第 19 卷 第 3 期　　物 理 学 报　　Vol. 19, No. 3
1963 年 3 月　　ACTA PHYSICA SINICA　　March, 1963

鉬晶体中存在有柏格斯矢量为〈100〉的位錯的实驗証據*

馮 端　閔乃本　李 齐　林天南
（南京大学物理系）

提　　要

实驗結果表明：以乙二酸水溶液为电解浸蝕液，可以在鉬单晶体表面上显示位錯的浸蝕斑．选{100}面为观察面，沿三叉亚晶界定出了浸蝕斑密度．观測結果証实了不对称傾側晶界的 Read-Shockley 公式，由此确定了沿亚晶界排列的浸蝕斑与柏格斯矢量为〈100〉的刃型位錯間的一一对应关系．

应用浸蝕斑来显示位錯是研究晶体中的位錯結构及范性形变中的位錯机理的重要方法之一[1]．而使用这种方法的关鍵在于，如何选择适当的浸蝕液与浸蝕条件，以获得形状規則的浸蝕斑，并建立斑与位錯間的一一对应关系．近年来应用这种方法于离子晶体及共价鍵晶体中，已經获得了优异的成果．在金属晶体方面，虽也进行了不少工作，但确切地建立了浸蝕斑与位錯間一一对应关系的事例还不多．

为了确定浸蝕斑与位錯之間是否存在有一一对应的关系，最确切可靠的方法无过于比較亚晶界上实驗观測到的浸蝕斑密度与理論計算出的位錯密度．由于直接測量亚晶界两側的微小位向差很困难，而且精确度不高，比較通行的是 Amelinckx 所提出的方法[2]：即在三叉的不对称傾側晶界上来驗証自 Read-Shockley 的位錯模型所导出的关系式．这在 NaCl[2] 及 Ge[3] 晶体中都得到了驗証，在金属中唯一的結果是 Dunn 与 Hibbard 在 Si-Fe 单晶体中所作的工作[4]．

鉬的晶体結构和 Si-Fe 相同，也属于体心立方型的．在 Dunn 与 Hibbard 的工作中[4]，他們选取了$(\bar{2}11)$面作为观察面，和該面相正交的不对称傾側晶界設想为柏格斯矢量分别为 $1/2\,[111]$ 及 $[01\bar{1}]$ 的两組刃型位錯所构成的．由于在体心立方晶体中可能有柏格斯矢量为〈100〉的位錯存在．如果选取(001)面为观察面，柏格斯矢量分别为[100]及[010]的两組刃型位錯所构成的不对称純傾側晶界将和观察面正交．柏格斯矢量[100]与[010]相正交，而且数值相等，三叉晶界的位錯密度应滿足关系式[5]：

$$\frac{\rho_1}{\cos\varphi_1+\sin\varphi_1}+\frac{\rho_2}{\cos\varphi_2+\sin\varphi_2}=\frac{\rho_3}{\cos\varphi_3+\sin\varphi_3}, \tag{1}$$

式中 ρ_1, ρ_2, ρ_3 各为三叉晶界上的位錯密度，φ_1, φ_2, φ_3 各为对应于三个晶界与[100]方向的夾角．这和自簡单立方結构中求出的关系式全同．如果有一个不对称傾側晶界在中

* 1962 年 8 月 13 日收到．

途改变方向（Amelinckx 所考虑的 L 形晶界即为其特例[2]），则同一晶界上各段中的位錯密度应满足关系式：

$$\frac{\rho_1}{\cos\varphi_1+\sin\varphi_1}=\frac{\rho_2}{\cos\varphi_2+\sin\varphi_2}, \tag{2}$$

对于在(001)面上观测到的亚晶界，并驗証（1）及（2）式，就可提供柏格斯矢量为〈100〉的位錯是否存在的实驗証据。

在我們实驗中应用的鉬单晶体是用电子束浮区区熔法制备的，一般經过二次或三次区熔。样品中的位錯密度在 $10^5\sim10^6$[厘米]$^{-2}$間。样品表面經銼刀、粗砂紙、金相砂紙加工后再用电解抛光消除加工层，获得光洁的表面（抛光剂为甲醇、硫酸与盐酸的混合液）。电解浸蝕液采用 Aust 与 Maddin 曾用过的乙二酸（Oxalic acid）水溶液[6]。我們的工作經驗表明产生浸蝕斑的最佳电解浸蝕条件（在 20℃）为：电压 $V=6.5$ 伏，电流密度 $i=0.87$ 安/厘米^2，溶液浓度在 0.5—0.8% 之間。

