

- находка в СССР). — Зап. Всесоюз. минерал. о-ва 1974, ч. 103, вып. 1.
51. Митенков Г.А., Шишкин Н.Н., Михайлова В.А. и др. Новые данные о пентландите. — В кн.: Минералы и парагенезисы минералов рудных месторождений. Л.: Наука, 1973.
52. Stumpfl E.F., Clark A.M. A natural occurrence of  $\text{Co}_2\text{S}_3$ , indentified by X-ray microanalysis. — Neues Jahrb. Mineral., Monatsh., 1964, N. 8.
53. Митенков Г.А., Будько И.А., Михайлова В.А. и др. Медистый пентландит в рудах Талнахского месторождения. — Зап. Всесоюз. минер. об-ва, 1970, ч. 99, вып. 6.
54. Nickel E.H., Harris D.C. Reflectance and microhardness of smythite. — Amer. Miner., 1971, vol. 56, N 7—8.
55. Harris D.C. New data of tyrellite. — Canad. Miner., 1970, vol. 10, N 4.
56. Waal de S.A. Nickel minerals from Barberton, South Africa. V. Trevorite, redescribed. — Amer. Miner., 1972, vol. 57, N 9—10.
57. Challis G.A., Long J.V.P. Wairauite—a new cobalt-iron mineral. — Miner. Magaz., 1964, vol. 33, N 266.
58. Кулагов Э.А., Изоитко В.М., Митенков Г.А. Хизлевудит в сульфидных медно-никелевых рудах Талнахского месторождения. — Докл. АН СССР, 1967, т. 176, № 4.
59. Годовиков А.А. О зависимости параметра решетки минералов группы скуттерудита от химического состава. — Тр. Минерал. музея АН СССР, 1959, вып. 10.
60. Oen J.S., Burke E.A.J., Kieft C., Westerhof A.S. Westerveldite,  $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co})\text{As}$ , a new mineral from La Gallega, Spain. — Amer. Miner., 1972, vol. 57, N 3—4.
61. Генкин А.Д., Евстигнеева Т.Л., Тронева Л.Н., Вьяльсов Л.Н. Маякит  $\text{PdNiAs}$  — новый минерал из медно-никелевых сульфидных руд. — Зап. Всесоюз. минерал. об-ва, 1976, ч. 105, вып. 6.
62. Craig J.R., Carpenter A.B. Fletcherite,  $\text{Cu}(\text{Ni}, \text{Co})_2\text{S}_4$ , a new thiospinel from the Viburnum Trend (new lead belt). Missouri. — Econ. Geol., 1977, vol. 72, N 3.

УДК 548.5

Н.А. БУЛЬЕНКОВ, Е.С. ЛЕВШИН, Х.И. МАКЕЕВ

### ОСОБЕННОСТИ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ КОРУНДА, ВЫРАЩЕННЫХ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО

Закономерное распределение дислокаций в кристаллах, часто называемое дислокационной структурой, определяется структурными особенностями и анизотропией упругих свойств их матриц, проявляющимися в виде определенных систем скольжения дислокаций, а также специфичными для каждого метода выращивания тепловыми условиями, от которых зависит распределение термических напряжений в объеме кристалла. Дислокационная структура весьма определенно связана с распределением в кристалле термических напряжений, которые способны вызвать пластическую деформацию по определенным системам скольжения, характерным для данного кристалла. Таким образом, в кристаллах с плотностью дислокаций, обеспечивающей рентгенотопографическую идентификацию их параметров и, следовательно, с достаточно малыми термическими напряжениями, для проявления которых ориентационный фактор Шмида [1] является решающим, вполне возможно определить характер распределения скальвающих термических напряжений, а также преимущественные направления отвода тепла в объеме кристалла на разных стадиях роста.

Такая постановка вопроса применительно к выращиванию относительно совершенных кристаллов тугоплавких веществ вполне уместна, так как изучать непосредственно (с измерениями температуры, градиентов [2]) тепловые особенности этих процессов практически не представляется возможным.

Для решения поставленной таким образом задачи необходимо последовательно выполнить следующие четыре этапа:

1) определить основные системы скольжения с учетом структурных особенностей и анизотропии упругих свойств матрицы;

2) теоретически определить зоны предпочтительных ориентаций приведенных термических напряжений, способных вызвать образование дислокаций в основных системах скольжения, при заданном направлении выращивания;

3) рентгенотопографически выявить дислокационную структуру, определить параметры дислокаций в определенных сечениях и установить соответствие наблюдаемой дислокационной структуры с теоретически установленным распределением зон ориентации термических напряжений, в которых наиболее вероятно образование дислокаций с требуемыми параметрами;

4) по установленной степени соответствия теоретического и экспериментального распределения дислокаций в кристаллах определить преобладающие ориентации скальвающих термических напряжений и общую направленность тепловых потоков в кристалле.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ СИСТЕМ СКОЛЬЖЕНИЯ В КОРУНДЕ  
С УЧЕТОМ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ  
И УПРУГОЙ АНИЗОТРОПИИ КРИСТАЛЛА**

Упругая энергия дислокации на единицу ее длины равна  $W = Kb^2 \ln\left(\frac{R}{r_0}\right)$ , где  $R$  — радиус области, в которой происходит затухание полей напряжений дислокации;  $r_0$  — радиус ядра дислокации;  $b$  — вектор Бюргерса;  $K$  — энергетический фактор, являющийся функцией упругих констант вещества и ориентации параметров дислокации по отношению к специально выбранным ортогональным осям координат [3]. В изотропных системах энергетический фактор  $K$  краевых и винтовых дислокаций не зависит от их ориентации и поэтому их энергия определяется величиной векторов Бюргерса, ориентированных обычно по направлениям важнейших атомных рядов в структуре кристалла, одновременно являющихся и важнейшими направлениями слоистого роста (векторами ПЦС, по Хартману [4]).

Таким образом, для определения параметров дислокаций, соответствующих основным системам скольжения в корунде, необходимо учитывать как упругую анизотропию кристалла корунда, так и его структурные особенности.

В случае прямолинейной произвольно ориентированной дислокации для определения  $K$  необходимо найти корни уравнения шестой степени, что не всегда можно сделать аналитически [5]. Если в гексагональных (тригональных) кристаллах дислокация параллельна оси симметрии и перпендикулярна плоскости симметрии, то выражение для  $K_e$  имеет вид [6]:

$$K_e = (\bar{c}'_{11} + c'_{12}) \cdot \left[ \frac{c'_{66}(\bar{c}'_{11} - c'_{12})}{c'_{22}(\bar{c}'_{11} + c_{12} + 2c'_{66})} \right]^{1/2},$$

где  $c'_{11} = (c'_{11} \cdot c'_{12})^{1/2}$ ; штрихованные константы упругости относятся к специально выбранной ортогональной системе координат ( $x'_1 \parallel \bar{b}$ ,  $x'_2 \parallel$  дислокации,  $x'_3 \parallel$  нормали плоскости скольжения), в которой возможно аналитическое решение уравнения в виде указанного выражения  $K$ . Для винтовых дислокаций выражение  $K_s$  для тех же условий имеет вид:

$$K_s = (c'_{44} c'_{55} - c'_{45})^{1/2}.$$

Для дислокаций, ориентация которых не удовлетворяет приведенным выше условиям, величина  $K$  определяется только численными методами [3]. Например, вычисление зависимостей  $K(P)$  при  $\bar{b} = \text{const}$  позволяет выбирать по величине  $K$  предпочтительные плоскости скольжения для винтовых и краевых дислокаций при заданном направлении сдвига. Численными методами такие зависимости были найдены для тригональных кальцита и кварца [7], у которых симметрия указательных поверхностей упругих констант такая же, что и у корунда [8]. Нами вычислены аналогичные зависимости для кварца, но не численными методами, а с использованием аналитических выражений  $K_e$  и  $K_s$ , соответствующих строгому решению только при ориентировке дислокаций по четным осям симметрии. Значения упругих констант со штрихами получены преобразованиями в кристаллофизической системе  $(XYZ)$  координат, соответствующими вращению вокруг координатной оси, параллельной в окончательной системе координат  $(X', Y', Z')$  постоянному параметру, например,  $\bar{b} = [11\bar{2}0]$  (ось  $X \parallel$  оси  $x'$ ) при вычислении  $K(P)$ . Затем осуществляется переход от повернутой на соответствующий угол кристаллофизической системы координат  $(X'Y'Z')$  к окончательной  $(x'y'z')$ .

