第21卷 第3期　　物 理 学 报　　Vol. 21, No. 3
1965 年 3 月　　ACTA PHYSICA SINICA　　March, 1965

用电子显微鏡直接观察石墨薄膜中的位錯网絡和水紋图*

关若男　李日升　何怡貞
（中 国 科 学 院）

石墨中位錯的电子显微鏡观察的研究不但可以了解石墨晶体中位錯的結构[1]，而且有可能对于石墨的輻照效应提供有用的知識[2].

本文报导用电子显微鏡观察石墨晶体中的各种位錯結构所得到的一些初步結果. 观察是在民主德国 SEM-3 型电子显微鏡上进行的. 仪器的分辨本領是 20—30 埃. 所用的高压是 60—80 千伏.

石墨薄膜的制备

所用的石墨試样是經过純化处理(在 2000℃以上的温度和 10^{-4} 毫米水銀柱的眞空下处理过)的天然石墨晶体. 文献里曾介紹过几种使石墨解理以制备薄膜的方法[3],我們选用的是类似于复型萃取的方法.

用一种可溶的透明胶,輕輕地从石墨晶体上粘撕下一薄层石墨,然后用适当的溶剂将胶彻底溶掉. 若透明胶是国产的透明胶带,可用氯仿做溶剂;若用浓度为15%的聚乙醇醇水胶溶液，則可用热水溶. 这些方法都是将石墨薄膜直接鋪在支撑試样的銅网上. 如果先在石墨晶体上鋪一薄层火棉胶,再涂上聚乙醇醇水胶溶液，阴干后撕下，然后在热水中溶去聚乙醇醇，則可得到带有火棉胶支持膜的石墨薄膜.

将石墨薄膜捞到銅网上，用光学显微鏡进行检查. 呈淡黄色的均匀而透明的薄膜即可用.

用这种方法所制的薄膜，有的长寬可达数百个微米，厚度也很合适(一般可在加速电压为 60 千伏时使用,有些薄膜对于 40 千伏已相当透明). 文献里介紹了几种測量薄膜厚度的方法[4]，我們用其中最簡单的折迭带法来估計膜厚. 一般膜的厚度是 1000—3000 埃. 图 1 所示的是鋪在銅网上的石墨薄膜.

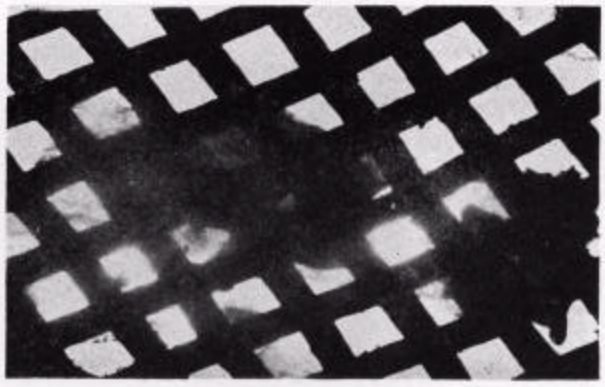


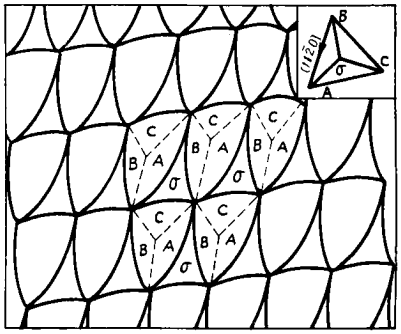
图 1　鋪在銅网上的石墨薄膜. 网眼的边长是 70 微米

* 1964 年 6 月 2 日收到.

