

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1977

04.77.02

CNEA-NT 20/77

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

ANALISIS DE LAZOS DE DISLOCACIONES EN
Al-0.1%Mg IRRADIADO CON NEUTRONES

A.A.Pochettino y M.Ipohorski

BUENOS AIRES

1977

RESUMEN

En el presente trabajo se han analizado los lazos de dislocaciones ($\approx 400 \text{ \AA}$ de diámetro) que aparecen en las micrografías electrónicas de láminas delgadas de Al-0.1% Mg irradiado en un reactor hasta dosis de 5×10^{19} neutrones rápidos/cm², a una temperatura de $\sim 40^\circ\text{C}$. Dos técnicas diferentes de variación de contraste, basadas en distintas definiciones del vector de Burger $\vec{b}$ de un lazo, fueron puestas a punto para la determinación de su naturaleza. Todos los lazos analizados resultaron ser de tipo intersticial, de tamaño menor que los observados en Al puro irradiados con dosis similares. Este hecho es consistente con las hipótesis de la formación del par Mg-vacancia, caracterizado por una gran movilidad en la red del Al.

ABSTRACT

Dislocation loops, $400 \text{ \AA}$ in size, which appear in neutron irradiated Al-0.1% Mg crystals, were analyzed by transmission electron microscopy, after irradiation up to a fluence of 5×10^{19} fast neutrons/cm², at about 40°C . Two different contrast methods were used to determine their nature. Almost all of the analyzed loops turned out to be interstitial in character, similar to those observed in pure Al, but smaller in size. The results obtained are consistent with a lower vacancy annihilation rate due to the formation of Mg-vacancy pairs in the lattice.

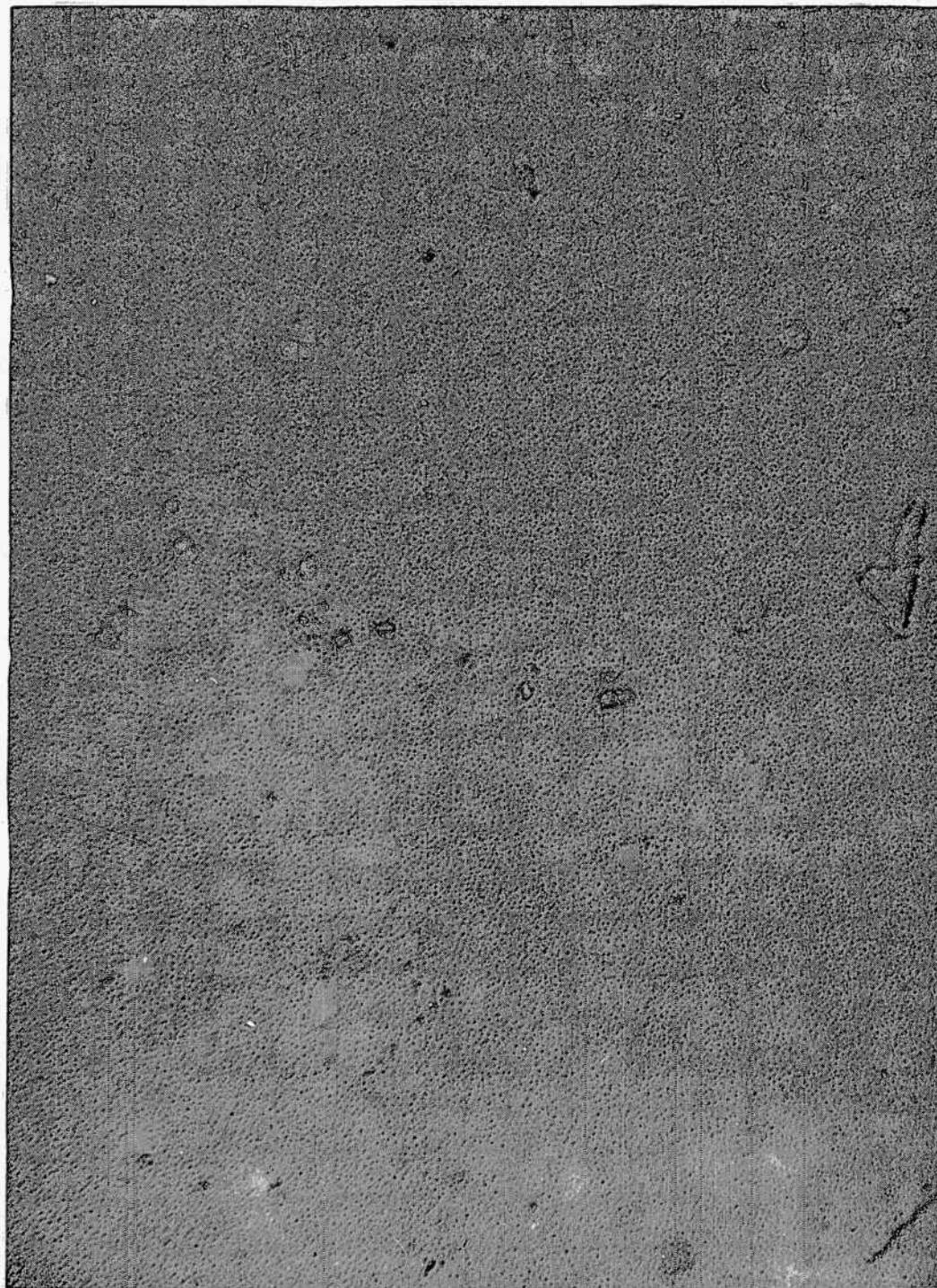


Fig.1 Micrografía electrónica de una lámina delgada de Al-0.1%Mg, irradiada con neutrones rápidos. Se observa una distribución uniforme de lazos cerrados de dislocaciones originados por la nucleación de intersticiales libres producidos durante la irradiación.
M o 75.000 x

I

INTRODUCCION

El efecto de la irradiación sobre las propiedades físicas del Al y sus aleaciones ha sido estudiado por numerosos investigadores mediante diversas técnicas (1)(2). Entre ellas, la microscopía electrónica por transmisión es la que ha permitido la observación directa de los defectos estructurales introducidos. Se han obtenido así imágenes electrónicas de lazos cerrados de dislocaciones, cavidades, burbujas gaseosas, tetrahedros de vacancias, después de irradiar con neutrones, protones o distinto tipo de iones. En el caso particular de irradiación con neutrones rápidos en un reactor, los defectos puntuales producidos (intersticiales, vacancias) se aglomeran en lazos cerrados de dislocaciones de diversos tamaños y en cavidades, estas últimas visibles a dosis altas o después de recocidos posteriores. Aunque desde las primeras observaciones se postuló que los lazos estaban constituidos por aglomeración de intersticiales (3) fué en un trabajo reciente del laboratorio que se demostró mediante técnicas de variación de contraste que los lazos de diámetros superiores a los 1000 Å eran efectivamente de tipo intersticial (4).

