

## 钨的电子通道图及其奇异花样\*

廖乾初 王 云 王鸿君  
(北京钢铁研究院)

对于体心立方金属如铌和钼等,曾先后在1971年<sup>[1]</sup>和1974年<sup>[2]</sup>制得标准电子通道图,但对其他体心立方金属(如钨、钽等)还未看到报道.为此,我们测制了金属钨的标准电子通道图.试样是采用电子束熔炼的多晶纯钨材料,在扫描电子显微镜中采用单偏转聚焦摇摆扫描的方式<sup>[3]</sup>和在同一工作条件下(如同样的工作距离,同样的电子束加速电压等)拍摄各种位向的电子通道花样,然后按构成单位极射赤面投影三角形的表示方法,把不同位向的电子通道花样拼成一个标准的电子通道图.

一般说来,所拼成电子通道图的质量取决于不同位向电子通道花样的数目是否足够多,以及每一特定位向电子通道花样本身质量是否足够好.经验证明,为了获得一系列清晰的电子通道花样,除了正确的选择电子光学条件外,还与晶体表面质量情况和位向有很大关系.为此,我们采用了如下步骤.

1.对多晶试样的观察表面进行了仔细的电抛光.所采用的电抛光制度是:

电抛光溶液 5—10% NaOH的水溶液;  
电 压 30伏;

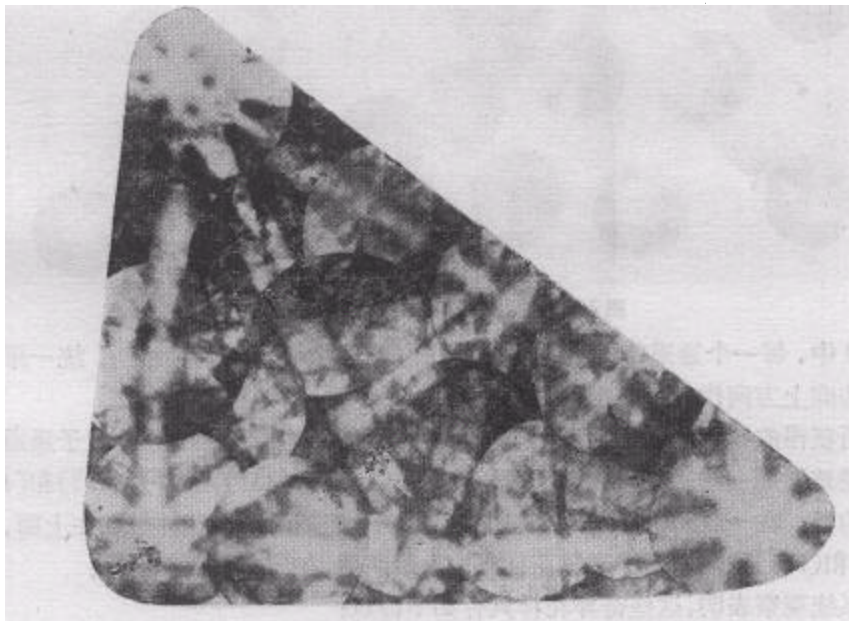


图1 钨的标准电子通道图(比原图线长度缩小2倍)加速电压为30千伏

\* 1978年9月1日收到.

电 流 密 度 4—5 安培/厘米<sup>2</sup>;

阴 极 不 锈 钢

试验结果表明: 试样的观察表面经电抛光后, 所获得电子通道花样的质量显著提高;

2. 用蚀坑分析技术大致测量多晶体各晶粒的位向<sup>[4]</sup>, 然后选取接近于 (001), (111), (110), (133), (113) 和 (012) 位向的晶粒作为基本观察试样, 然后逐步相对于光轴倾斜不同方位角, 以获得各种不同位向的电子通道花样;

3. 把所拍摄的不同位向的电子通道花样, 按已知角度关系拼成一个以标准投影三角形来表示的电子通道图.

按上述步骤所获得钨的标准电子通道图如图 1 所示.

相应图 1 的注释结果如图 2 所示:

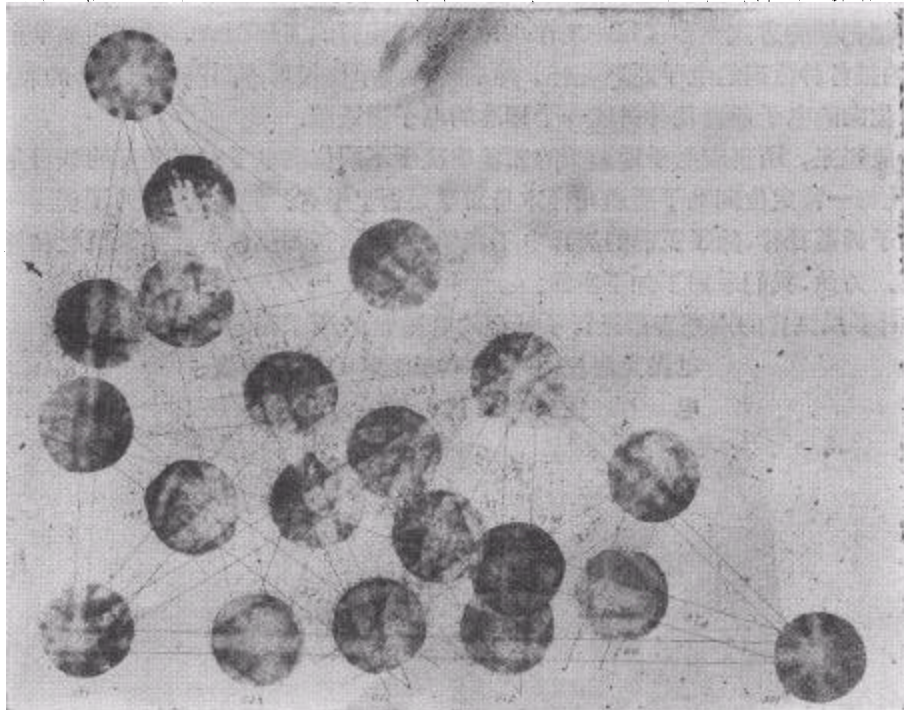


图 2 对钨标准电子通道图的注释结果

在图 2 中, 每一个通道带所属的晶面指数的书写方向是这样规定的: 统一采取所标晶面指数的向上方向代表该晶面的法线方向.

