

铝镁合金中位错的运动与交滑移*

郭可信 张修睦

提 要

本文研究了在电子显微镜的照明电子束作用下,铝镁合金中位错运动与交互作用的行为。螺型位错往往单个运动,并且很容易改变运动方向,产生多次双交滑移。滑移和交滑移首先在与膜面接近 45° 的 $\{111\}$ 面上进行,位错的柏氏矢量为接近膜面的 $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$,这是与照明电子束所产生的应力与膜面平行一事相符的。运动着的位错可以通过其应变场激活近邻的位错,使之发生运动;亦可能受到其它位错的排斥作用而受阻或改变运动方向。

一、引 言

自从电子显微镜薄膜技术应用到晶体缺陷的研究以来,位错的运动始终是人们关注的焦点之一。在偶然发现金属中的位错在照明电子束的照射下会开始运动后^[1,2],许多工作者设计了微型拉力试验机,利用电子显微镜直接观察金属薄膜在拉伸形变过程中位错的运动、交割、塞积与交滑移^[3,4]。最近还把位错运动的直接观察扩展到高温形变^[5]及低温形变^[6]研究领域,在高温形变时,发现了一排位错接着一排位错的波浪式运动,此即多边形亚晶界的整体滑移^[5]。这种直接观察的特点是可以揭露金属范性形变的细节,一方面可以检验现有的位错几何学模型与加工硬化理论;一方面还可以提供一些前所未见的实验现象,给实验与理论工作者一些启发。

利用照明电子束加热使薄膜变形或在表面上淀积一层碳,从而产生位错运动,这种方法虽然有许多局限性,例如不能控制应力的大小与方向,但是却有简单方便的优点。迄今仍不失为一种研究位错运动的有效方法,特别是位错运动与交互作用的细节。我们在 Al-Mg 合金的研究中,除了观察到一些典型的位错网络与位错反应外^[7],也研究了位错在照明电子束加热下开始运动的细节,并着重分析了滑移与交滑移的晶体几何关系^[8]。本文就是这方面的研究结果的初步报导。

二、实 验 方 法

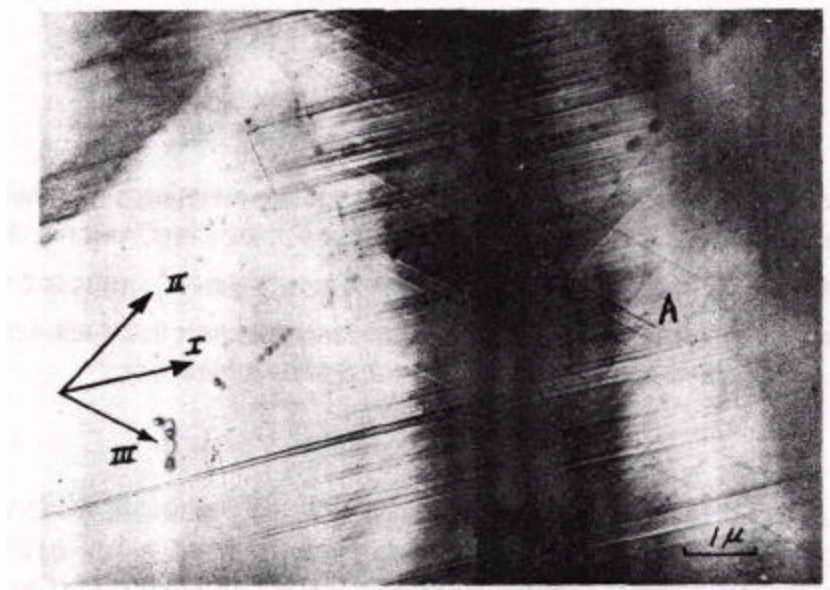
铝镁合金的成分是 3.1% 和 6.7% Mg, 用 99.97% Al 和 99.9% Mg 在坩埚炉内熔化炼成,浇成 15 毫米直径的棒材。在真空炉中,于 500°C 进行均匀化退火处理后,热轧到 0.2 毫米再冷轧到 0.05 毫米厚的薄片。淬火处理是在 530°C 保温 15 分钟,在冰盐水中淬火。