En el presente trabajo se ha continuado con estas experiencias, irradiándose esta vez muestras de Al con una adición de 0.1% at. de Mg. Según numerosos autores este último elemento afecta la migración de defectos puntuales en la red del Al y es de esperar por lo tanto diferencias en la estructura final del daño introducido.

Las primeras micrografías obtenidas, Fig.1, muestran una distribución uniforme de lazos de diámetro promedio cercano a los 400 Å, que es menor que el tamaño de los lazos observados en el Al puro. Las técnicas de variación de contraste empleadas anteriormente no son aplicables a lazos de estas dimensiones, y para poder determinar su naturaleza fue necesario recurrir a otro tipo de experiencias sistemáticas de microscopía electrónica. Se describe así el método de Maher y Eyre para análisis de lazos de tamaño comprendido entre 300 y 600 Å, sus aplicaciones así como sus limitaciones, y la metodología seguida para el caso de la aleación Al-0.1%Mg. También se describe a continuación el método recientemente desarrollado por Föll y Wilkens que se basa en una nueva definición del vector de Burger de un lazo, y que no presenta ninguna inseguridad en la interpretación del contraste. Se discuten finalmente los resultados obtenidos.

II ESTUDIO DEL CONTRASTE DE LAZOS DE DISLOCACIONES

Para poder interpretar las imágenes electrónicas de lazos de dislocaciones es necesario adoptar ciertas convenciones para los parámetros que los caracterizan. En el método de análisis de lazos grandes, y en el de Maher y Eyre para lazos medianos, se utilizan las convenciones de Mazey, Barnes y Howie (5). Se define primero un sentido positivo de circulación sobre el lazo, coincidente con el de las agujas del reloj, si el mismo es observado en la dirección y sentido del haz incidente. El sentido positivo del circuito de Burger es entonces el que coincide con el de las agujas del reloj para un observador que se desplaza sobre el lazo en el sentido de circulación positivo definido anteriormente. El vector de Burger del lazo es el segmento que une el punto de partida con el final de este último circuito. De acuerdo a esta definición, denominada regla FS/RH, el vector de Burger de un lazo formado por intersticiales forma siempre un ángulo menor que 90° con el vector $\vec{z}$ de sentido opuesto al del haz incidente, y es entonces $\vec{z} \cdot \vec{b} > 0$, ver p.ej. Fig.1 de la referencia (6).

Según los resultados de distintos autores (7) el contraste de un lazo depende, además de las condiciones particulares de la observación, de su diámetro D y de la distancia de extinción ξ_g , parámetro característico del material en estudio y de la reflexión (hkl) operante. Se pueden distinguir así dos grandes grupos:

- a) Lazos de dislocaciones tales que $D > \xi_g$, normalmente denominados "lazos grandes" en la literatura. Este es el caso de los defectos introducidos por la irradiación con neutrones rápidos en el Al puro, puesto que $\xi_g \approx 560 \text{ \AA}$ para $g = [111]$ y los diámetros de los lazos superan los $1000 \text{ \AA}$ (4). Para su análisis se emplean las técnicas bien conocidas de variación de contraste, siguiendo el esquema de trabajo de Mazey, Barnes y Howie (5).
- b) Lazos que verifican $\xi_g/2 < D < \xi_g$ como los observados en el presente trabajo en las muestras de Al-0.1%Mg irradiado. La determinación de la naturaleza de lazos en este rango requiere un análisis un poco más cuidadoso, de acuerdo a lo establecido por Maher y Eyre (8)(9).

Los cálculos de contraste son similares en ambos casos, y se pueden resumir de la manera siguiente:

- 1) En campo claro, la imagen de un lazo es una línea cerrada, negra sobre fondo blanco, de un ancho comprendido entre unos 100 y $300 \text{ \AA}$,

si la orientación de la lámina delgada es tal que se verifica $s > 0$ para una familia (hkl) de planos cristalinos. El parámetro de desviación s de la posición de Bragg es positivo si los planos (hkl) forman un ángulo mayor que 2θ (Bragg) con el haz incidente.

- 2) El contraste de un lazo de dislocaciones es oscilante si la lámina se orienta en la posición exacta de Bragg ($s = 0$).
- 3) Un lazo caracterizado por su vector de Burger $\vec{b}$ es invisible para aquellas orientaciones de la lámina que verifican

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

Este criterio de invisibilidad es el que permite determinar la dirección de $\vec{b}$.

- 4) Lazos prismáticos contenidos en un plano normal al haz incidente, para los cuales se verifica $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ para todo $\vec{g}$, presentan una imagen residual. Un análisis detallado de las características de imágenes residuales de lazos medianos fue realizada por Maher y Eyre (8)(9).
- 5) De acuerdo a la definición de Mazey, Barnes y Howie del vector de Burger $\vec{b}$, la imagen de un lazo es mayor que su proyección geométrica si la cantidad

$$(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$$

es positiva, y está contenida en su interior si $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ es negativo, ver Fig.2 de la referencia (6). El estudio sistemático de la variación de tamaño de la imagen con el signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ es el que permite determinar el sentido del vector de Burger. Normalmente se mantiene positivo s y se rota la muestra de manera de cambiar $\vec{g}$ a $-\vec{g}$ manteniendo así las condiciones óptimas de visibilidad de defectos.

