

# 利用透射电镜衬度像变化判定位错环类型 及注氢纯铁中形成的位错环分析\*

黄依娜<sup>1)</sup> 万发荣<sup>1)†</sup> 焦治杰<sup>1)2)</sup>

1) (北京科技大学材料科学与工程学院材料物理与化学系, 北京 100083)

2) (密西根大学核工程与放射科学系, MI48109, 美国)

(2009年6月8日收到; 2010年7月1日收到修改稿)

本文分两部分, 第一部分研究了利用透射电镜衬度像变化判定材料中位错环类型的方法, 即采用所谓 inside-outside 方法来判断位错环为空位型位错环或间隙型位错环. 第二部分讨论了加速器注氢纯铁在 673—773 K 时效后形成的位错环的类型.

**关键词:** 透射电镜, 空位型位错环, 间隙型位错环, 氢

**PACS:** 68.37.Lp, 61.72.Ff

## 1. 引言

研究材料辐照损伤的主要背景在于发展核反应堆技术, 尤其是发展核聚变反应堆的技术<sup>[1]</sup>. 而辐照损伤的研究对材料科学的进步也起了极大的推动作用. 然而, 人们对于辐照损伤的理论方面的认识还很肤浅, 仍有不少基础性问题尚待解决.

另一方面, 高能中子在材料中产生的  $(n, p)$ ,  $(n, \alpha)$  核嬗变反应会产生大量的氢、氦, 这些气体元素将会与辐照缺陷相互作用, 从而对材料的辐照性能产生影响.

以前有关氢的研究多限于面心立方金属. 因为在体心立方金属中氢的扩散系数非常大, 所以人们认为高温下氢难以在体心立方金属中大量残留, 从而不会影响材料的性能.

Rajainmaki 等人<sup>[2]</sup> 用正电子湮没技术研究 Ni 中的缺陷回复和氢对回复的影响. 他们先将试样在 20 K 时辐照, 然后进行等时效发现约在 55 K 时间隙原子开始自由迁移, 超过 320 K 时空位开始自由迁移, 并且可以明显地看到空位的聚集. 不管是在 20 K 时离子注入还是 295 K 电化学方法充的氢都会被空位俘获. H-V 对约在 305 K 时分解, 此温

度低于空位迁移温度. 氢与空位的结合能为  $0.57 \pm 0.04$  eV.

Ono 等人<sup>[3]</sup> 在研究低能氢离子辐照下 Ni 缺陷簇集的动力学过程时发现, 室温下, I-loop 的深度分布与氢的而不是 dpa 的深度分布一致, 而且 I-loop 集中的最初阶段随  $H^+$  剂量的增加而急剧增加, 这表明氢原子能增强位错环的形成. 他们发现位错环易在 H-V 复合体上形核, 空位是通过与氢原子较强的相互作用而对 I-loop 的形成起作用的. 他们的实验还表明空位倾向于在试样表面和位错附近形核和发展, 认为这是由于缺陷或偏压效应造成的.

最近, 有关体心立方金属中的氢与缺陷的研究表明, 即使在高温下, 也不能忽视氢的影响.<sup>[1]</sup>

在室温下进行加速器氢离子注入后的试样中, 在电镜下可以观察到大量的辐照缺陷<sup>[4]</sup>. 这些缺陷密度大, 尺寸小, 以至难以将其互相区别开来. 注入的氢将会被这些缺陷俘获, 而比较稳定地存在于试样中. 如果将试样在高温下时效, 可以看到较大的二次缺陷的形成. 这些位错环的数密度随时效温度的升高而减少, 尺寸则随着温度的升高而增大.

室温加速器注氢试样经过 573—673 K 时效后, 可以明显地观察到尺寸较大的位错环. 此时在该 573—673 K 利用高压电镜进行电子束辐照这些位

\* 国家自然科学基金(批准号:50771017)和国家重点基础研究发展计划(批准号:2008CB717802, 2009GB109004)资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn

错环将不断长大.

而在 450 °C 辐照时, 则有两种不同类型的位错环形成. 在同一 450 °C 下进行高压电镜的电子束的辐照, 其中一种位错环不断长大, 另一种位错环则逐渐缩小以至最后消失. 773 K 时效后发现所有位错环在电子辐照下都将缩小. 当时时效温度超过 793 K 时, 已观察不到位错环的形成. 然而此时无论在晶界还是晶粒内部都产生了大量的空洞. 一般离子注入或辐照实验中, 在铁中所能观察到的位错环都是间隙型位错环, 它们在电子辐照下都将不断长大<sup>[5]</sup>, 该实验<sup>[4]</sup>发现的在高压电镜电子辐照下不断缩小的位错环, 很可能为空位型位错环. 电子辐照会不断产生新的间隙原子和空位, 而间隙原子总是比空位更易扩散. 位错环吸收的间隙原子的数量总是比空位的数量要多. 间隙型位错环在吸收间隙原子后会长得更大, 而空位型位错环在吸收间隙原子后会不断缩小. 这就是上述工作中判断缩小的位错环是空位型位错环的原因. 但是, 由于在理论上来说, 间隙型位错环吸收空位后也会不断缩小, 因此有必要判定这些位错环确实是空位型位错环.

另外, 上述文献[4]还有一个关于空位型位错环形成的假定. 根据这个假定, 氢在空位处的陷阱位置不是空位的中心, 而是在偏离空位中心的某一八面体间隙或四面体间隙的位置. 这样形成的哑铃

状空位-氢复合体具有的各向异性, 使得它们沿某一平面聚集在一起, 从而导致空位型位错环的形成, 还有人<sup>[6]</sup>计算了氢在空位附近的陷阱位置的能量, 认为氢和处于沿  $\langle 100 \rangle$  方向偏离空位中心 0.54 a. u. 的位置. 这些观点都需要判定这种空位型位错环的柏氏矢量及其惯习面的数据支持.

因此, 确定这些位错环的性质及其惯习面, 对于进一步理解氢与空位点缺陷的相互作用, 具有很重要的意义. 本研究专注于如何利用透射电镜观察法来判定位错环的性质.

本文分两部分, 第一部分详细介绍利用透射电子显微镜法判定材料中位错环类型的方法. 即采用所谓的 inside-outside 方法来判定位错为间隙型位错环或空位型位错环. 第二部分讨论了注氢纯铁在 673—793 K 时效后位错环的类型.

## 2. 透射电镜观察法判定位错环类型

### 2.1. 柏氏矢量定义<sup>[7]</sup> (图 1 和图 2)

在含有位错的晶体中, 先任意选定位错线的正方向  $U$ , 这里假定为纸面向里的方向正方向. 然后按右手旋转法则 (right hand screw, RH) 确定柏氏回路的方向.