我们所获得的钨标准电子通道图类似于前人获得的铌和钼的标准电子通道图, 并且可以清楚地看到一些高指数的电子通道带, 如: (132), (231), (321), (222) 和 (402) 等. 特别有趣的是: 在一般的电子通道花样上, 还看到一些新的奇异花样叠加在上面, 其中在 (001) 位向和 (111) 位向的电子通道花样照片上最明显, 如图 3 和图 5 所示:

根据系统观察表明, 这些奇异花样具有如下特点:

1. 用仔细电抛光方法进一步提高观察表面的质量, 则随着电子通道花样质量的提高, 这些奇异花样出现也愈明显(比较图 3 中 (a) 和 (b) 照片);

2. 在不同晶粒的 (001) 位向的电子通道花样照片上, 均可以看到图 3 照片所示的奇异

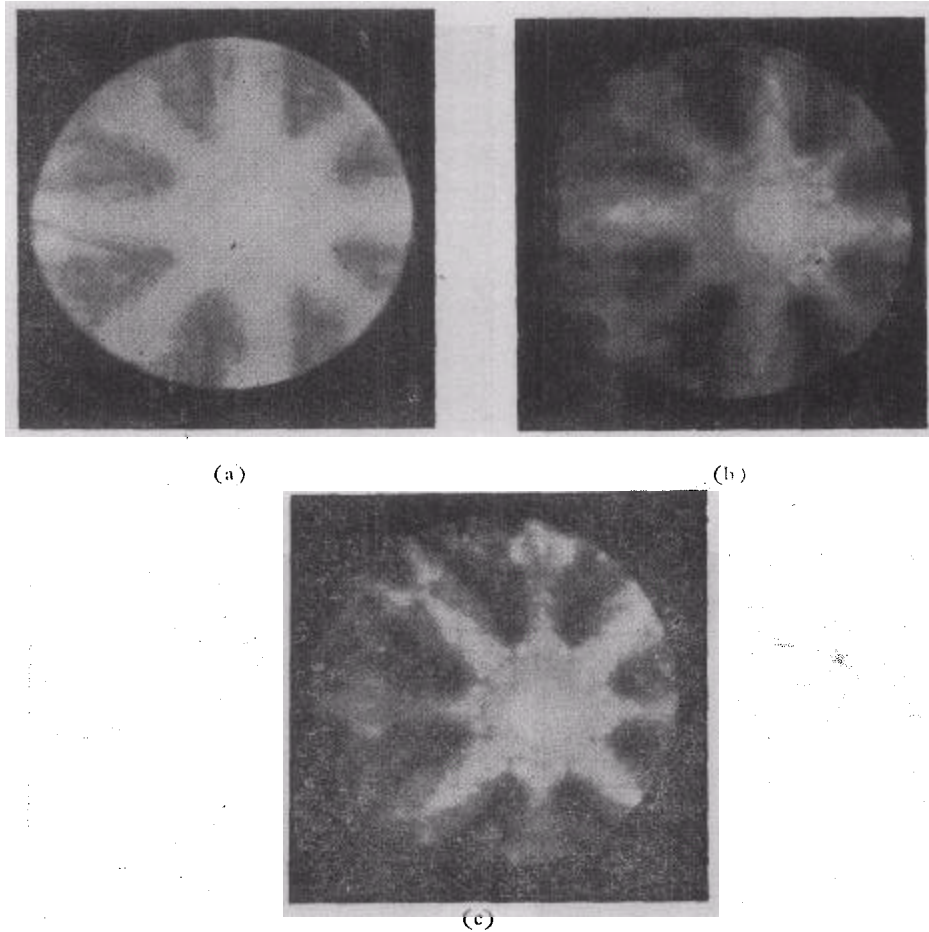


图3 在(001)位向的电子通道花样照片上出现的奇异花样

(a) 粗电抛光后试样; (b) 仔细抛光后试样; (c) 同(b)试样, 但绕光轴旋转 $45^\circ$

花样。但如果原晶粒表面的位向愈接近于(001)位向, 则这些奇异花样的出现更鲜明和容易;

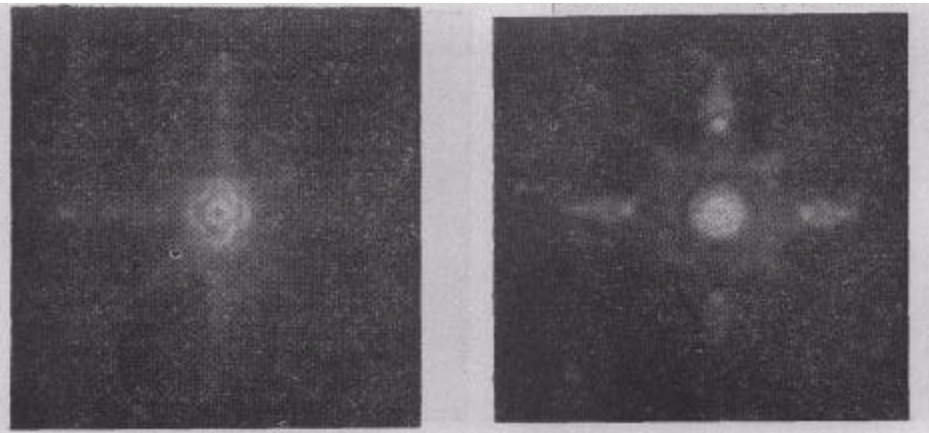
3. 选区尺寸愈小, 则所得奇异花样愈清晰;
4. 这些奇异花样不随试样的平移而移动, 但随着试样的转动而同电子通道花样一起转动(比较图3中照片(b)和(c))。

为了弄清这些奇异花样是否属于电子通道花样本身的精细结构, 我们进行了一些补充试验。有关这些试验的观察结果如图4—6所示。

从图4—6中的照片可以看出:

1. 通过提高黑色水平电位以抑制弱成象讯号的讯号处理方法, 可使电子通道花样几乎消失, 而仅留下更清晰的奇异花样, 其中对(001)位向, 此效果最显著。这个结果意味着存在一种远比电子通道效应更强的衬度效应, 形成奇异花样。

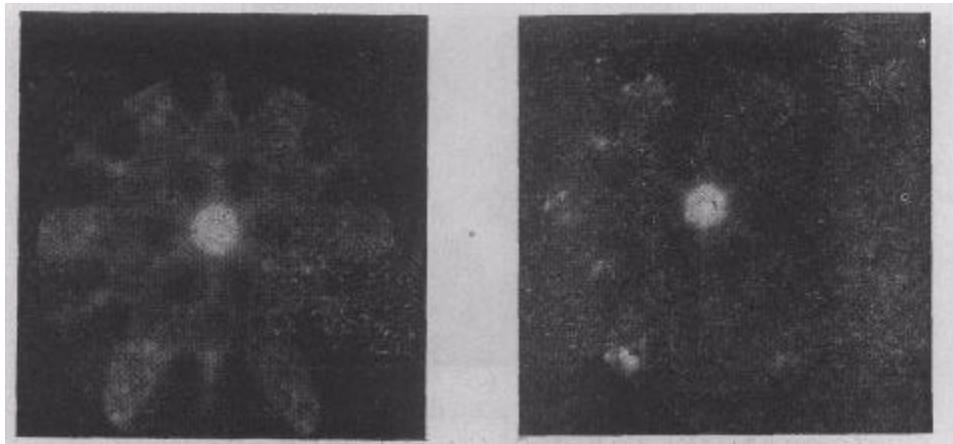
2. 随着电子束的加速电压变化, 构成奇异花样的图案也发生明显的变化。因为电压的改变意味着入射电子探针能量的改变, 相应电子束进入试样深度改变。这个结果意味着这种新花样可能反映不同深度下电子被晶格原子散射的总效应。