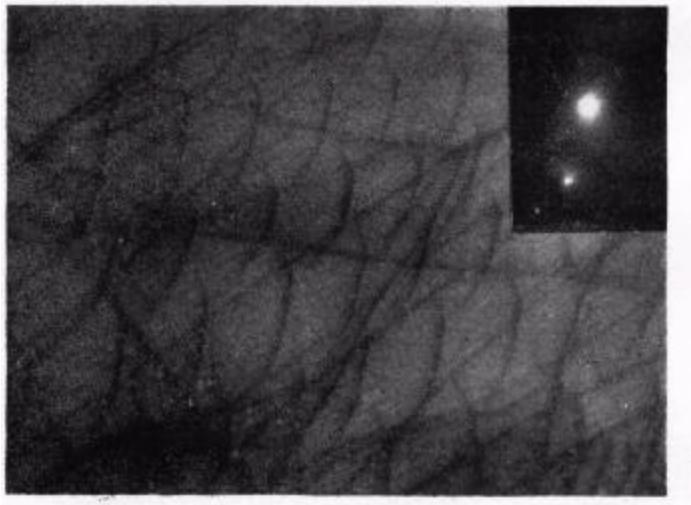
位錯网絡的直接观察

石墨中最常見的位錯花样是由坐落在基面（平行于膜表面）上的位錯所构成的网絡．图 2(a)，(b) 所示的是由同一基面上的位錯綫相交所构成的具有明显的扩展結和收縮結的网絡．根据 Amelinckx 等[1]的分析方法，我們可以用图 2(c) 表示图 2(b) 中网絡的位錯晶体学組态．在此薄膜上所观察到的衍射花样[見图 2(b) 的右上角]表明，$[11\bar{2}0]$斑点具

(a) 具有明显的扩展结和收缩结的位错网络 ×25,000



(c) 图 2(b) 所示网络的位错晶体学分析



(b) 具有明显的扩展结和收缩结的位错网络 ×15,000

图 2

有較高的強度．經过轉动角粗略校正的$[11\bar{2}0]$方向以及$[11\bar{2}0]$和不全位錯綫的柏氏矢量的取向关系如图 2(c) 中的三角形所示．假定$[11\bar{2}0]$在成象时起主导作用，則根据衍衬理論[5]，由于$[11\bar{2}0]$与 $A\sigma$ 和 σB 的夹角都是 30°，$\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}_1=\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}_2$（令 $\mathbf{A}\sigma=\mathbf{b}_1$，$\sigma\mathbf{B}=\mathbf{b}_2$），所

以柏氏矢量为 $\mathbf{A}\sigma$ 和 $\sigma\mathbf{B}$ 的不全位錯綫具有相同的衬度．同理，因为 $\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}_3=0$（令 $\sigma\mathbf{C}=\mathbf{b}_3$），所以不全位錯綫 $\sigma\mathbf{C}$ 的衬度消失．这样就基本上解释了实驗中所观察到的組成扩展結的不全位錯綫在衬度上的差异．

图 3，4 是由非同面的位錯綫的相交所构成的网絡．相交位錯在图 3 中，表現出較明显的交互作用；而在图 4 中，可能由于所在基面相隔很远，位錯之間的交互作用并不显著．