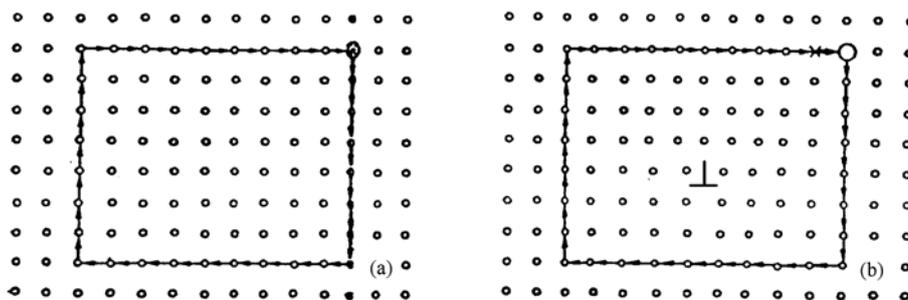


图 1 理想晶体与实际晶体中的柏氏回路

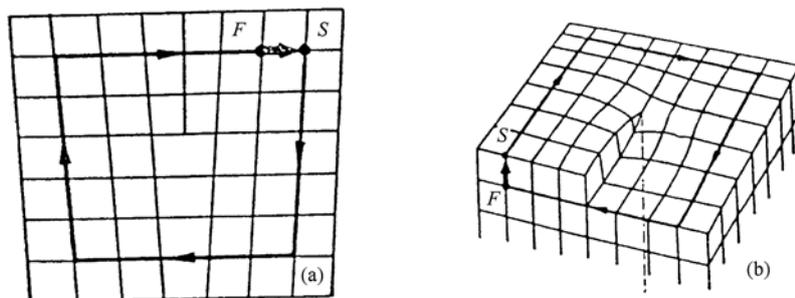


图 2 确定柏氏矢量的 FS/RH 方法

先在完整晶体中,利用一系列点阵矢量沿柏氏回路正方向(即顺时针方向)做一闭合回路.然后,利用上述同样的一系列点阵矢量在含有位错线的点阵中作一回路.此时发现终点  $F$  与起点  $S$  不在同一点,回路不再闭合.需要将  $F$  与  $S$  连接起来才能是柏氏回路闭合.

$FS/RH$  定义法中,将上述回路中从  $F$  到  $S$  的矢量  $FS$  定义为这个位错的柏氏矢量.

### 2.2. 位错环性质判定的二步法

材料中由于辐照产生的点缺陷聚集在一起会形成位错环等二次缺陷.这些位错环的性质与点缺陷的性质有关,空位聚集形成空位型位错环,间隙型原子聚集则形成间隙型位错环.判定这些位错环二次缺陷的性质,对于研究材料辐照效果非常重要.

判定位错环性质的最有效的方法是透射电镜观察法.在利用透射电镜判定位错环性质时,采用的是所谓的 inside-outside 方法.其原理简单说明如下.

利用电子显微镜观察位错环时,根据衍射条件偏离布拉格衍射条件的情况,位错的衬度像会出现在位错芯的左侧或右侧.这种衬度像的偏移取决于  $(g \cdot b)s$  的符号,这里的  $g$  为反射矢量, $b$  为位错柏氏

矢量, $s$  为偏离布拉格衍射条件的参量.

如果以荧光屏上观察的像为准,按位错线方向  $u$  的左侧、右侧定义左右,当采用上面的  $FS/RH$  法定义位错柏氏矢量时,则有以下关系:

$$\begin{aligned} (g \cdot b)s > 0 \text{ 时,位错衬度像出现在位错线的右侧,} \\ (g \cdot b)s < 0 \text{ 时,位错衬度像出现在位错线的左侧.} \end{aligned} \quad (1)$$

在观察位错环衬度像时,一般将位错环平面的法线方向  $n$  定义为朝上的方向,即从荧光屏到电子源的方向.如图 3(a) 所示.

按照以上规律,可知,当  $(g \cdot b)s < 0$  时,位错环的衬度像出现在位错环投影圆的内侧(inside),而当  $(g \cdot b)s > 0$  时,位错环的衬度像则出现在位错环投影圆的外侧(outside),即

$$\begin{aligned} (g \cdot b)s > 0, \text{ inside,} \\ (g \cdot b)s < 0, \text{ outside.} \end{aligned} \quad (2)$$

如果将位错环平面的法线方向定义为朝下,如图 3(b).根据  $FS/RH$  法定义所得的位错柏氏矢量  $b$  将会与  $n$  定义为朝上时的  $b$  刚好相反.此时,位错衬度像出现在位错线左、右侧的规律仍与前面一致,但 inside-outside 规律则刚好相反,即

$$\begin{aligned} (g \cdot b)s < 0, \text{ outside,} \\ (g \cdot b)s > 0, \text{ inside.} \end{aligned} \quad (3)$$

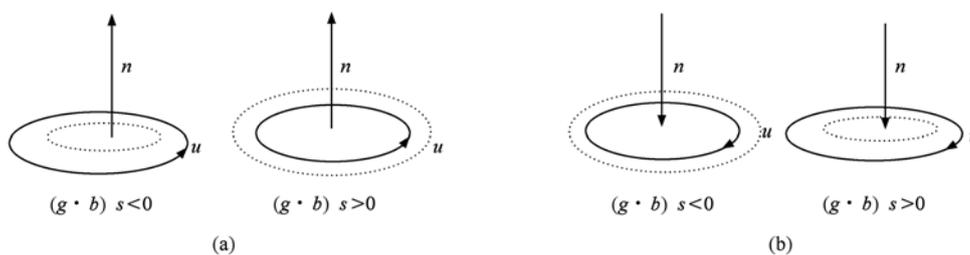


图 3 衍射条件下位错环衬度的 inside-outside 变化(图中虚线为位错环衬度像的位置,实线为位错环投影圆的位置)

利用这种位错环衬度像在位错环投影圆内侧(inside)或外侧(outside)出现的现象就可以判定位错环的性质.

有关位错环性质的 2-step 方法有不少文献作出了介绍<sup>[8,9]</sup>,这里简单说明如下,所谓 2-step 是指在电镜试验中有两个步骤:

- 1) 确定对应于某个反射  $g$  的  $(g \cdot b)s$  符号;
- 2) 确定位错环平面倾斜状态.

在步骤 1) 时,为了获得良好的位错环衬度像,需要选择  $s > 0$ . 因而此时衬度像的变化就取决于  $(g \cdot b)$  的符号. 对于某组  $g$  以及  $-g$ ,观察双束近似

下位错环衬度像,较小的位错环对应于  $(g \cdot b)s < 0$ ,较大的则对应于  $(g \cdot b)s > 0$ . 但是,只从这种衬度变化还不能确定位错环类型. 如图 4 所示,间隙型位错环(图 4(a) 和 (b) 中的右侧的位错环)和空位型位错环(图 4(a) 和 (b) 中的左侧的位错环)的 inside-outside 衬度变化就完全相同,但这 2 个位错环的位错面法线  $n$  不相同. 值得注意的是,位错面法线  $n$  与柏氏矢量  $b$  形成的角度  $\alpha$  有可能不等于 0,也不等于  $\pi$ ,也就是说我们观察到的位错环有可能不是纯刃型的.

从上述可知,由衬度变化只能得到  $g \cdot b$  的符号,

但还不能确定位错环的性质. 此时必须确定位错环平面的倾斜状态, 这就是步骤 2) 的目的.