(a) 30 千伏

(b) 24 千伏

图 4 借助于成象讯号处理后所观察到的(001)位向奇异花样



(a) 30 千伏

(b) 24 千伏

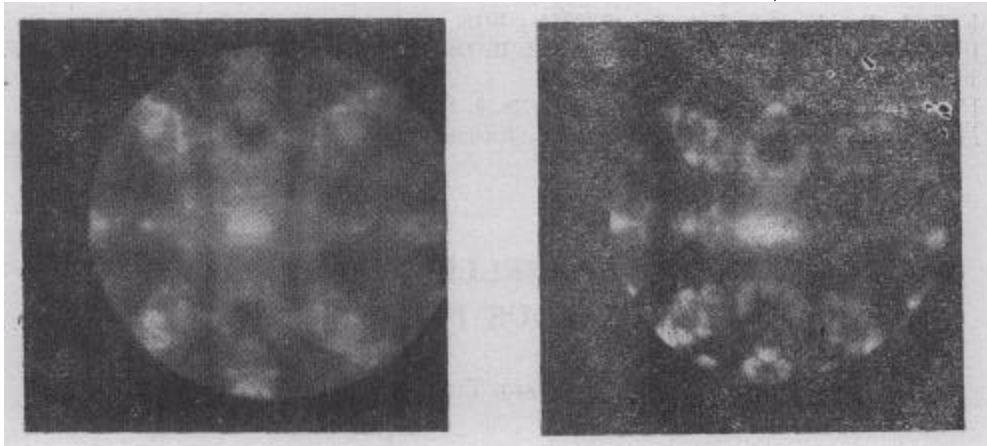
图 5 借助于成象讯号处理后所观察到的(111)位向奇异花样

3. 这些奇异花样颇类似于墙纸的构图方法, 它是由一些基本图案单元通过一定的对称操作来构成整个花样全貌. 对于不同位向的奇异花样, 其基本图案单元是不同的, 并充分反映出相应晶面位向的对称性质. 例如: 对于(001)位向的奇异花样, 其构图方法是明显地反映出四次对称轴的性质. 同样, 对于(111)位向和(011)位向的奇异花样, 其构图方法依次是符合三次和二次对称的性质等.

如果用人工临摹方法去考察奇异花样的构图方法, 则可以发现如下规律: 对于(001)位向的奇异花样, 大致是由两组交错成  $45^\circ$ , 且逐步等倍的方格构成; 同样对于(111)位向和(011)位向, 则依次由一些三角形格子和菱形格子相互交错成. 特别有趣的是, 在某一特殊电压下, 其中心花样部分的图案构成方式同体心立方晶格中原子的堆积方式颇有巧合之处, 如临摹图 7 所示.

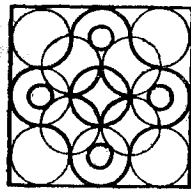
综合上面结果, 我们推测:

1. 本文中所观察到的奇异花样, 鉴于其衬度效应比电子通道花样强, 且其图案是随电压而改变(对比电子通道花样, 电压仅影响通道带的宽度, 并不影响其图案). 因此, 它可

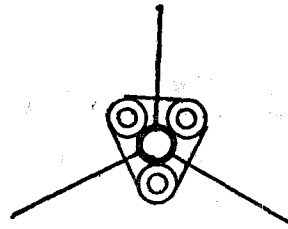


(a) 30 千伏 (b) 24 千伏

图 6 借助于成象讯号处理后所观察到的 (011) 位向奇异花样



(a) 为 (001) 位向 (30 千伏)



(b) 为 (111) 位向 (24 千伏)

图 7 在奇异花样中心部份的人工临摹图

能是一种不同于电子通道效应的电子散射效应所产生;

2. 本文中所观察到新花样的外貌颇类似于在高压透射电子显微镜所观察到的 *C*, *B*, *E*, *D* 花样(会聚电子束的衍射花样)<sup>[5]</sup>. 但这些工作都是在高得多的加速电压下进行(通常在 100 千伏以上), 并且成象的实验条件完全不一样, 故似乎不宜于用来解释本文所观察到的奇异花样;

3. 文中所观察到新花样在某种程度上也表现出一些原子象的强度分布特征<sup>[6]</sup>, 但在扫描电子显微镜中, 无论从加速电压或分辨率的角度来看, 都不具备观察原子象的条件;

4. 文中所观察到的奇异花样, 由于它能反映晶体的对称性和晶格原子排列方式的特征. 因此, 这种新花样有可能被应用来研究晶格内部的一些结构.

总之, 本文所观察到的新花样的实验条件是电子束是采用单偏转聚焦摇摆扫描方式; 加速电压是低于 30 千伏; 选区尺寸是 10 微米左右; 成象讯号是背反射电子等. 为什么在此条件下能够出现这种奇异花样, 将是今后研究的课题.

据了解, 在文献中还未看到在扫描电子显微镜中有这种观察. 我们希望这种新花样的观察成功, 将会如同电子通道效应的发现一样, 有助于扫描电子显微镜的应用范围开辟一个新的领域.

### 参 考 文 献

- [1] D. C. Joy and C. R. Booker, Proceeding of 4th Annual SEM Symposium (1971), 497.

- [ 2 ] D. L. Davidson, *J. Mat. Sci.*, 9 (1974), 1019.  
[ 3 ] C. G. Van Essen, E. M. Schulson and R. H. Donaphay, *Nature*, 225 (1970), No. 3235, 847.  
[ 4 ] 廖乾初, 孙福玉, 蓝芬兰, 金属学报, 待发表.  
[ 5 ] M. Tanaka, *JEOL News*, 16E (1978), No. 3, 13.  
[ 6 ] H. Hashimoto, H. Enodoh, T. Tanji, A. Kumao, A. Ono and E. Watanabe, *JEOL News*, 16E (1978), No. 2, 2.

