

CARMELO GIACOVAZZO

CENNI DI TEORIA DINAMICA NEI CRISTALLI IMPERFETTI: STUDIO TOPOGRAFICO DI CAMPIONI DI TOPAZIO E DI GaSe

RIASSUNTO. — Viene dato qualche cenno sulla problematica inerente alla teoria dinamica della diffrazione in cristalli imperfetti. Con maggior dettaglio è descritta la procedura per il calcolo dell'immagine topografica di uno stacking-fault adoperando la teoria di Kato dell'espansione dell'onda incidente in onde piane. I fondamenti della teoria generale di Takagi sono stati riassunti e sono altresì descritte le immagini topografiche dirette, dinamica, intermedia di una dislocazione.

E' inoltre brevemente descritto qualche risultato sperimentale ottenuto dallo studio topografico di campioni di Topazio e di GaSe.

SUMMARY. — A dynamical theory of X-Ray diffraction applied to distorted crystals is briefly presented. In the present paper will be described the Kato's theory of a plane wave expansion of the incident wave to calculate the contrast of a stacking-fault on an X-Ray topograph. The dislocation images-direct, dynamic, intermediary are briefly described and a short account of a generalized form of the dynamical theory as Takagi's theory is briefly done.

Experimental results obtained for Topaz and GaSe specimens are in more detail presented.

Introduzione.

Molti autori hanno studiato la propagazione dei R-X in un cristallo deformato: alcune teorie (Penning e Polder (1961), Kato (1963b, 1964)) conservano nel cristallo la nozione di campo d'onde: essi suppongono che le deformazioni variano con sufficiente lentezza all'interno del cristallo, in misura tale cioè che si possa seguire la traiettoria del campo d'onde attraverso lo spostamento dei punti d'onda sugli stessi rami della superficie di dispersione.

Altri autori (Cowley e Moodie (1957, 1958, 1959); Kato (1963a); Howie e Whelan (1961) « seguono » le deformazioni dividendo il cristallo in lamelle sottili all'interno delle quali la variazione delle diso-

rientazioni è trascurabile (teorie lamellari): ad ogni superficie di separazione provvedono a raccordare le ampiezze totali. Sebbene queste teorie rendono conto delle interazioni fra i campi (frange pendellösung) e danno risultati in buon accordo con l'esperienza, possono a rigori applicarsi solo a difetti di tipo unidimensionale, dipendenti cioè da una sola coordinata spaziale.

Nella teoria di Takagi (1962, 1969), puntualizzata negli aspetti sperimentali da Authier (1968a, b, c) e Taupin (1964), non si fa alcuna ipotesi sul tipo di deformazione, ma solamente sul loro ordine di grandezza: questa teoria, analiticamente più agile della precedente, perde il supporto geometrico della superficie di dispersione complicando così l'interpretazione fisica dei risultati. Balibar (1969) ha esteso la teoria di Takagi mostrando che è possibile mantenere ancora la nozione dei campi d'onda nel caso di un'onda incidente qualsiasi.

Più oltre mostreremo come si possa mettere in relazione, attraverso la teoria dinamica dei R.X., la distribuzione delle intensità sulla superficie d'uscita (figura di diffrazione) con la presenza, all'interno del cristallo, di uno stacking-fault e di una dislocazione. Useremo nel primo caso la teoria di Kato, nel secondo quella di Takagi.

Qualche risultato sperimentale ottenuto su un cristallo naturale (topazio) e un cristallo artificiale (GaSe) sono discussi: è altresì brevemente descritto il diffrattometro di Lang, utilizzato per il lavoro sperimentale.

Figura di diffrazione da stacking-fault.

La fig. 1 schematizza un cristallo diviso in due parti da un difetto planare (stacking-fault); la seconda è traslata di un vettore \mathbf{u} rispetto alla prima.

Per ogni onda piana polarizzata in cui può essere decomposta l'onda sferica il campo d'onda nella regione I è quello descritto nella normale teoria dinamica: due punti d'onda A_1 e A_2 sono eccitati su due rami della superficie di dispersione connessi dalla condizione di continuità tangenziale alla superficie.

Nella regione II ognuna delle 4 onde piane della regione I eccita ancora 4 onde piane, per un totale di sedici onde. La situazione nello spazio reciproco è riportata in fig. 2. Possiamo distinguere fra onde

normali e onde straordinarie: queste ultime sono quelle caratterizzate dal fatto di essere passate da un ramo all'altro della superficie di dispersione. La trattazione in onda sferica impone l'integrazione dei campi d'onda presenti nel settore II del cristallo analogamente a quanto

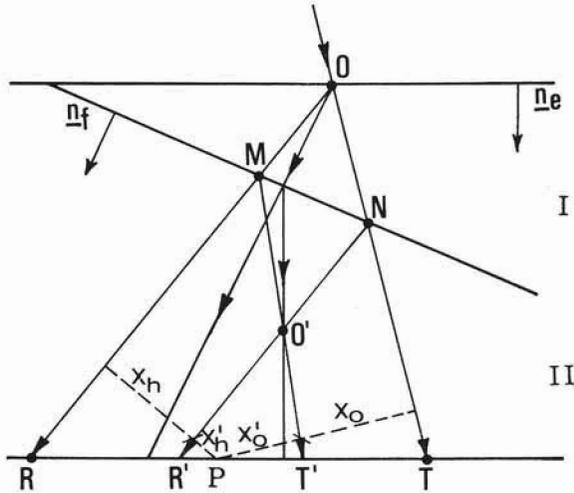


Fig. 1. — Cristallo contenente uno stacking-fault: campi nel triangolo di Borrmann.

si è fatto per la (A-24) (la lettera A sta a denotare il precedente articolo): questa volta però bisogna tener conto che lo sviluppo in serie di Fourier della suscettività elettrica nella parte II è

$$\Phi = \sum_q \Phi_{n_q} \exp - (2 \pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r})$$

dove

$$\Phi_{n_q} = \Phi_{i_q} e^{i\delta}, \quad \delta = 2 \pi \mathbf{h} \cdot \mathbf{u}.$$

Si può mostrare (Kato e altri (1966), Authier (1968d), Authier e altri (1968)) che le onde normali seguono (vedi fig. 1) traiettorie all'interno delle linee OT e OR mentre le onde straordinarie giacciono all'interno dei triangoli MNO' e R'T'O'. La intensità totale in direzione del fascio diffratto misurabile in un punto P (ad esempio sulla superficie d'uscita dei fasci R.X.) è data da

$$I_{t_h} = I_{o_h} + I_{s_h} + I_{ns_h}$$

Se $\delta = 2\pi$ la figura di diffrazione non differisce da quella ricavata nel caso di un cristallo perfetto: lo stacking-fault non risulta osservabile per quell'effetto di diffrazione.

