

鎢单晶体中位錯的侵蝕斑^{* 1)}

閻乃本 吉光民 馮 端
(南京大学物理系)

关于鎢晶体中位錯侵蝕斑的研究,近年来有人做了不少工作^[1-5]。然而文献中所載的侵蝕斑的形状还不够理想(例如在{100}面上未能获得金字塔形的侵蝕斑),在位錯与侵蝕斑的对应关系上,虽然已有了一些初步的結果^[5],也尚有待于进一步的驗証。

鎢单晶体样品是用电子束浮区熔法制备的。我們用 $K_3Fe(CN)_6$:32.7 克, $NaOH$:4.78 克, 水 107 毫升的溶液作为电解侵蝕剂, 在电压 0.65 伏、电流密度 0.45—0.85 毫安/毫米² 的条件下, 在{100}面上产生了金字塔形的侵蝕斑(图 1)。以 $K_3Fe(CN)_6$:6.1 克, $NaOH$:4 克, 水 90 毫升的溶液为侵蝕剂, 在电压 6—7 伏、电流密度 8—10 毫安/毫米² 的条件下, 在

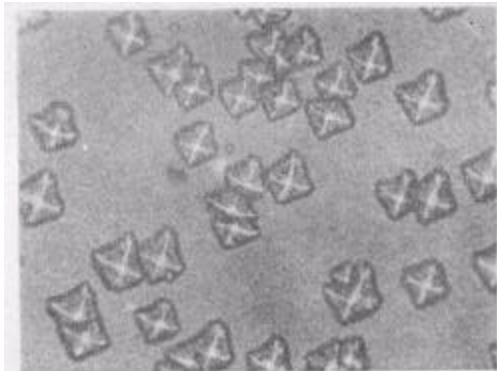


图 1 $\times 1380$

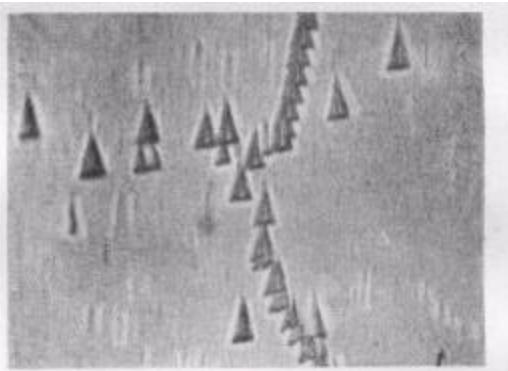


图 2 $\times 1380$

{111} 面上产生三角錐形的侵蝕斑(图 2)。經 X 射綫定向确定, 金字塔形侵蝕斑的底边平行于<100> 方向, 三角錐形侵蝕斑的內棱在(111)面上的投影分別平行于[112]、[121]、[211] 方向。

为了驗証位錯与侵蝕斑間的一一对应关系, 首先采用了侵蝕-抛光-再侵蝕的方法。图 3(a), (b), (c)就是在同一地点不同深度所摄取的三张照片。可以看出, 在三张照片上亚晶界式样的侵蝕斑行列的形状和綫密度几乎全同, 証實了这些侵蝕斑对应于貫穿整个深度的位錯綫的設想。至于散乱的侵蝕斑, 图 3(a)和(c)(深度差 16 微米)中所示的平均密度虽大体相同, 但对应关系不很明显;而在图 3(a)和(b)(深度差 4 微米)中却大体上可以找到对应关系, 虽然侵蝕斑的位置有一些偏移。这个結果支持了一般散乱的侵蝕斑, 也代表位錯綫露头处的解释。由于位錯綫不一定和觀察面正交, 有的以位錯环的形式出現, 有的在抛光层中轉弯了, 使得在不同图片上不易建立严格的对应关系。但抛光层愈薄, 这种对应关系就愈好。