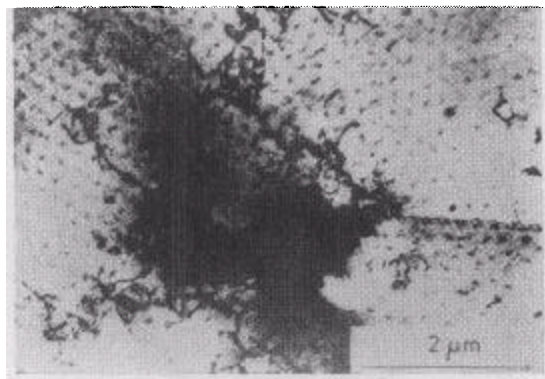
## THE ELECTRON CHANNELLING MAP OF TUNGSTEN AND THE ANOMALOUS PATTERNS OBSERVED

LIAO QIAN-CHU    WANG YUN    WANG HONG-JUN

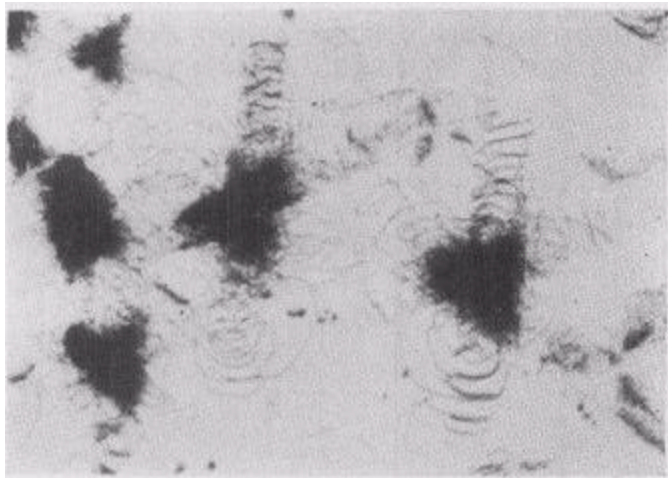
(*Beijing Institute of Iron and Steel Research*)



照片 I 钴单晶的电子衍射象<sup>[15]</sup>,显示磁畴结构(图中黑白相间的横带),位错(深黑线)及堆垛层错(中有条纹的平行宽带)



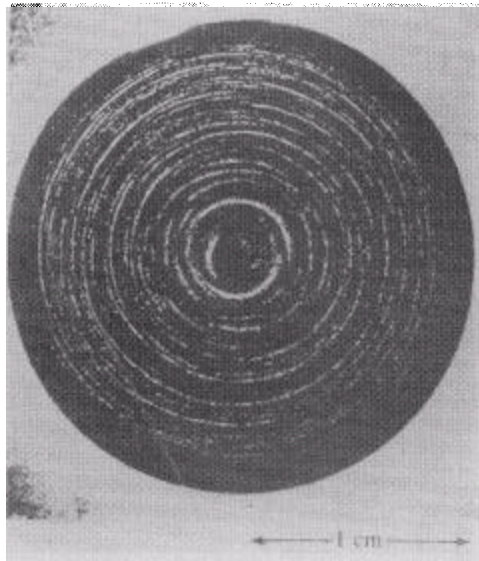
照片 II 铌薄膜的电子衍射象<sup>[22]</sup>,应用铁粉缀饰显示涡线的露头点(图中规则的黑点列阵),并表明涡线点阵与位错胞壁和亚晶界交互作用的迹象



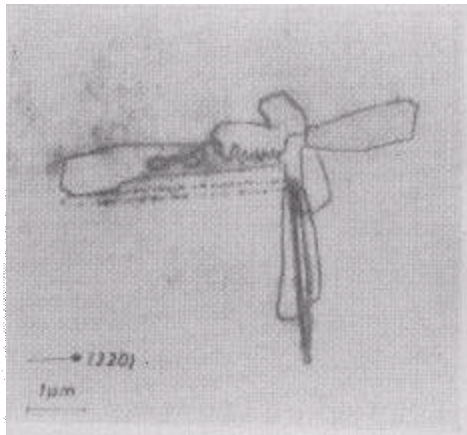
照片 III 氢气氛区熔硅单晶的X射线透射形貌图(经过 1000°C退火 1 小时的热处理)<sup>[36]</sup>. Ag Kα<sub>1</sub>, (111) 衍射. 显示沉淀相及其诱发的螺线位错 × 19