E' proprio questa proprietà che viene impiegata per definire il vettore di traslazione associato ad uno stacking-fault.

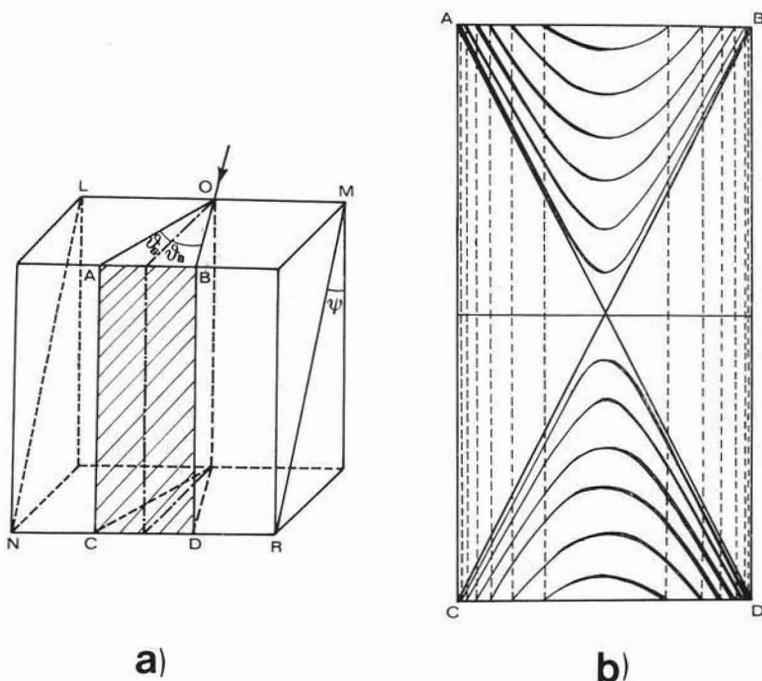


Fig. 3. — Schematizzazione di uno stacking-fault e della relativa figura di diffrazione.

Figura di diffrazione di una dislocazione.

Se l'onda incidente non è più piana, oppure il cristallo è deformato, la funzione d'onde di Bloch del tipo (A-6) non può più costituire una soluzione della (A-5): Takagi (1962, 1969) ha ricercato una soluzione in onde piane di Bloch modificate le cui ampiezze $D_h(r)$ costituissero funzioni complesse « lentamente variabili » delle coordinate

del punto di osservazione, in modo da tenere conto della deformazione locale:

$$(4) \quad \mathbf{D}(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{h}} \mathbf{D}_{\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \exp(-2\pi i \mathbf{k}_{\mathbf{h}} \cdot \mathbf{r})$$

dove $\mathbf{k}_{\mathbf{h}} = \mathbf{k}_0 + \mathbf{h}$ e \mathbf{k}_0 è un vettore di modulo $k_0 \left(1 + \frac{\Phi_0}{2}\right)$.

In un cristallo deformato la suscettività elettrica non è più a rigori sviluppabile in serie di Fourier: un piccolo volume definito dal vettore di posizione \mathbf{r} occupa, dopo una deformazione, la posizione $\mathbf{r} + \mathbf{u}(\mathbf{r})$. Se ammettiamo però che la carica elettrica di ogni piccolo elemento di volume resti costante durante la deformazione, si può stabilire l'equivalenza

$$(5) \quad \Phi'[\mathbf{r} + \mathbf{u}(\mathbf{r})] = \Phi(\mathbf{r})$$

Pertanto nel cristallo deformato si può sviluppare attraverso la

$$(6) \quad \Phi' = \sum_{\mathbf{h}} \Phi'_{\mathbf{h}} \exp(-2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r})$$

dove $\Phi'_{\mathbf{h}} = \Phi_{\mathbf{h}} \exp(2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r}))$.

Sostituendo nella (A-5) le equ. (4) e (5) Takagi ha mostrato che le ampiezze D'_0 e $D'_{\mathbf{h}}$ nel cristallo deformato soddisfano al sistema di equazioni differenziali

$$(7) \quad \begin{cases} \frac{\delta D'_0}{\delta s_0} = + i\pi k c \Phi_{-\mathbf{h}} D'_{\mathbf{h}} \\ \frac{\delta D'_{\mathbf{h}}}{\delta s_{\mathbf{h}}} = - i\pi k c \Phi_{\mathbf{h}} D'_0 + 2\pi i \left[k\beta_{\mathbf{h}} - \frac{\delta}{\delta s_{\mathbf{h}}} (\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) \right] D'_{\mathbf{h}} \end{cases}$$

dove s_0 e $s_{\mathbf{h}}$ sono le componenti di r lungo le direzioni incidente e riflessa e $\beta_{\mathbf{h}} = \frac{|k_{\mathbf{h}}| - |k_0|}{K_0}$; c è il solito fattore di polarizzazione.

Se nel termine $\frac{\delta}{\delta s_{\mathbf{h}}} [\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})]$ si tiene conto (Authier (1966)) delle deformazioni attorno ad una linea di dislocazione (Hirth e Lothe (1968); Friedel (1964)) si può calcolare la ripartizione dell'intensità all'interno del cristallo e sulla superficie d'uscita. In fig. 4 e 5 sono schematicamente rappresentate una dislocazione a vite e una a spigolo: \mathbf{b} indica il vettore di Burgers. Come è noto, i valori di strain dovuti alla dislocazione (gli apici v ed s indicano rispettivamente dislocazione a vite e a spigolo) sono dati da

$$(8) \quad u^v_x = u^v_y = 0 \quad u^v_z = \frac{b}{2\pi} \operatorname{arctg} \frac{y}{x}$$

$$(9) \quad \left\{ \begin{array}{l} u^s_x = \frac{b}{2\pi} \left[\operatorname{arctg} \frac{y}{x} + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)} \right] \\ u^s_y = -\frac{b}{2\pi} \left[\frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \lg(x^2+y^2) + \frac{x^2-y^2}{4(1-\nu)(x^2+y^2)} \right] \\ u^s_z = 0 \end{array} \right.$$

dove ν è il ben noto coefficiente di Poisson, rapporto della contrazione trasversa rispetto alla elongazione in caso di semplice tensione.