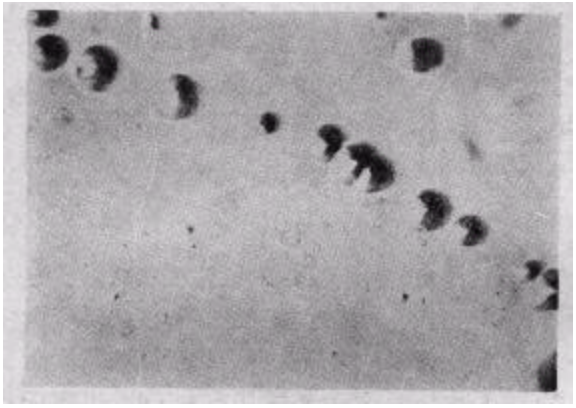

图 1 [001] 面上观察到的圓錐形浸蝕斑 ×1440

对于磨制的[001]面进行观察，可以看到圓錐形的浸蝕斑（見图 1）一部分浸蝕斑列成亚晶界的形式。我們对于三叉亚晶界（图 2 及 3）上的位錯密度測量的結果，列在表 1 与表 2 中（φ 角表示亚

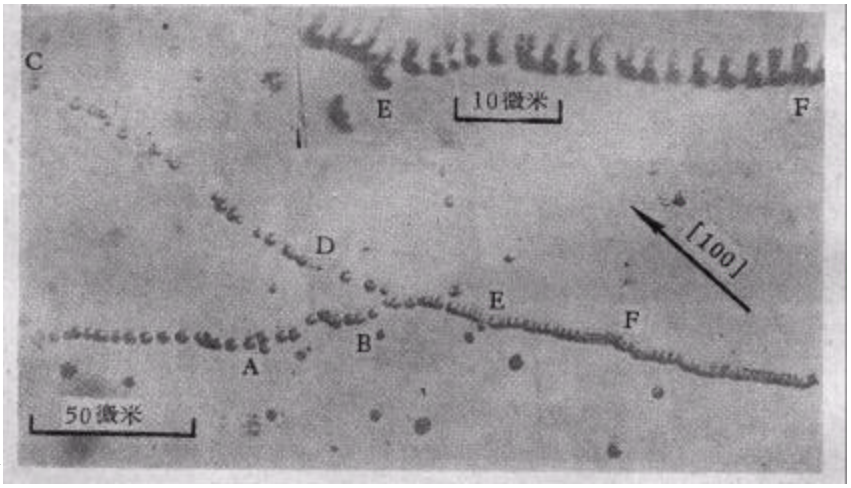

图 2 三叉亚晶界

表 1 图 2 中三叉亚晶界的位錯密度

亚晶界	φ	位錯密度 ρ_i (厘米$^{-1}$)	$\rho_i/(\cos\varphi_i+\sin\varphi_i)$ (厘米$^{-1}$)
CD	6°	2.01×10^8	1.86×10^8
AB	56°	1.95×10^8	1.40×10^8
EF	32.5°	4.46×10^8	3.23×10^8

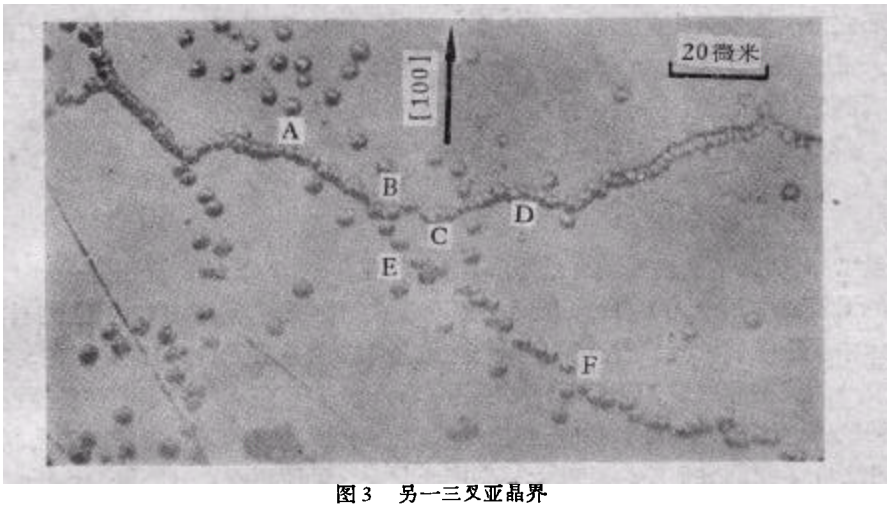

图 3　另一三叉亚晶界

表 2　图 3 中三叉亚晶界的位錯密度

亚晶界	φ	位錯密度 ρ_i (厘米$^{-1}$)	$\rho_i/(\cos\varphi_i+\sin\varphi_i)$ (厘米$^{-1}$)
CD	64°	4.75×10^3	3.54×10^3
AB	48°	1.95×10^3	1.12×10^3
EF	82°	2.74×10^3	2.42×10^3

晶界与[100]方向的夾角）.

从图 3 中可以看出 CD 亚晶界的方向是有轉折的，因此可用以驗証 (2) 式. 图 4 将图 3 中的 CD 晶界更完全地表示出来. 分别对于其中 CD, GH 及 HI 各段測定其位錯密度，結果列在表 3 中.