Сравнение зависимостей для кварца, вычисленных нами в симметричном приближении и по численным методам [7], показало, что они имеют одинаковый характер с совпадающими максимумами и минимумами, причем разность значений  $K$  не превышает 20%.

Учитывая, что для корунда фактор анизотропии  $A = \frac{2c_{44}}{c_{11} - c_{12}} = 0,88$  (для изотропных тел  $A = 1$ ) значительно меньше, чем у кварца ( $A = 1,44$ ), применение для приближенного расчета зависимостей  $K(P)$  ( $\bar{b} = [11\bar{2}0]$ ) и  $K(\bar{b})$  ( $P = \{11\bar{2}0\}$ ) выражений  $K_e$  и  $K_s$ , полученных для симметричного случая, в случае корунда более оправдано, чем для кварца, и особенно кальцита. Оказалось, что для векторов Бюргерса краевых дислокаций с призматической плоскостью скольжения  $\{11\bar{2}0\}$ , как и в случае базисного скольжения, энергетические факторы почти не зависят от направления ( $K_e \approx 2,15 \times 10^{11}$  дин/см<sup>2</sup>). Зато для винтовых дислокаций влияние упругой анизотропии на ве-

Т а б л и ц а 1

Энергетические параметры систем скольжения в корунде

Система скольжения	Тип дислок.	$b$ (Å)	$K$ ( $10^{-11}$ дин/ $\text{см}^2$ )	$Kb^2$ ( $10^2$ эрг/ $\text{см}^2$ )	$\xi/b$
$\langle a \rangle = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$					
$(10\bar{1}0)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	22,14	4,99	22,1
$(01\bar{1}2)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	22,8	5,14	27,66
$(0\bar{1}11)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	23,9	5,39	55,2
$(02\bar{2}5)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	27,2	6,13	12,0
$(02\bar{2}1)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	22,5	5,07	32,5
$(0\bar{1}14)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	28,5	6,42	34,0
$(0\bar{4}41)\langle a \rangle$	$90^\circ$	4,75	22,3	5,03	9,2
Базисное скольжение (0001)					
$(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$0^\circ$	8,22	15,56	10,51	
$(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$90^\circ$	8,22	21,24	14,35	41,2
$(0001)1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$0^\circ$	4,75	14,56	3,30	
$(0001)1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$90^\circ$	4,75	29,8	6,72	45,7
Призматическое скольжение ( $11\bar{2}0$ )					
$(11\bar{2}0)\langle 0002 \rangle$	$0^\circ$	12,97	14,66	6,18	
$(11\bar{2}0)\langle 0002 \rangle$	$90^\circ$	12,97	21,6	9,11	65,9
$(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$90^\circ$	8,22	21,36	14,43	61,5
$(11\bar{2}0)1/3\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$90^\circ$	6,38	16,04	6,52	
$(11\bar{2}0)1/3\langle 2\bar{2}01 \rangle$	$0^\circ$	6,997	15,9	7,72	
$(11\bar{2}0)1/3\langle 1102 \rangle$	$0^\circ$	8,05	15,5	10,4	

личину энергетического фактора более выражено. Минимальные значения  $K_s$ , соответствующие энергетически более выгодным дислокациям, приходится на морфологически важные направления — атомные ряды и вектора ПЦС зоны  $[11\bar{2}0]$ ,  $[1101]$ ,  $[1\bar{1}02]$ ,  $[2\bar{2}01]$ ,  $[1\bar{1}00]$  и  $[0001]$ .

В табл. 1 приведены значения энергетических факторов  $K_s$  и  $K_e$ , вычисленных в приближении симметричного решения.

Учитывая приближенный характер расчета энергетических факторов и не столь выраженную анизотропию их значений, как в кварце и особенно в кальците [7], в качестве критерия для выбора наиболее предпочтительных (основных) систем скольжения следует использовать величины  $Kb^2$  и  $\xi/b = K \cdot S_{0e} d/2b$ , так как в них содержатся параметры  $d$  (расстояние между двумя плоскостями скольжения) и  $\bar{b}$  (вектор Бюргерса), которые отражают структурные особенности корунда. Плоскость легкого скольжения дислокаций характеризуется максимальным значением  $\xi/b$  [9]. Параметр  $\xi/b$  более удобен для выбора краевых дислокаций, характеризующихся определенной плоскостью скольжения. Для винтовых дислокаций более удобен параметр  $Kb^2$ , так как максимальное значение параметра  $\xi/b$  соответствует той плоскости из всех возможных плоскостей скольжения зоны ее вектора Бюргерса, у которой наиболее рациональные индексы и, следовательно, максимальное межплоскостное расстояние. Параметры  $Kb^2$  и  $\xi/b$  включены в табл. 1. Минимальным значениям  $Kb^2$  и максимальным значениям  $\xi/b$  в табл. 1 соответствуют следующие системы скольжения:  $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \langle 0001 \rangle$ ;  $\langle 10\bar{1}0 \rangle / \langle 0001 \rangle$ ;  $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \langle 1\bar{1}01 \rangle$ ;  $\langle 10\bar{1}0 \rangle / \langle 1120 \rangle$ ;  $\langle 0001 \rangle / \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ;  $\langle 10\bar{1}1 \rangle / \langle 10\bar{1}1 \rangle$ ;  $\langle 10\bar{1}1 \rangle / \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ;  $\langle 1\bar{1}02 \rangle / \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ;  $\langle 2\bar{2}01 \rangle / \langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Именно эти системы скольжения отмечаются как нашедшие экспериментальное подтверждение [10].

Для выполнения поставленной нами задачи следует разделить "ростовые" и термические дислокации, оценить их вклад в общую дислокационную структуру, так как нас интересует распределение в кристалле корунда термических дислокаций, закономерно обусловленное особенностями теплового в этом методе выращивания. К "ростовым" дислокациям будем относить и унаследованные из затравки. На топограмме, снятой с кристалла в стадии разраствания конуса и перетяжки вместе с затравкой отчетливо видно чередование зон почти бездислокационных и с очень высокой плотностью дислокаций, что исключает заметное наследование дислокаций затравки растущим кристаллом в условиях тепловой нестабильности формирования перетяжки.

К числу механизмов образования и проявления "ростовых" дислокаций следует от-

нести спиральный и грубо слоистый рост, по Тиллеру [11]. Отсутствие развитых граничных форм на поверхности фронта кристаллизации, сильно размытый характер "ступенек", состоящих из тонких слоев (0001), практически исключают образование мелких дислокационных петель в базисной плоскости, которые не наблюдались и на топограммах.