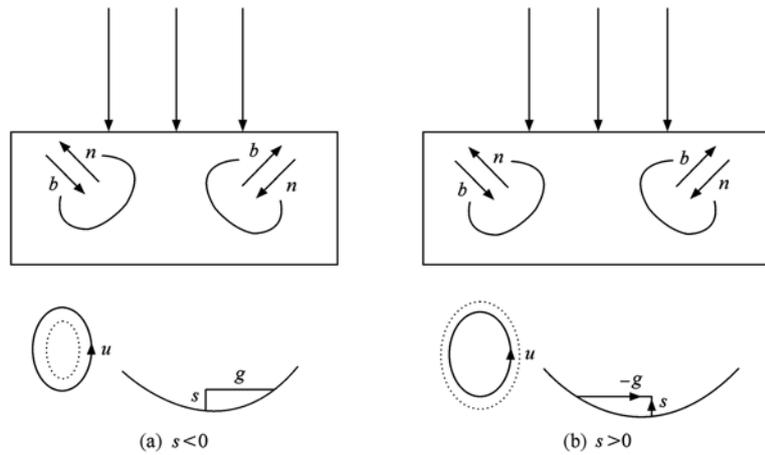


图 4 空位型位错环(左侧)与间隙型位错环(右侧)的衬度像的差别(图中虚线为位错环衬度像的位置,实线为位错环投影圆的位置) (a) inside ( $g \cdot b$ )  $s < 0$ ; (b) outside ( $g \cdot d$ )  $s > 0$

在试样倾转时,位错环像的椭圆度也会发生变化,从这种变化可以确定位错环平面的倾斜状态.

这里要搞清菊池线的移动与试样倾转的关系,如图 5 所示.

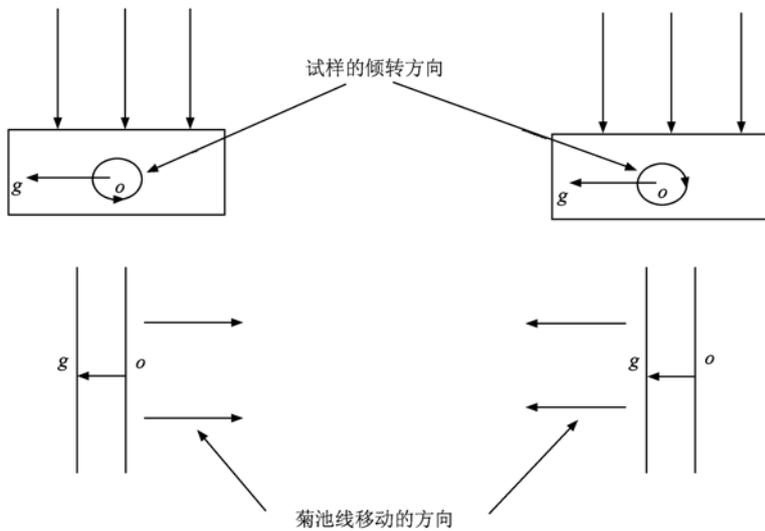


图 5 试样倾转与菊池线移动之间的关系

具体来说,选定一个  $g$ , 倾转试样,使菊池线离开中心. 从图 6 可知,随着试样的倾转,位错环的像如果逐渐变圆,则  $(g \cdot n) > 0$ ; 如果逐渐变得细长,则  $(g \cdot n) < 0$ . 当然,这一结论与  $n$  的朝向相关.

但 2-step 方法中的步骤 2) 在透射电镜实验中比较困难,若试样的倾转轴与位错环平面的法线的角度较小,则位错环像椭圆的变化也不会太大,因此实验时较难确定位错环平面的倾斜状态.

如果用上面的方法难以确定位错环的平面法线  $n$ , 那么下面的两种方法会有所帮助. 1) 倾转位

错环到与入射电子束平行的方位,即  $n \cdot B = 0$  的方位,此时位错环的投影为线状,与此线垂直的方向即为  $n$  的方向,此方向的指数可由所对应的衍射斑得到. 2) 通过确定位错环面上的某些特征的真实方向来确定  $n$ .

### 2.3. 位错环性质判定的一步法 (1-step)

位错有刃型位错,螺型位错和包含前两种的混合位错. 在辐照损伤研究中经常观察到的是由点缺陷聚集而成的刃型位错环. 了解这点对判定位错环

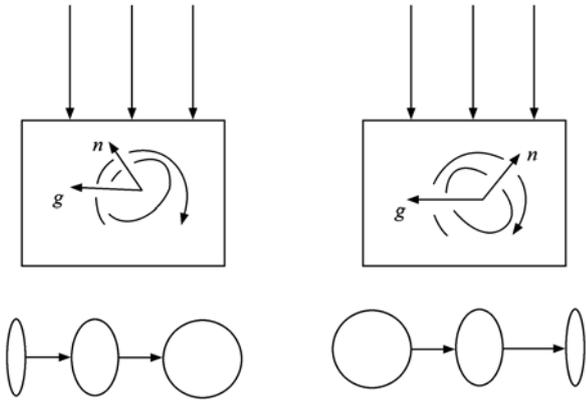


图6 试样倾转时位错环衬度变化与  $g \cdot n$  的关系

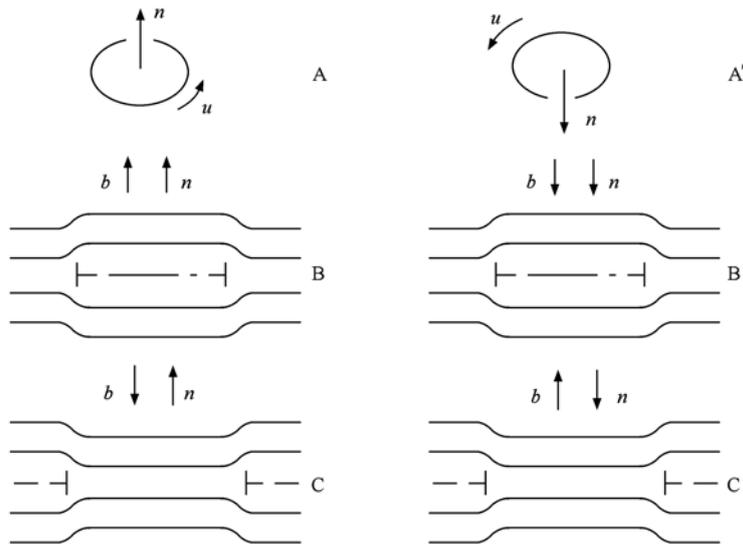


图7 不同类型的位错环的  $b$  与  $n$  (图中位错环平面法线  $n$ (A, A'), 间隙型位错环(B, B') 与空位型位错环(C, C'))

束近似下的观察. 此时位错环衬度像的 inside-outside 变化如下:

$$\begin{aligned} (g \cdot b)s < 0, & \quad \text{inside,} \\ (g \cdot b)s > 0, & \quad \text{outside.} \end{aligned}$$

从这些位错环衬度像的变化, 不仅可知  $(g \cdot b)$  的符号, 而从 inside-outside 变化的程度与绝对值成

的工作十分重要.

所谓刃型位错环, 是由间隙原子或空位聚集成的圆板状的二次缺陷. 如果用  $FS/RH$  法定义刃型位错环的柏氏矢量, 其结果如图 7 所示. 对于刃型的间隙型位错环, 其  $n$  与  $b$  同向平行; 对于刃型的空位型位错环, 其  $n$  与  $b$  反向平行. 换句话说, 刃型的空位型位错环有  $b \cdot n = -1$ ; 而刃型的间隙型位错环则有  $b \cdot n = 1$ .