照片 IV 钇铝石榴石单晶的透射偏光显微象<sup>[1)</sup>, 显示位错的应力花样  $\times 50$

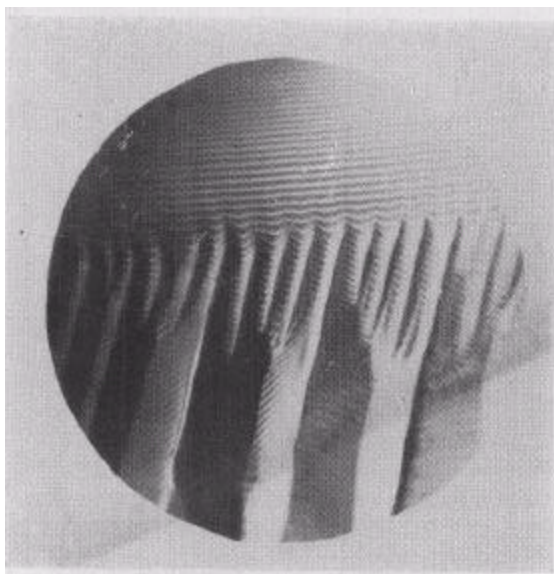


照片 V 硅单晶片中涡状缺陷的分布图<sup>[87]</sup>. 浸蚀后的光学显微象, 可以看出浅底蚀坑排列成涡卷状的图象

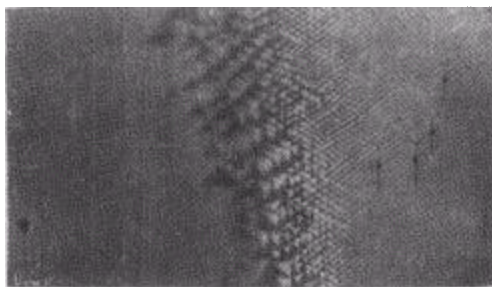


照片 VI 硅中涡状缺陷的电子衍射象<sup>[87]</sup>. 单个涡状缺陷相当于位错圈. 根据衍射象的特征推断位错圈为间隙型的

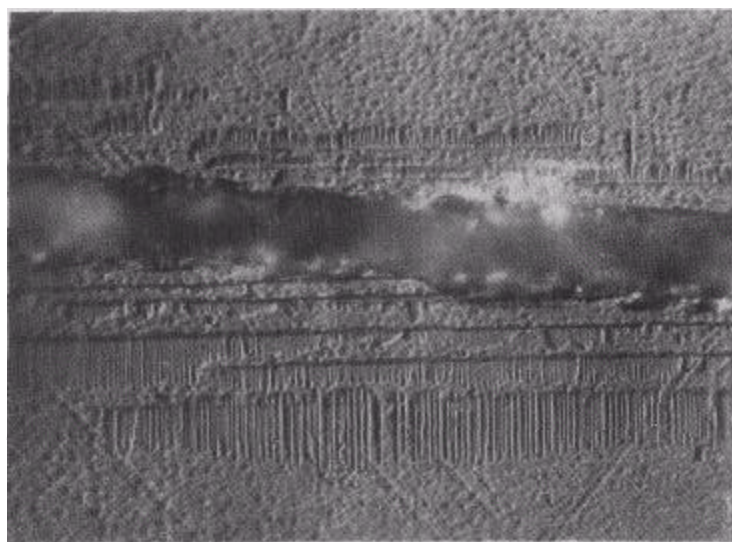




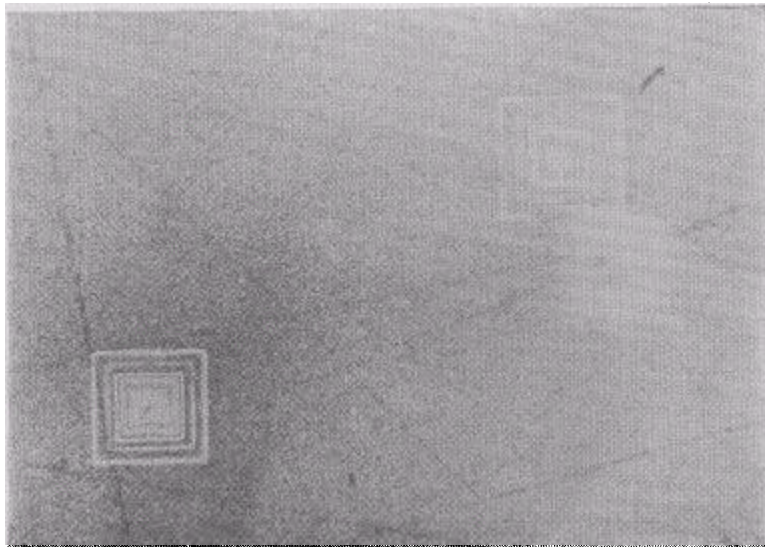
照片 VII 铌酸锂单晶的生长层<sup>2)</sup>。晶体表面条纹的光学显微象，可以看出随着微观生长速率增大(条纹间隔变宽)，使界面的稳定性遭受破坏



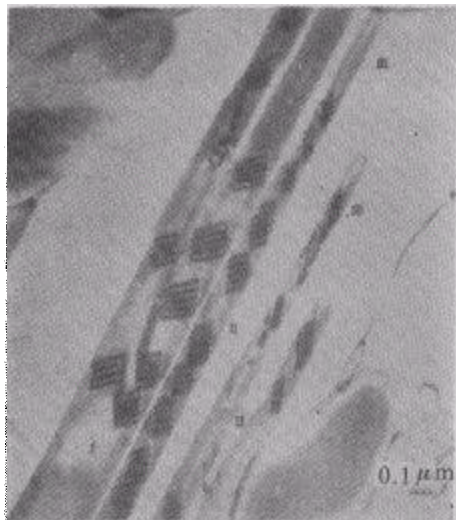
照片 VIII 石英晶体在  $\alpha \rightarrow \beta$  相变过程中的电子衍射象<sup>[61]</sup>。图中明暗交替的三角形为正反道芬孪晶畴，朝向  $\beta$  相其尺寸递减，终于消失。图中箭头处表明畴区规则排列中存在的缺陷



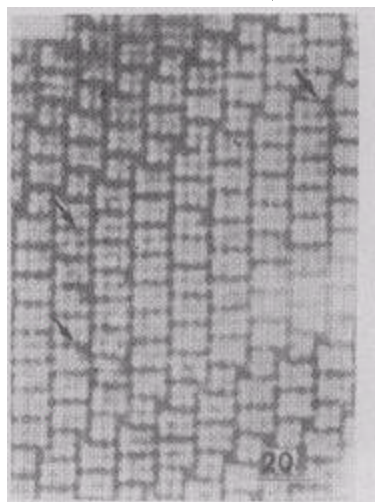
照片 IX 铌酸锂晶体表面刻痕诱发的针状微电畴<sup>3)</sup>。表面浸蚀后的光学显微象。观测面为 Y 面，中央暗带为刻痕的痕迹，平行的短线为沿 [0001] 轴的针状微电畴  $\times 500$



照片 X 铌酸钡钠晶体中位错诱发的电畴图象<sup>1)</sup>。表面浸蚀后的光学显微象。图中闭合的方框形组为棱柱位错圈组所诱发的反向电畴管道 × 200



照片 XI 金红石孪晶界的电子衍衬象<sup>[88]</sup>



照片 XII Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 晶体的高分辨点阵象<sup>[80]</sup>, 显示块状结构及其缺陷(图中箭头指处)

