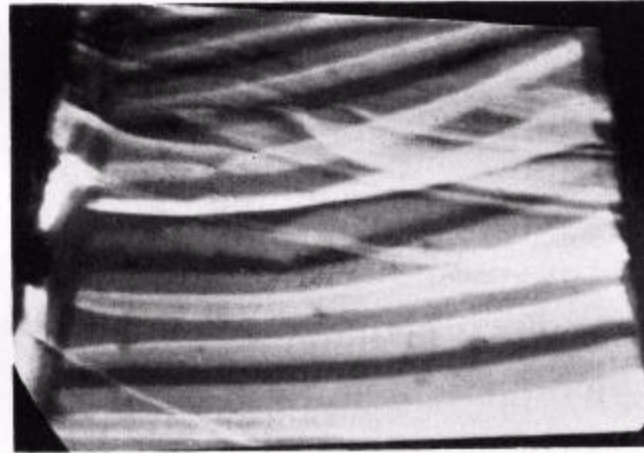


图3 与图1,2同一视场的 $(\bar{1}010)$ 暗场象。这里,位错线的象不明显,而出现了以这些线为边界的,具有黑、灰、白三种不同衬度的带

出现一定的衬度。把入射电子束倾斜后,看到上部的线条的衬度大大减弱,而下部的花样则变成清晰的线条(图2)。仔细地对比图1和图2可以清楚地看出,在衬度发生变化的时候,线条的位置并没有改变。这种当倾斜入射电子束时只改变衬度而不改变位置的现象,正是位错所特有的。因此,可以肯定,这些

线条是位错线的象,它们组成一个接近于平行的位错列。

为了进一步了解这些位错线的性质,我们在衍射花样上选择了较强的 $(\bar{1}010)$ 斑点进行暗场观察,并看到了如图3所示的由具有三种不同衬度的带所组成的图案。如果用黑、灰、白(浅灰)表示三种不同衬度的带,则带的排列顺序从上到下是:黑、灰、白;黑、灰、白;黑、灰、

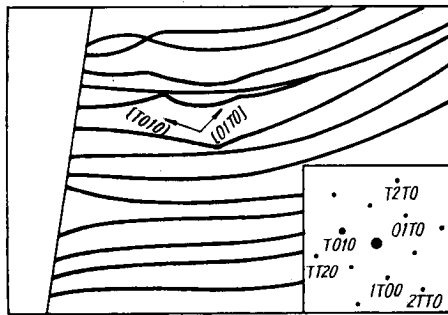


图4 衍射花样和薄膜的取向

白、灰、白;黑、灰;黑、灰、白、灰、白;黑、灰、白;……。对比明场象和暗场象还可以看出,暗场中带的边界恰为明场中的位错线。我们还用 $\{11\bar{2}0\}$ 型斑点进行暗场观察,并没有看到这种“黑、灰、白”的现象。

前后观察了半小时以上,从所得到的照片可以看出,在整个观察过程中,这些位错线的位置没有发生变化。与此不同,我们在同样照明条件下所观察到的石墨中的某些位错线是比较容易运动的。显然,这一组平行位错线是处于一种相对稳定的状态。

文献[3]中已经指出,平行于薄膜表面的不同层错,在一定的照明条件下,应当显示出不同的均匀衬度。衬度的强弱主要决定于 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ 之值,其中 \mathbf{g} 是衍射矢量, \mathbf{R} 是层错的位移矢量。当 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ 等于分数时,层错的衬度可以显示出来;反之,如果 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ 等于整数(包括零),则不显示出层错的衬度。因此,对于具有六方结构的石墨晶体,在用 $\{10\bar{1}0\}$ 型衍射斑点进行暗场观察时,可以看到具有一定衬度的层错,而用 $\{11\bar{2}0\}$ 型斑点将看不到层错的衬度。此外,对于同一个 \mathbf{g} ,由于 \mathbf{R} 的不同,层错也将显示出不同的衬度。

显然,图3所示的由不同衬度的带所组成的图案,是与文献上所指出的石墨中的平行层错所应有的表现相符合的。因此,可以认为,图中具有灰、白衬度的带,代表两种不同的层错,而黑带代表无层错区。由于层错的边界是不全位错,而暗场中带的边界就是明场中的线,所以在明场下所观察到的位错线都是不全位错。根据带的排列方式,可以用图5所

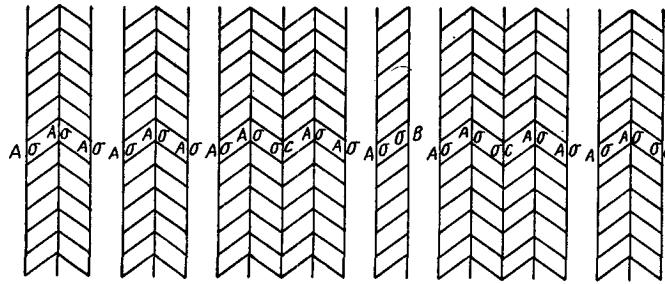


图5 图1—3中平行位错列的示意图。这是由若干三重带、五重带和一个单重带(即扩展位错)所组成的一种特殊的位错组态

示的模型来表示这部分位错的状态。它是由若干三重带、五重带和一个单重带(即扩展位错)所组成的。应用 Amelinckx 等^[4]分析石墨中多重带的方法,可以初步定出图5中的不全位错的柏氏矢量,并且看到在五重带中,中间的一个不全位错具有与其他不全位错不同的柏氏矢量。在图3的下部,可以清楚地看到一个五重带中央的不全位错线在左右解理台阶处的表现与其他位错线的表现有显著的差别。这与 Amelinckx 等^[3]关于不全位错在解理台阶处的平衡位置的分析结果一致,即具有不同柏氏矢量的不全位错线在解理台阶处的表现不同(详见图6)。因此,可以认为,对于这个五重带所提出的位错模型是合理的。但是对于图3中部的五重带,由于它受到其他层面上的位错线等缺陷的显著干扰,使得进行类似的分析产生了困难。在图7中我们画出了一个三重带和一个五重带的原子堆垛方式的示意图。由图可见,在三重带和五重带中,原子的堆垛方式都有两种,分别和所观察到的灰、白两种带相对应。