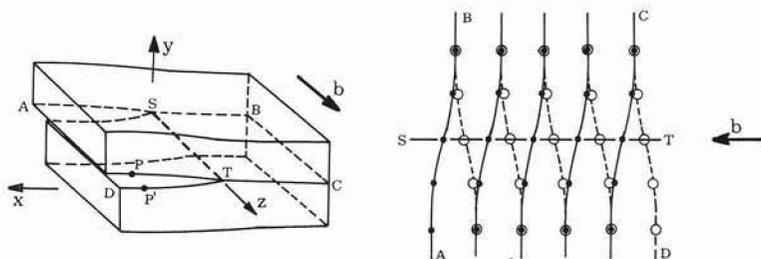


Fig. 4. — Rappresentazione schematica di una dislocazione a vite.

Il calcolo teorico della figura di diffrazione (Taupin 1964, Balibar e Authier 1967) di una dislocazione ha fornito risultati in buon accordo con l'esperienza: in fig. 6 è riportata una schematizzazione ti-

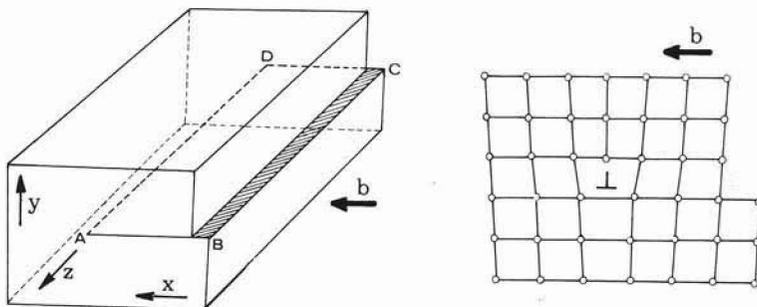


Fig. 5. — Rappresentazione schematica di una dislocazione a spigolo.

pica della distribuzione teorica delle intensità sulla superficie di uscita del cristallo dovuta alla presenza di una dislocazione con componenti non nulle a vite e a spigolo. Si noti il buon accordo con l'immagine

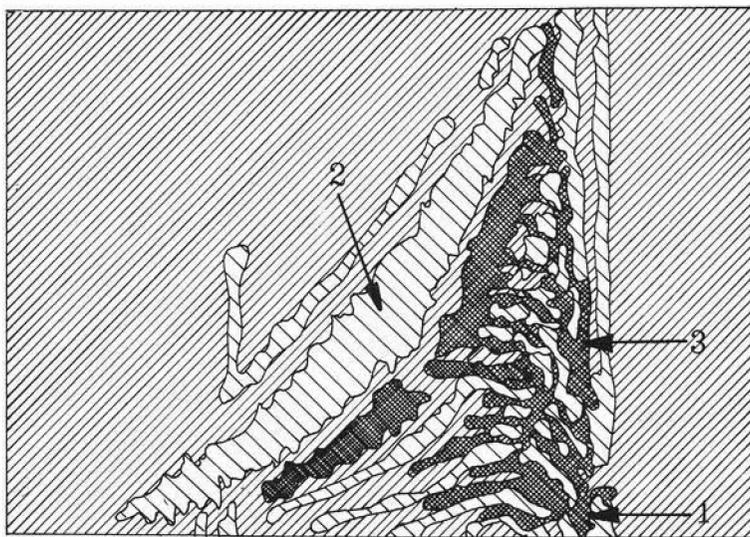


Fig. 6. — Tipica immagine topografica di una dislocazione.

topografica (fig. 7) di una dislocazione con forte componente a spigolo contenuta nel piano (001) osservata per il riflesso (400) in un campione del topazio proveniente dalla Nigeria.



Fig. 7. — Topografia di sezione (ingrandimento $\times 75$), piano riflettente (400).

Nelle figg. 6 e 7 si possono distinguere tre tipi di immagine:

a) l'immagine diretta, di forte intensità, indicata con 1 in fig. 6: si forma corrispondentemente al punto d'incontro fra il fascio diretto e la linea di dislocazione. Solo una piccola frazione del fascio incidente è sotto l'incidenza di Bragg (vedi fig. 8) e si propaga all'interno del triangolo di Borrmann: la maggior parte viene semplicemente trasmessa. Intorno ad una dislocazione le disorientazioni effettive dei piani sono più grandi che nel cristallo perfetto. Ciò produce un forte aumento di radiazione diffratta e quindi un maggior annerimento della lastra fotografica;

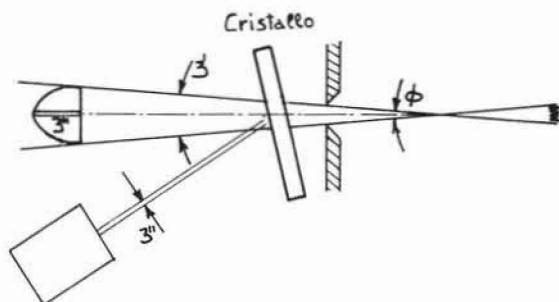


Fig. 8. — Sezione del fascio incidente all'angolo di Bragg.

b) l'immagine dinamica, « ombra » della linea di dislocazione sulla faccia inferiore del cristallo: la linea di dislocazione incontra il piano di incidenza in un punto generico del triangolo di Borrmann e disturba la normale propagazione dei campi d'onda. E' indicata con 2 in fig. 6;

c) l'immagine intermedia, dovuta alla decomposizione, nella zona perturbata della dislocazione, dei campi d'onda nella direzione riflessa e trasmessa: queste componenti danno luogo a nuovi campi d'onda quando rientrano nella zona di buon cristallo. Le frange, caratteristiche di questa immagine, sono indicate con 3 in fig. 6.

Per le (7), se il piano riflettente \mathbf{h} è tale che $\frac{\delta}{\delta s_h} (\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) = 0$ (ad esempio se $\mathbf{h} \perp \mathbf{u}(\mathbf{r})$), la dislocazione non è visibile per quell'ef-

fetto di diffrazione. La condizione generale per la visibilità di una dislocazione (in un cristallo isotropo) è che risulti $\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} = 0$, $\mathbf{h} \cdot \mathbf{n} = 0$, dove \mathbf{b} è il vettore di Burgers e \mathbf{n} è il vettore unitario normale al piano di scorrimento.

Il diffrattometro di Lang.

Un fascio divergente di R.X. è emesso da una macchia focale di altezza h e larghezza w e viene collimato da una fenditura S_1 (vedi fig. 9) sul campione allineato in posizione di Bragg da un opportuno contatore.