1) 引自徐秀英、葛传珍等内部资料； 2) 引自冈乃本等内部资料； 3) 引自李齐等内部资料。

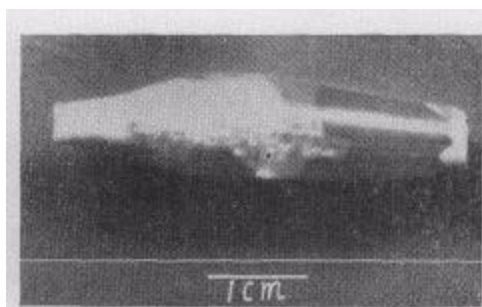


图1  $a$  轴子晶生长的SNLN单晶体

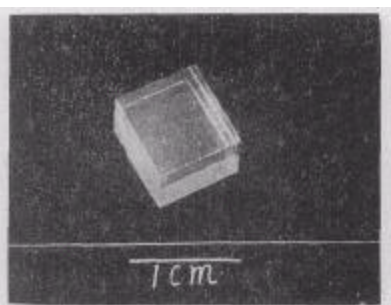


图2 加工后的SNLN单晶测试样品

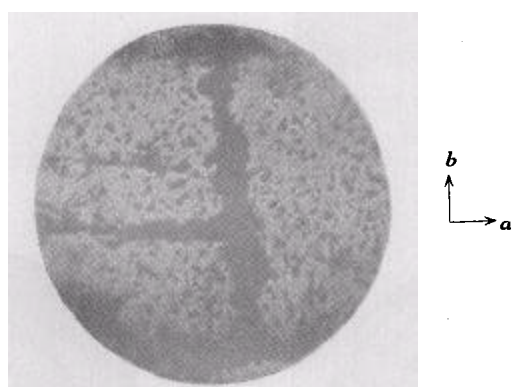


图4  $c$  轴生长的晶体在垂直于生长方向的切面上显微镜观察到小的互相垂直的  $a$  面和  $b$  面解理裂纹。×35

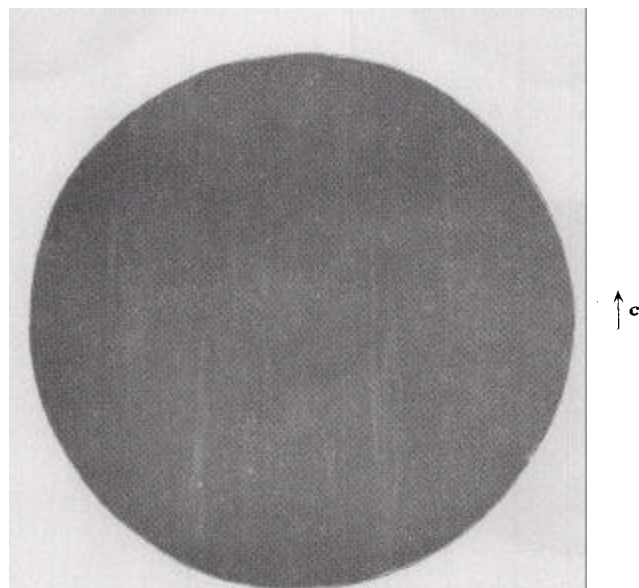


图5(a)  $c$  轴生长晶体在平行于生长方向的侧面上显微镜观察到的丝裂形态。×35

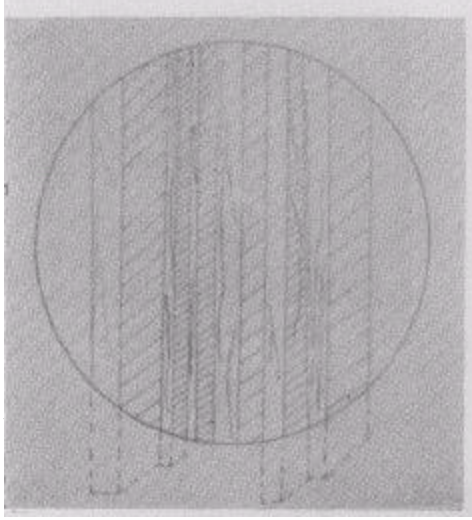


图 5(b) 丝裂的结果是  $a, b$  面解理形成的方形或矩形小条柱示意图

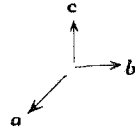
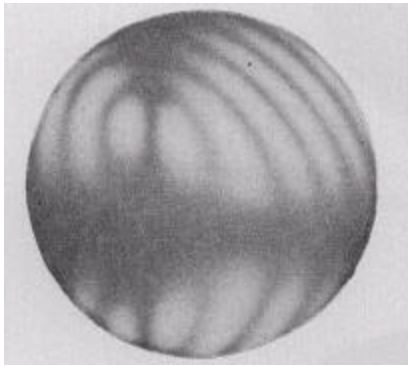
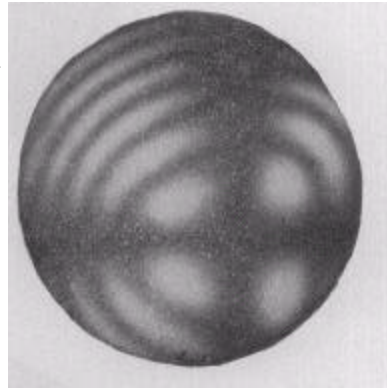


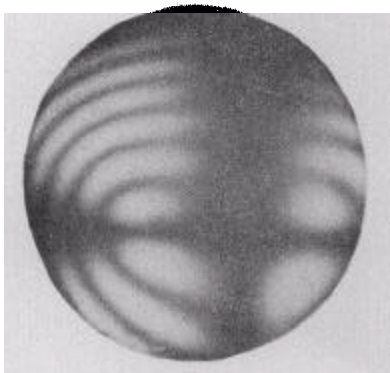
图 6  $a$  轴生长的晶体在平行于生长方向的  $c$  切面上显微镜观察到小的互相垂直的  $a$  面和  $b$  面解理裂纹。×35



II 象限内  $x$  方向为  $b$  方向



晶体中心为近似四方结构



I 象限内  $x$  方向为  $a$  方向

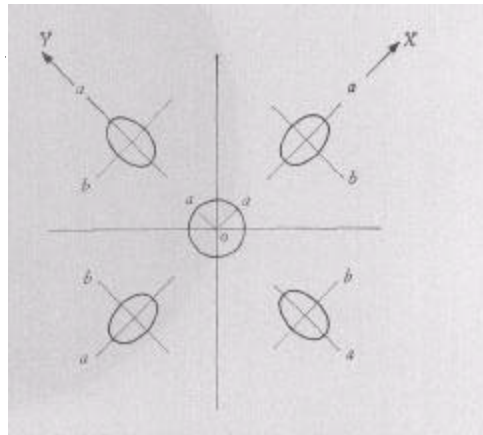
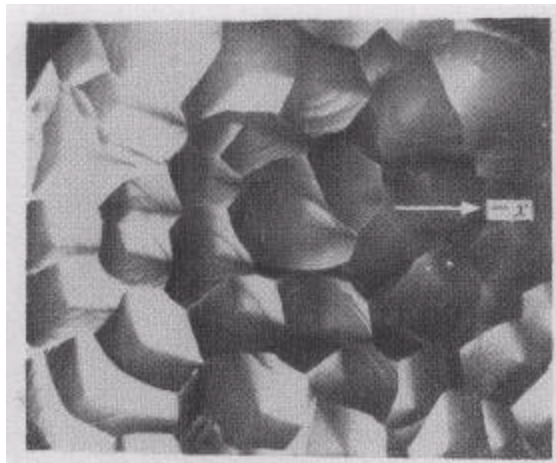
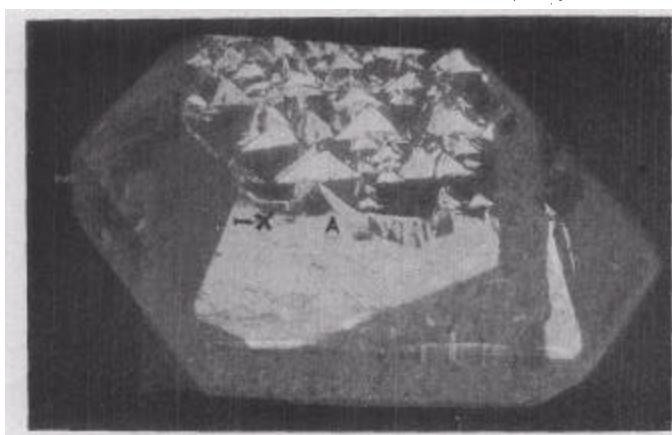


图 7  $c$  轴生长快速降温晶体中心为近似四方单光轴, I, III 象限与 II, IV 象限的  $a$  方向互相垂直



(a) 人工水晶底面  $c(0001)$  上三方丘结构(左型)



(b) 人工水晶底面  $c(0001)$  上三棱锥结构, A 为边齿结构(左型)