На поверхности граней (0001), несколько уплощающих вынужденную форму кристалла корунда, выращенного по  $[10\bar{1}0]$ , были обнаружены образования в виде полусфер, на которых при изучении в растровом микроскопе не были обнаружены винтовые ступени. На топограммах также не удалось наблюдать винтовых дислокаций ( $b = [0002]$ ) с выходом на поверхность кристалла в местах образования этих полусфер, очевидно, образовавшихся путем захвата нерастворимых частиц примеси поверхностью растущего кристалла.

Таким образом, решающий вклад в образование дислокационной структуры кристалла корунда, выращенного по методу Чохральского, вносят термические дислокации.

#### АНАЛИЗ ЗОН ПРЕДПОЧТИТЕЛЬНЫХ ОРИЕНТАЦИЙ ТЕРМИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ, СПОСОБНЫХ ГЕНЕРИРОВАТЬ ДИСЛОКАЦИИ В ОСНОВНЫХ СИСТЕМАХ СКОЛЬЖЕНИЯ СОВЕРШЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ КОРУНДА

Для выполнения поставленной задачи существенно важен выбор ориентировки выращивания корунда, которая наиболее удобна для теоретического анализа и экспериментального наблюдения дислокаций и определения их параметров методом рентгеновской топографии. Такой ориентацией является направление  $[10\bar{1}0]$ , так как одна ось зоны основных плоскостей скольжения (0001) и  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  параллельна оси роста, а две другие:  $[0001]/(11\bar{2}0)$ ;  $(2\bar{1}\bar{1}0)$ ,  $(\bar{1}2\bar{1}0)/[\bar{1}2\bar{1}0]$  и  $(10\bar{1}1)/[0001]$ ,  $(10\bar{1}1)$  — перпендикулярны к ней. Напряжение, вызывающее пластическую деформацию монокристалла по определенной плоскости скольжения, называется приведенным напряжением сдвига в направлении скольжения (вектора Бюргерса дислокации, вызвавшей это скольжение). Приведенное напряжение сдвига в направлении заданного скольжения определяется выражением  $\sigma = \sigma_0 \cdot \cos \alpha \cdot \cos \beta$  где  $\sigma_0$  — исходное приложенное напряжение;  $\alpha$  и  $\beta$  — углы, образованные направлением приложенного напряжения с нормалью плоскости и направлением скольжения. Влияние ориентации приложенного напряжения на величину приведенного напряжения сдвига выражается фактором Шмида ( $m = \cos \alpha \cdot \cos \beta$ ) [1]. Значение фактора Шмида особенно заметно проявляется в случае безблочных, весьма совершенных кристаллов корунда, в которых приведенные критические напряжения сдвига, достаточные для возникновения и скольжения дислокаций, реализуются только в направлениях, соответствующих максимальным значениям фактора Шмида ( $m$ ).

Определив на стереографической проекции корунда с полюсом по  $[10\bar{1}0]$  положение зон максимальных значений  $m$ , а следовательно, и наибольших приведенных напряжений сдвига для основных систем скольжения, тем самым найдем области, в которых наиболее вероятно образование дислокаций с соответствующими параметрами скольжения (вектор Бюргерса, плоскость скольжения) в совершенных кристаллах ориентации  $[10\bar{1}0]$ . Для нашей цели удобно воспользоваться шаблоном, приведенным в [3], в виде стереографической проекции с нанесенными на нее кривыми равных значений  $m$ . В центре этой проекции находится полюс плоскости скольжения, а направление скольжения соответствует точке на основном круге проекции. Для плоскостей скольжения, не совпадающих с плоскостью проекции  $[10\bar{1}0]$ , точка, соответствующая максимальному значению  $m = 0,5$ , должна находиться на меридиане, соединяющем полюс плоскости скольжения ( $P$ ) и направление вектора сдвига ( $\vec{b}$ ), деля угол между ними пополам.

Положения зон максимальных приведенных напряжений сдвига на стереографической проекции корунда по  $[10\bar{1}0]$ , определенные для всех основных направлений сдвига базисной, призматических  $\{11\bar{2}0\}$  и ромбоэдрических  $\{10\bar{1}1\}$  систем скольжения, представлены на рис. 1. Для удобства сопоставления зон максимальных приведенных напряжений сдвига и соответствующих систем скольжения им приписаны одинаковые буквенные обозначения типа  $\vec{r}, a_3$ , где  $\vec{r}$  — направление сдвига  $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ ,  $a$  — призматическая плоскость скольжения  $\{11\bar{2}0\}$ , а нижние индексы (1, 3) обозначают эквивалентные плоскости и направления. Соответствие буквенных обозначений определенным кристаллографическим индексом приведено в подписи под рис. 1.

Зоны максимальных приведенных напряжений сдвига в базисной плоскости

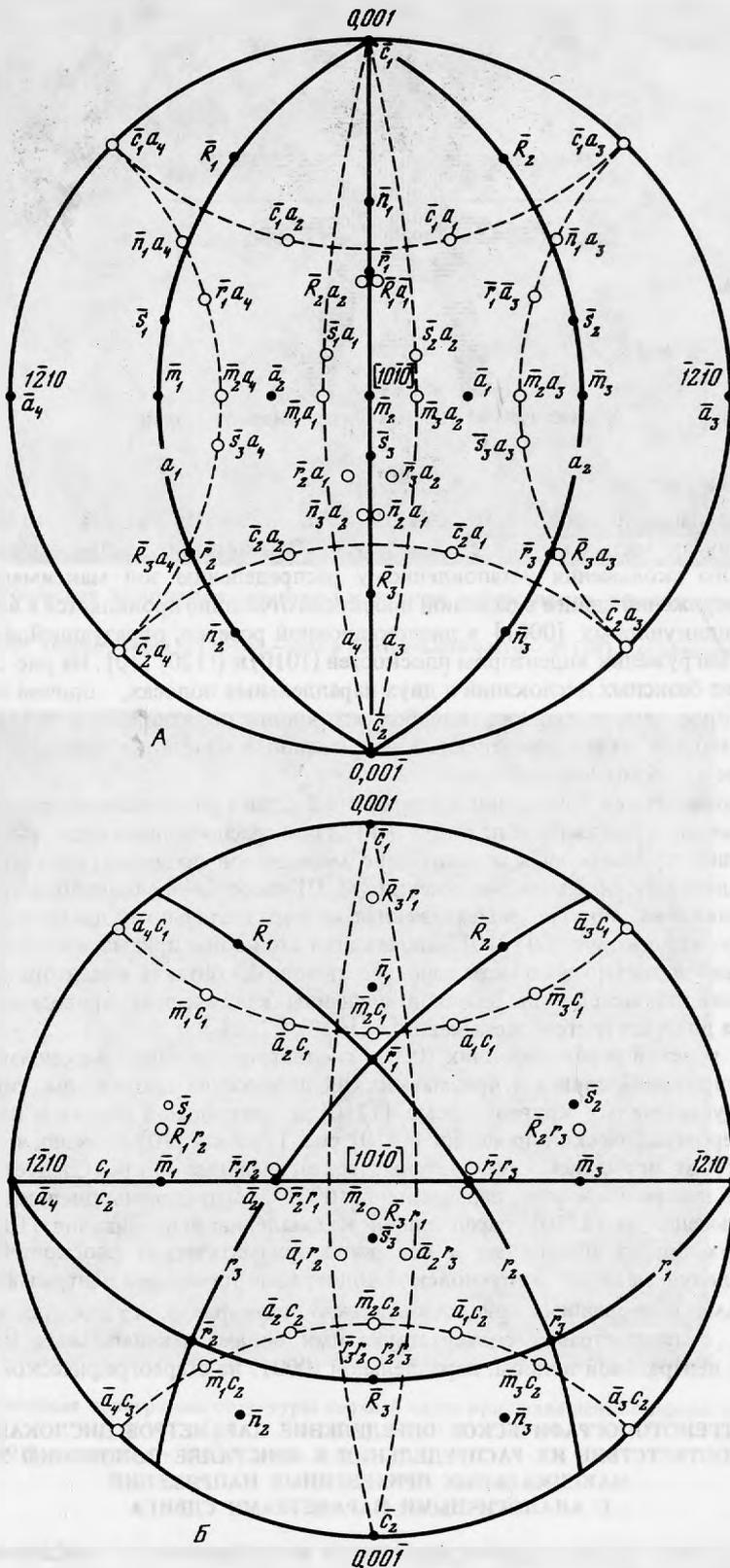
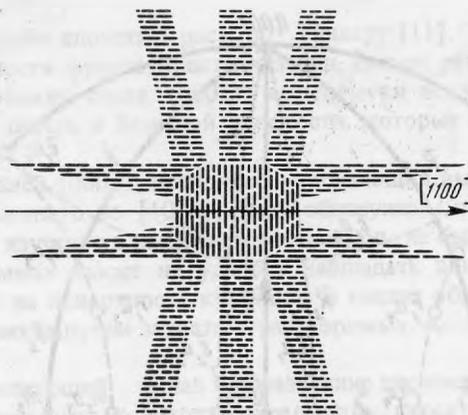