Un'altra fenditura S_2 blocca il fascio diretto ma consente il passaggio del fascio diffratto che va così ad impressionare una lastra fotografica.

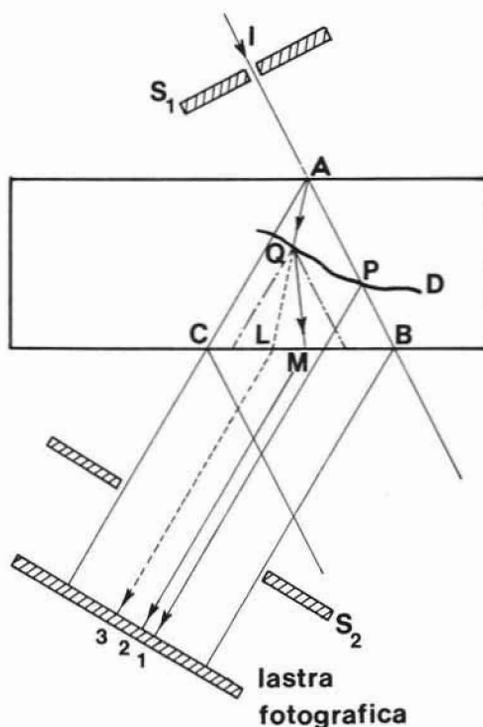


Fig. 9. — Diffrattometro di Lang: 1, 2, 3 indicano sulla lastra fotografica rispettivamente l'immagine diretta, dinamica e intermedia.

La risoluzione dello strumento è determinata in maniera critica dalla sua geometria: la fig. 10 rappresenta il piano di diffrazione, la sorgente R.X. e la lastra fotografica. Dal punto P vengono diffratti solo i raggi che giacciono sulla superficie di un cono con angolo al vertice in P e di ampiezza $90 - \theta_B$. La risoluzione verticale R_v è data da

$$R_v = h L' / L + L'.$$

Con un fuoco ottico quadrato di $150 \mu\text{m}$ di lato, $L' \sim 1 \text{ cm}$ e $L \sim 50 \text{ cm}$, la risoluzione è dell'ordine dei $3 \mu\text{m}$.

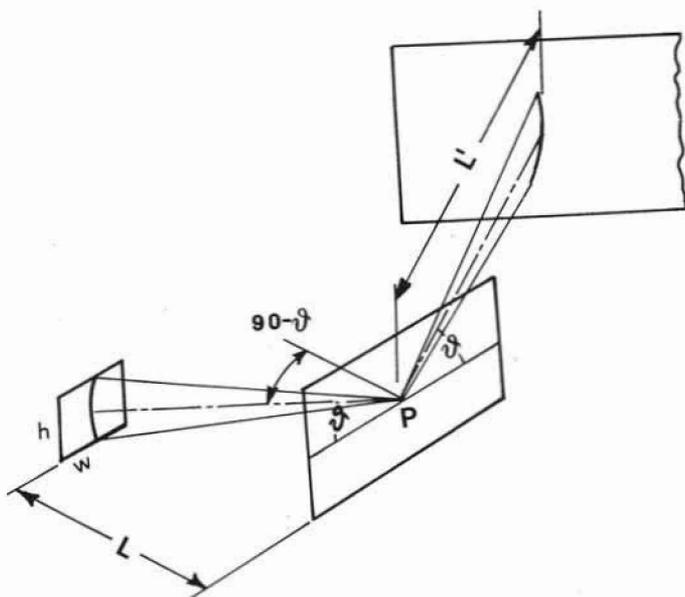


Fig. 10.

Per escludere gli effetti di diffrazione derivanti dalla k_{a_2} , in modo da ottenere sulla lastra un'unica immagine per ogni punto P del campione, è necessario imporre che la divergenza massima orizzontale del fascio incidente sia minore di $\Delta\theta_{k_{a_1} - k_{a_2}}$. Adoperando la MoK_{α} , con una fenditura S_1 di 150μ e $L = 50 \text{ cm}$ si evita la diffrazione della k_{a_2} per $\theta_B > 5^\circ$.

Se si anima il campione e la lastra fotografica di un moto di traslazione, si ha la possibilità di esplorare l'intero cristallo in un'unica esperienza (topografia di traslazione). Si ha così una « mappa » della struttura difettiva del campione e spesso si è in grado di ricostruire la genesi del cristallo.

Il topazio.

Sono stati esaminati topograficamente vari campioni di topazio di diversa perfezione reticolare e provenienza: in questo articolo viene fatto riferimento essenzialmente ad un campione laminare di circa 1 cm^2 di superficie proveniente dalla Nigeria clivato secondo (001) e con uno spessore di mm 1,2. Due topografie di traslazione sono mostrate in fig. 11 e 12: per facilità di riferimento sono state indicizzate in fig. 11 alcune facce del campione.

Il cristallo appare diviso in più « settori di crescita » (ne sono indicati 3 in figura): l'accrescimento del settore 1) è secondo facce di

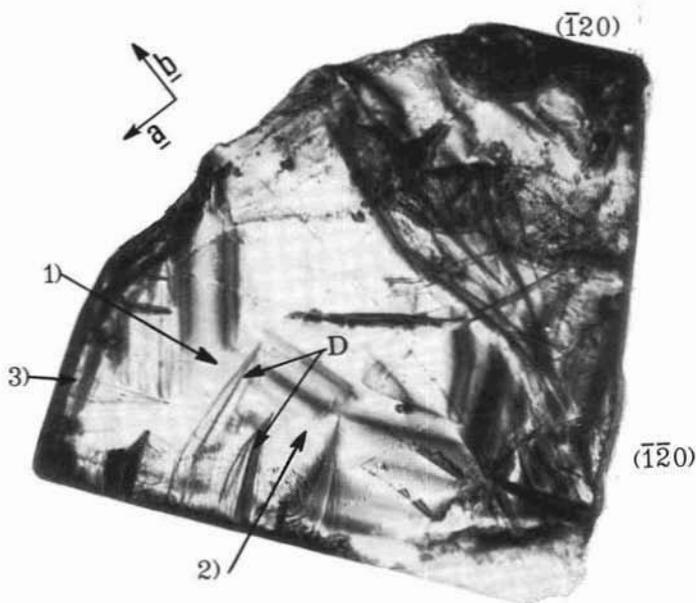


Fig. 11. — Topografia di traslazione (ingrandimento $\times 7$): piano riflettente (110).