III METODO DE MAHER Y EYRE PARA EL ANALISIS DE LAZOS MEDIANOS

Maher y Eyre (8)(9) desarrollaron un método sistemático de variación de contraste para determinar la naturaleza de lazos de dislocaciones de diámetro medio, es decir comprendido entre $\xi_g/2$ y ξ_g . La metodología es similar a la usada para lazos grandes: la dirección de $\vec{b}$ se obtiene mediante el criterio de invisibilidad, y luego se de-

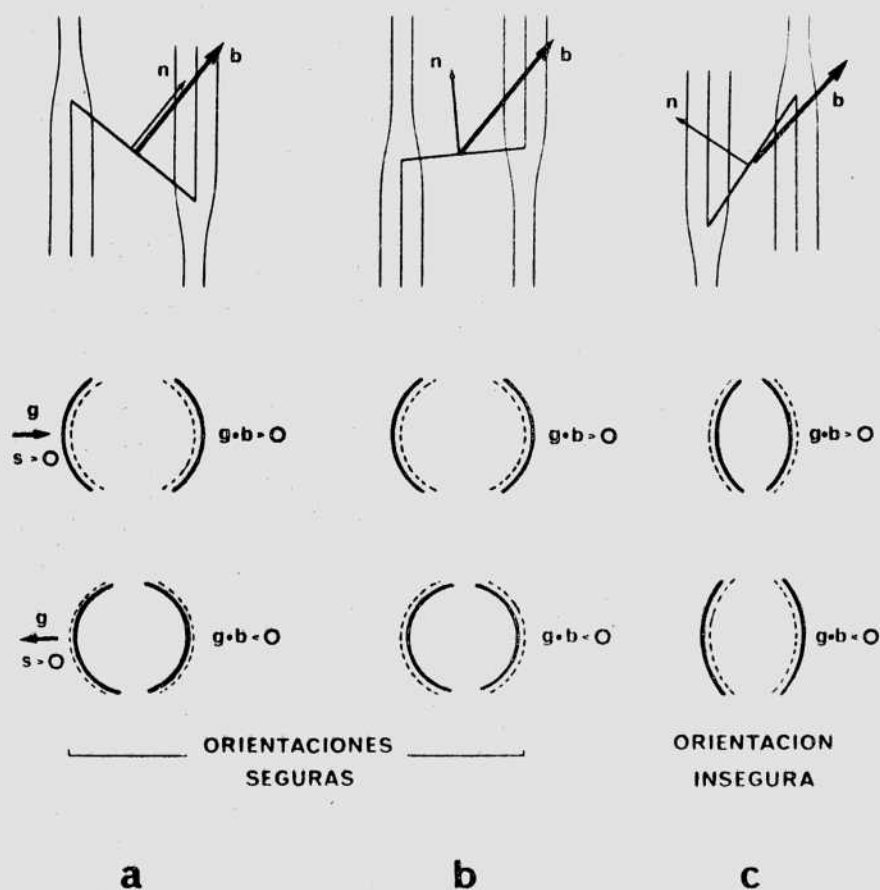
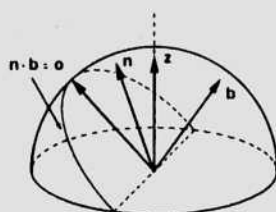


Fig.2 (a)(b)(c): Aplicación del criterio de mayor tamaño de imagen al caso de lazos cuyo vector de Burger no es normal a su plano. El contraste de lazos con una inclinación relativa distinta respecto al haz incidente puede variar de la misma manera al pasar de $\vec{g}$ a $-\vec{g}$, (a) y (b). Lazos con la misma orientación relativa frente al haz pueden presentar distinto contraste para una misma reflexión $\vec{g}$, (b) y (c).

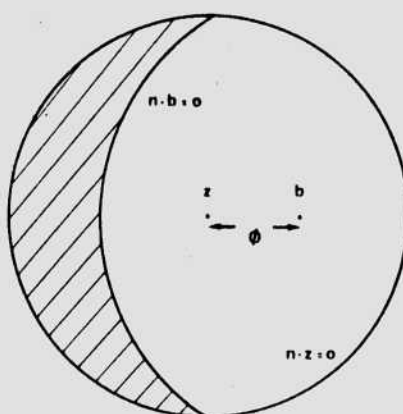
termina su sentido mediante la variación del signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$. Pero Maher y Eyre observaron que es necesario un cierto cuidado en la utilización del criterio de invisibilidad pues lazos menores que ξ_g pueden dar origen a un contraste muy débil que podría confundirse con la imagen residual correspondiente a $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$. Mostraron que efectivamente existen combinaciones de $\vec{z}$, $\vec{n}$, $\vec{b}$, $\vec{g}$, s y la profundidad de un lazo dado para las cuales es $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ y sin embargo las imágenes muestran el contraste que se esperaría observar para $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$. Esta indeterminación se puede eliminar pasando de la reflexión $\vec{g}$ a $-\vec{g}$, pues si la imagen es realmente residual ésta no cambiará su apariencia. Si la imagen es débil en cambio, el contraste en $-\vec{g}$ variará apreciablemente dado que las oscilaciones de contraste con la profundidad de un lazo dentro de la lámina se revierten con el cambio de signo de $\vec{g}$. También mostraron que el criterio $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ de mayor tamaño de imagen aplicado a lazos cuyo vector de Burger no es normal a su plano, puede conducir a resultados erróneos para ciertas orientaciones, siendo esta posibilidad válida tanto para lazos medianos como grandes. Puede verse en efecto en la Fig.2 (a) y (b) que el contraste de lazos con una inclinación relativa distinta respecto del haz incidente puede variar de la misma manera al pasar de la reflexión $\vec{g}$ a $-\vec{g}$, mientras que en otro caso, Fig.2(b) y (c), lazos con la misma orientación relativa al haz pueden presentar un comportamiento opuesto frente a la misma variación de $\vec{g}$. Luego, no es suficiente conocer la inclinación relativa de un lazo para poder diferenciar su naturaleza intersticial o vacancia, sino que es necesario determinar en cada caso la orientación de la normal $\vec{n}$ respecto de $\vec{b}$ o $\vec{z}$. En las Figs.3 (a) y (b) se pueden observar así dos dominios limitados por los círculos máximos $\vec{n} \cdot \vec{z} = 0$ y $\vec{n} \cdot \vec{b} = 0$. El comportamiento del contraste se invierte si su normal $\vec{n}$ se sitúa dentro de la zona rayada de la Fig.3 (b) que se suele denominar "zona insegura". En la zona en blanco, en cambio, la variación del contraste con el signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ es la normal, y se la denomina "zona segura". La zona insegura es menor a medida que decrece el ángulo ϕ que forman $\vec{z}$ y $\vec{b}$, y desaparece para lazos de tipo prismático.