图 1

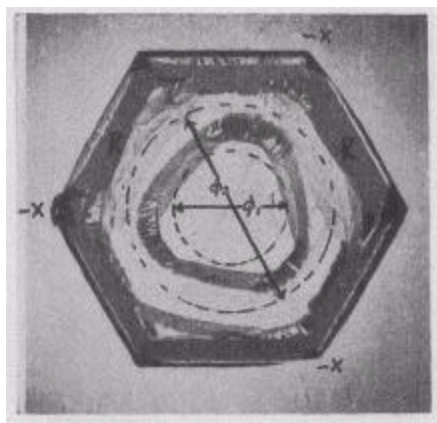


图 2  $\alpha$  切籽晶上雕刻两层圆形 ( $\phi_1, \phi_2$ ) 台阶生长后显三方结构

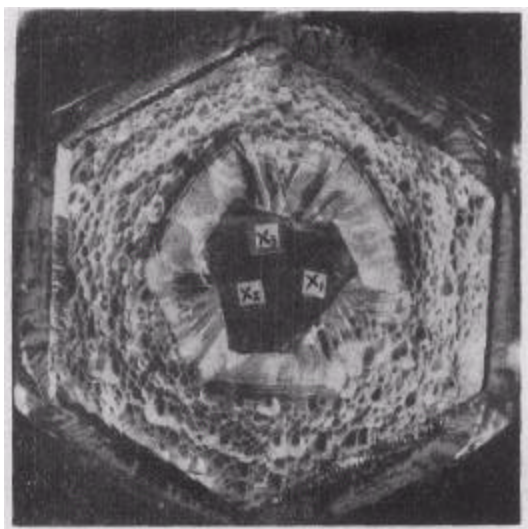


图 3  $\alpha$  切籽晶中部打一圆孔  $\phi$  生长后显三方结构  $x_1, x_2, x_3$  为三方偏方面体晶体

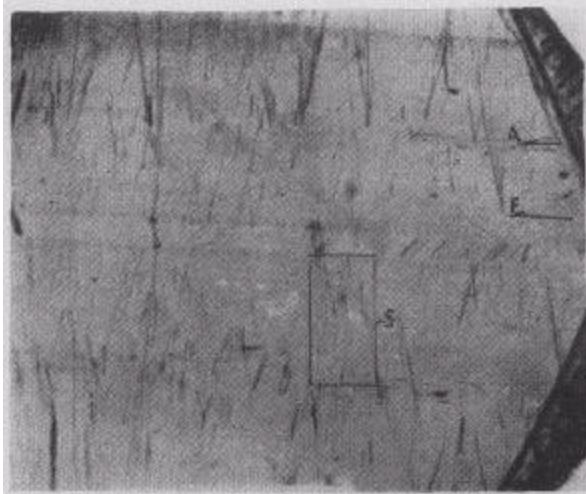
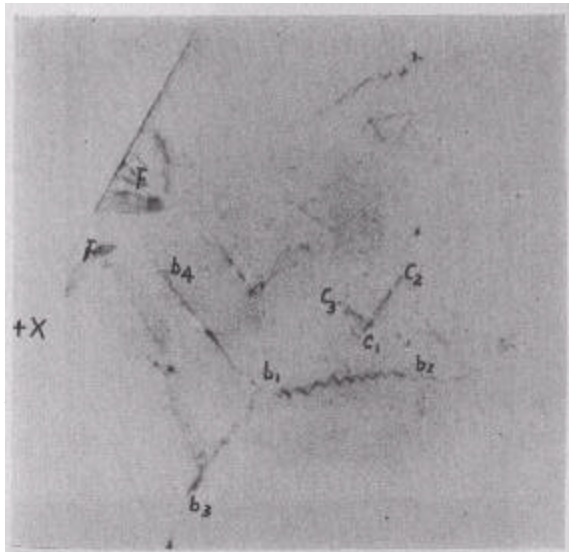
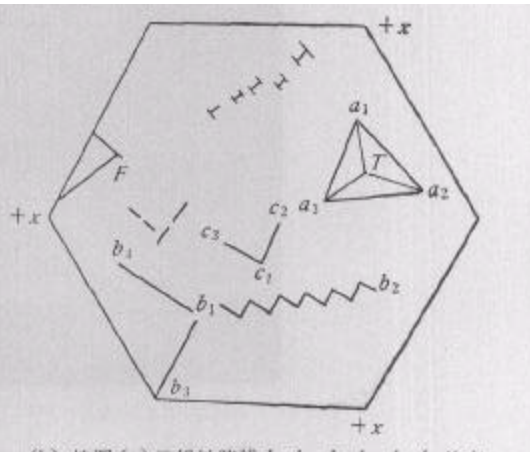


图4  $z$ 切籽晶生长晶体中的缺陷线  $m$  ( $10\bar{1}0$ ) 样片 ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ) 面衍射形貌图,  $F, A$  为生长层



(a)  $c(0001)$  样片 ( $\bar{1}120$ ) 面衍射形貌图(左型)  
 $b_1-b_2, b_1-b_3, b_1-b_4$  为缺陷线;  $b_1-b_2$  呈齿状;  $F$  为边齿缺陷



(b) 按图(a)三组缺陷线  $b_1-b_2, b_1-b_3, b_1-b_4$  的方位绘制出三棱锥  $T-a_1-a_2-a_3$ , 其方位与  $c$  面上三方丘方位一致(左型)  
 $b_1-b_2$  锯齿和  $c_1-c_3, c_1-c_2$  缺陷线与三棱锥面  $a_1-a_2, a_1-a_3$  相平行;  $F$  的缺陷与边齿结构相对应

图 5

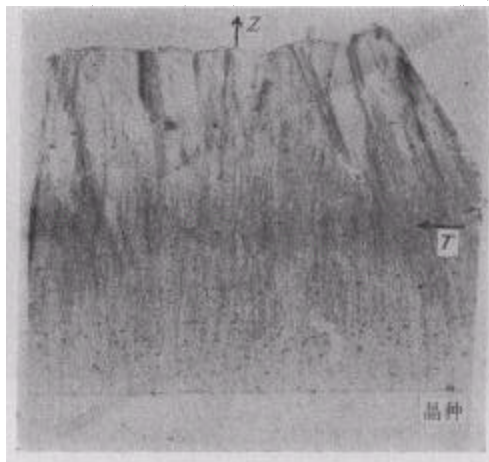


图6 ( $10\bar{1}0$ ) 样片 ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ) 面衍射形貌图  $\times 8$   
 $T$  为温度变化处

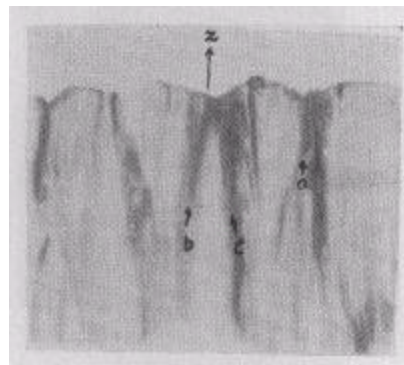


图7 底面  $c$  上具三棱锥结构的晶体 ( $10\bar{1}0$ ) 样片 ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ) 面衍射形貌图  $\times 6$   
 $a$  为沿沟槽缺陷;  $b, c$  为沿锥面缺陷

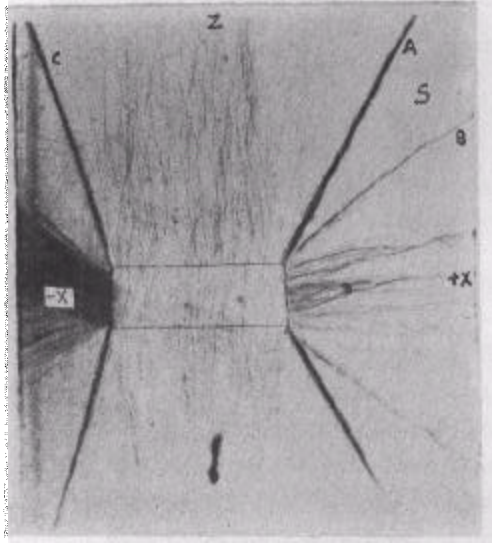


图 8  $y$  棒晶体  $(10\bar{1}0)$  样片  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  面衍射形貌图