tipo $\{110\}$, nei settori 2) e 3) secondo facce $\{120\}$. I bordi fra i diversi settori di accrescimento sono molto probabilmente dovuti a segregazione di impurezze, di cui peraltro si può notare il contrasto topografico. La posizione dei bordi di accrescimento è indicata oltre che dall'aumento locale del contrasto di diffrazione, anche dalla improv-

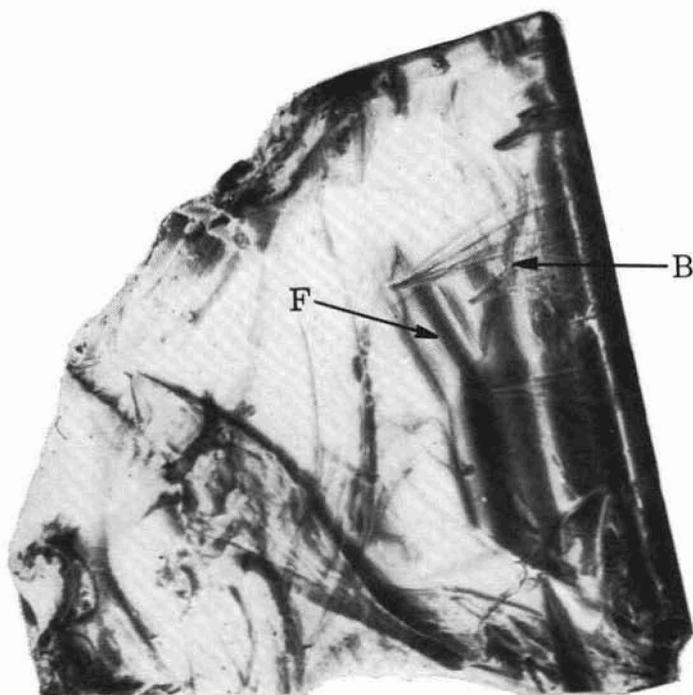


Fig. 12. — Topografia di traslazione: piano riflettente $(\bar{1}20)$.

visa variazione di direzione delle dislocazioni (indicate con D in figura 11). Queste sono dislocazioni di origine eterogenea, cioè dovute al fatto che il cristallo ha inglobato, durante la sua formazione, impurezze di varia natura intorno alle quali il reticolo cristallino non è riuscito a chiudersi perfettamente.

Non tutte le inclusioni, come può anche desumersi dalle figure 11 e 12, danno origine a dislocazioni: lo fanno preferenzialmente quelle che presentano un coefficiente di espansione termica abbastanza diverso da quello della matrice, dato che la temperatura sperimentale è molto diversa da quella di formazione del cristallo.

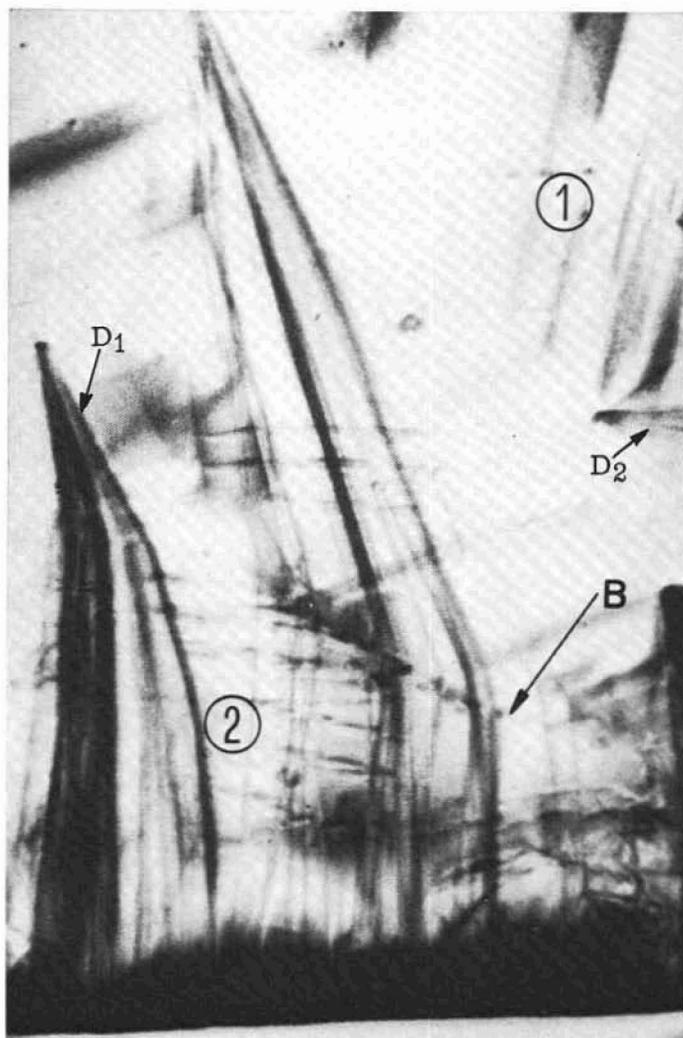


Fig. 13.

La fig. 13 è un ingrandimento della regione cristallina intorno al bordo fra i settori di accrescimento 1 e 2: si noti la variazione di direzione delle dislocazioni e la segregazione di impurezze lungo il bordo. E' inoltre chiaramente visibile il contrasto delle inclusioni che danno luogo al fascio di dislocazioni D_1 e D_2 .

Le dislocazioni così originate, a causa delle reciproche interazioni elastiche, tendono a divergere progressivamente, assumendo la caratteristica configurazione a fascio, e avanzano con l'avanzare del fronte del cristallo. Per minimizzare l'energia elastica ed elettrica loro associata, la loro direzione tende mediamente a mantenersi perpendicolare alla locale superficie di accrescimento. All'esame topografico le dislocazioni osservate hanno mostrato una forte componente del vettore di Burgers nel piano normale alla linea di dislocazione; non si è ancora riusciti a determinare perfettamente l'esatto vettore di Burgers perché il loro contrasto non è mai risultato estinto.



Fig. 14. — Topografia di traslazione: piano riflettente (400).

Le topografie di fig. 11 e 12 mostrano inoltre un sistema molto vario di frange (indicate con F in fig. 12) con direzione parallela ai piani di tipo $\{110\}$ e $\{120\}$. Queste frange sono dovute alla presenza, all'interno del cristallo, di sottili lamine entro cui il cristallo si presenta molto deformato. Abbastanza frequenti nei cristalli naturali (Sauvage e Authier (1965)), la loro origine va ricercata in variazioni delle condizioni termodinamiche dell'ambiente di formazione e nella presenza di impurezze: questi fattori permettono una crescita disordinata e rapida a danno della perfezione reticolare.