薄片的继续减薄是在 1:4 过氯酸——酒精电解液中利用电解抛光进行的,使用电压为 15—20 伏,电流密度为 0.1 安/厘米²。薄膜的厚度在 1500—3000 埃之间,所使用的电

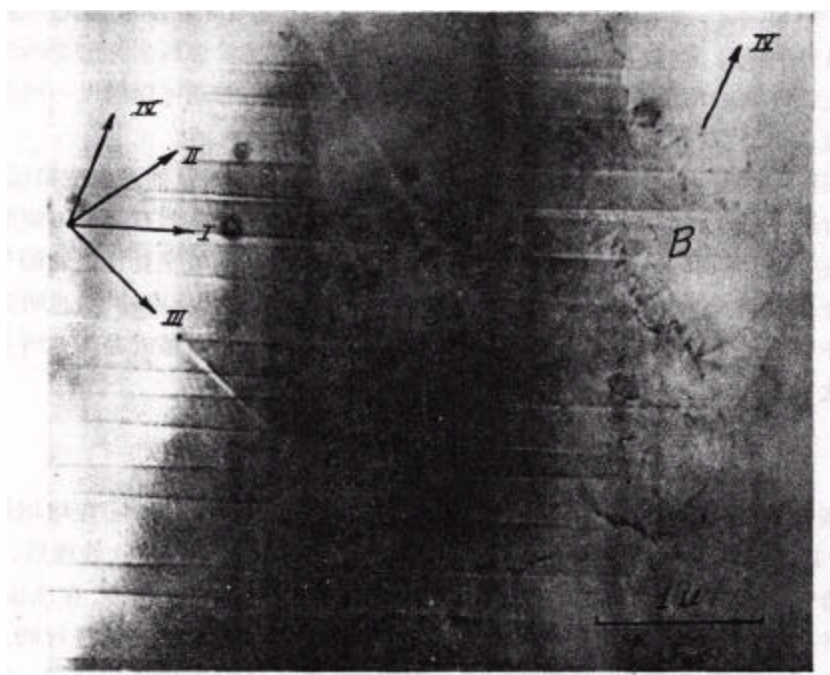
* 1965 年 8 月 19 日收到。

子显微镜是 SEM-3 型, 高压为 80—100 千伏。

增强电子束用以促使位错开始运动并进行动态观察的方式有二种。一种方式是加大聚光镜光阑的直径, 甚至将聚光镜光阑移去, 这样的加热方式似嫌过猛, 大量位错同时开

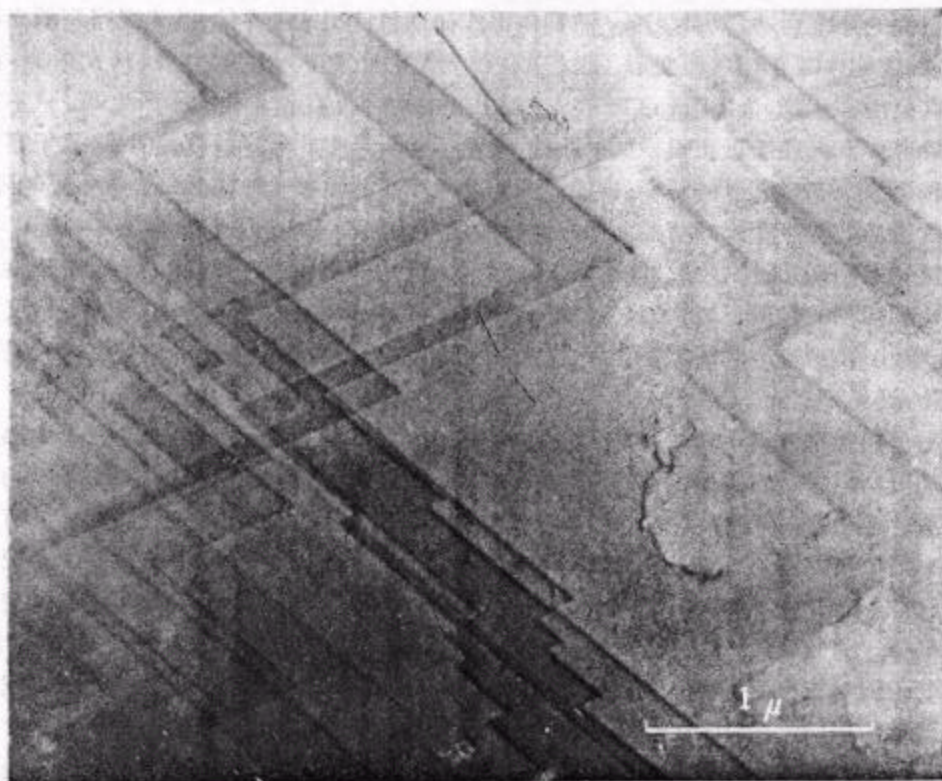


(a) 消光轮廓与三套滑移痕迹。A 为滑移面 I 和 II 间的交滑移痕迹, 滑移痕迹的宽度变化是由膜厚不均匀引起的。

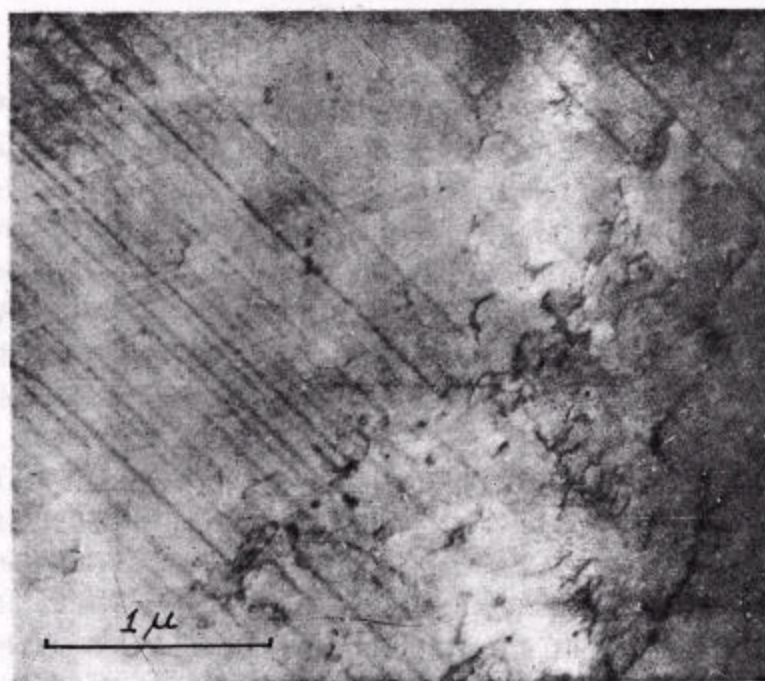


(b) B 为在滑移后期滑移面 II 与 IV 间的多次双交叉滑移产生的锯齿形痕迹 (极图分析见图 7)。