Рис. 1. Стереографическая проекция максимальных приведенных напряжений, соответствующих тригональному (А), базисному и ромбоэдрическому скольжениям (Б):

$\bar{R}_1 - [1\bar{1}02]$ ;  $\bar{R}_2 - [01\bar{1}2]$ ;  $\bar{R}_3 - [10\bar{1}2]$ ;  $\bar{r}_1 - [10\bar{1}1]$ ;  $\bar{r}_1 - [10\bar{1}1]$ ;  $\bar{r}_2 - [1\bar{1}0\bar{1}]$ ;  $\bar{r}_2 - [1\bar{1}0\bar{1}]$ ;  $\bar{r}_3 - [01\bar{1}1]$ ;  $\bar{r}_3 - [01\bar{1}1]$ ;  $\bar{S}_1 - [2201]$ ;  $\bar{S}_2 - [0221]$ ;  $\bar{S}_3 - [202\bar{1}]$ ;  $\bar{m}_1 - [1\bar{1}00]$ ;  $\bar{m}_2 - [10\bar{1}0]$ ;  $\bar{m}_3 - [01\bar{1}0]$ ;  $\bar{a}_1 - [1120]$ ;  $\bar{a}_2 - (2\bar{1}10)$ ;  $\bar{a}_3 - [21\bar{1}0]$ ;  $\bar{a}_3 - [12\bar{1}0]$ ;  $\bar{a}_4 - [1\bar{2}10]$ ;  $\bar{a}_4 - [1\bar{2}10]$ ;  $\bar{n}_1 - [10\bar{1}2]$ ;  $\bar{n}_2 - [1\bar{1}02]$ ;  $\bar{n}_3 - [01\bar{1}2]$



Пластическая деформация при индентировании плоскости  $\{11\bar{2}0\}\{10\bar{1}\}$

(рис. 1,Б) в направлениях  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  и  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  распределены в интервале углов  $35-50^\circ$  по двум конусам малых кругов с осью  $[0001]$ . Соответствие распределения дислокаций базисного скольжения установленному распределению зон максимальных приведенных напряжений сдвига в базисной плоскости отчетливо проявляется в виде двух лучей перпендикулярных  $[0001]$  в дислокационной розетке, образующейся при сосредоточенном нагружении индентором плоскостей  $\{10\bar{1}0\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$   $[10]$ . На рис. 2 показано распределение базисных дислокаций в двух параллельных полосах, причем внутренние края этих полос явно имеют вид гипербол, что вполне понятно, так как характер распределения максимальных приведенных напряжений в пластинке примерно повторяет их положение на гномонической проекции.

Зоны максимальных приведенных напряжений сдвига для основных призматических систем скольжения, показанные на рис. 1. (А), также распределены весьма закономерно и симметрично сгруппированы относительно меридианной проекции, соответствующим трем эквивалентным системам скольжения  $\{11\bar{2}0\}$ . Имеется еще одна область призматического скольжения типа  $\bar{m}a$ , расположенная по горизонтальному диаметру стереографической проекции корунда  $[10\bar{1}0]$ . Дислокации этой зоны призматического скольжения проявляются только в области непосредственного контакта индентора с образцом (рис. 2), очевидно, вследствие большой величины критических приведенных напряжений сдвига для этих систем скольжения —  $\langle 10\bar{1}0 \rangle / \{11\bar{2}0\}$ .

Три луча розетки в направлениях  $\langle 0001 \rangle$  соответствуют зонам максимальных приведенных напряжений сдвига в призматических плоскостях скольжения, распределенным по конусам малых кругов с осью  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  к центральной полосе в направлении  $\langle 0001 \rangle$  на стереографической проекции  $[10\bar{1}0]$  рис. 1, хотя в  $[10]$  указано, что в направлении  $[0001]$  от источника идут базисные гексагональные петли. Следует также отметить, что в центральной зоне, параллельной  $\langle 0001 \rangle$ , распределены дислокации с плоскостью скольжения не  $(\bar{1}2\bar{1}0)$ , параллельной направлению выращивания  $[10\bar{1}0]$ , а дислокации двух других наклонных к оси роста призматических плоскостей  $(11\bar{2}0)$  и  $(2\bar{1}\bar{1}0)$ . Исследуя методом рентгеновской топографии пластинки центральных сечений  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  весьма совершенных кристаллов, можно подтвердить, что для них характерны дислокации с параметрами, соответствующими зонам максимальных критических напряжений центральной полосы, параллельной  $\langle 0001 \rangle$  на стереографической проекции.

**РЕНТГЕНОТОПОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДИСЛОКАЦИЙ И СООТВЕТСТВИЕ ИХ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ В КРИСТАЛЛЕ ПОЛОЖЕНИЮ ЗОН МАКСИМАЛЬНЫХ ПРИВЕДЕННЫХ НАПРЯЖЕНИЙ С АНАЛОГИЧНЫМИ ПАРАМЕТРАМИ СДВИГА**

В соответствии с установленным характером распределения зон максимальных приведенных напряжений сдвига дислокации, соответствующие призматическому скольжению, удобнее наблюдать в продольном сечении  $(\bar{1}2\bar{1}0)$ , проходящем через центр кристалла.

При этом в таком сечении будут сосредоточены дислокации, компланарные не параллельной этому сечению плоскости  $(\bar{1}2\bar{1}0) - a_3$ , а двум смежным с ней наклонным

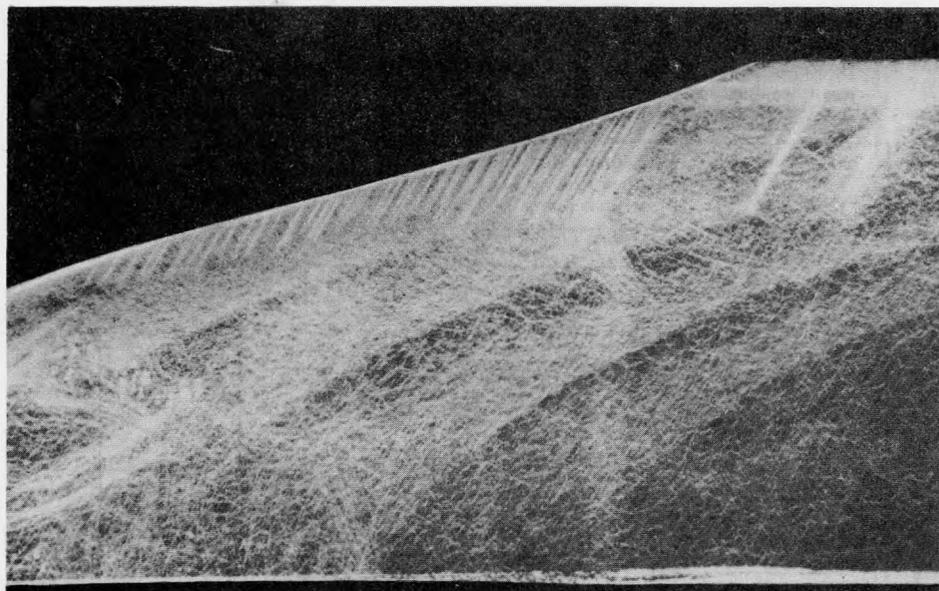


Рис. 3. Рентгеновская топограмма структуры кристалла лейкосапфира, декантированного из расплава