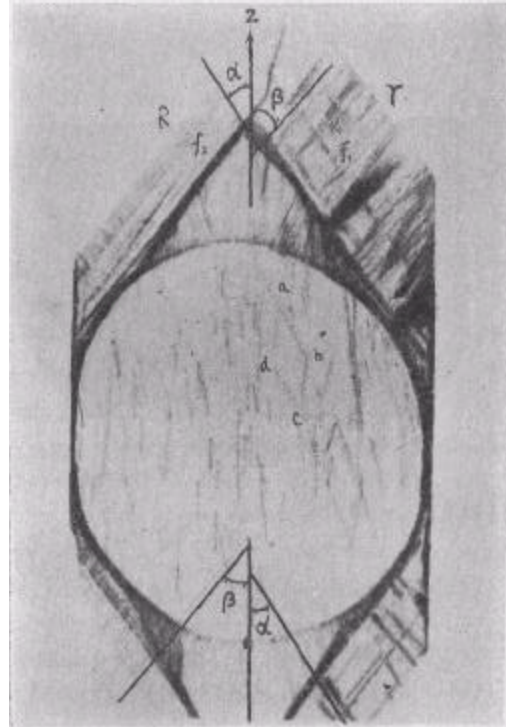


图 9  $x$  棒晶体  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  样片  $(10\bar{1}0)$  面衍射形貌图(右型)  
 $a-b-c-d$  为菱形结构

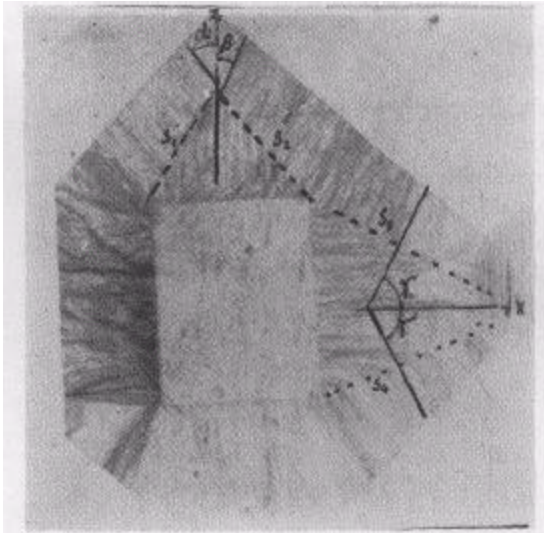


图 10  $(10\bar{1}0)$  样片  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  面衍射形貌图

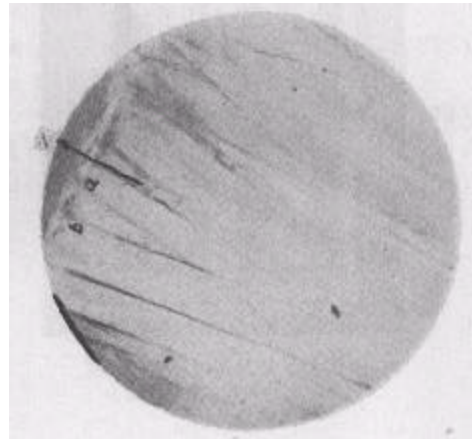


图 11 柱面  $m(10\bar{1}0)$  蚀相显微照片  $\times 8$   
提升或降低物镜时  $a, b$  两组交叉缺陷线  
相对移动, 交角随着上下移动

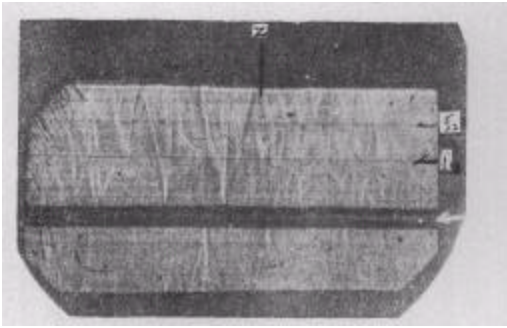


图 12  $z$  切籽晶生长晶体阴影图在生长过程中温度波动频繁

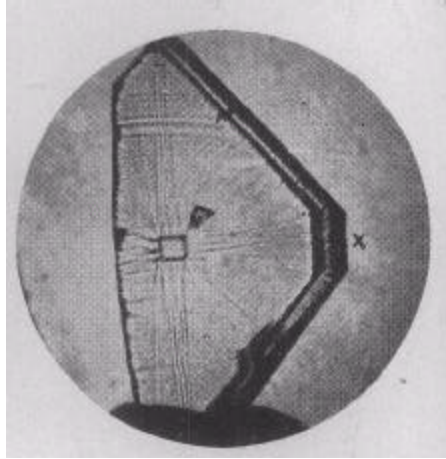


图 13  $y$  棒水晶阴影图

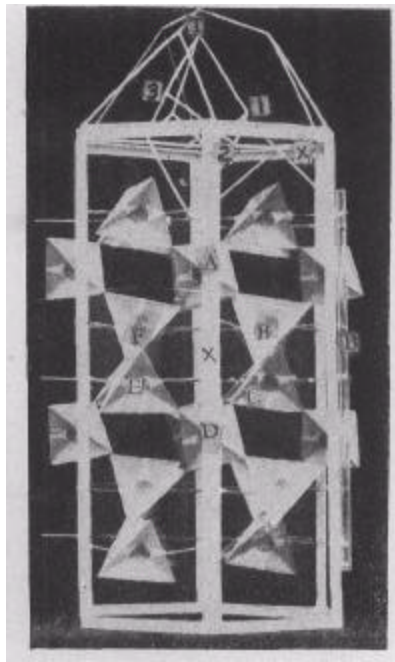


图 14  $\alpha$ -水晶结构活动模型  
(左旋结构, 右型晶体)

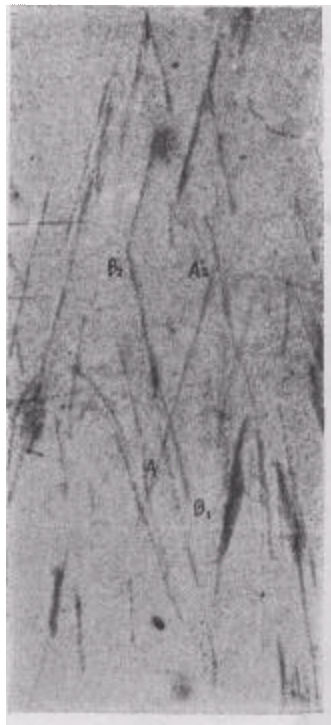


图 18 图 4 中  $s$  区放大  $\times 20$   $A_1-A_2$ ,  $B_1-B_2$   
交叉缺陷显示了偏方面体锥面的生长轨迹