利用刃型位错环的这一性质判定位错环性质时就不需要 2-step 法中的步骤 2) 了. 1-step 法在文献 [10] 中简单介绍过, 下面对其作具体介绍.

对于某一衍射花样, 利用一些  $g$  和  $-g$  进行双

比例的关系来正确地判定位错环的柏氏矢量. 同时, 从衍射花样可以确定电子束方向  $B$  (确切地说, 就是试样的法线方向, 即从试样到电子束源的方向). 从图 8 可知, 由于  $n$  总是朝上,  $b \cdot B > 0$  时, 是间隙型位错环,  $b \cdot B < 0$  时, 是空位型位错环, 从而可以判定位错环的性质.

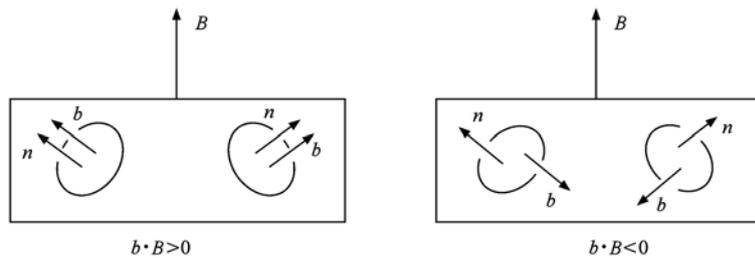


图8  $b \cdot B$  与位错环类型的关系

这样,即使是不知道位错环平面的倾斜状态,如果知道柏氏矢量  $b$  和电子束方向  $B$ ,就可以判定位错环的性质.

1-step 法的电镜实验方法虽然简单,但如果衍射斑点的指数标定有误的话,就不可能正确地判定位错环的性质. 如果衍射斑点旋转  $180^\circ$ ,衍射斑点的  $g$  就变成了  $-g$ ,从而所判定的位错环的性质就刚好相反. 衍射斑点的指数标定必须根据菊池线图来进行. 在获得两个以上的衍射花样后,根据这些衍射花样的相互位置,从菊池线图来标定衍射斑点指数并不困难. 需要注意的是,各书的菊池线图的制作方法可能不同,其中的指数的意义也可能不同. 选择菊池线图时要特别小心.

1-step 法还需注意的是应尽量利用同一个衍射花样来进行观察. 也就是说,尽可能不要变化  $B$ . 如果已有的  $B$  不能确定  $b$ ,需要在别的  $B$  中进行 inside-outside 观察时,要注意以下问题.

如图 9 所示,当从  $B_1$  到  $B_2$  倾转试样时, $B_1$  朝上的  $n$  在  $B_2$  时有可能变为朝下. 前面已提到,对应于朝上的  $n$  有

$$(g \cdot b)s < 0, \quad \text{inside,}$$

$$(g \cdot b)s > 0, \quad \text{outside.}$$

对应于朝下的  $n$  有

$$(g \cdot b)s > 0, \quad \text{inside,}$$

$$(g \cdot b)s < 0, \quad \text{outside.}$$

如果多个  $B$  进行 inside-outside 观察时,要仔细考虑这种  $n$  的朝向发生变化的可能性,否则就得不到正确的判定结果.

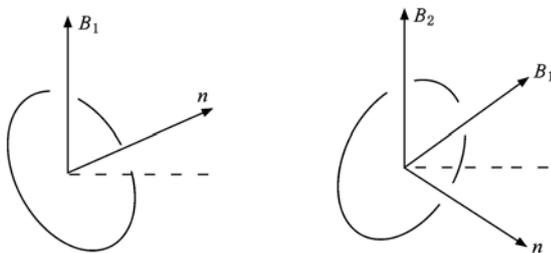


图 9 试样倾转时位错环平面法线  $n$  的变化

### 3. 注氢纯铁中位错环的研究

#### 3.1. 实验过程

将纯铁冷轧成厚度大约 0.15 mm 的薄片后,冲成直径为 3 mm 的圆片. 然后密封在真空石英管中,在加热炉中 700 °C 时效 1 h 后水冷至室温,以消除

在此之前的冷加工产生的位错等缺陷. 利用双喷电解装置将圆片减薄成透射电镜观察用薄膜样品. 电解液为高氯酸:醋酸 = 1:15.

薄膜样品充氢实验在离子加速器上进行. 离子加速电压为 50 kV,充氢温度为室温,充氢量为  $1 \times 10^{17}$  离子数/cm<sup>2</sup>.

将两个已充氢试样分别安装在低压电镜的加热台上时效约 15 min,第一个试样时效温度为 673 K,第二个时效温度为 773 K.

#### 3.2. 实验结果

在电镜下可以观察到离子注入后的试样中出

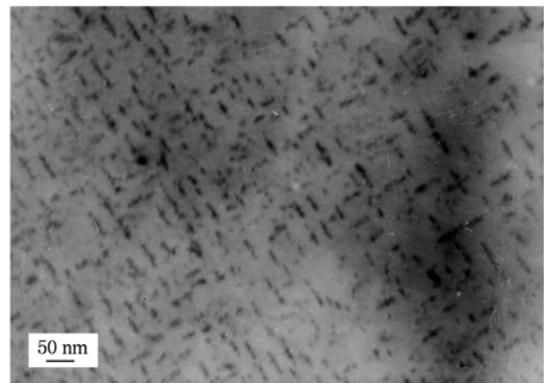


图 10 室温注氢纯铁试样中的缺陷

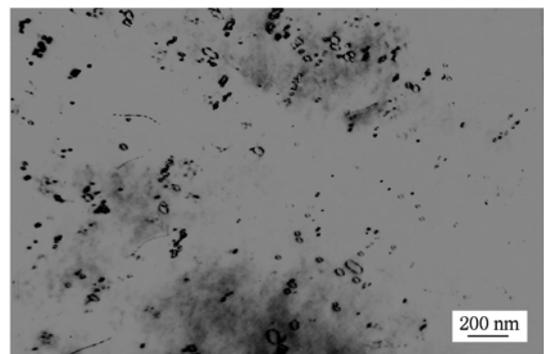


图 11 室温注氢纯铁试样在 673 K 时效 15 min 后的缺陷

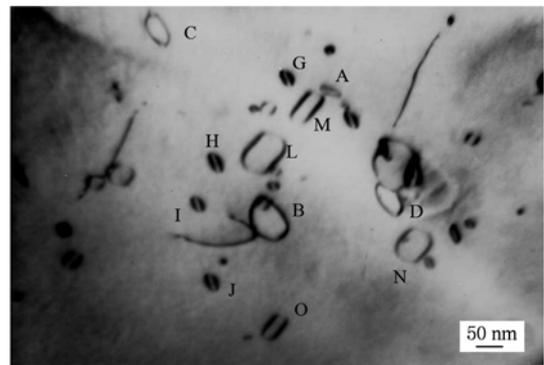


图 12 室温注氢纯铁试样在 773 K 时效 15 min 后的缺陷

现了大量的小缺陷(图 10). 这些小缺陷在高温时效时会聚集形成尺寸较大的位错环.