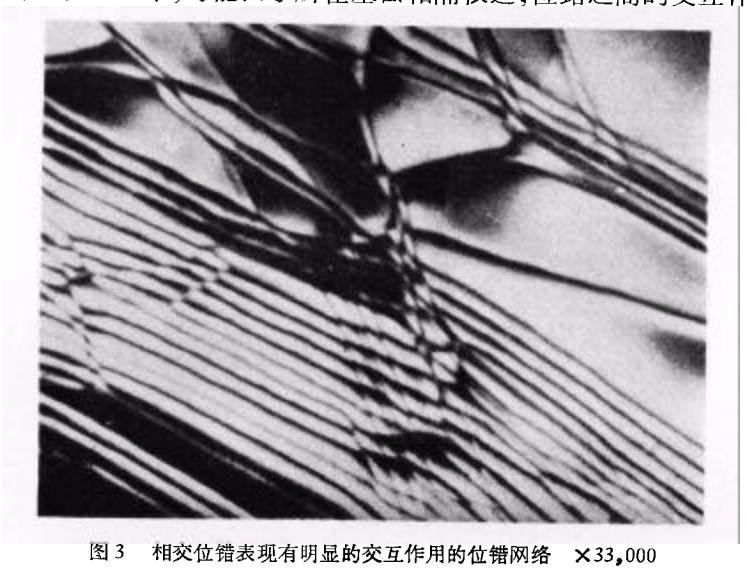


图 3　相交位錯表現有明显的交互作用的位錯网絡　×33,000

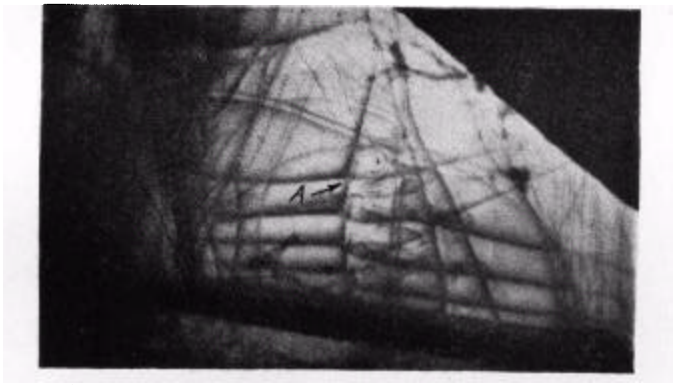


图 4　相交位錯的交互作用不很明显的位錯网絡　×7,800

图 5 是一种比較复杂的位錯网絡．网絡中的一部分位錯綫似乎是扩展的（A），另一部分則似乎沒有扩展（B）．关于后者的一种可能的解释是，这些位錯实际上也是扩展位錯，只因在某种成象条件下，不全位錯綫之一的衬度可能很弱而观察不到．但也有另一种解释，即石墨薄膜中可能存在着不扩展的全位錯．关于这个問題，我們将另作进一步的討論和报导．此外图 5 中相交位錯的交互作用的強弱和所形成的結点的形状也是十分不同的．在图中 C 处，扩展位錯相交时，位錯綫产生了显著的弯折，而在 D 处，相交位錯綫則几乎沒有交互作用，这显然也与相交位錯所处基面相距的远近有关．我們还观察到其他一些复杂的花样．图 6 是只在結点处显示出一定衬度的网絡．图 7，8 是在暗場下观察到的位錯网絡．

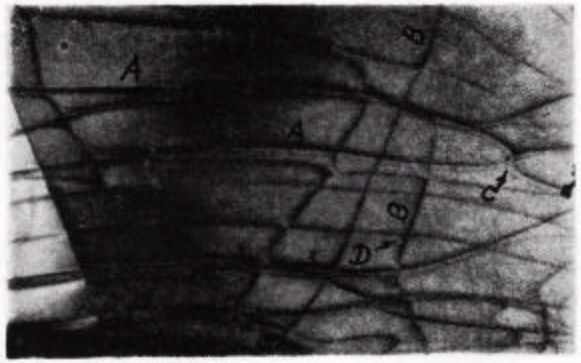


图 5　较复杂的位错网络，其中有些位错是明显的扩展位错(A)，另一些则似乎没有扩展(B)．注意相交位错的交互作用强弱十分不同，在C处有明显的交互作用，在D处则几乎没有　×8,300