Направление выращивания —  $[10\bar{1}0]$ , срез в центральной части —  $(\bar{1}2\bar{1}0)$ , отражение —  $(20\bar{2}0)$

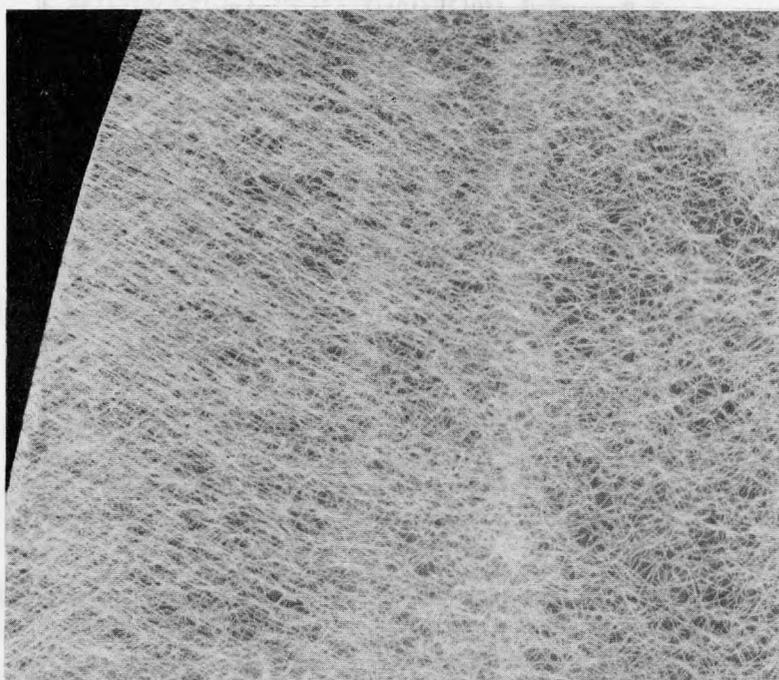


Рис. 4. Рентгеновская топограмма структуры верхней части кристалла лейкосапфира, выращенного по  $[10\bar{1}0]$

Срез —  $(0001)$ , отражение —  $(20\bar{2}0)$ , увел. 6,5

плоскостям  $(11\bar{2}0) - a_1$  и  $(2\bar{1}\bar{1}0) - a_2$ . Проекция одноименных дислокаций типа  $\bar{R}_1 a_1$  и  $\bar{R}_2 a_2$  в пластинке центрального сечения совпадают, но условия контраста будут разные.

Положение проекции дислокаций наклонных призматических систем скольжения в центральном срезе  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  можно определить по пересечению с вертикальным диаметром проекции  $[10\bar{1}0]$  меридиана, соединяющего точки соответствующих дислокацион-

Таблица 2

Положение дислокаций, соответствующих максимальным приведенным напряжениям, в центральном срезе  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  (рис. 1) и их проекции на топограмме (рис. 3).

Угол между $\bar{b}, \bar{T}$ и осью роста	Угол между проекцией $\bar{b}, \bar{T}$ на $(\bar{1}2\bar{1}0)$ и осью роста	Ориентация дислокаций на топограмме среза $(\bar{1}2\bar{1}0)$
1	2	3
1. Дислокации $[01\bar{1}\bar{1}] (\bar{1}\bar{1}0\bar{1}); [1\bar{1}0\bar{1}] (01\bar{1}\bar{1})$ ( $\bar{r}_3\bar{r}_2, \bar{T}_2\bar{r}_3$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 67^\circ$ $\bar{T} [10\bar{1}0] = 72^\circ$ $\bar{T}_s [10\bar{1}0] = 67^\circ$	Пр $\bar{b} [10\bar{1}0] = 59^\circ$ Пр $\bar{T} [10\bar{1}0] = 68^\circ$	
2. Дислокации $[\bar{1}0\bar{1}0] (0001); [10\bar{1}0] (0001)$ ( $m_2c_2, m_2c_1$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 0$ $\bar{T} [10\bar{1}0] = 90^\circ$ $\bar{T}_s [10\bar{1}0] = 0$	Пр $\bar{b} [10\bar{1}0] = 0$ Пр $\bar{T} [10\bar{1}0] = 90^\circ$	
3. Дислокации $[\bar{1}0\bar{1}2] (10\bar{1}\bar{1})$ ( $\bar{R}_3\bar{r}_1$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 59^\circ$ $\bar{T} [10\bar{1}0] = 31^\circ$ $\bar{T}_s [10\bar{1}0] = 59^\circ$	Пр $\bar{b} [10\bar{1}0] = 59^\circ$ Пр $\bar{T} [10\bar{1}0] = 31^\circ$	
4. Дислокации $[1\bar{1}20] (\bar{1}\bar{1}0\bar{1}); [2\bar{1}\bar{1}0] (01\bar{1}\bar{1})$ ( $\bar{a}_1\bar{r}_2, \bar{a}_2\bar{r}_3$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 30^\circ$ $\bar{T} [10\bar{1}0] = 90^\circ$ $\bar{T}_s [10\bar{1}0] = 30^\circ$	Пр $\bar{b} [10\bar{1}0] = 0$ Пр $\bar{T} [10\bar{1}0] = 90^\circ$ Пр $\bar{T}_s [10\bar{1}0] = 0$	

ных осей на их плоскостях скольжения  $(11\bar{2}0)$  и  $(2\bar{1}\bar{1}0)$ , поэтому параметры дислокаций можно определить и по условиям контраста, и по углам, образованным дислокациями с реперными направлениями в срезе —  $[10\bar{1}0]$  или  $[0001]$ .

В другом центральном продольном срезе  $(0001)$ , соответствующему горизонтальному диаметру проекции  $[10\bar{1}0]$  должны быть локализованы как петли базисных дислокаций  $[12]$ , так и дислокации призматических систем скольжения  $\langle 10\bar{1}0 \rangle \{11\bar{2}0\} (ma)$ .

По параметрам дислокаций, выявленных в центральных продольных срезах можно определить ориентацию максимальных приведенных напряжений сдвига.