Para determinar la normal $\vec{n}$ a un lazo, o su plano de hábito, se pueden utilizar técnicas de estereo-microscopía si los lazos son suficientemente grandes y las imágenes bien definidas. Para lazos de dimensiones menores que ξ_g esto no es posible, y entonces es necesario recurrir a otros métodos. Carpenter (10) sugiere las siguientes posibilidades:

- Estudiar la variación del tamaño de la imagen del lazo durante una rotación pronunciada de la muestra.
- Llevar el lazo a la orientación $\vec{n} \cdot \vec{z} = 0$ (configuración "de can-



a



b

Fig.3 (a): Para poder determinar la naturaleza de un lazo es necesario conocer la orientación de la normal $\vec{n}$ respecto de $\vec{b}$ y $\vec{z}$. El comportamiento del contraste es anómalo si el ángulo ϕ entre $\vec{b}$ y $\vec{n}$ es mayor que 90° (orientaciones inseguras).

(b): Proyección estereográfica de (a). La zona rayada se denomina "zona insegura" o de variación anómala de contraste. La zona insegura es menor a medida que decrece el ángulo ϕ entre $\vec{z}$ y $\vec{b}$, y desaparece para lazos de tipo prismático.

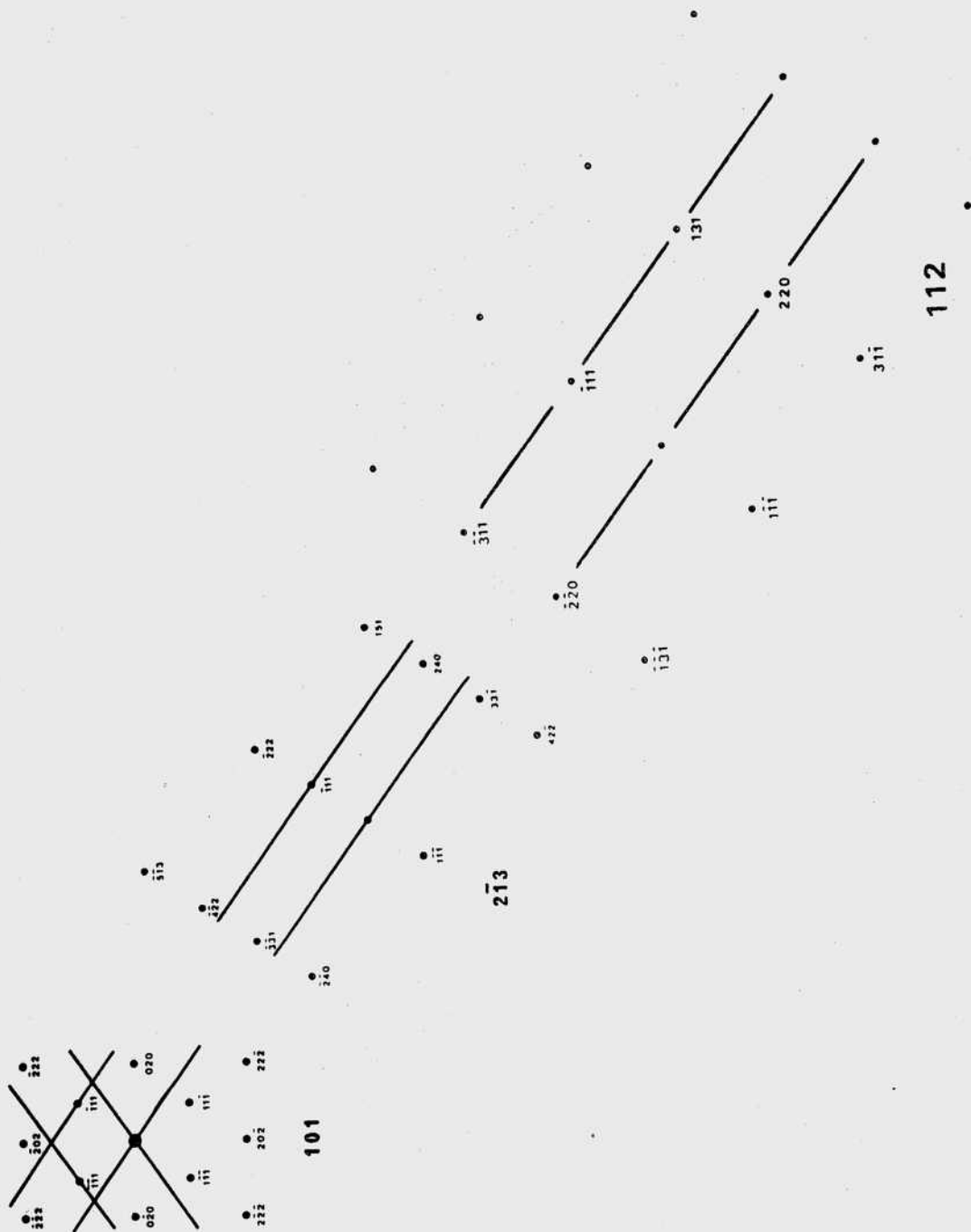


Fig.4 Diagramas de difracción de electrones asociados a las orientaciones $\{101\}$, $\{2\bar{1}3\}$ y $\{1\bar{1}2\}$ en las cuales se han realizado las experiencias de variación de contraste del método de Maher y Eyre.

to") y determinar $\vec{n}$ a partir de la traza del lazo.

- Estudiar el sentido de rotación del eje mayor o cualquier otra característica de la imagen del lazo que indique la posible dirección de $\vec{n}$.

Estos métodos son en general cualitativos, pero permiten obtener información sobre la dirección aproximada de $\vec{n}$ y analizar la naturaleza de los lazos por el método de Maher y Eyre.

IV APLICACION DEL METODO DE MAHER Y EYRE. ESTUDIO DE LAZOS EN Al-0.1% Mg IRRADIADO.

IV.1 Parte experimental.