图 1 Al-3.1%Mg 合金中, 滑移痕迹在消光轮廓处衍衬效应最明显



(a) Al-3.1%Mg 合金中的多次双交叉滑移痕迹。



(b) 在滑移开端处位错向运动方向凸出。

图 2

始以很快的速度运动,很难跟踪. 我们在工作初期曾使用这种方法,首先观察到消光轮廓的移动,说明薄膜正在弯曲变形,继之就在消光轮廓处发现大量位错的跳跃式运动,产生滑移和交滑移痕迹,如图 1(a) 所示. 实际上滑移并不是在消光轮廓中产生的,只不过是这里的晶体取向最接近布喇格反射条件,位错运动所产生的衍衬效应最明显,易于察觉而已. 根据 Hirsch 等^[1,2]的解释,位错运动在膜内产生的滑移未能突破表面氧化膜的障碍,在接近膜面处产生较大的畸变而引起衍衬效应. 滑移面上的衬度与基体亦不相同,可能是在位错刚刚运动过去之后,仍留下一些畸变而产生的衍衬效应. 图 1(a) 中滑移痕迹在消光轮廓两侧的衬度正好相反,说明畸变区在一边较未畸变的基体更接近布喇格反射条件,呈暗线;在另一边的情况适相反,呈亮线. 图 1(b) 中的锯齿形交滑移是典型的滑移后期产物,详见下文.