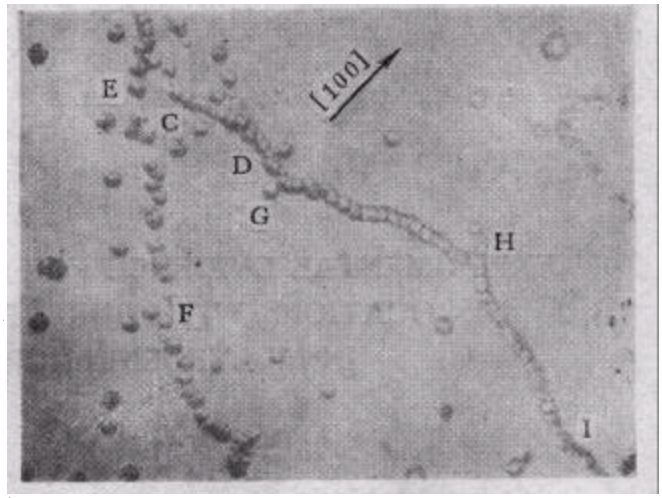

图 4　轉向的亚晶界

从表 1 及 2 中，可以看出：$1.86\times10^3+1.40\times10^3\simeq3.23\times10^3$，$1.12\times10^3+2.42\times10^3\simeq3.54\times10^3$，从表 3 中 $2.42\times10^3\simeq2.48\times10^3\simeq2.43\times10^3$ 这些結果表明观測結果符合于(1)式及(2)式. 証实了亚晶界上的浸蝕斑与柏格斯矢量为〈100〉的位錯間存在有一一对应关系.

表 3　图 4 中轉向的亚晶界上的位錯密度

亚晶界	φ	位錯密度 ρ_i (厘米$^{-1}$)	$\rho_i/(\cos\varphi_i+\sin\varphi_i)$
CD	82°	2.74×10^3	2.42×10^3
GH	72°	3.11×10^3	2.48×10^3
HI	71°	3.08×10^3	2.43×10^3

体心立方晶体中最短的点陣矢量为 1/2 ⟨111⟩；和实驗观測到的宏观滑移方向 ⟨111⟩ 相符合. 因此在体心立方晶体中存在有 1/2 ⟨111⟩ 矢量的位錯是众所公認的，近年来也有直接观測的結果証实这一点[4]. 在体心立方晶体中次短的点陣矢量为⟨100⟩，而位錯反应：

$$[100] \longrightarrow \frac{1}{2}[111] + \frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}] \tag{3}$$

将使能量增加，因此不会自发地进行分解，也有可能存在. Cottrell 提出的脆断理論中也将相交的滑移面中两个 1/2 ⟨111⟩ 位錯按照 (3) 式的逆反应，形成 ⟨100⟩ 位錯作为体心立方晶体中裂縫成核的契机[7]. 但是体心立方晶体中究竟有无⟨100⟩位錯存在，实驗証据还是不充分的. 在此以前，最明确的結果是 Carrington 等在 α 鉄中用电子显微鏡薄片衍衬法获得的[8]，他們对于观測到的一些位錯网絡进行分析，表明其中可能有柏格斯矢量为 ⟨100⟩ 的位錯. 我們这里的結果对于解决这个問題提供了更确切的証据. 由于样品未經过形变(除了浸蝕掉表面层外)，观察到的柏格斯矢量为 ⟨100⟩ 的位錯应是在熔态結晶时就生成的，而且排列成亚晶界的形式. 至于这种位錯在体心立方晶体的范性形变及断裂中究竟起什么作用，尙有待进一步的工作来澄清.

参 考 文 献

[1] 錢临照、孙瑞蕃、赵景元、张世表，晶体缺陷与金属强度（上册），科学出版社 (1962)，243.
[2] Amelinckx, S., *Acta Met.*, **2** (1954), 848.
[3] Okada, J., *J. Phys. Soc. Japan*, **10** (1955), 1018.
[4] Dunn, C. G., Hibbard, W. R., *Acta Met.*, **3** (1955), 409.
[5] Amelinckx, S., Dekeyser, W., *Solid State Phys.*, **8** (1959), 327.
[6] Aust, K. T., Maddin, R., *Acta Met.*, **4** (1956), 632.
[7] Cottrell, A. H., *Trans. AIME.*, **212** (1958), 192.
[8] Carrington, W., Hale, K. F., McLean, D., *Proc. Roy. Soc.*, **A 259** (1960), 203.

EXPERIMENTAL EVIDENCE FOR THE EXISTANCE OF DISLOCATIONS WITH BURGERS VECTOR ⟨100⟩ IN MOLYBDENUM CRYSTALS

Fong Duan, Ming Nay-ben, Li Chi, Lin Tian-nan

(Department of Physics, Nanking University)

Abstract

Oxalic acid solutions are used for producing etching pits on the surfaces of molybdenum crystals grown from electron-beam floating zone melt. By taking {100} as observation plane, dislocation densities along traces of three intersecting subboundaries are measured and the Read-Shockley formula for asymetrical tilt boundaries has been verified. The one-to-one correspondance between etching pits along these subboundaries and edge dislocations with Burgers vector ⟨100⟩ is demonstrated.