В поперечных срезах  $(10\bar{1}0)$  распределение дислокаций должно быть значительно сложнее, чем в продольных срезах, так как оно отражает наложение систем всех зон максимальных приведенных напряжений сдвига базисного, призматического и ромбоэдрического скольжения. Однако на топограммах поперечных срезов  $(10\bar{1}0)$ , снятых в отражении  $(0002)$ , должны погаснуть все базисные дислокации  $\langle 10\bar{1}0 \rangle (0001)$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$  и часть дислокаций призматических систем  $\langle 10\bar{1}0 \rangle \{11\bar{2}0\}$ , а также сильно

Т а б л и ц а 2 (окончание)

1	2	3
5. Дислокации $[\bar{1}10\bar{2}] (1\bar{1}20); [0\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (2\bar{1}\bar{1}0)$ ( $n_2a_1, n_3a_2$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 74^\circ$ $Te [10\bar{1}0] = 65^\circ$ $Ts [10\bar{1}0] = 74^\circ$	$Pr \bar{b} [10\bar{1}0] = 72^\circ$ $Pr Te [10\bar{1}0] = 50^\circ$	
6. Дислокации $[\bar{1}10\bar{1}] (1\bar{1}20); [0\bar{1}\bar{1}\bar{1}] (2\bar{1}\bar{1}0)$ ( $\bar{r}_2a_1, \bar{r}_3a_2$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 67^\circ$ $Te [10\bar{1}0] = 72^\circ$ $Ts [10\bar{1}0] = 67^\circ$	$Pr \bar{b} [10\bar{1}0] = 59^\circ$ $Pr Te [10\bar{1}0] = 68^\circ$	
7. Дислокации $[\bar{2}\bar{2}0\bar{1}] (1\bar{1}\bar{2}0); [0\bar{2}\bar{2}\bar{1}] (2\bar{1}\bar{1}0)$ ( $\bar{s}_1a_1, \bar{s}_2a_2$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 62^\circ$ $Te [10\bar{1}0] = 81^\circ$ $Ts [10\bar{1}0] = 62^\circ$	$Pr \bar{b} [10\bar{1}0] = 33^\circ$ $Pr Te [10\bar{1}0] = 81^\circ$	
8. Дислокации $[\bar{1}10\bar{2}] (1\bar{1}20); [0\bar{1}\bar{1}\bar{2}] (2\bar{1}\bar{1}0)$ ( $\bar{R}_1a_1, \bar{R}_2a_2$ )		
$\bar{b} [10\bar{1}0] = 74^\circ$ $Te [10\bar{1}0] = 65^\circ$ $Ts [10\bar{1}0] = 74^\circ$	$Pr \bar{b} [10\bar{1}0] = 72^\circ$ $Pr Te [10\bar{1}0] = 51^\circ$ $Pr Ts [10\bar{1}0] = 72^\circ$	

ослабнет контраст дислокаций  $\bar{S}_1a_1$  и  $\bar{S}_2a_2$  (типа  $\langle 20\bar{2}1 \rangle \{1\bar{1}20\}$ , см. рис. 1). В результате центральная полоса, параллельная (0001), на топограмме  $\bar{g} = 0002$  должна быть практически свободной от дислокаций. Поэтому реальную плотность дислокаций в поперечных сечениях (1010) следует определять в отражениях (2240), (2420), (0220) и (2200).

На рис. 3 представлена топограмма центрального среза ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ), сделанного из нижней части кристалла, деконтированного из расплава. На периферии среза кристалла видны системы скольжения, сильно проявившиеся на топограмме. Эти системы скольжения не характерны для условий стационарного роста, они появились вследствие резкого увеличения термических напряжений при отрыве кристалла от расплава. На рис. 3 показаны также другие типы дислокаций, характерные для стационарного роста и соответствующие ранее установленному распределению зон максимальных приведенных напряжений сдвига в центральном срезе (1210). В табл. 2 приведены ориентация и углы между проекциями дислокаций и осью роста [1010] на срезе (1210), что облегчает идентификацию типов дислокаций в этих срезах. Из сопоставления топограммы на рис. 3 с табл. 2 видно, что в дислокационной структуре центрального среза ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ) представлены в основном все типы дислокаций в соответствии со схемой распределения зон максимальных приведенных напряжений (рис. 2).

Топограмма другого центрального среза — (0001) ( $\bar{g} = 2240$ ), соответствующего стадии разрачивания конуса, представлена на рис. 4. На периферии кристалла отчетливо видны две системы прямолинейных дислокаций  $\langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$ , одна из которых

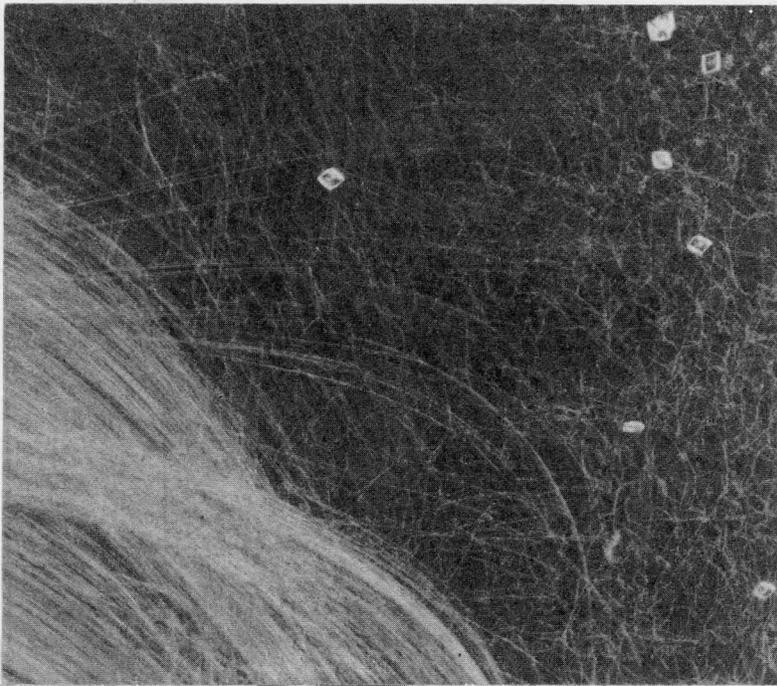


Рис. 5. Рентгеновская топограмма структуры нижней части кристалла лейкосапфира, выращенного по  $[10\bar{1}0]$ .

Срез —  $(0001)$ , отражение —  $(0\bar{2}20)$ , увел. 6,5

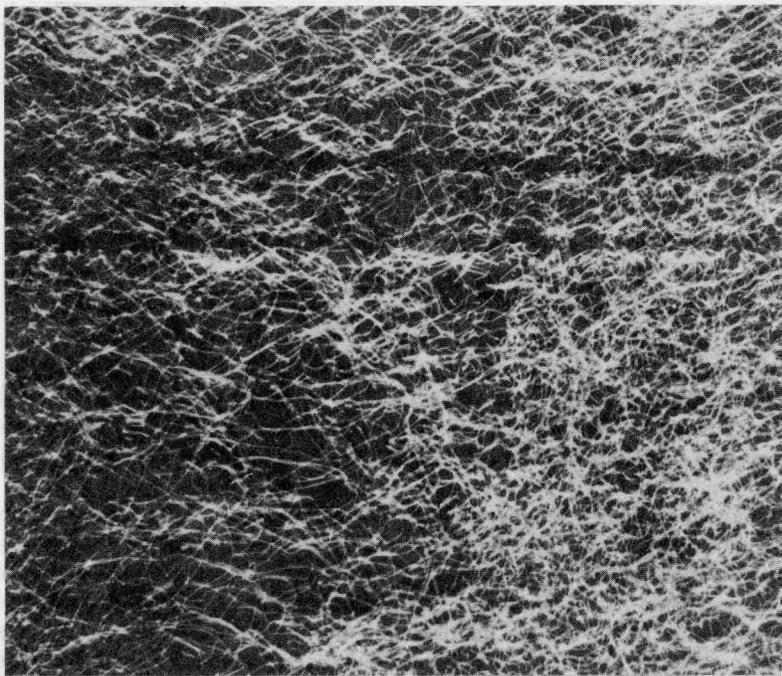


Рис. 6. Рентгеновская топограмма структуры средней части кристалла лейкосапфира, выращенного по  $[10\bar{1}0]$