Queste zone di « cattivo cristallo » non solo disturbano la normale propagazione dei campi d'onda ma generano nuovi campi d'onda dando luogo a fenomeni molto complessi di interferenza. La fig. 14 rappresenta una topografia di sezione in cui sono chiaramente visibili per il loro elevato contrasto le lamine di cattivo cristallo; irregolarmente spaziate fra di loro, risultano dello spessore di $10-15 \mu\text{m}$, intervallate da frange di tipo *pendellösung*. Le immagini chiare indicate con A sono immagini dinamiche di dislocazioni.

Il GaSe.

Le interessanti proprietà di fotoconduttività, di resistività elettrica, di conduttività termica e di semiconduzione che il GaSe presenta (Bube e Lind (1959), Brebner e Fischer (1962)) sono fortemente influenzate dalla struttura difettiva: è sembrato pertanto di notevole interesse, al fine di poter stabilire utili correlazioni con queste proprietà, studiare mediante topografia a R.X. i difetti reticolari di questo materiale. In particolare sono stati esaminati campioni di una modi-

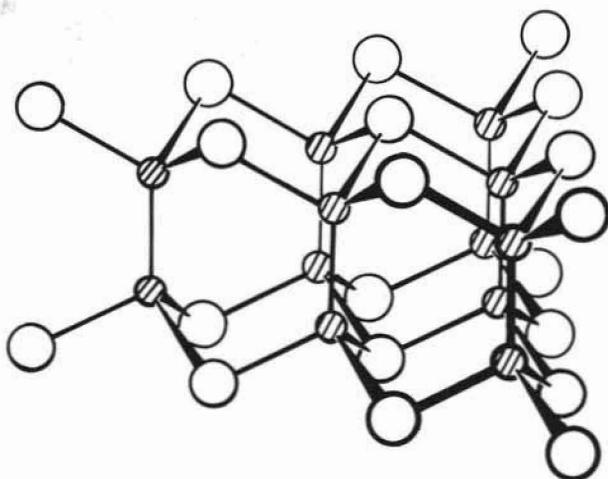


Fig. 15.

ficazione esagonale di GaSe proveniente dai laboratori di crescita del C.S.A.T.A. (Centro Studi e Applicazioni in Tecnologie Avanzate) di Bari, ottenuti da fase vapore con la tecnica del gas di trasporto.

Il GaSe presenta una struttura a strati sotto certi aspetti simile alla struttura della grafite e delle miche: ogni strato (vedi fig. 15) è formato da una combinazione Se-Ga-Ga-Se in cui gli atomi di Ga presentano coordinazione sp^3 tetraedrica, gli atomi di Se coordinazione trigonale p^3 .

L'impiaccamento lungo l'asse c cristallografico è schematizzato in fig. 16, b): la distanza fra uno strato e l'altro è di circa 3 \AA e le forze interstrato sono di tipo Van der Waals. Seguendo Basinski e altri (1963) la successione degli strati lungo c nel cristallo perfetto può essere descritta con la sequenza $a(b), b(c), a(b), b(c)$ dove con a, b, c , viene indicata con la posizione del Se, con $(a), (b), (c)$ quella del Ga.

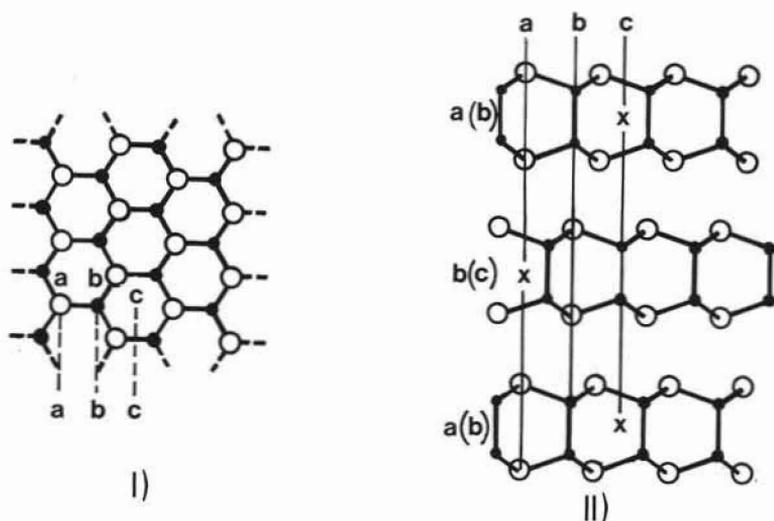


Fig. 16. — a) Coordinazione proiettata sul piano (001) ; b) impiaccamento lungo l'asse c cristallografico.

La labilità dei egami interstrato favorisce, specie nei cristalli cresciuti da fase vapore, una struttura difettiva nei piani $\{0001\}$: in particolare di facile attivazione appare il sistema di scorrimento di tipo $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Una dislocazione unitaria $AB = 1/3 [11\bar{2}0]$, come è noto, può dissociarsi in due dislocazioni parziali secondo la reazione (Hirthe e Lothe), 1968 di tipo $AB = A\sigma + \sigma B$: la distanza fra le due parziali è inversamente proporzionale alla energia dello stacking-fault compreso fra le due dislocazioni.

La fig. 17 ci mostra due tipi di stacking-faults, fisicamente identici, che differiscono fra loro per il piano in cui avviene lo scorrimento:

l'energia collegata alla loro formazione è in realtà molto bassa in quanto la relazione fra i piani giacenti immediatamente sopra e sotto il piano difettivo (b(c) e c(a) in fig. 17, I), a(b) e c(a) in fig. 17, II) è la stessa che nel cristallo perfetto.

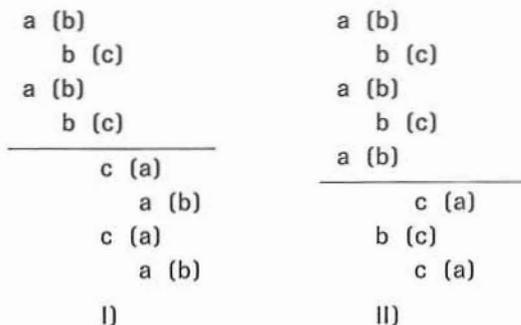


Fig. 17.