* 1964 年 5 月 1 日收到。

1) 本文詳稿已在南京大学学报(自然科学), 8(1964), 54 发表。

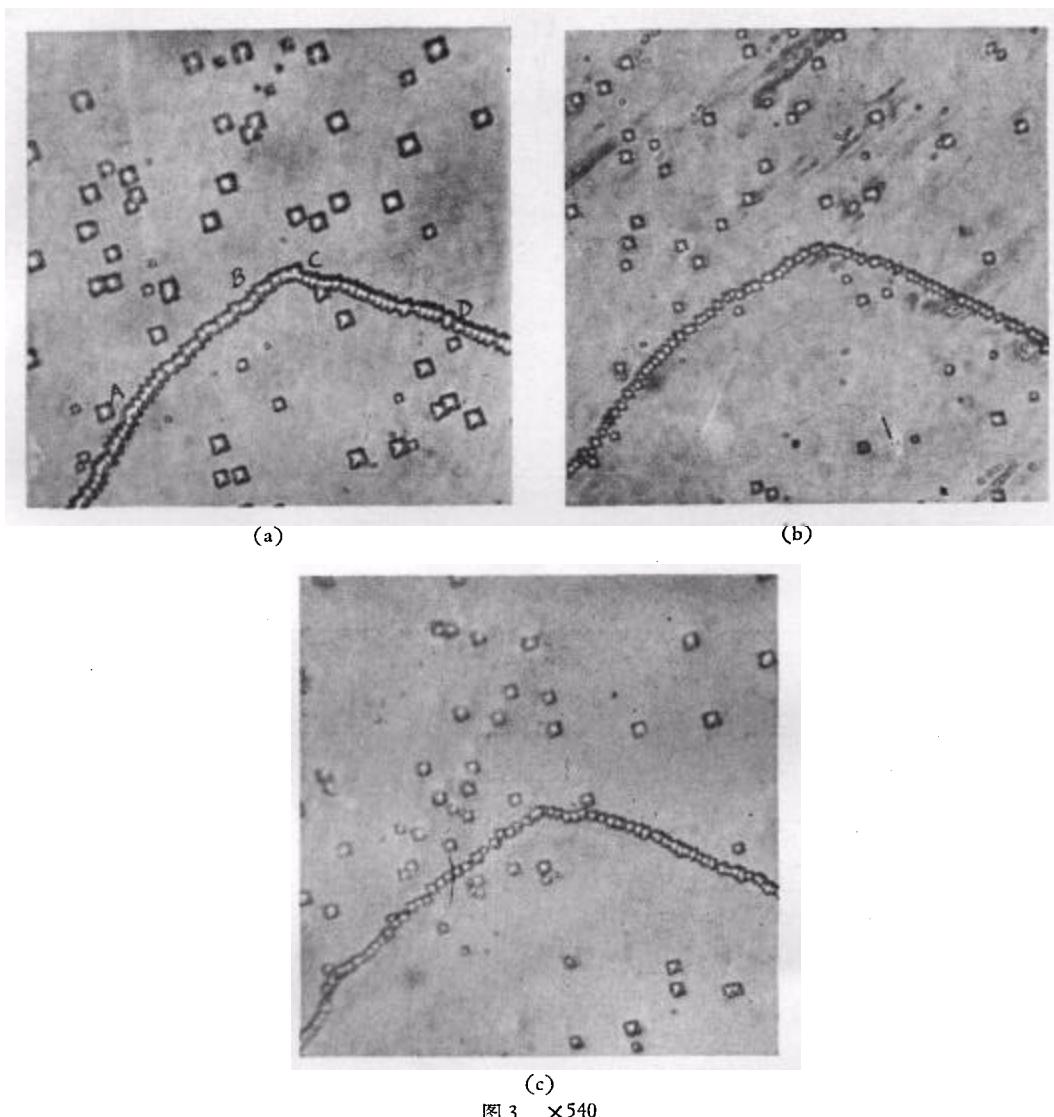


图3 $\times 540$

根据 Frank 公式，可以导出适用于一般的倾侧晶界的 Read-Shockley 公式的推广形式：

$$\theta = \frac{\rho'}{\cos \alpha} \left[\frac{b_2 \sin \phi}{1 + \frac{b_2 \cos \phi}{b_1 \cos \psi}} + \frac{b_1 \sin \psi}{1 + \frac{b_1 \cos \psi}{b_2 \cos \phi}} \right]. \quad (1)$$