Срез —  $(0001)$ , отражение —  $(20\bar{2}0)$

$[11\bar{2}0]$   $(0001)$  (краевой ориентации параллельно оси роста) гаснет в отражении  $(20\bar{2}0)$ . На топограммах этого среза, снятых в других отражениях, отчетливо видно, что по всей площади среза образуются базисные дислокационные петли. На рис. 4 они видны в центральной части среза. На топограммах, снятых с центральных срезов  $(0001)$ , сделанных в зоне стабильного диаметра, скольжение в системах  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$   $(0001)$  менее вы-

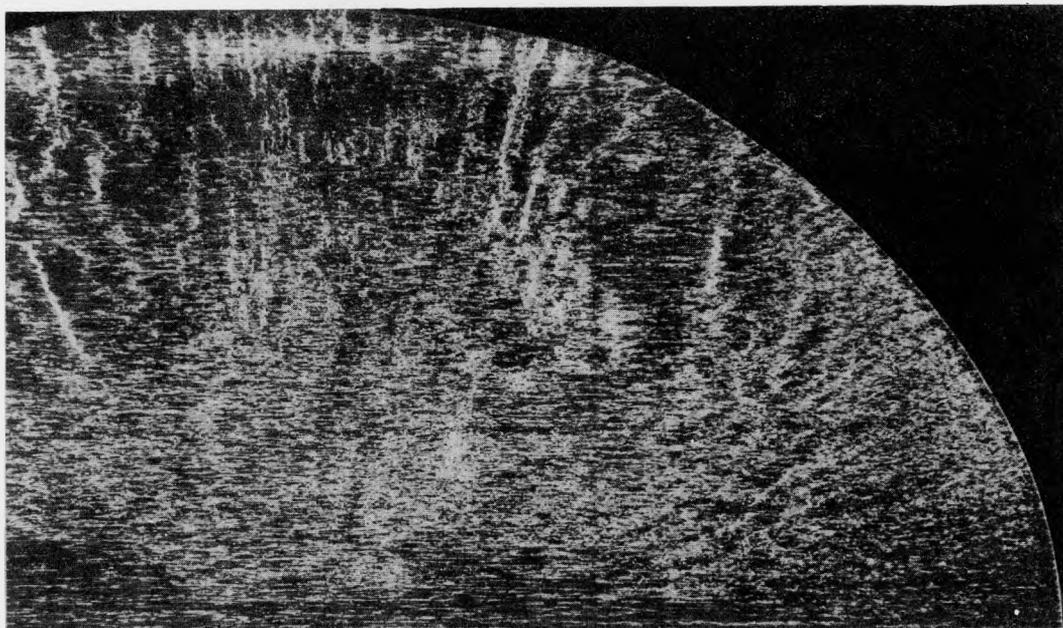


Рис. 7. Дислокационная структура, выявленная рентгеновской топографией, поперечного среза кристалла лейкосапфира  
 Направление выращивания —  $[10\bar{1}0]$ , отражение —  $(2240)$

ражено и наблюдается образование типичных для базисного скольжения дислокационных петель. Область в середине такого центрального среза  $(0001)$  практически свободна от дислокаций, что подтверждается прямолинейностью краевых дислокаций  $[10\bar{1}0]$   $(0001)$ , образованных надавливанием кристалла на дно тигля (рис. 5).

Более тонкая структура петель базисных и геликоидальных дислокаций показана на топограмме средней части центрального среза  $(0001)$ , снятой в отражении  $(2020)$  (рис. 6). Отчетливо видно, что для базисных дислокаций корунда характерно переползание вследствие взаимодействия дислокаций с дефектами, что подтверждается преобразованием винтовых дислокаций в геликоиды и перемещением краевых дислокаций  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$   $(0001)$  в соседние плоскости  $(0001)$ .

Характер ослабления контраста дислокаций на топограммах поперечных сечений  $(10\bar{1}0)$  также полностью соответствует распределению зон максимальных приведенных напряжений сдвига в кристаллах корунда с осью роста по  $[10\bar{1}0]$ . По схеме, представленной на рис. 1, видно, что можно ослабить контраст дислокаций в поперечном срезе  $(10\bar{1}0)$ , снимая в отражениях  $(0002)$  и  $(\bar{2}4\bar{2}0)$ . Съемка топограмм этого среза в отражениях  $(2240)$  и  $(42\bar{2}0)$  мало изменяет контраст дислокации в центре сечения, но понижает контраст дислокаций в широких полосах, образующих в направлении  $[0001]$  угол  $35-45^\circ$ . На топограмме половины поперечного среза  $(10\bar{1}0)$ , снятой в отражении  $(2240)$  (рис. 7) видна слабодислокационная полоса в направлении  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  (для нее выполнялось условие контраста  $\bar{g}\bar{b} \neq 0$ ) и заметное ослабление контраста в полосах, образующих с направлением  $[0001]$  угол  $35-40^\circ$ .

#### ХАРАКТЕР ПРЕОБЛАДАЮЩЕЙ ОРИЕНТАЦИИ ТЕРМИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В КРИСТАЛЛАХ КОРУНДА

Установленное соответствие параметров дислокаций в центральных срезах  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  и  $(0001)$  системам скольжения зон максимальных приведенных напряжений в этих срезах, позволяет сделать вывод о наличии небольшой величины термических напряжений, так как соответствующее пластическое течение в этих кристаллах наблюдается только в узких областях максимальных значений фактора Шмида. Именно этим объясняется отсутствие в указанных центральных срезах дислокаций с параметрами, соответствующими системам скольжения зон максимальных приведенных напряжений, распределенных вблизи наклонных к оси проекции  $[10\bar{1}0]$  плоскостей  $(2\bar{1}\bar{1}0)$  и  $(1120)$  (рис. 1). И наоборот, когда при деконтации кристалла из расплава термические напряжения резко возросли, в его центральном срезе  $(\bar{1}2\bar{1}0)$  появились "посторонние"