在 Amelinckx 等的工作中,把所有的多重带看作是由基面上的可滑位错所构成的。如

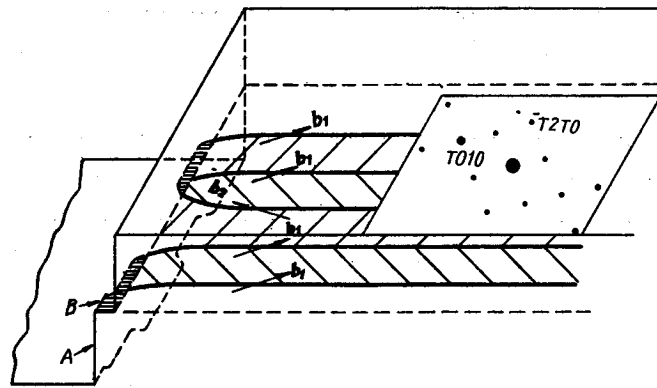


图6 图1—3的下部的五条不全位错线在解理台阶处的行为的示意图。图中A表示解理台阶，B表示位错在解理台阶处所引起的凸出部分(ledge)。根据位错带在解理台阶处的表现是“张开”或“收缩”，并参考图4中的衍射花样，可以确定这个五重带中不全位错线的柏氏矢量 $A\sigma = b_1$ (b_1 平行于 $[01\bar{1}0]$), $\sigma c = b_2$ (b_2 平行于 $[\bar{1}010]$)

果考虑到 Fujita 等的观点^[5]，石墨中可能有 Frank 型的不可滑位错，我们可以提出另一个模型(图8)，也能说明在一系列不全位错之间为什么含有三种不同的堆垛方式，从而同样可以解释了为什么出现黑、灰、白的现象。虽然 Amelinckx 等的工作和我们的其他工作表明，由可滑位错组成的多重带的组态是比较容易出现的，但是目前我们还缺乏确切的

证据，能够证明这里的平行位错列不具有图8所示的组态。

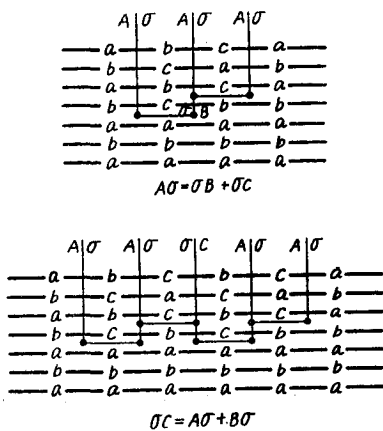


图7 由 Schockley 位错所构成的三重带(a)和五重带(b)的截面图(构成的方式不是唯一的)。带的内部的原子堆垛方式有两种，分别相应于暗场下出现的灰、白两种衬度

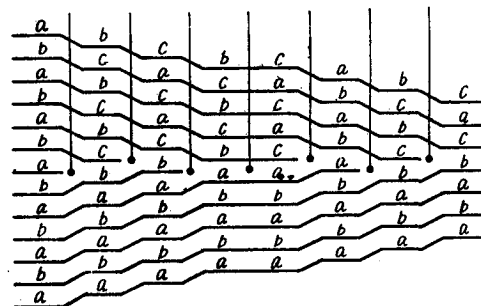


图8 主要由 Frank 位错所构成的组态的截面图。其中包含的原子堆垛方式有三种，分别与黑、灰、白三种带相对应

讨 论

(1) 层错的衬度还决定于它在薄膜中的深度^[3]。但是图3所示的带的衬度的变化具有一定的规律性，很难用深度的变化来解释。

(2) 关于不全位错列不易滑动的原因，可以从以下三个方面来考虑：a) 晶体中的多重带的运动应当是比较困难的；b) 这些不全位错线也可能受解理台阶的钉扎而不易滑动；

c) 如果采用图 8 的晶体学模型, 由于极大部分不全位错的柏氏矢量都包含着一个与基面垂直的分量, 由这些不滑的不全位错所构成的位错列当然是不滑动的。

(3) 本文仅就层错的衬度进行了一般的分析, 对层错衬度以及对图 1—3 中的其他细节(例如层错带的宽度, 在某些地方带发生束集等等)的进一步分析, 有待于就类似的现象得到更多的观察材料后再进行讨论。

本文的照片是由陈延生同志拍摄的。

参 考 文 献

- [1] Pashley, D. W. and Presland, A. E. B., Proceedings of the European Regional Conference on Electron Microscopy (Delft, 1960), Vol. 1 p. 417.
- [2] 关若男、李日升、何怡贞, 物理学报, **21** (1965), 677.
- [3] Amelinckx, S. and Delavignette, P., Direct Observation of Imperfections in Crystals, Interscience, New York, p. 295.
- [4] Delavignette, P. and Amelinckx, S., *J. Nuclear Materials*, **5** (1962), 17.
- [5] Fujita, F. E. and Izui, K., *J. Phys. Soc. (Japan)*, **16** (1961), 215.