这里的 ρ' 表示和观察面相交的位错线密度, 其余诸量的意义参看图 4. 对于 n 叉亚晶界的交结, 得出

$$\sum_{i=1}^n \frac{\rho'_i}{\cos \alpha_i} \left[\frac{b_2 \sin \phi_i}{1 + \frac{b_2 \cos \phi_i}{b_1 \cos \psi_i}} + \frac{b_1 \sin \psi_i}{1 + \frac{b_1 \cos \psi_i}{b_2 \cos \phi_i}} \right] = 0. \quad (2)$$

鎔的晶体結構是体心立方型的，可以預期有柏格斯矢量为 $1/2 \langle 111 \rangle$ 及 $\langle 100 \rangle$ 型的位错。

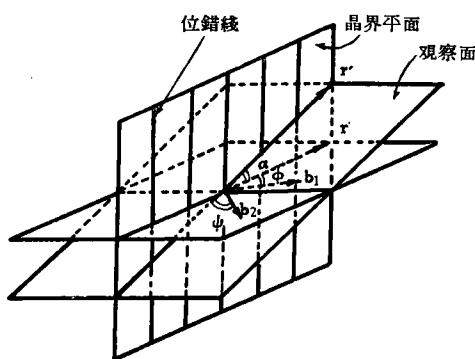


图 4

表 1 三叉晶界的分析結果 (图 5)

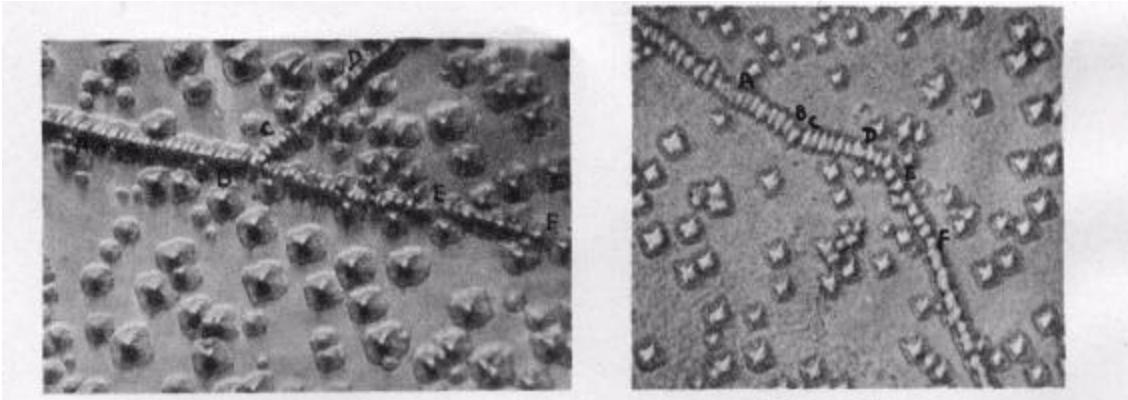
亚晶界	ϕ_i	蚀斑密度 ρ_i, cm^{-1}	$\rho_i / (\cos \phi_i + \sin \phi_i), \text{cm}^{-1}$
AB	54°	11.16×10^8	7.99×10^8
CD	71°	6.47×10^8	5.10×10^8
EF	50°	4.13×10^8	2.93×10^8

結果表明: $7.99 \times 10^8 \approx (5.10 + 2.93) \times 10^8 = 8.03 \times 10^8$

表 2 轉向亚晶界的分析結果 (图 6)