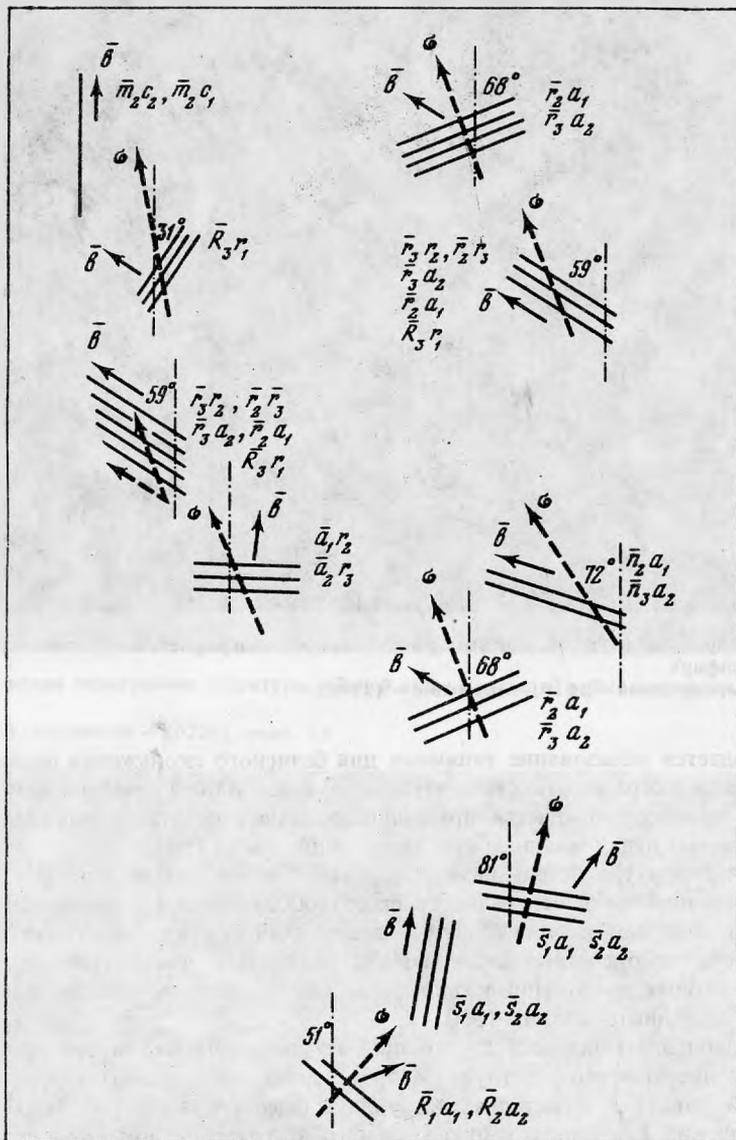


Рис. 8. Схема основных дислокационных систем и соответствующих им максимальных приведенных напряжений в центральном срезе  $(\bar{1}\bar{2}10)$  кристалла, выращенного по  $[10\bar{1}0]$ :

$\bar{b}$  — направление вектора Бюргерса;  $\sigma$  — направление приведенных напряжений;  $R, n, m, a, r, c, s, o$  — параметры дислокаций, соответствующие рис. 1

для этого среза дислокации базисного скольжения  $[2\bar{1}\bar{1}0], [11\bar{2}0]$   $(0001)$ , а область ромбоздрического скольжения  $\bar{R}_3r_1/[10\bar{1}\bar{2}]$   $(10\bar{1}1)$  резко увеличилась и проявилась на топограммах срезов  $(0001)$  и  $(11\bar{2}0)$ .

Таким образом, допуская изотропный характер термических напряжений в корунде по проекциям зон максимальных приведенных напряжений, можно определить наклон скалывающих напряжений относительно оси роста  $[10\bar{1}0]$  на разных стадиях выращивания кристалла по конусам малых кругов, кооксиальных основной проекции  $[10\bar{1}0]$  и проходящих через максимумы значений  $m$ .

На рис. 8 представлена схема центрального сечения  $(\bar{1}\bar{2}10)$  с ориентацией дислокаций, выявленных на топограмме рис. 3. Для каждой системы дислокаций с указанными параметрами скольжения на этой схеме нанесена ориентация скалывающих термических напряжений в этом срезе. Учитывая характер их ориентации, можно сделать вывод о преимущественно осевой направленности тепловых потоков.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Шмид Е., Боас В. Пластичность кристаллов в особенности металлических. М.; Л.: ГОНТИ, 1938.
2. Миаввидский М.Г., Освенский В.Б. Получение совершенных кристаллов. – В кн.: Проблемы современной кристаллографии. М.: Наука, 1975.
3. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972.
4. Хартман П. Структурная морфология корунда. – Зап. Всесоюз. минерал. о-ва, 1962, ч. 91, вып. 6.
5. Eshelby I.D., Read W.T., Shockley W. Anisotropic elasticity with applications to dislocation theory. – Acta Metallurgica, 1953, vol. 1.
6. Foreman A.I.E. The elastic energy of a rhombus-shaped dislocation loop. – Acta Metallurgica, 1955, vol. 3.
7. Heinisch H.L., Sines Jr.G., Goodman J.W. Elastic stresses and self-energies of dislocation in anisotropic media: olivine, orthopyroxene, calcite and quartz. – J. of Geophys. Res., 1975, vol. 80, N 14.
8. Най Дж. Физические свойства кристаллов. М.: Мир, 1967.
9. Предводителев А.А., Троицкий О.А. Дислокации и точечные дефекты гексагональных кристаллов. М.: Атомиздат, 1976.
10. Классен-Неклюдова М.В., Богдасаров Х.С. и др. Рубин и сапфир. М.: Наука, 1974.
11. Тиллер У. Образование дислокаций при росте кристаллов из расплава. – В кн.: Элементарные процессы роста кристаллов. М.: Изд-во иностр. лит., 1959.
12. Левшин Е.С., Бульенков Н.А., Макеев Х.И. Особенности морфологии корунда, выращенного методом Чохральского. – В кн.: Новые данные о минералах СССР. М.: Наука, 1979 вып. 28.

УДК 549.324.42

Р.А. ВИНОГРАДОВА, Л.И. БОЧЕК, О.Л. СВЕШНИКОВА, С.М. САНДОМИРСКАЯ,  
Г.А. КРУТОВ, П. КАШПАР

### СОСТАВ, РЕНТГЕНОСТРУКТУРНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ГЕРСДОРФИТА

Герсдорфит относится к группе кубических сульфоарсенидов кобальта и никеля, являясь никелевым аналогом более распространенного кобальтина. Герсдорфит обычен в гидротермальных арсенидных кобальт-никелевых месторождениях и в более редком своеобразном типе никелин-хромитовых жил; иногда устанавливается в сульфидных медно-никелевых, контактово-метасоматических и гидротермальных месторождениях в составе поздней наложенной никелевой минерализации.

В отличие от кобальтина, герсдорфит, как теперь установлено на его природных и синтезированных образцах, характеризуется сложным составом и вариациями пиритоподобной структуры.

Известно три типа герсдорфита [1–3]: 1)  $Pa\ 3$  – кубический с неупорядоченным распределением мышьяка и серы в гантелях; 2)  $P2_1\ 3$  – кубический с упорядоченным распределением анионов и 3)  $P1$  – псевдокубический (триклинный) с неупорядоченным распределением мышьяка и серы и некоторым смещением анионных гантелей относительно идеальных позиций серы в пирите. Индикаторные для структуры герсдорфита отражения (001) и (011), на его порошковых диаграммах в первом случае отсутствуют, во втором – из них присутствует только отражение (011), и в третьем случае присутствуют оба отражения. Причем в последнем случае интенсивность отражения (001) количественно характеризует степень искажения кубической решетки герсдорфита, что в свою очередь, прямо коррелирует с силой оптической анизотропии [4].

Из данных многочисленных полных анализов герсдорфита [5–14] следует, что они очень редко отвечают стехиометричному герсдорфиту с формулой  $NiAsS$ . Усложнение состава идет за счет: 1) варьирующих содержаний мышьяка и серы; 2) изоморфного замещения никеля кобальтом и железом; 3) изоморфного замещения мышьяка сурьмой.

Значительные колебания в содержании мышьяка и серы выявлены на природных образцах герсдорфита Д. Клеммом [6] – от  $MeAs_{1,6}S_{0,4}$  до  $MeAs_{0,8}S_{1,2}$  и Б. Рознером [7] – от  $MeAs_{1,63}S_{0,37}$  до  $MeAs_{0,95}S_{1,05}$  при изменении атомного отношения As/S от 4,82 до 0,92. Еще значительно эти колебания в герсдорфите, синтезированном при  $700^\circ C$  [15], когда наблюдался непрерывный ряд гомогенных составов от  $NiAs_{1,77}S_{0,23}$  до  $NiAs_{0,77}S_{1,23}$ . Однако для образцов природного герсдорфита в большинстве случаев характерно преобладание мышьяка над серой, а недавно обнаружен и чисто мышьяковый крайний член – крутовит  $NiAs_2$  со структурой упорядоченного герсдорфита  $P2_1\ 3$  [16, 17]. Преобладание серы над мышьяком отмечается в герс-