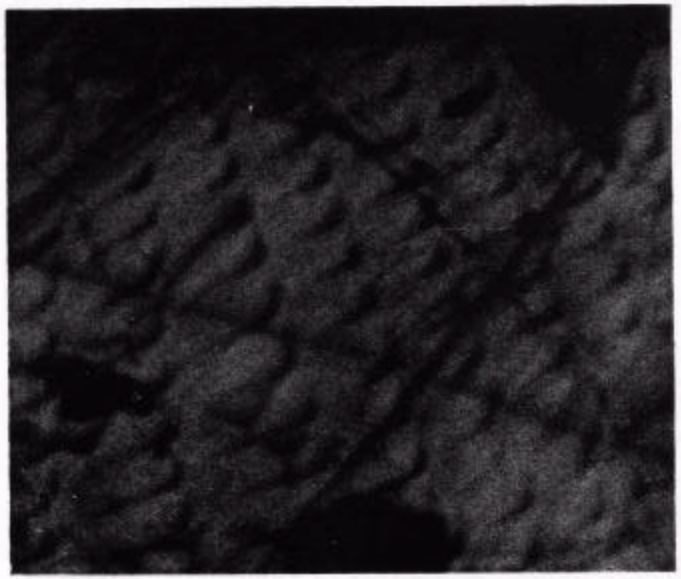


图 6　只在结点处显示出一定衬度的网络　×7,800

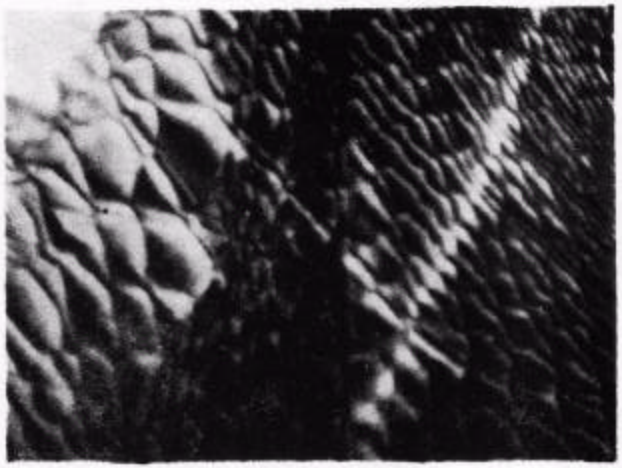


图 8　由于在暗場下一部分位错线消失而得到的复杂花样　×20,000

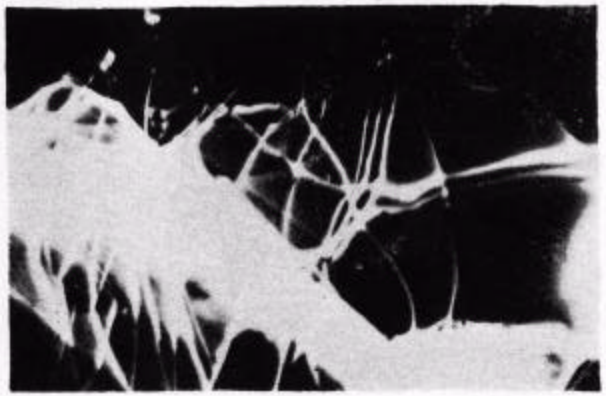


图 7　在暗場下所观察到的位错线　×7,800

水紋图的直接观察

在石墨中，最易观察到的另一种花样是水紋图．图 9，10，11 是所观察到的几种有代表性的水紋花样．

已經証明[6]，石墨中的水紋图属于轉动水紋图，它是由石墨中极易形成的扭轉晶界所产生的．水紋图中的条紋是透射电子束和二次衍射电子束相干所产生的干涉条紋（明場），或者是两束衍射束的干涉条紋（暗場）．显然，当只有一組晶面处于衍射位置时，則得到只有一套条紋的条状水紋图（图 9），当有两組晶面时，則得到由两套交叉条紋构成的斜方水紋图（图 10），当有三組晶面时，則得到六方水紋图（图 11）．

由于轉动水紋图上的条紋将大致指向产生該条紋的衍射斑点[6]，所以交叉条紋間的夹角应当具有衍射矢（或晶面法綫）之間所特有的夹角值——30°，60°，90°，120°，150°．图 10 中的条紋夹角是 30°，图 11 中三套条紋之間的夹角都是 60°，与应有的值一致．利用水紋条紋和衍射斑点的这种关系，根据衍射花样，可以判断条紋是由哪一組晶面的衍射所引起的．

根据所观測到的水紋条紋的間距，可以用公式

$$\alpha = d/D$$

計算石墨中扭轉晶界的扭轉角 α．式中 d 是衍射晶面的面間距；D 是水紋条紋間距．例如，假定图 12 是由两个重迭的扭轉晶界所引起的两套相交的水紋条紋，則根据衍射花样，粗条紋是由 $(11\bar{2}0)$ 衍射所引起的，細条紋是由 $(10\bar{1}0)$ 衍射所引起的．由此計算出这两个晶界的扭轉角分别約为 7.1×10^{-4} 和 7.8×10^{-3} 弧度．

我們观察水紋图时，最关心的是图中条紋的畸变，因为由条紋的畸变可以推知位錯的存在及其性质[6,7]，在这方面所得的結果将另行报导．

陈延生同志对本实驗工作付出了大量的劳动．本工作得到了葛庭燧教授的支持和鼓励．郭可信教授曾經提出了不少宝貴的意見．謹此一并致謝．

参　考　文　献

[1] Delavignette, P. and Amelinckx, S., *J. Nuclear Materials*, **5** (1962), 17.
[2] Bollmann, W., *J. Appl. Phys.*, **32** (1961), 869; Proc. Fifth Intern. Conf. on Carbon, Vol. 2 (1963), p. 303.
[3] Dawson, I. M. and Follett, E. A. C., *Proc. Roy. Soc.*, **A253** (1959), 390; Bollmann, W., *Phil. Mag.*, **5** (1960), 621; Hedley, J. A. and Ashworth, D. R., *J. Nuclear Materials*, **4** (1960), 70.
[4] Thrower, P. A. and Reynolds, W. N., Fifth Intern. Cong. FDR Electron Microscopy, vol. 1 (1962), F-9.
[5] Hirsch, P. B., Howie, A. and Whelan, M. J., *Phil. Trans. Roy. Soc.* (London), **A252** (1960), 499; Gevers, R., *Phil. Mag.*, **8** (1963), 769.
[6] Bassett, G. A., Menter, J. W. and Pashley, D. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A246** (1958), 345.
[7] Fujita, F. E. and Izui, K., *J. Phys. Soc.*, Japan, **16** (1961), 215.