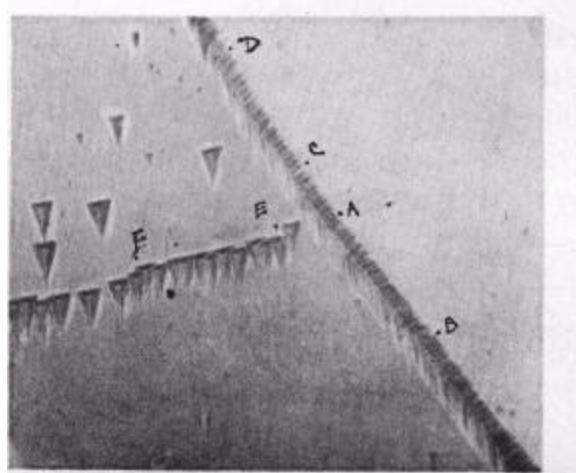
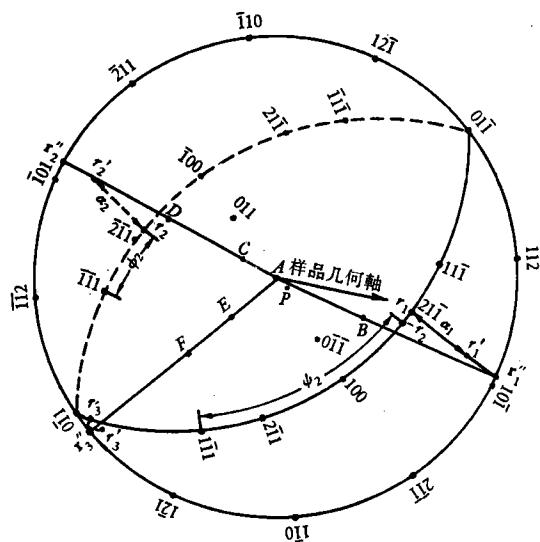
亚晶界	ϕ_i	蚀斑密度 ρ_i, cm^{-1}	$\rho_i / (\cos \phi_i + \sin \phi_i), \text{cm}^{-1}$
AB	35°	12.3×10^8	8.79×10^8
CD	54°	12.3×10^8	8.77×10^8
EF	0°	8.75×10^8	8.75×10^8

結果表明: $8.79 \times 10^8 \approx 8.77 \times 10^8 \approx 8.75 \times 10^8$.

图 5 $\times 970$ 图 6 $\times 1400$

至于在(111)面上观察到的亚晶界的交結,由于位錯綫是和觀察面斜交的,分析起来就更困难一些。为此我們制定了一套极图分析法,現以图 7 所示的三叉晶界为例作一說明。首先令极图的基圓代表觀察面,图 8 中的 P 点表示[111]极点。将三叉亚晶界的迹綫 AB, CD, EF 画在极图上,并延长和基圓相交于 r_1'', r_2'', r_3'' 处。然后旋轉极图使 P 点和中心重合,这样基圓就代表(111)面,相应地 r_1'', r_2'', r_3'' 分別轉到 r_1', r_2', r_3' 处,此即为代

錯存在。在表 1,2 中列出了在 {100} 面上觀測到的亚晶界交結的一些数据。我們假定这些亚晶界由两組柏格斯矢量为 $\langle 100 \rangle$ 的位錯所构成,因而在(2)式中, $b_1 = b_2 = b$, $\phi + \psi = \pi/2$, $\alpha = 0$ 。結果証实了亚晶界上侵蝕斑和位錯的一一对应关系,同时进一步肯定在鉬晶体中已經获得了的結果: 即在体心立方晶体中存在有柏格斯矢量为 $\langle 100 \rangle$ 的位錯。

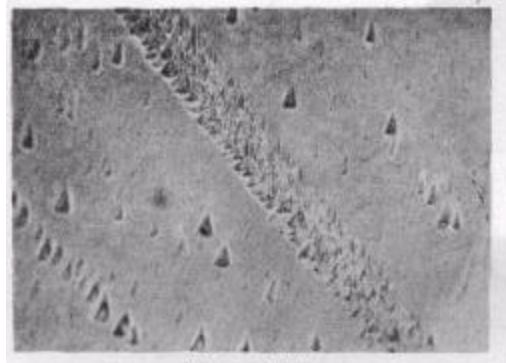
图 7 $\times 1380$ 图 8
表 3 三叉晶界的分析結果(图 7)