第一个试样在 673 K 时可以观察到有较大的位错环形成(图 11), 这时形成的位错环在高压电镜中的电子束辐照下应不断长大. 第二个试样在 773 K 时可观察到一些大的空洞的形成. 根据文献[1], 这些大空洞的形成温度为 793 K. 这说明, 本次 773 K

加热实验确实到了足以使缩小型位错环(即空位型)形成的温度, 而绝不会出现长大型(及间隙型)位错环.

为了确定两试样中位错环的性质, 分别将二者在电镜下用 inside-outside 实验方法测定. 本节分析工作采用的是  $FS/RH$  法定义位错环的柏氏矢量, 以及向上位错环的法线方向  $n$ , 从而采用了如下关系

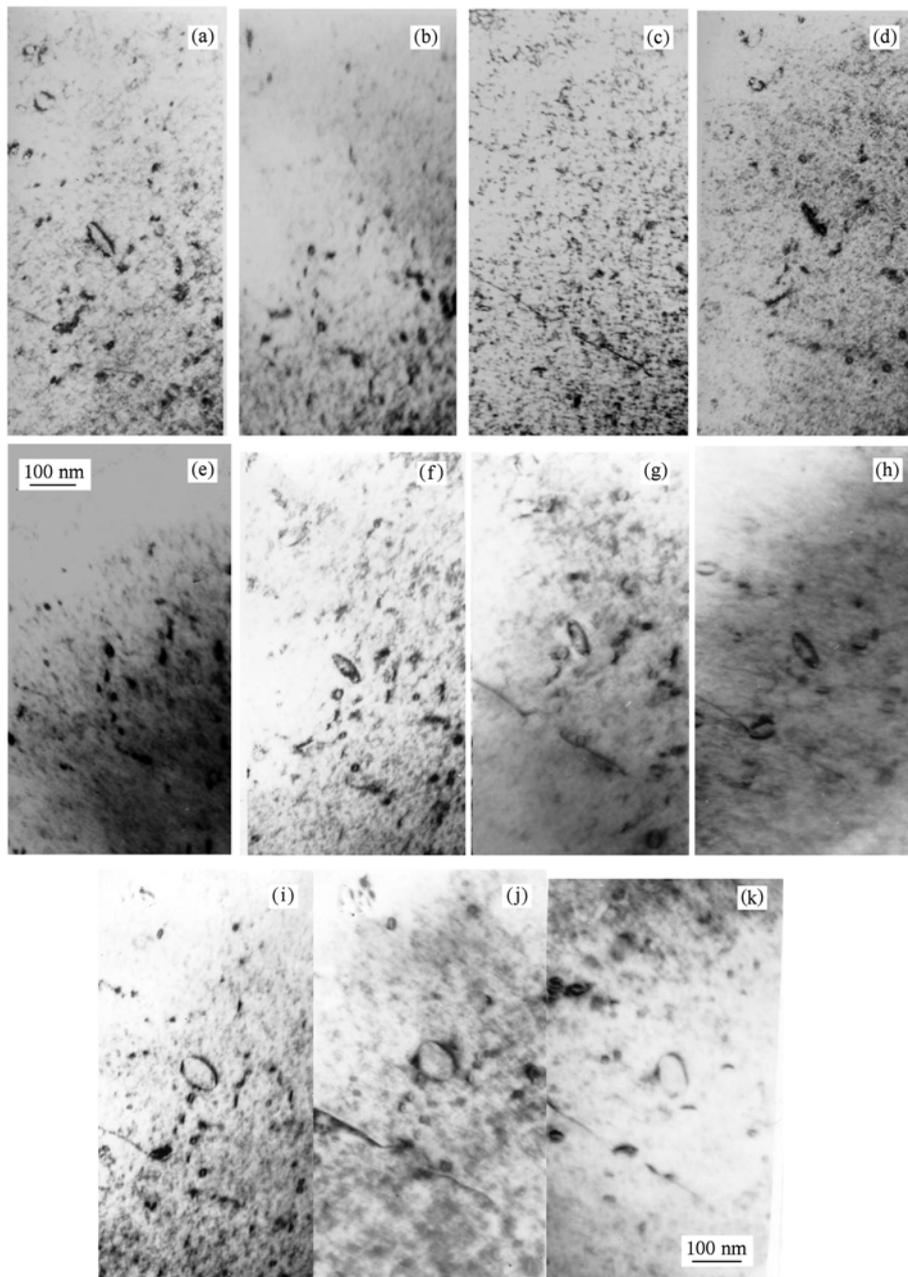


图 13 试样在 673 K 时效所形成的位错环的性质测定系列照片 (a)  $g = [\bar{2}11], B \sim [111]$ ; (b)  $g = [\bar{1}21], B \sim [101]$ ; (c)  $g = [01\bar{1}], B \sim [311]$ ; (d)  $g = [2\bar{1}\bar{1}], B \sim [111]$ ; (e)  $g = [12\bar{1}], B \sim [101]$ ; (f)  $g = [\bar{1}21], B \sim [101]$ ; (g)  $g = [\bar{1}30], B \sim [311]$ ; (h)  $g = [\bar{1}03], B \sim [311]$ ; (i)  $g = [1\bar{2}\bar{1}], B \sim [101]$ ; (j)  $g = [1\bar{3}0], B \sim [311]$ ; (k)  $g = [10\bar{3}], B \sim [311]$

来判定位错环的性质.

$$\begin{aligned} (g \cdot b)_s < 0, & \text{ inside,} \\ (g \cdot b)_s > 0, & \text{ outside,} \\ n \cdot b > 0, & \text{ 间隙型位错环,} \end{aligned}$$

$n \cdot b < 0$ , 空位型位错环.

在 673 K 时效 15 min 的试样测定结果如下(图 13 系列):

图 13 系列照片的结果总结如表 1 所示.

表 1 试样在 673 K 时效所形成的位错环的性质测定

B	[111]			[101]			[311]				
g	[211]	[211]	[121]	[121]	[121]	[121]	[103]	[103]	[130]	[130]	[011]
loop	I	O	×	×	I	O	I	O	I	O	×

I: inside 衬度; O: outside 衬度; ×: 消衬.

对表 1 中的结果分析如下: 由  $g = \pm [12\bar{1}]$  和  $[01\bar{1}]$  消衬, 可以得到  $b = \pm 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$ . 因  $g \cdot b > 0$  时为 outside 衬度. 故从  $[12\bar{1}]$ ,  $[10\bar{3}]$  与  $[1\bar{3}0]$  为 outside 衬度可以确定  $b = 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$ . 其与各个衍射矢量的点乘结果如表 2. 从图 13(a) 可以看出此时位

错环所在平面与电子束入射方向  $B \sim [111]$  近似垂直, 由此可以得出位错环平面应接近于  $[\bar{2}11]$ . 又因  $n$  的方向为向上, 所以对于  $B \sim [101]$  与  $[311]$ ,  $n \sim [2\bar{1}\bar{1}]$ . 这样可以得到  $n \cdot b = [2\bar{1}\bar{1}] \cdot 1/2 [1\bar{1}\bar{1}] = 2 > 0$ , 故此位错环为间隙型刃螺混合位错环.

表 2 各个衍射矢量的点乘结果

B	[111]			[101]			[311]				
g	[211]	[211]	[121]	[121]	[121]	[121]	[103]	[103]	[130]	[130]	[011]
$g \cdot b$	-2	2	0	0	-2	2	-2	2	2	0	0

在 773 K 时效 15 min 的试样的测定结果如图 14 所示.