Le topografie di traslazione, riportate in fig. 18 e seguenti, costituiscono una verifica sperimentale della dissociazione delle dislocazioni perfette in parziali: la fig. 19 è l'ingrandimento della zona racchiusa nel rettangolo disegnato in fig. 18. Il campione osservato, all'origine probabilmente perfetto, di aspetto laminare secondo (001), di circa $0,1 \text{ cm}^2$ di superficie e con spessore di circa $30 \mu\text{m}$, presenta un si-

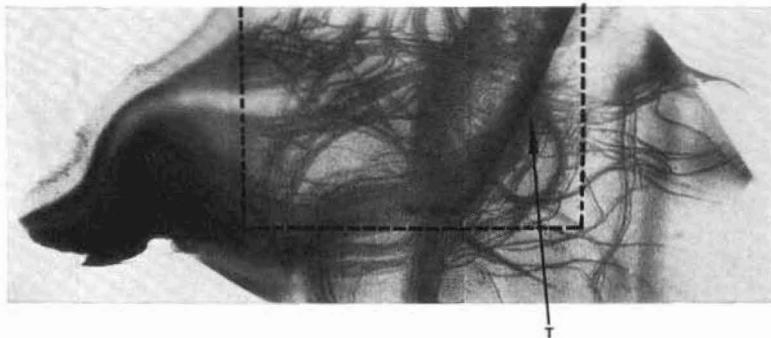


Fig. 18. — Topografia di traslazione: piano riflettente ($11\bar{2}0$) (ingrandimento $\times 34$). La larga fascia nera che attraversa la figura è dovuta ad una imperfezione della lastra fotografica.

stema di dislocazioni basali molto complesso: la loro origine è da addebitarsi, data la bassa energia di attivazione del sistema di scorrimento basale, soprattutto allo stress della manipolazione prima e durante le riprese topografiche. In particolare le zone del cristallo sulle quali agisce direttamente il collante, impiegato per rendere solidale il campione alla testina goniometrica, costituiscono potenti sorgenti di

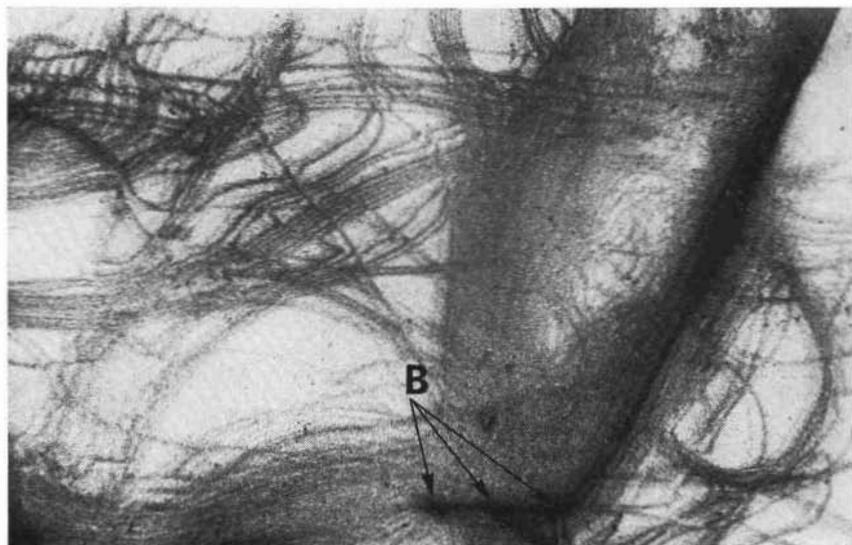


Fig. 19. — Particolare della fig. 18 (ingrandimento $\times 84$): si noti l'aumento di contrasto sul tilt-boundary dovuto alle inclusioni B.

dislocazioni: le rotazioni del cristallo, necessarie per la ripresa dei vari riflessi, facilitano la propagazione del flusso plastico nell'intero corpo del campione.

L'evoluzione del flusso plastico può essere agevolmente seguita attraverso le figg. 18, 20, 21, riprese con gli stessi piani diffrangenti ($11\bar{2}0$) in momenti successivi. Si noti la generazione progressiva delle dislocazioni dalle sorgenti di stress e la continua disorientazione delle porzioni del cristallo a queste più vicine. Spesso non si nota reazione fra differenti dislocazioni: questo è dovuto al fatto che giacciono, e quindi scorrono, su piani diversi.

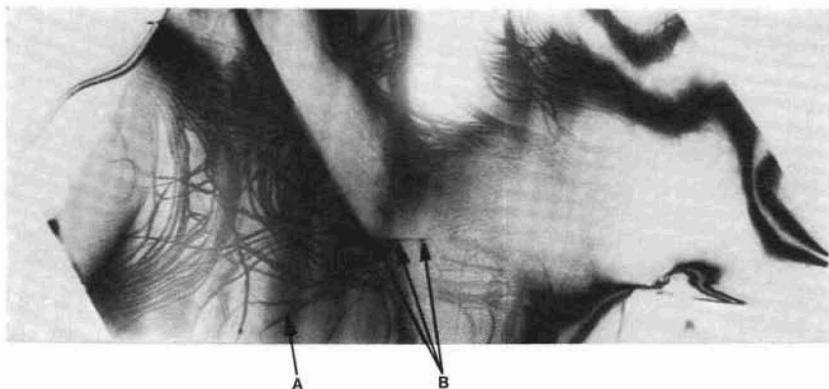


Fig. 20. — Topografia di traslazione: piano riflettente $(11\bar{2}0)$. Con *A* è indicato un fascio di dislocazioni con origine sulle nelusoni giacenti sul tilt-boundary.

Il tilt-boundary, indicato con *T* in fig. 18, composto di due semipiani di tipo $\{1000\}$, frena la propagazione del flusso plastico: i fasci di dislocazioni si accavallano lungo di esso, aggirandolo nella parte inferiore del cristallo. Le inclusioni giacenti sul tilt-boundary indicate con *B* in fig. 19, sono probabilmente dovute a concentrazioni di iodio: su una di esse il tilt-boundary muta direzione, e termina sull'ultima.

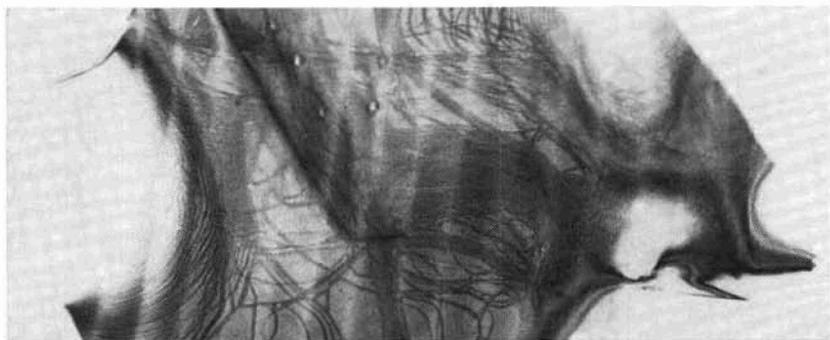


Fig. 21. — Topografia di traslazione: piano riflettente $(11\bar{2}0)$.