En las experiencias se utilizaron monocristales de Al-0.1% Mg crecidos en el laboratorio por el método de Bridgman, obtenidos de elementos de pureza inicial 99.999%. Después de un tratamiento de homogeneización de 24 horas a 500°C en atmósfera inerte, fueron irradiados en el reactor RA3 que posee la CNEA en Ezeiza hasta una dosis de 5×10^{19} neutrones rápidos por cm^2 . Para evitar que el calentamiento γ produjera aumentos indeseados de temperatura, las muestras se montaron asegurando un buen contacto térmico con el recipiente que las contenía. De esta manera la temperatura de irradiación se pudo mantener muy próxima a la temperatura del agua del reactor, $\sim 40^\circ\text{C}$. Después del decaimiento radiactivo, se obtuvieron discos de 3 mm de diámetro y 0.3 mm de espesor mediante cortes por electroerosión, orientados de tal manera que su normal coincidiera con la dirección cristalográfica $\{101\}$. Las láminas delgadas fueron obtenidas por pulido electrolítico (10% ácido perclórico y 20% glicerina en alcohol etílico) y observadas en el microscopio electrónico Philips EM300. Todas las micrografías se tomaron con valores del parámetro de desviación ($s > 0$) a una magnificación de 17.500x sobre las placas fotográficas. Cada negativo fué ampliado cuatro veces, dando un aumento final de las copias de 70.000x. Las experiencias de visibilidad de lazos se realizaron en las reflexiones $g = \pm \{\bar{1}11\}$, $\{020\}$, $\pm\{\bar{1}\bar{1}1\}$, $\{20\bar{2}\}$, $\{2\bar{2}0\}$ y $\{220\}$, las que se alcanzan en la orientación inicial $z = \{101\}$ o rotando la lámina según las bandas de Kikuchi $(\bar{1}11)$ o $(\bar{1}\bar{1}1)$ hacia alguna de las orientaciones del tipo $\langle 112 \rangle$ que se hallan a 30° de la orientación original $\{101\}$. En la Fig.4 se muestran, a título de ejemplo, las orientaciones $\{2\bar{1}3\}$ y $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ que se observan a lo largo de la banda $(\bar{1}11)$.

IV.2 Determinación del Vector de Burger. Experiencias de variación de contraste.

En la Tabla I se resumen los resultados obtenidos. El análisis del contraste de los lazos de los cuatro primeros grupos es similar. Desarrollaremos entonces como ejemplo la secuencia de operaciones seguida para los lazos del grupo 2. Estos son invisibles en $g = [\bar{1}\bar{1}1]$ y visibles en $[020]$ y $[\bar{1}11]$. Luego, de acuerdo al criterio de invisibilidad $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ las dos únicas posibilidades para el vector de Burger son

$$+ \frac{1}{2} [011] \quad + \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$$

Para eliminar esta indeterminación y obtener la dirección de $\vec{b}$, fue necesario realizar una observación adicional en la reflexión $\{220\}$, alcanzable en la orientación $[1\bar{1}2]$. Como en este caso los lazos fueron visibles, la dirección de $\vec{b}$ resulta ser $+\frac{1}{2}[011]$. Para determinar el sentido de $\vec{b}$ se aplicó el criterio $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ de mayor tamaño de imagen, utilizando las reflexiones $g = \pm[\bar{1}11]$ en la orientación $z = [2\bar{1}3]$. Las imágenes de los lazos siempre fueron mayores en $g = [\bar{1}11]$ y por lo tanto el vector de Burger es finalmente

$$\vec{b} = \frac{1}{2} [011]$$

Siendo $\vec{b} \cdot \vec{z} > 0$ los lazos son de tipo intersticial.

Pero, de acuerdo a lo señalado por Maher y Eyre, es necesario además determinar la normal $\vec{n}$ al plano de hábito de los lazos para saber si efectivamente se ha trabajado en orientaciones "seguras". En la Fig.5 (a) se muestran en una proyección estereográfica las direcciones $z = [2\bar{1}3]$ y $\vec{b} = [011]$ formando un ángulo de 67.8° entre sí. Mediante las técnicas de rotación en ángulos grandes y con el auxilio de pares estereoscópicos, se determinó estas tres posibilidades para las normales a los planos de hábito de los lazos: $[\bar{1}11]$, $[011]$ y $[111]$. En la misma Fig.5 (a) se puede observar que la dirección $[\bar{1}11]$ forma 90° con la normal $[2\bar{1}3]$ mientras que ésta forma con las direcciones $[011]$ y $[111]$ ángulos de 67.8° y 51.8° respectivamente. Si los planos de hábito de los lazos son (011) o (111) las experiencias de variación de contraste fueron efectuadas en orientaciones seguras, comparar las Figs. 3 (b) y 5 (a), pero si el plano de hábito fuera $(\bar{1}11)$ no se podría asegurar en este caso la validez del criterio $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$. Sin embargo, la existencia de lazos en los planos $(\bar{1}11)$ se puede descartar rápidamente efectuando una rotación

TABLA I

Lazos	Visibles	Invisibles	$\vec{b}$	Plano	$(\vec{g} \cdot \vec{b}) \quad s > 0$	$\vec{b}$	$\vec{z}$	$(\vec{b} \cdot \vec{z}) \quad o$
1	$\begin{matrix} \bar{1}11 \\ 2\bar{2}0 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1}\bar{1}1 \\ 220 \end{matrix}$	$\pm\{\bar{1}\bar{1}0\}$	zona segura	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\frac{1}{2}\{\bar{1}\bar{1}0\}$	$\{\bar{2}\bar{1}3\}$	> 0
2	$\begin{matrix} \bar{1}11 \\ 2\bar{2}0 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1}\bar{1}1 \\ 220 \end{matrix}$	$\pm\{011\}$	z.s.	$\bar{1}11$	$\frac{1}{2}\{011\}$	$\{\bar{2}\bar{1}3\}$	> 0
3	$\begin{matrix} 11\bar{1} \\ 220 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1}\bar{1}1 \\ 2\bar{2}0 \end{matrix}$	$\pm\{\bar{1}10\}$	z.s.	$11\bar{1}$	$\frac{1}{2}\{\bar{1}10\}$	$\{\bar{2}13\}$	> 0
4	$\begin{matrix} 11\bar{1} \\ 2\bar{2}0 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1}\bar{1}1 \\ 220 \end{matrix}$	$\pm\{0\bar{1}1\}$	z.s.	$\bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2}\{0\bar{1}1\}$	$\{\bar{2}13\}$	> 0
5	$\begin{matrix} 11\bar{1} \\ \bar{1}11 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 020 \\ 20\bar{2} \end{matrix}$	$\pm\{\bar{1}01\}$	z.s.	$\bar{1}\bar{1}1$ $\bar{1}11$	$\frac{1}{2}\{\bar{1}01\}$ $\frac{1}{2}\{\bar{1}01\}$	$\{\bar{2}13\}$ $\{\bar{2}13\}$	> 0

Al - 0.1 % Mg , Metodo de Maher y Eyre

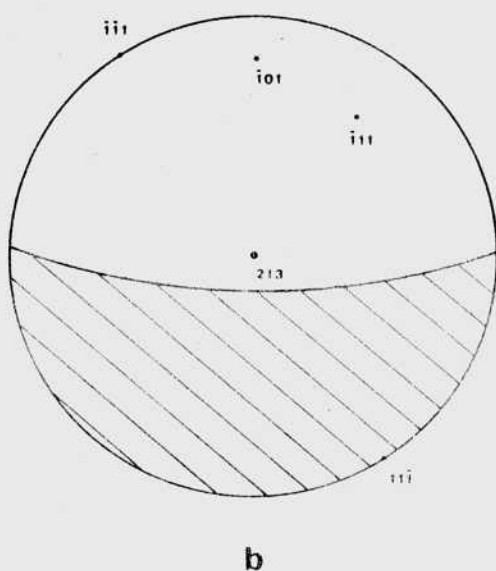
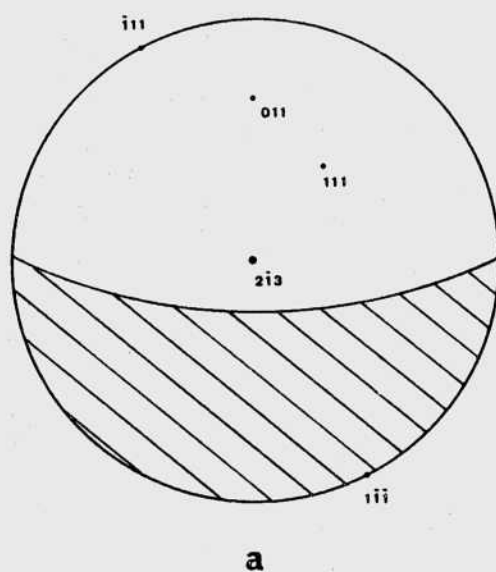
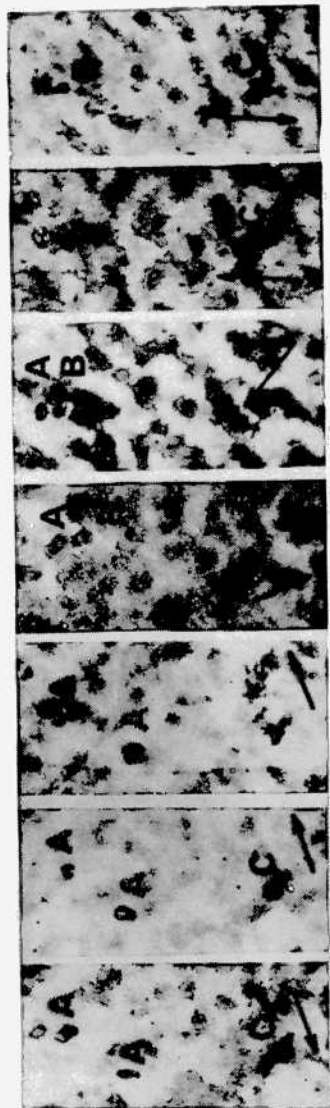


Fig.5 (a) Zona segura (blanca) y zona insegura (rayada) correspondiente a lazos de dislocaciones de vector de Burger $\vec{b} = [011]$ en una orientación $\vec{z} = [213]$.
 (b) Idem, para $\vec{b} = [101]$ y $\vec{z} = [213]$.



g	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}11$	$\bar{1}11$	220	020	$\bar{1}\bar{1}1$	$1\bar{1}\bar{1}$
z	$2\bar{1}3$	$2\bar{1}3$	312	$1\bar{1}2$	101	213	213

Fig.7 Ejemplo de experiencias de visibilidad y variación de contraste, realizadas en diferentes reflexiones y orientaciones. Con A se indican lazos visibles en $\pm\{\bar{1}11\}$, $\{220\}$ y $\{020\}$ e invisibles en $\{11\bar{1}\}$. La imagen de estos lazos es siempre mayor en $g = \{\bar{1}11\}$, siendo su vector de Burger del tipo $\{011\}$. Con B se indican lazos invisibles en $g = \{\bar{1}11\}$, de vector de Burger $\{011\}$. Lazos como los marcados con C dan una imagen "de canto", pues su plano de hábito es $(\bar{1}01)$.

de la muestra alrededor del eje $[\bar{1}11]$ en un ángulo suficientemente grande, p.ej. desde $z = \{2\bar{1}3\}$ hasta $z = \{312\}$, Fig.6. En efecto, la orientación "de canto" de estos lazos respecto del haz incidente se debería mantener en toda la rotación, pero estas imágenes no se observaron en ninguna de las micrografías obtenidas, ver Fig.7. Esta observación también nos permite afirmar que los lazos del grupo 2 habitan el plano (011). Si el plano de hábito fuera el (111) también deberían encontrarse lazos en el plano cristalográficamente equivalente $(\bar{1}11)$, hecho no confirmado por las experiencias. Observaciones análogas y razonamientos similares se aplican para analizar los lazos de los grupos 1, 3 y 4 de la Tabla I.

Los lazos del grupo 5 requieren una cierta atención pues to que en la orientación de la lámina $z = \{101\}$ las imágenes corresponden a la de lazos de canto y es necesario realizar el análisis en alguna otra orientación. En la proyección estereográfica de la Fig.5 (b) se observa la posición de las normales $[\bar{1}01]$, $[\bar{1}11]$ y $[\bar{1}\bar{1}1]$ de los posibles planos de hábito en la orientación $z = \{213\}$. Los planos de hábito $(\bar{1}11)$ y $(\bar{1}\bar{1}1)$ quedan descartados, por las razones mencionadas anteriormente. Por lo tanto es $n = [\bar{1}01]$ y la zona segura para el criterio $(\bar{g} \cdot \bar{b})_s$ es bastante amplia, tanto en la orientación $\{213\}$ como la $\{2\bar{1}3\}$. En la Fig.7, indicado con C, se puede observar la variación de contraste de un lazo con plano de hábito $[\bar{1}01]$ en distintas orientaciones, y el análisis del tamaño de imagen correspondiente.

En todos los casos analizados, grupos 1 al 5 en la Tabla I, el producto $\bar{b} \cdot \bar{z}$ es positivo, indicando que todos los lazos son de tipo intersticial.

V METODO DE FÖLL Y WILKENS PARA DETERMINAR LA NATURALEZA DE LAZOS CERRADOS DE DISLOCACIONES.

V.1 Principio del método.

Föll y Wilkens (11) desarrollaron recientemente una técnica que permite determinar en forma muy simple la naturaleza de lazos cerrados de dislocaciones, basada en una definición distinta del vector de Burger $\bar{b}$, dada por Kroupa (12). Este método es además más seguro que el descrito por Maher y Eyre, pues no existen orientaciones inseguras para la aplicación del criterio $(\bar{g} \cdot \bar{b})_s$.

Además se utiliza una definición de b válida estrictamente para lazos cerrados, y no la regla FS/RH que fue establecida originalmente para líneas de dislocaciones.

El método de Föll y Wilkens se basa en las siguientes definiciones de los parámetros que caracterizan un lazo de dislocaciones dado:

- 1) El sentido de la normal $\vec{n}$ al plano de hábito del lazo es siempre opuesto al del haz electrónico incidente.
- 2) El área del lazo se considera limitada por dos superficies, una positiva y otra negativa, siendo negativa la superficie inferior. Por lo tanto $\vec{n}$ es un vector dirigido desde la superficie negativa a la positiva.
- 3) Para definir el vector de Burger $\vec{b}$ se considera que todo lazo se origina por un desplazamiento b de la superficie negativa respecto de la positiva. Según que exista remoción de material (lazo de vacancias) o acumulación (lazo de intersticiales) la naturaleza del defecto depende del parámetro $\vec{n} \cdot \vec{b}$ según el esquema siguiente:

$$\begin{array}{ll} \vec{n} \cdot \vec{b} > 0 & \text{lazos de vacancias} \\ \vec{n} \cdot \vec{b} < 0 & \text{lazos de intersticiales} \end{array}$$

Con estas definiciones el método prevé variaciones de la imagen electrónica con el parámetro $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ opuestas a las de Maher y Eyre. Estas resultan válidas tanto para lazos prismáticos ($\phi = 0$) como para el caso general de que exista una componente de $\vec{b}$ sobre el plano del lazo ($\phi \neq 0$). En la Fig.8 se representan tres lazos de igual vector de Burger $\vec{b}$, y distinta orientación $\vec{n}$. Se indica la configuración de planos atómicos correspondientes, remarcándose los desplazamientos paralelos a $\vec{g}$ que generan las zonas que producen el contraste, ver Fig.9. En la orientación de la Fig.8 (a) y (b) se observa una configuración donde el contraste es de mayor tamaño que la proyección del lazo y se cumple $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s < 0$. En la orientación de la Fig.8 (c) el contraste electrónico es de menor tamaño que la proyección del lazo, verificándose $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s > 0$. Respetando las definiciones de $\vec{n}$ y $\vec{b}$, el criterio $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ es aplicable a todo tipo de lazos y permite la determinación de la naturaleza de lazos de dislocaciones mediante experiencias de variación de contraste fácilmente interpretables.

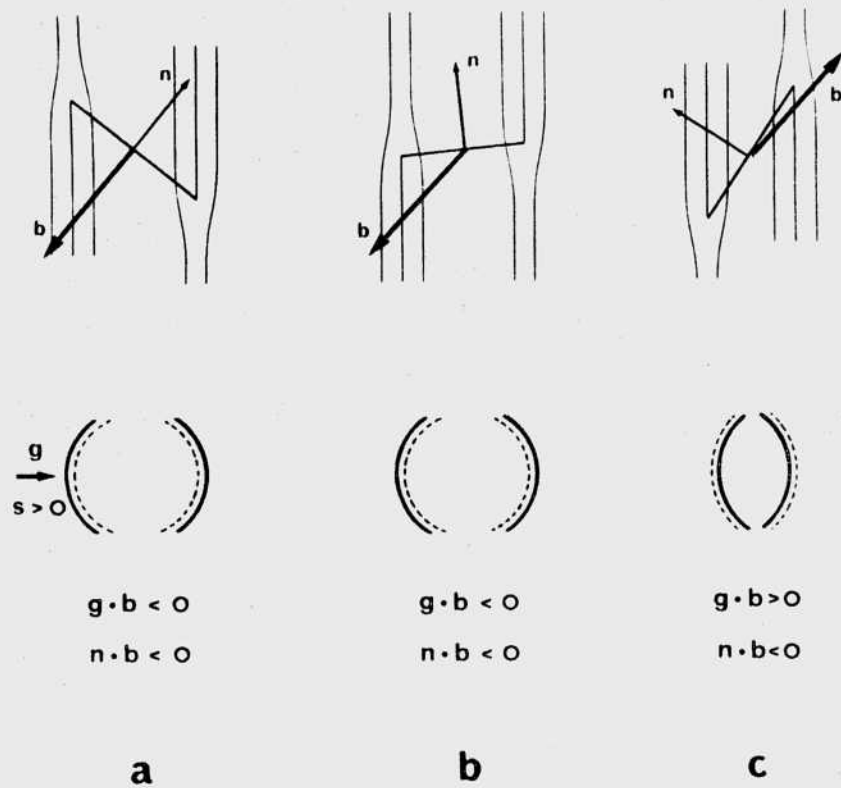


Fig.8 Relación entre el tamaño del contraste de un lazo cerrado de dislocaciones con la dirección y el sentido del vector de Burger, definido según las convenciones de Föll y Wilkens. Compárese con la Fig.2.

TABLA II

Lazos	Visible	Invisible	$\vec{b}$	$(\vec{g} \cdot \vec{b})s < 0$	$\vec{b}$	$\vec{n}$	$(\vec{n} \cdot \vec{b})$	naturaleza
1	$\bar{1}\bar{1}1$ 020 $2\bar{2}0$	$\bar{1}\bar{1}1$ 220	$\pm\{1\bar{1}0\}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\frac{1}{2}\{\bar{1}10\}$	$\bar{1}\bar{1}0$ $\bar{1}\bar{1}1$ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	< 0 < 0 —	int. int. —
2	$\bar{1}\bar{1}1$ 020 $2\bar{2}0$ 220	$\bar{1}\bar{1}1$	$\pm\{011\}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2}\{0\bar{1}\bar{1}\}$	011 $\bar{1}\bar{1}1$ $\bar{1}\bar{1}1$	< 0 < 0 < 0	int. int. int.
3	$1\bar{1}\bar{1}$ 020 $2\bar{2}0$	$\bar{1}\bar{1}1$ 220	$\pm\{110\}$	$1\bar{1}\bar{1}$	$\frac{1}{2}\{\bar{1}\bar{1}0\}$	110 $1\bar{1}1$ $1\bar{1}\bar{1}$	< 0 < 0 < 0	int. int. int.
4	$1\bar{1}\bar{1}$ 020 $2\bar{2}0$ 202	$\bar{1}\bar{1}1$	$\pm\{0\bar{1}1\}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2}\{01\bar{1}\}$	$0\bar{1}1$ $\bar{1}\bar{1}1$ $\bar{1}\bar{1}1$	< 0 < 0 < 0	int. int. int.
5	$1\bar{1}\bar{1}$ 202 $\bar{1}\bar{1}1$	020 (canto)	$\pm\{10\bar{1}\}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2}\{10\bar{1}\}$	$\bar{1}01$ $\bar{1}\bar{1}1$ $\bar{1}\bar{1}1$	< 0 < 0 —	int. int.