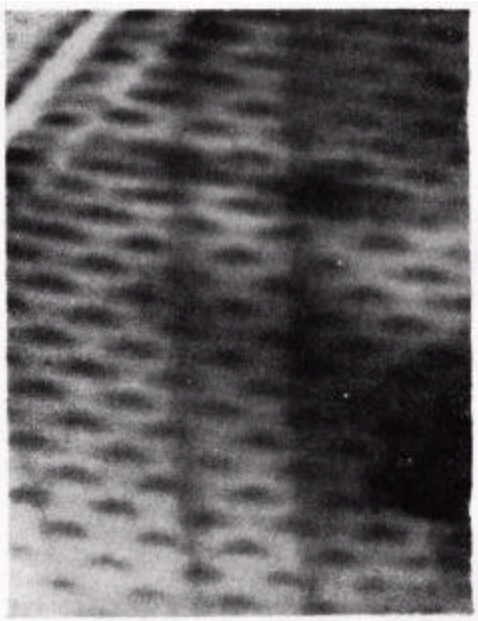


图 10 由$(10\bar{1}0)$和$(11\bar{2}0)$两组晶面的衍射所引起的斜方水纹图. 测得条纹间的夹角是 30° ×46,000

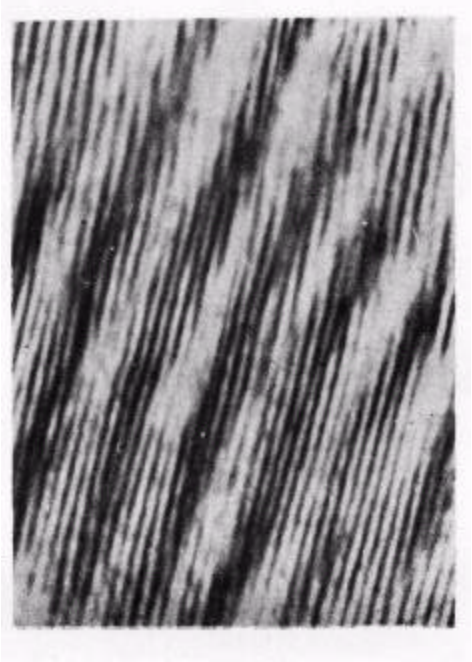


图 12 重迭晶界产生的水纹图 ×46,000

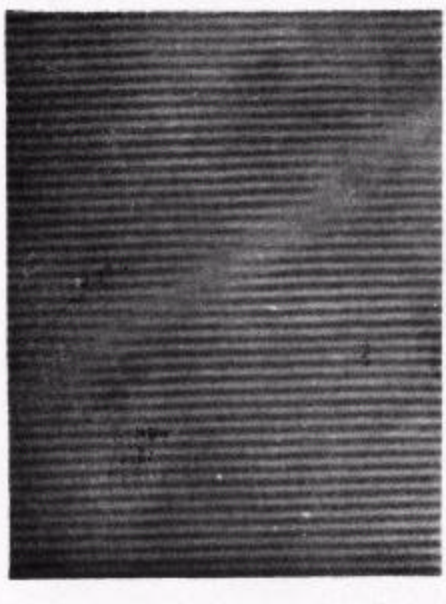


图 9 由$(10\bar{1}0)$衍射所引起的条状水纹图 ×84,000

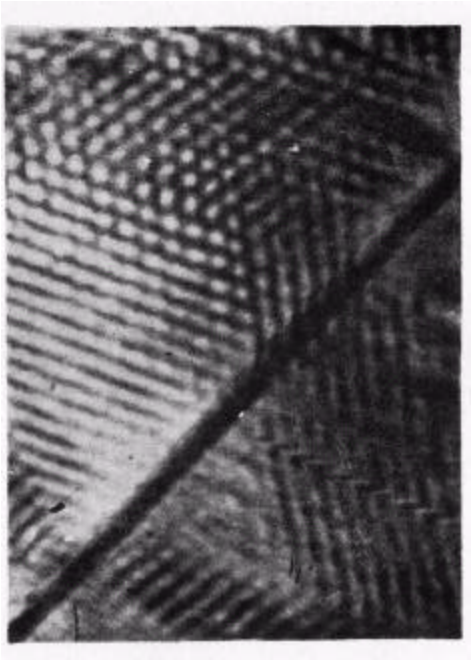


图 11 由三组$\{11\bar{2}0\}$面的衍射所引起的六方水纹图. 测得三套条纹间的夹角是 60° ×60,000