图 14 系列照片的结果总结如表 3 所示.

对上表进行分析后结果如表 4 所示. 但对于 loop L-O 因无法判定其消衬情况, 故无法确定其柏氏矢量.

可以从位错环椭圆度的变化来判定各类位错环所在平面. 上述各类位错环的法线  $n$  如表 4. 同样根据  $g \cdot b$  的符号所得到的位错环的性质也列于表中.

### 3.3. 分析讨论

以前的研究<sup>[11]</sup>表明, H 在  $\alpha$ -Fe 中的迁移能非常低(0.07 eV), 大部分的氢在室温下就扩散出试样表面. 但曾有报道认为<sup>[12]</sup>, H<sup>+</sup> 辐照的钼中存在片状的氢缺陷团, 室温下在 H<sup>+</sup> 辐照的铜中发现有氢泡<sup>[13]</sup>, 在 720 K H<sup>+</sup> 注入的 316 不锈钢中有缺陷团, 这些缺陷团在进一步电子辐照下会消失<sup>[14]</sup>. Ono 等<sup>[3]</sup>的实验也表明, H<sup>+</sup> 的注入对位错环的形成起有效作用. 这说明即使残存量很少, 氢也可能与点缺陷发生作用.

注入的氢离子会与间隙原子或空位发生作用,

但前一种较弱, 而后一种相对较强. 氢与空位复合体的结合能, 定义为  $E^d = E^b + E^m$  其中  $E^b, E^m$  分别为结合能和迁移能, 可以很大. 钼中空位富集的复合体, 像 HV<sub>4</sub> 或空洞, 结合能  $E^b = 2.0 \text{ eV}^{[11]}$ . 因此,  $\alpha$ -Fe 中的空位型位错环的形成很有可能与氢-空位的俘获机理有关.

以前曾报道过室温下重离子辐照的  $\alpha$ -Fe 中由级联碰撞塌陷造成的空位型位错环<sup>[15]</sup>. 但注 H<sup>+</sup> 后 770 K 时效才所形成的空位型位错环不能由此来解释, 因为级联碰撞在较低的温度下就已发生.

以前曾利用 H<sup>+</sup> 注入后所形成的四种氢缺陷复合体, 即 H-I, H-V, H-Is 和 H-Vs, 在各温度下迁移的不同对实验现象加以解释<sup>[4]</sup>. 这里继续沿用此理论, 但重点解释实验观测到的混合型位错环的成因.

本文中测得的位错环都是刃螺混合型的, 其中 673 K 时效试样中的位错环是间隙型的, 其柏氏矢量  $b = 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$ , 位错环面法线  $n \sim [2\bar{1}\bar{1}]$ . 而 773 K 时效试样中的位错环是空位型的, 其柏氏矢量与位错环面法线分别为  $b = 1/2 [11\bar{1}]$ ,  $n \sim [\bar{1}01]$ ;  $b = [0\bar{1}0]$ ,  $n \sim [\bar{1}21]$  与  $b = [\bar{1}00]$ ,  $n \sim [2\bar{1}0]$ . 这里最后一种类型位错环的  $n$  近似为  $\langle 112 \rangle$ .