Al - 0.1 % Mg , Metodo de Föll y Wilkens

V.2 Aplicación del método al análisis de lazos en Al-0.1%Mg irradiado.

En la Tabla II se resumen los resultados de la aplicación del método de Föll y Wilkens a las muestras irradiadas de Al-0.1%Mg. Para este análisis fueron utilizadas las mismas micrografías del método anterior y no fue necesaria ninguna experiencia adicional de variación de contraste.

Con n_1 , n_2 , n_3 , se indican las normales a los posibles planos de hábito de los lazos, que por su pequeño tamaño no se pueden determinar exactamente. Con (1) se indican los planos paralelos al haz incidente, para los cuales no puede definirse $\vec{n}$ de acuerdo a Föll y Wilkens.

En todos los casos el producto $\vec{n} \cdot \vec{b}$ es negativo, y por lo tanto los lazos son de tipo intersticial.

VI CONCLUSIONES

Mediante dos técnicas distintas de análisis de contraste electrónico se pudo determinar la naturaleza de los lazos que aparecen en monocristales de Al-0.1%Mg después de ser irradiados con neutrones rápidos en un reactor. En todos los casos el vector de Burger de los lazos resultó del tipo

$$\vec{b} = \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$$

Los planos de hábito respectivos pertenecen a la familia $\{110\}$, aunque en algunas observaciones no se pudo distinguir entre las familias $\{110\}$ o $\{111\}$. Sin embargo, y de acuerdo a lo mencionado en la sección IV.2 es muy poco probable la existencia de lazos sobre planos $\{111\}$.

En todos los casos, los lazos analizados resultaron ser de tipo intersticial, y por lo tanto fueron formados por la nucleación de intersticiales libres producidos durante la irradiación. El diámetro promedio de los lazos (400 Å) es menor que el de los observados en Al puro (1000 Å) irradiado con la misma dosis de neutrones. Experiencias anteriores realizadas en el portamuestras de calentamiento del microscopio electrónico, permitieron determinar la presencia de vacancias libres en las muestras de Al irradiado, al observar que los lazos de intersticiales disminuían su tamaño y desaparecían des-

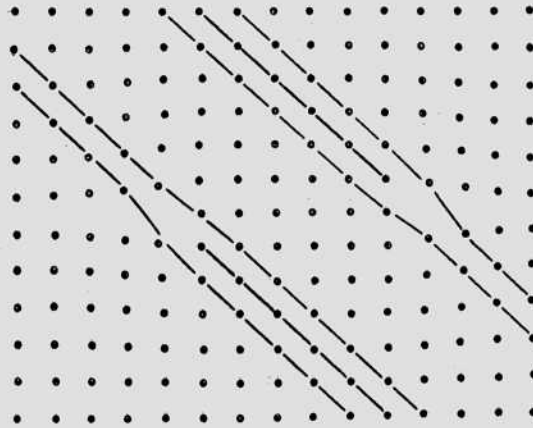


Fig.9 Esquema de las distorsiones introducidas en una red por un lazo cerrado de dislocaciones de tipo intersticial. Se remarcan las distorsiones introducidas por el lazo en una familia de planos inclinados con respecto al plano del lazo.

pués de un recocido de algunos minutos a $\sim 180^{\circ}\text{C}$. Luego, la disminución del tamaño de los lazos de intersticiales con el agregado de Mg se podría explicar por una mayor movilidad de las vacancias en presencia de Mg. Este hecho está de acuerdo con las hipótesis existentes acerca de la formación del par Mg-vacancia, de gran movilidad en la red del Al (13).

Experiencias con distintas dosis de neutrones y tratamientos térricos, y con distintos contenidos de átomos de Mg, actualmente en desarrollo, permitirán conocer más detalles acerca de los mecanismos de formación de los lazos durante la irradiación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su reconocimiento al Sr.N.J. Marccone por su asistencia técnica, y a los Sres.P.N.Nieto y F.R. Segovia por todo el trabajo fotográfico.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- L.T.Chadderton, Radiation Damage in Crystals, Wiley, New York, (1965).
- 2.- J.O.Stiegler, K.Farrell, C.K.H.Dubose y R.T.King, Radiation Damage in Reactor Materials, Vol.2, IAEA Viena, (1969).
- 3.- N.H.Packan, J.Nucl.Mater.40 (1971) 1.
- 4.- A.A.Pochettino y M.Ipohorski, J.Nucl.Mater. 54 (1974) 133.
- 5.- D.J.Mazey, R.S.Barnes y A.Howie, Phil.Mag. 7 (1962) 1861.
- 6.- A.A.Pochettino y M.Ipohorski, CNEA TE 30/123, Buenos Aires (1974).
- 7.- P.B.Hirsch, A.Howie, R.B.Nicholson, D.W.Pashley y M.J.Whelan, Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London (1965).
- 8.- D.M.Maher y B.L.Eyre, Phil.Mag. 17 (1968) 1.
- 9.- D.M.Maher y B.L.Eyre, Phil.Mag. 23 (1971) 409.
- 10.- G.J.C.Carpenter, The Characterization of Dislocation Loops using Electron Microscopy, AECL, 5023 (1974).
- 11.- H.Föll y M.Wilkens, Phys.Stat.Sol. (a) 31 (1975) 519.
- 12.- F.Kroupa, Czech.J.Phys. A 13 (1963) 301.
- 13.- Lattice Defect in Quenched Metals, Ed. R.M.Cotterill et al., Academic Press., New York (1965).