Fig. 22. — Topografia di traslazione: piano riflettente ($\bar{2}110$).

Lo stress collegato a queste inclusioni costituisce una sorgente di ulteriori dislocazioni (vedi anche fig. 23) e ne impedisce parzialmente lo scorrimento.



Fig. 23. — Particolare della fig. 22 (ingrandimento $\times 84$).

Ringraziamenti.

La parte sperimentale di questo lavoro è stata eseguita in collaborazione col dr. Eugenio Scandale, ricercatore del C.S.A.T.A. di Bari e il dr. Fernando Scordari: al C.S.A.T.A. va il ringraziamento dell'autore per la collaborazione prestata in tutto il corso della ricerca. Si ringrazia inoltre il dr. Mauro de Gioia per la sistemazione dei disegni e delle figure, e il sig. Giorgio Sala per la cura della parte fotografica.

BIBLIOGRAFIA

- AUTHIER A. (1966) - *Advances in X-Rays Analysis*, 10, 9.
 AUTHIER A., MILNE A. D. e SAUVAGE M. (1968) - *Phys. stat. sol.*, 26, 469.
 AUTHIER A. (1968a) - *Acta Cryst.*, A 24, 126.
 AUTHIER A. (1968b) - *Acta Cryst.*, A 24, 517.
 AUTHIER A. (1968c) - *Acta Cryst.*, A 24, 527.
 AUTHIER A. (1968d) - *Phys. stat. sol.*, 27, 77.
 BALIBAR F. e AUTHIER A. (1967) - *Phys. stat. sol.*, 21, 413.
 BALIBAR F. (1969) - *Acta Cryst.*, A 25, 650.
 BASINSKI Z. S., DOVE D. B. e MOSER E. (1963) - *J. Appl. Phys.*, 34, 469.
 BREBNER J. L. e FISCHER G. (1962) - *Report Int. Conf. Physics of Semiconductors*
 (The Institute of Physics and the Physical Society, London), p. 760.
 BUBE R. H. e LIND E. L. (1959) - *Phys. Rev.*, 115, 1159.
 COWLEY J. H. e MOODIE A. (1957) - *Acta Cryst.*, 10, 609.
 COWLEY J. H. e MOODIE A. (1958) - *Proc. Phys. Soc.*, 71, 533.
 COWLEY J. H. e MOODIE A. (1959) - *Acta Cryst.*, 12, 367.
 FRIEDEL J. (1964) - *Dislocations*. Pergamon Press.
 HIRTH J. P. e LOTHE J. (1968) - *Theory of dislocations*. McGraw-Hill Company.
 HOWE A. e WHELAN M. J. (1961) - *Proc. Roy. Soc.*, A 263, 217.
 KATO N. (1963a) - *Acta Cryst.*, 16, 276.
 KATO N. (1963b) - *J. Phys. Soc. Japan*, 18, 1785.
 KATO N. (1964) - *J. Phys. Soc. Japan*, 19, 67.
 KATO N., USAMI K. e KATAGAWA T. (1966) - *Advances in X-Rays Analysis*, 10, 47.
 PENNING P. e POLDER D. (1961) - *Philips Res. Rep.*, 16, 419.
 SAUVAGE M. e AUTHIER A. (1965) - *Bull. Soc. franc. Minér. Crist.*, 88, 379.
 TAKAGI S. (1962) - *Acta Cryst.*, 15, 1311.
 TAKAGI S. (1969) - *J. Phys. Soc. Japan*, 26, 1239.
 TAUPIN D. (1964) - *Boll. Soc. franç. Minér. Crist.*, 469.

Interventi.

Aurelio Ascoli (CISE, Milano).

Dagli oggetti che possono essere messi in evidenza col metodo di Lang, l'oratore ha escluso i difetti puntiformi perchè troppo piccoli, mentre con lo stesso metodo risultano ben visibili le dislocazioni ed i difetti di impilamento.

Mi domando se la limitazione del metodo non debba considerarsi dovuta più alla bassa intensità del campo di deformazioni generato dal difetto puntiforme, che alla sua piccolezza geometrica. Infatti è nota la tendenza moderna di considerare anche i difetti cosiddetti puntiformi (vacanze, interstiziali, atomi di impurità) come interessanti zone estese di cristallo, a causa dei non trascurabili effetti di rilassazione, i quali peraltro contribuiscono ad abbassare l'intensità del campo di deformazione.

Vacanze rilassate, rilassoni, « crowdion », ecc. sono pur sempre difetti puntiformi anche se possono interessare centinaia o migliaia di atomi e non sono pertanto « piccoli » in senso geometrico. E' tuttavia indubbio che generano campi di deformazione minori dei difetti lineari o comunque estesi.

Risposta.

La tecnica di Lang, come ogni tecnica che lavora in diffrazione, non « vede » il difetto in sé ma la deformazione dei piani reticolari circostanti: dal tipo di « figura di diffrazione » risultante si può risalire alla natura del difetto.

I cosiddetti difetti puntiformi, quando è assente un processo di aggregazione, non producono, su una zona sufficientemente estesa del cristallo (qualche micron almeno), un campo di deformazioni abbastanza intenso da generare una apprezzabile immagine topografica.

Giovanni Ferraris (Ist. Miner. Torino).

Quali sono le caratteristiche dei campioni cristallini utilizzabili con la tecnica di Lang?

Risposta.

Le dimensioni geometriche dei campioni possono variare abbastanza ampiamente: differenziamo, per semplicità, fra superficie e spessore di un campione laminare.

I limiti superiori delle dimensioni superficiali sono legati all'altezza del fascio incidente e alla traslazione massima della piattaforma strumentale cui il campione è solidale: solitamente si studiano campioni da 0,1 cm² in su.

Lo spessore t è invece abbastanza critico: per ottenere buoni risultati con la tecnica normale di Lang il prodotto μt deve risultare compreso fra 1 e 2: μ è il coefficiente di assorbimento lineare del campione.

La perfezione del cristallo deve inoltre risultare abbastanza elevata: la densità delle dislocazioni, ad esempio, deve essere inferiore a 10⁵/cm².