亚晶界	构成晶界的原柏格斯矢量		有否位錯反应	反应后的柏格斯矢量		ϕ	ψ	α	$\rho'(\text{cm}^{-1})$	$\frac{\rho'}{\cos\alpha} \left[\frac{b_2 \sin\phi}{1 + \frac{b_2 \cos\phi}{b_1 \cos\psi}} + \right. \\ \left. + \frac{b_1 \sin\phi}{1 + \frac{b_1 \cos\phi}{b_2 \cos\psi}} \right]$
	b_1	b_2		b_1	b_2					
AB	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$			$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$		90°	20°	21°	19.7×10^8	21.3×10^8
CD	$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$	交角为锐角不可能反应	$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$	26°	84°	21°	16.4×10^8	16.4×10^8
EF	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[11\bar{1}]$	設处于亚稳态, 不反应	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[11\bar{1}]$	33°	37°	0.3°	8.20×10^8	4.71×10^8
	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{2}[11\bar{1}] \rightarrow [100]$			[100]	$\frac{1}{2}[11\bar{1}]$	88°	37°	0.3°		8.52×10^8

結果：因 $(16.4 + 4.71) \times 10^8 = 21.1 \times 10^8 \leq 21.3 \times 10^8$, $(16.4 + 8.52) \times 10^8 = 24.9 \times 10^8 \geq 21.3 \times 10^8$, 故晶界 EF 没有位錯反应。

表(111)极图上 r' 矢量(晶界面与观察面交线所定出的)极点。我们知道，这种类型亚晶界的交结中，所有位错线都应和某一 $\langle 110 \rangle$ 方向平行^[6]。根据侵蚀斑尖底的偏斜，可以断定为 $[011]$ ，因而在极图上即可以定出 r 矢量(与 $[011]$ 正交而和 r' 及 $[011]$ 矢量共面)的极点 r_1, r_2, r_3 以及式(2)中的 α_i, ψ_i, ϕ_i 等角度。表 3 列出的测量数据是符合于式(2)的，虽然预期的位错反应 $\frac{1}{2}[1\bar{1}1] + \frac{1}{2}[11\bar{1}] \rightarrow [100]$ 并没有发生，表明晶界处于能量稍高的亚稳态。这些结果，一方面确证了(111)面上列成亚晶界的三角锥形侵蚀斑和柏格斯矢量为 $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ 型位错的一一对应关系，同时也表明所提出的极图法是分析一般倾侧亚晶界的有效工具。

通过上述的一些工作，尽管已经获得不少关于侵蚀斑和位错露头处一一对应关系的证据，但在这个问题上，还需要作一些保留。在我们的实验室中，对钼单晶体的工作，指出了侵蚀斑图象中存在有一些值得注意的假象^[7]。我们在钨中也看到一些类似的迹象，图 9 就是一个例子。浮面看来很象 Taylor 的位错列阵，细究起来，更可能的是一片斜交位错网络的侵蚀图象，在结点处都形成了侵蚀斑，这样才能解释列阵中侵蚀斑大小差异的规律性。

图 9 $\times 1380$

参 考 文 献

- [1] Wolff, U. E., *Acta Met.*, **6** (1958), 559.
- [2] Geach, G. A., Jones, F. O., 3-nd. Plansee Proceedings, Metallwerk Plansee, 1959, p. 77.
- [3] Berlec, I., *J. Appl. Phys.*, **33** (1962), 197.
- [4] Herbst, E. M., Schulze, D., Wadewitz, H., *Phys. Status Solidi*, **3** (1963), K 151.
- [5] Schadler, H. W., *Direct Observation of Imperfections in crystals*, Wiley (1962), p. 593.
- [6] Amelinckx, S., Dekeyser, W., *Solid State Phys.*, **8** (1959), 325.
- [7] 馮 端、閔乃本、李 齐、物理学报, **20** (1964), 337.