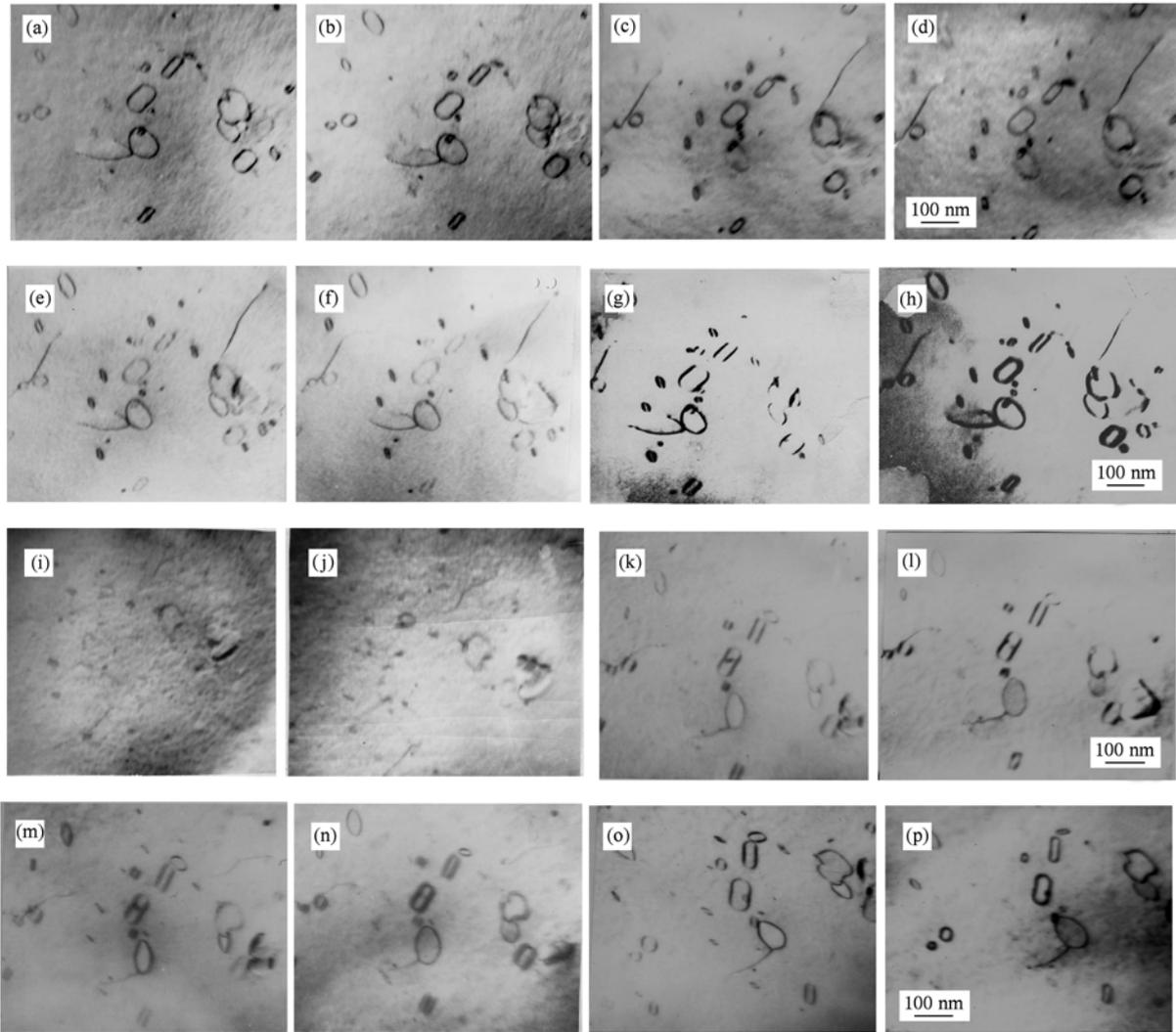


图 14 试样在 773 K 时效所形成的位错环的性质测定系列照片 (a)  $g = [01\bar{1}]$ ,  $B \sim [111]$ ; (b)  $g = [0\bar{1}1]$ ,  $B \sim [111]$ ; (c)  $g = [\bar{1}01]$ ,  $B \sim [111]$ ; (d)  $g = [10\bar{1}]$ ,  $B \sim [111]$ ; (e)  $g = [\bar{1}10]$ ,  $B \sim [111]$ ; (f)  $g = [1\bar{1}0]$ ,  $B \sim [111]$ ; (g)  $g = [\bar{1}2\bar{1}]$ ,  $B \sim [111]$ ; (h)  $g = [1\bar{2}1]$ ,  $B \sim [111]$ ; (i)  $g = [\bar{2}00]$ ,  $B \sim [001]$ ; (j)  $g = [200]$ ,  $B \sim [001]$ ; (k)  $g = [020]$ ,  $B \sim [001]$ ; (l)  $g = [0\bar{2}0]$ ,  $B \sim [001]$ ; (m)  $g = [130]$ ,  $B \sim [001]$ ; (n)  $g = [\bar{1}30]$ ,  $B \sim [001]$ ; (o)  $g = [12\bar{1}]$ ,  $B \sim [113]$ ; (p)  $g = [\bar{1}20]$ ,  $B \sim [113]$

表 3 773 K 时效所形成的位错环的性质测定小结

$B$	$[111]$								
	$g$	$[01\bar{1}]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}01]$	$[10\bar{1}]$	$[\bar{1}10]$	$[1\bar{1}0]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[1\bar{2}1]$
loop A		⊥	⊥	⊥	⊥	×	×	⊥	⊥
loop B-D				×	×	—	—	I	O
loop G-J		×	×	—	—	—	—	O	I
loop L-O		—	—	—	—	—	—	O	I
$B$	$[001]$				$[113]$				
	$g$	$[200]$	$[\bar{2}00]$	$[020]$	$[0\bar{2}0]$	$[130]$	$[\bar{1}30]$	$[12\bar{1}]$	$[\bar{1}21]$
loop A		O	I	O	I	O	I	O	I
loop B-D		×	×	I	O	I	O	I	O
loop G-J		⊥	⊥	×	×	I	O	I	O
loop L-O		—	—	—	—	—	—	O	I
$B$	$[011]$		$[102]$		$[\bar{1}\bar{1}3]$				
	$g$	$[21\bar{1}]$	$[\bar{2}11]$	$[\bar{2}11]$	$[2\bar{1}1]$	$[\bar{2}11]$	$[\bar{2}11]$	$[\bar{1}21]$	$[\bar{1}21]$
loop A		O	I	I	O	I	O	×	×
loop B-D		I	O	I	O	⊥	⊥	⊥	⊥
loop G-J		I	O	O	I	O	I	O	I
loop L-O		O	I	I	O	I	O	I	O

I: inside 衬度; O: outside 衬度; ×: 消衬; —: 不能确定; ⊥: 垂直.

表4 773 K 时效所形成的位错环的性质测定分析结果

loop	A	B-D	G-J
$b$	$1/2[11\bar{1}]$	$[0\bar{1}0]$	$[\bar{1}00]$
$n \sim$	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}21]$	$[2\bar{1}1]$
$b \cdot n$	-1	-2	-2
Nature	空位型	空位型	空位型

下面先讨论 773 K 时效所形成的空位型位错环的情况。

空位俘获氢原子有多种情况,最普遍的是单空位俘获单个氢原子,其结合能约为 0.54 eV [16],其次是单空位俘获两个氢原子,这两个氢原子相对于空位对称分布. 这里采用单空位俘获单个氢原子的结构,即 H-V 结构。

曾有报道认为,铝中氢在空位处被俘获的位置不是空位的中心而是空位旁边的四面体间隙[17]或八面体间隙[18]附近. 因而也可以认为铁中氢在空位处被俘获的位置同样也不在空位的中心,而可能在四面体间隙  $T_h$  或八面体间隙  $O_h$  附近。

先看 H 在八面体间隙附近的情况,假定空位处在原点  $O(0,0,0)$ ,而与之最近的八面体间隙  $O_h$  的座标为  $\{0,0,1/2\}$ ,则  $OO_h = \langle 001 \rangle$ ,这样形成的哑铃状的氢空位复合体,因其具有各向异性,当它们聚集在一起时,为了使二次缺陷的形成能最小,将会沿着某个平面迁移聚集. 因  $\langle 001 \rangle$  方向迁移,如图 15 所示. 如果 H-V 在  $\{112\}$  平面聚集而形成一空位片,然后塌陷而形成层错,此层错可通过  $\langle 111 \rangle$  方向的切变而形成  $b = \langle 100 \rangle$  或  $b = 1/2\langle 111 \rangle$  的空位型位错环,其切变方程如下所示:

$$\frac{1}{3}[112] + \frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}1] \rightarrow [001], \quad (4)$$

$$\frac{2}{3}[112] + \frac{1}{6}[11\bar{1}] \rightarrow \frac{1}{2}[111]. \quad (5)$$

方程下面的数值为相关的能量,从中可以看出这两个方程两边的数值和是相等的,因此该反应在能量上是允许的。

我们所测到的  $b = [010]$ ,  $n \sim [\bar{1}21]$  的位错环应如图 15 所示(图 16,17 中符号同图 15)。

如果氢位于四面体间隙  $T_h$  附近,则与空位  $O(0,0,0)$  最近的四面体间隙位置应为  $\{0,1/4,1/4\}$

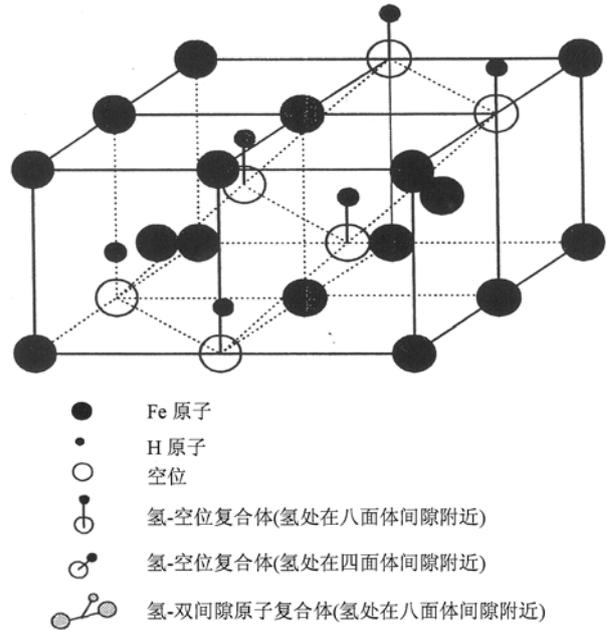


图 15  $\{112\}$  面上的空位型位错环的形成示意图

$2\}$ , 则  $OT_h = \langle 012 \rangle$ , 其位于  $\{112\}$  面内. 如图 16 所示. 同样其在  $\{112\}$  面沿  $\langle 111 \rangle$  方向迁移,而在  $\{110\}$  聚集塌陷可形成此面上的层错,如果再通过文献[19]所提出的以下切变方程:

$$\frac{1}{2}[110] + \frac{1}{2}[001] \rightarrow \frac{1}{2}[111], \quad (6)$$

$$\frac{1}{2}[110] + \frac{1}{2}[1\bar{1}0] \rightarrow [100], \quad (7)$$

就会形成  $b = \langle 100 \rangle$  和  $b = 1/2\langle 111 \rangle$  的空位型位错环。

现在解释一下 673 K 所形成的间隙型位错环的情况。

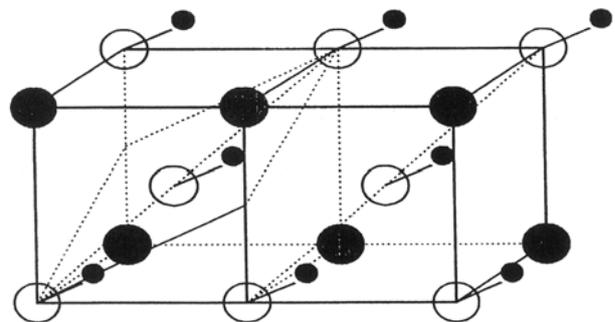
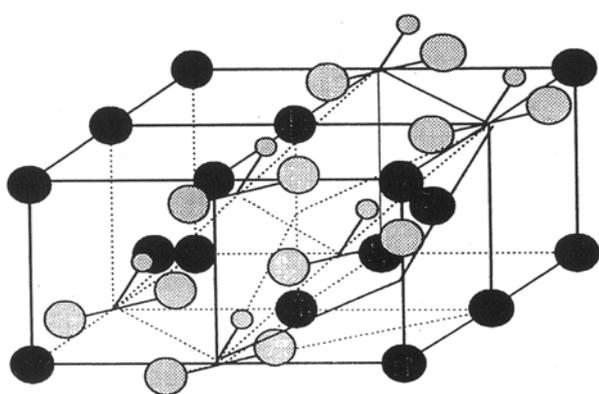


图 16  $\{110\}$  面上的空位型位错环的形成示意图

对于刃螺混合型的间隙型位错环,也可做与空位型位错环类似的分析. 体心立方的间隙原子易以哑

图 17  $\{112\}$  面上的间隙型位错环的形成示意图

铃状出现,其轴沿 $\langle 110 \rangle$ 方向. 因为哑铃状的间隙原子结构有着较大的点阵松弛,从而易于氢的俘获,其结合能在 Ni 中为  $0.24 \text{ eV}^{[16]}$ . 假如氢被哑铃状的间隙原子俘获的位置在如图 17 所示的四面体间隙附

近,那么它们正好处在一 $\{112\}$ 面上,如果间隙原子在此面沿 $\langle 111 \rangle$ 方向迁移,从而在另一 $\{112\}$ 面聚集,则会形成此面上的层错,而后发生如(5)式那样的切变,则会形成实验所测得的那类间隙型位错环.

#### 4. 结 论

1. 详细说明了利用透射电镜分析位错环为空位型位错环还是间隙型位错环的试验方法.

2. 离子加速器充氢的纯铁试样,经  $673 \text{ K}$  时效  $15 \text{ min}$  后形成的位错环为刃螺混合的间隙型位错环,其柏氏矢量为  $1/2\langle 111 \rangle$ ,惯习面接近于 $\{112\}$ .

3. 离子加速器充氢的纯铁试样,在  $773 \text{ K}$  时效  $15 \text{ min}$  后所形成的位错环是刃螺混合型的空位型位错环,其柏氏矢量  $b$  与惯习面法线方向分别为  $b = 1/2\langle 111 \rangle$ ,  $n \sim \langle 011 \rangle$  和  $b = \langle 100 \rangle$ ,  $n \sim \langle 112 \rangle$ .

- [1] Wan F 1993 *Irradiation damage on metal materials* (Beijing: Science Publisher) p92—100 (in Chinese) [万发荣 1993 金属材料的辐照损伤 (北京:科学出版社) 第 92—100 页]
- [2] Rajainmaki H, Linderth S, Hansen H E, Nieminen R M 1988 *J. Phys. F* **18** 1109
- [3] Ono K, Sakamoto R, Muroga T, Yoshida N 1996 *J. Nucl. Mater.* **233-237** 1040
- [4] Wan F, Zhu X, Xiao J, Yuan Y 1990 *Acta Phys. Sin.* **39** 1093 (in Chinese) [万发荣、朱晓峰、肖纪美、袁逸 1990 物理学报 **39** 1093]
- [5] Stathopoulos A Y, Murphy S M, Wood M H, Bullough R, English C A 1982 *J. Nucl. Mater.* **110** 301
- [6] Andrew P, Pick M, 1995 *J. Nucl. Mater.* **220-222** 601
- [7] Kouda N, 1973 *Introduction of Metal Physics* (Tokyo: Corona Press Ltd.) p20—90
- [8] Marukawa K, 1984 *J. Acta Japan Metal* **22** 182
- [9] Hirsh P, Howie A, Nicholson R B 1977 *Electron microscopy* (New York: New York Press Ltd.) p98
- [10] Loretto M H 1975 *Defect analysis in electron microscopy* (London: Chapman and Hall Ltd.) p79
- [11] Gorodetsky A E, Zakharov A P, Sharapov V M, Alimov V K 1981 *J. Nucl. Mater.* **93/94** 588
- [12] Yoshida N, Kuramoto E, Kitajima K 1982 *Proceedings of the Yamada Conference on Point Defects and Defect Interactions in Metals V* (Tokyo: University of Tokyo Press) p869
- [13] Johnson P B, Mazey D J 1980 *J. Nucl. Mater.* **91** 41
- [14] Ohnuki S, Takahashi H, Takeyama T, Wan F 1985 *J. Nucl. Mater.* **133/134** 459
- [15] Jenkins M L, English, C A, Eyre B L 1978 *Phil. Mag.* **A 38** 97
- [16] Norskov J K Besenbacher F, Böttiger J, Nielsen B B, Pisarev A A 1982 *Phys. Rev. Lett.* **49** 1420
- [17] Larsen D S, Neskov J K 1979 *J. Phys. F* **9** 1975
- [18] Perrot F, Pasolt M 1981 *Phys. Rev. B* **23** 6534
- [19] Eyer B L, Bullough R 1965 *Phil. Mag.* **12** 31

# The type identification of dislocation loops by TEM and the loop formation in pure Fe implanted with H<sup>+</sup> \*

Huang Yi-Na<sup>1)</sup> Wan Fa-Rong<sup>1)†</sup> Jiao Zhi-Jie<sup>1)2)</sup>

1) (*Department of Material Physics and Chemistry, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China*)

2) (*Department of Nuclear Engineering and Radiological Sciences, University of Michigan, Ann Arbor, MI 48109, USA*)

(Received 8 June 2009; revised manuscript received 1 July 2010)

## Abstract

This paper is divided into two parts: the first part is to identify the type of dislocation loops in materials by using TEM. The inside-outside method to identify V-loops or I-loops is described in detail. The second part discusses the dislocation loops in pure Fe implanted with H<sup>+</sup> in a accelerator and followed by aging at 673—773 K.

**Keywords:** TEM, vacancy loop, interstitial loop, hydrogen

**PACS:** 68.37.Lp, 61.72.Ff

---

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China ( Grant No. 50771017 ) and the State Key Development Program for Basic Research of China ( Grant Nos. 2008CB717802, 2009GB109004 ).

† Corresponding author. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn