

Dislocations partielles dans un carbure de tantale sous-stœchiométrique

J.L. Martin, B. Jouffrey

▶ To cite this version:

J.L. Martin, B. Jouffrey. Dislocations partielles dans un carbure de tantale sous-stœchiométrique. Journal de Physique, 1968, 29 (10), pp.911-916. 10.1051/jphys:019680029010091100. jpa-00206730

HAL Id: jpa-00206730 https://hal.science/jpa-00206730

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

DISLOCATIONS PARTIELLES DANS UN CARBURE DE TANTALE SOUS-STŒCHIOMÉTRIQUE

Par J. L. MARTIN,

Office National d'Études et de Recherches Aérospatiales, 92-Châtillon,

et B. JOUFFREY,

Laboratoire de Physique des Solides, Faculté des Sciences d'Orsay, France.

(Reçu le 20 mars 1968.)

Résumé. — Un article précédent a révélé l'existence de défauts d'empilement intrinsèques dans un carbure sous-stœchiométrique ($TaC_{0,75}$). Dans la présente étude, l'orientation détaillée de dislocations partielles dans le même carbure a montré que les défauts d'empilement étaient limités par des dislocations de Shockley. Les auteurs concluent que les défauts observés proviennent d'un cisaillement. La présence de nœuds très dissociés permet de penser que l'énergie de faute est faible dans ce domaine de composition.

Abstract. — It has been shown, in a previous paper, that intrinsic stacking faults are present in a non-stoichiometric carbide $(TaC_{0,75})$. In the present paper, a study of the detailed orientation of partial dislocations reveals that stacking faults are bounded by Shockley dislocations. The authors conclude that the observed faults are due to a shear. The presence of widely dissociated nodes suggests that the stacking fault energy is low in this composition range

Des observations au microscope électronique [1] de lames minces de $TaC_{0,75}$ ont révélé l'existence de défauts d'empilement de type intrinsèque. Quelquesuns des problèmes que soulève leur présence dans ce domaine de composition du carbure de tantale sont abordés dans l'étude suivante : 1) Identification détaillée des dislocations partielles associées à ces fautes; 2) Précisions sur l'origine de ces fautes dans ce carbure sous-stœchiométrique, cubique à faces centrées.

Les observations que nous rapportons ont été faites sur des lames minces d'échantillons de $TaC_{0,75}$ préparées par la même méthode que précédemment.

Résultats. — a) ORIENTATION GÉNÉRALE DE LA ZONE OBSERVÉE. — Les photographies des figures 1, 4, 5, 6 et 7 représentent, sous diverses inclinaisons, une plage de carbure cubique à faces centrées, d'orientation voisine de (110); elle contient trois types de plans de défauts $\{111\}$. La disposition relative de ces plans est représentée figure 2 a et b et précisée sur la projection stéréographique (*fig.* 3).

Les systèmes de franges associées aux défauts A, B, D, sont semblables à ceux des fautes d'empilement de type intrinsèque. Par contre, on ne peut conclure directement pour ce qui est du défaut du plan C, vu la nature douteuse des franges extérieures (les critères d'identification utilisés ont été précisés dans l'étude précédente [1]).



FIG. 1. — Plage de $\operatorname{TaC}_{0,75}$ cubique à faces centrées contenant des défauts sur divers plans {111}. Défauts et dislocations sont repérés figure 2. Les dislocations 2 ont ici un contraste nettement visible.

Observation : En bas à gauche, sous la flèche, lire $g_1[111]$.



a) Dessin explicatif de la figure 1 : Les divers plans de défauts sont désignés par A, B, C, D, E; d et esont des dislocations bordant les plans D et B respectivement; f est l'arête du dièdre formé par les plans B et D. Les dislocations du réseau du défaut C sont numérotées 1, 2 et 3.

b) Coupe verticale de a).

Le sens de propagation des électrons est représenté en a) et b).



FIG. 3. — Projection stéréographique (002) montrant les divers vecteurs **g** utilisés au cours de l'étude, les positions relatives des divers plans de fautes, ainsi que les directions des dislocations \mathbf{u}_1 , \mathbf{u}_2 et \mathbf{u}_3 et de leurs vecteurs de Burgers \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 et \mathbf{b}_3 (voir texte pour leur détermination).



FIG. 4. — Même plage que figure 1, les dislocations 3 ont un contraste accentué, 1 et 2 sont invisibles.



FIG. 5. — Même plage, les dislocations 1 et 3 sont visibles alors que 2 est invisible. Remarquer la succession des triangles hors contraste, et « à franges » dans la partie supérieure du défaut C.

913



FIG. 6. — Même plage, les dislocations 2 et 3 étant seules visibles. Les raccordements des images des lignes de dislocation sont expliqués figure 8 a, ils sont utilisés pour identifier le sens des vecteurs \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 et \mathbf{b}_3 ; s > 0.



FIG. 7. — Le vecteur **g** est opposé à celui de la figure 6 s > 0 légèrement différent du *s* précédent. *Erratum* : En bas à gauche, sur la flèche, lire $g_7[\overline{2}20]$.

défaut des triangles alternativement hors contraste et « à franges ». Une première famille de dislocations du réseau apparaît nettement figure 1, elle correspond aux dislocations 2, repérées figure 2 a; la figure 4 met en évidence la famille de dislocations 3, alors qu'une troisième famille apparaît figure 5 et correspond aux dislocations 1 (*fig.* 2 a). On remarque en outre sur ces diverses photos deux autres dislocations, notées e et dsur la figure 2 a; elles seront analysées plus loin.

 α) Détermination des vecteurs de Burgers des dislocations 1, 2 et 3. — Le tableau I indique, pour chacun des vecteurs **g** utilisés, si les dislocations 1, 2 et 3 sont visibles ou invisibles.

TABLEAU I

FIG.	1	4	5	6	*	*
	-	-	-	-	-	-
g	[111]	[111]	$[\overline{1}1\overline{3}]$	$[2\overline{2}0]$	$[00\overline{2}]$	[113]
dist. I	1	1	v	1	v i	V
dial 2	v i	I	T T	V	1 i	v i
uisi. ə	1	v	v	v	1	1

* non reproduite ; v, visible ; i, invisible.

Le tableau II donne les produits scalaires \mathbf{g} . **b** pour les vecteurs de Burgers des dislocations de Shockley et de Frank du plan (111) (plan C).

TABLEAU II

9						
b	[111]	[111]	$[\overline{1}1\overline{3}]$	$[2\bar{2}0]$	$[00\overline{2}]$	[113]
$\pm rac{1}{3}$ [111]	$\mp rac{1}{3}$	$\mp rac{1}{3}$	干 1	0	$\mp \frac{2}{3}$	± 1
$\pmrac{1}{6}[1ar{2}1]$	$\pm rac{1}{3}$	$\pm \frac{2}{3}$	干 1	\pm 1	$\mp rac{1}{3}$	0
$\pm {1\over 6} [ar 1 ar 1 2]$	$\mp rac{1}{3}$	$\mp rac{1}{3}$	干 1	0	$\pm \frac{2}{3}$	± 1
$\pm rac{1}{6} [ar{2} 11]$	$\mp rac{2}{3}$	$\pm rac{1}{3}$	0	∓ 1	$\mp rac{1}{3}$	± 1

On admet que les dislocations partielles des métaux cubiques à faces centrées sont visibles lorsque $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \ge 2/3$ [3], [4], à quelques exceptions près [5]. Il découle de la comparaison des tableaux I et II que les dislocations du réseau du plan C ont un contraste analogue à celui des dislocations partielles du plan (111) d'un métal cubique à faces centrées [2], et donc que :

$$\mathbf{b_1} = \pm 1/6 \ [\bar{1}\bar{1}2]$$
 ou $\pm 1/3 \ [111]$
 $\mathbf{b_2} = \pm 1/6 \ [\bar{2}11]$ et $\mathbf{b_3} = \pm 1/6 \ [1\bar{2}1]$

Dans le cas où $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ou 1/3, il se peut qu'une dislocation soit tout de même visible, à cause du contraste produit par la composante du déplacement normale au plan de glissement [3]. Le déphasage introduit par cette composante est proportionnel à $|m| = 1/8 |(\mathbf{g}, \mathbf{b} \times \mathbf{u})|$ (\mathbf{u} est le vecteur unitaire de la ligne de dislocation). On admet, en pratique, que ce contraste est visible si |m| > 0.08 [4].

On voit figure 3 que, si la dislocation 1 était une Frank ($\mathbf{b_1} = \pm 1/3$ [111], $\mathbf{u_1} \simeq 1/\sqrt{6}$ [$\overline{1}$ 12]), on aurait pour $\mathbf{g} = [1\overline{1}\overline{1}]$, |m| = 0,102, donc un contraste visible, ce qui n'est pas. On a donc bien $\mathbf{b_1} = \pm 1/6$ [$\overline{1}\overline{1}2$] (dans ce cas, la dislocation 1 est pratiquement vis et $|m| \simeq 0$ quel que soit \mathbf{g}).

Le tableau III résume les valeurs de |m| calculées dans les cas d'invisibilité des dislocations 2 et 3. On voit (*fig.* 3) que \mathbf{u}_2 et \mathbf{u}_3 sont voisins de $1/\sqrt{14}$ [$\overline{3}12$] et $1/\sqrt{14}$ [$1\overline{3}2$] respectivement.

TABLEAU III

g	[111]	[111]	[113]	$[00\overline{2}]$	[113]
disl. 2 disl. 3	0,006	0,006	0,016	0,011 0,011	0,016

Le réseau de dislocations associé au plan C se compose donc de trois dislocations de Shockley.

β) Orientation des dislocations partielles e et d. — Il est naturel d'essayer d'associer ces dislocations à l'une des partielles des plans $(\overline{111})$ et (111) respectivement.

Il est intéressant de savoir si l'on est en présence de dislocations de Frank ou de Shockley. L'aspect rectiligne de ces dislocations suggérerait plutôt une dislocation de Frank. Il faut noter toutefois que ces dislocations sont bloquées contre un défaut d'empilement. Remarquons aussi, figure 2 a, que deux défauts d'empilement de type $\{111\}$ et $\{\overline{1}11\}$ se sont traversés.

Malheureusement, les critères d'invisibilité d'une dislocation partielle (*e* par exemple) dont le contraste se superpose à celui d'un autre défaut (plan C) ne sont connus que dans des cas très particuliers [5] et ne peuvent être utilisés ici.

On remarque cependant (fig. 6) un fort contraste à l'endroit des dislocations d et e, alors que les défauts des plans (111) et ($\overline{111}$) sont pratiquement invisibles. Les conditions de visibilité des dislocations partielles sont alors celles décrites plus haut. Le tableau IV résume ces conditions; certaines valeurs du para-

mètre |m| y figurent; elles ont été calculées en prenant :

$$u_{e} = u_{d} \simeq 1/\sqrt{2} \ [110].$$

On remarque que des dislocations de Frank des plans (111) et $(\overline{111})$ doivent être invisibles avec un vecteur diffraction de type $[2\overline{20}]$.

Cette analyse bien qu'incomplète, à cause des raisons mentionnées ci-dessus, suggère tout de même que les dislocations e et d sont également de type Shockley.

Notons en outre que l'aspect rectiligne de la dislocation e en particulier tend à prouver la planéité du défaut C comportant le réseau des dislocations 1, 2 et 3.

c) SENS DES DIVERS VECTEURS DE BURGERS. — Nous avons déterminé le sens des vecteurs de Burgers des dislocations 2, 3 en utilisant des vecteurs de diffraction donnant des contrastes semblables à ceux des figures 6 et 7. Le défaut et les dislocations 1 sont invisibles; au point d'intersection des images des dislocations 2 et 3, il y a renforcement du contraste, ce qui situe l'image par rapport à la dislocation (fig. 8). Les axes conventionnels d'étude de contrastes de dislocations sont utilisés : la lame est vue de dessous, l'axe z est orienté dans le sens de propagation des



FIG. 8. — Représentation schématique du contraste au croisement de deux dislocations (2 et 3) de la figure 6. Le décalage des images par rapport aux lignes de dislocations explique le renforcement du contraste à leur intersection. On peut en déduire le sens des vecteurs de Burgers des dislocations qui se coupent (voir texte).

TABLEAU IV

électrons. On choisit un sens Oy le long de la dislocation, puis l'axe Ox tel que le trièdre Oxyz soit direct [7].

Le sens du vecteur de Burgers **b** est donné par l'inégalité (**g**.**b**) sx < 0 [3], [6] (x est l'abscisse de l'image de la dislocation dans le trièdre utilisé; s mesure l'écart à l'angle de Bragg et est positif figures 6 et 7; le vecteur **b** est défini avec les conventions FSRH [7]).

Le sens du vecteur \mathbf{b}_1 a été déterminé par la même méthode.

La configuration des trois vecteurs \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 , \mathbf{b}_3 (sens et direction) est représentée figure 9, en employant les conventions de Thompson [8].



FIG. 9. — Sens des vecteurs de Burgers b₁, b₂ et b₃, avec les conventions FSRH. Le quatrième sommet du tétraèdre de Thompson est en arrière de la figure.

Discussion. — L'analyse détaillée des dislocations partielles 1, 2 et 3, ainsi que la disposition relative des triangles hors contraste et « à franges » (¹) suggèrent une dissociation de dislocations, les nœuds intrinsèques étant fortement dissociés. En effet, nous avons vu que l'ensemble du défaut est plan. Le réseau des dislocations 1, 2, 3 est situé dans le plan du défaut C, ou des plans parallèles très voisins (les dislocations *e*, par exemple, qui sont rectilignes, semblent réagir avec les dislocations 2 et 3, figures 6 et 7; d'autre part, les dislocations de type 1, 2, 3 passent par un même point à diverses reprises, ce qui n'est pas fortuit).

Pour ce qui est de la direction et du sens des vecteurs de Burgers \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 , \mathbf{b}_3 , il y a similitude avec la configuration d'un réseau de nœuds dissociés. Le défaut du plan C correspond à une dissociation d'un réseau classique de dislocations.

Conclusion. — Une identification détaillée des dislocations partielles visibles a révélé que leur contraste est identique à celui des dislocations de Shockley des métaux cubiques à faces centrées. Il en résulte en particulier que les défauts d'empilement jusqu'ici observés dans le carbure de tantale sous-stœchiométrique ne semblent pas trouver leur origine dans une condensation de lacunes ou d'atomes métalliques interstitiels dans le sous-réseau métallique du carbure; ils semblent au contraire dus à un cisaillement.

Il est toutefois difficile de conclure quant à l'origine exacte de ces défauts : défauts d'empilement « d'équilibre », ou défauts liés à la précipitation d'une phase étrangère à la maille ? On peut tout de même remarquer les faits suivants :

- Le défaut d'empilement est de type intrinsèque.
- La composition en carbone de l'échantillon est voisine du domaine d'existence de la phase hexagonale.
- Après observation de nombreuses plages, les dislocations non dissociées n'ont été repérées qu'assez rarement. Toutes les dislocations dissociées dont nous avons déterminé le vecteur de Burgers se sont révélées de type Shockley.
- Une analyse chimique par extraction à chaud a détecté 220 ppm d'oxygène et environ 400 ppm d'azote, ce qui semble insuffisant pour créer des précipités, du fait de l'isomorphie des carbures du nitrure et des oxydes de métaux de transition; quant à la précipitation d'un borure, elle a été observée dans le carbure de titane et semble relever d'une autre configuration [9].

De plus, l'observation de carbures stœchiométriques TaC ne laisse apparaître que des dislocations parfaites.

Il semble donc bien que les défauts observés soient des défauts d'équilibre, l'énergie de défaut d'empilement s'abaissant considérablement dans ce domaine de composition, à proximité de la composition du carbure de phase hexagonale.

Remerciements. — Les auteurs tiennent à exprimer leur gratitude à M. le Professeur R. Castaing qui a manifesté un constant intérêt pour ce travail.

Ils remercient tout particulièrement M. Costa avec qui ils ont eu de nombreuses discussions, ainsi que M. Genty et Mme Appert qui leur ont apporté une aide efficace au Laboratoire de Microscopie Électronique.

^{(&}lt;sup>1</sup>) Dans la partie supérieure du défaut. Dans la partie inférieure du défaut, les franges traversent les dislocations sans interruption ; il semble que dans cette région il y ait un plan fauté en plus, mais vraisemblablement à assez grande distance du premier.

- [1] MARTIN (J. I.), JOUFFREY (B.) et COSTA (P.), *Phys. Stat. Sol.*, 1967, 22, 349.
- [2] HIRSCH (P. B.) et al., Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, 1965, p. 268 et 269.
- [3] HOWIE (A.) et WHELAN (M. J.), Proc. Roy. Soc., 1962, A 267, 206.
- [4] SILCOCK (J. M.) et TUNSTALL (W. J.), Phil. Mag., 1964, 10, 361.
- [5] HIRSCH (P. B.), International Conference on Electron Diffraction and Crystal Defects, Melbourne, J-4 (1965).
- [6] GROVES (G. W.) et WHELAN (M. J.), *Phil. Mag.*, 1962, 7, 1603.
- [7] MAZEY (D. J.), BARNES (R. S.) et HOWIE (A.), Phil. Mag., 1962, 7, 1861.
- [8] THOMPSON (N.), Proc. Phys. Soc., 1953, B 66, 481.
- [9] VENABLES (J. D.), R.I.A.S. Technical Report, nº 67-2, mars 1967.