另一种观察位错运动的方法是仅适当地增强聚光镜的电流值,缓慢使薄膜加热. 位错虽然仍是以跳跃方式出现,但为数较少,我们能够在观察到一些如图 2(a) 所示的滑移痕迹后,朝位错运动相反的方向移动试样,这样就可以找到滑移的开源地,这里仍有大量的短弧形位错向运动方向凸出,伺机待动 [图 2(b)]. 这种观察方法虽然较上述情况有所改进,可以用来研究滑移与交滑移过程,但仍不能得到位错运动开始时单个位错间交互作用的细节. 为此,我们首先找到一个位错比较集中而又呈零星分布的视场 [图 3(a)], 在获得电子衍射花样后,在不太强的电子束照明下,静候位错开始运动,这样就可以观察到位错运动的初始阶段 [图 3(b)—3(d)]. 有时要静候若干分钟到几十分钟后,位错才开始运动;当然电子束照射很久而仍不开始运动的情况也是有的. 我们后期的工作就是采用后一种观察方法进行的.

三、位错的运动与交互作用

图 3(a)—3(c) 是对 Al-6.7% Mg 合金同一视场的连续观察结果,除图 3(c) 外,每两张显微照相间的时间间隔约十秒到几分钟不等. 这一套图片中包含有位错运动、交互作用、交滑移等丰富内容. 图 3(a) 是原始位错分布的情况,在电子束加热的作用下,位错线段 A 开始向左运动,在图 3(b) 中已滑移到 A' ,并在薄膜的上下表面留下两根直线痕迹. 注意在图 3(a) 中,位错 A 向右下方凸出,在图 3(b) 中, A' 处已转向运动方向凸出,这是运动着的位错在上下膜面受到较大的阻力的结果. 位错 A 可能是受到某种障碍而暂时停留在 A' ,到拍摄图 3(c) 时已经继续向左方运动,不再停留在视场内. 同时,在图 3(b) 中,原有的 A 滑移痕迹及衍衬效应也逐渐消失,这可能是滑移所产生的局部点阵畸变逐渐消失所致.

位错 A 向左运动经过位错 B 的邻域,促使位错 B 在图 3(b) 中与图 3(a) 相比较变得向右凸出,到拍摄图 3(c) 时,已经向右运动离开视场,留下滑移痕迹 B' . 显然,位错 A 及 B 的柏氏矢量是不相同的. 从下面的讨论可知滑移面是 $\{111\}$,这两根位错的柏氏矢量只可能相差 180° 或 120° . 滑移痕迹 A' 和 B' 看起来似乎是在同一平面上,如果这样,就应当相截并产生位错反应,相互抵消或产生两个三重结点. 图 3(b) 和 3(c) 所示的情况与此不符,而是向相反方向运动,因此 A 和 B 一定是在两个相互平行的 (111) 面上的位错线,彼此并不相截. 位错 A 经过 B 的邻域,它的应变场使位错 B 激活,开始向相反方向运动.

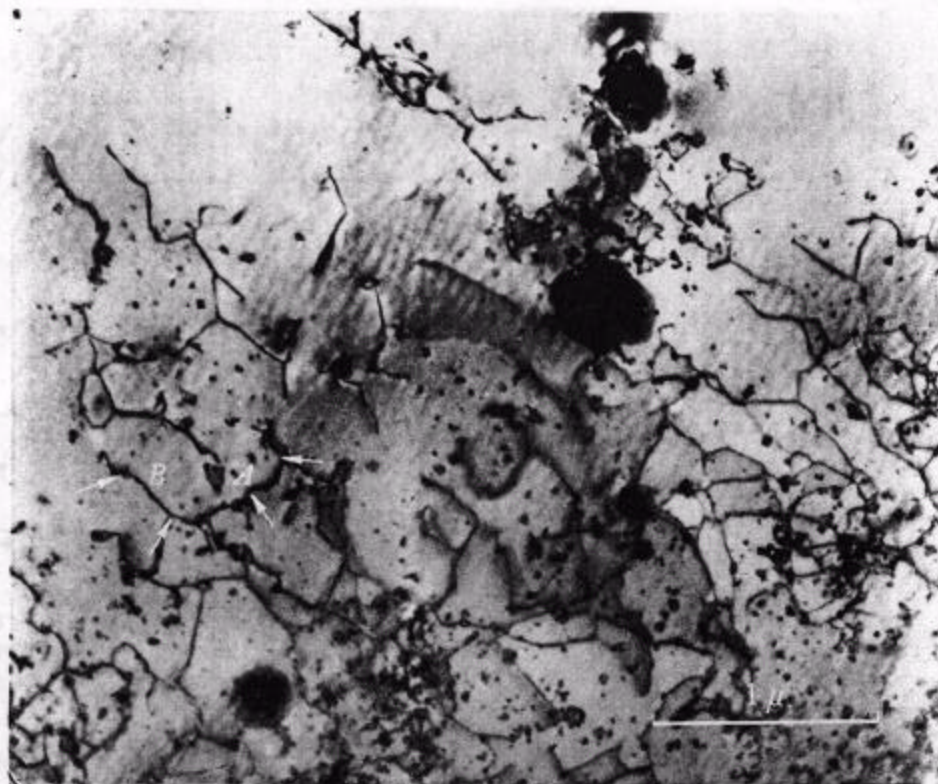


图3 (a) 位错的原始分布, 位错 *A* 将要向左运动, 经过位错 *B* 的邻域.

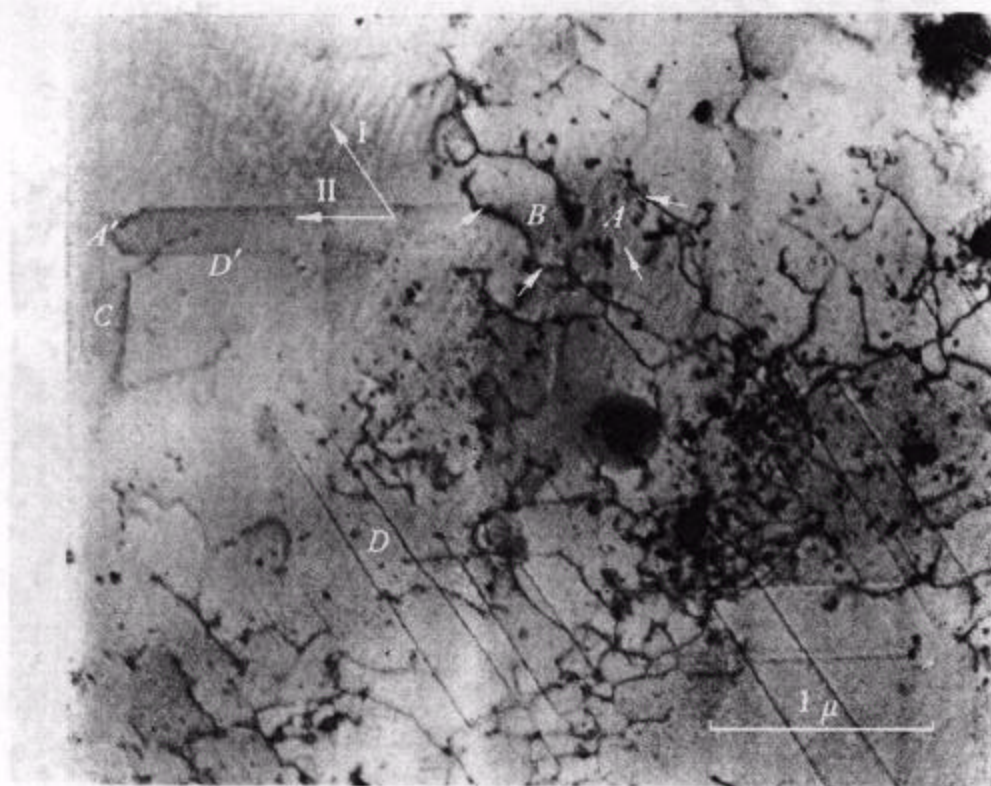


图3 (b) 数分钟后, 位错 *A* 及 *D* 开始运动, 并暂时被阻于 *A'* 及 *D'* 处. 位错 *B* 凸向右方, 即将开始向右运动.

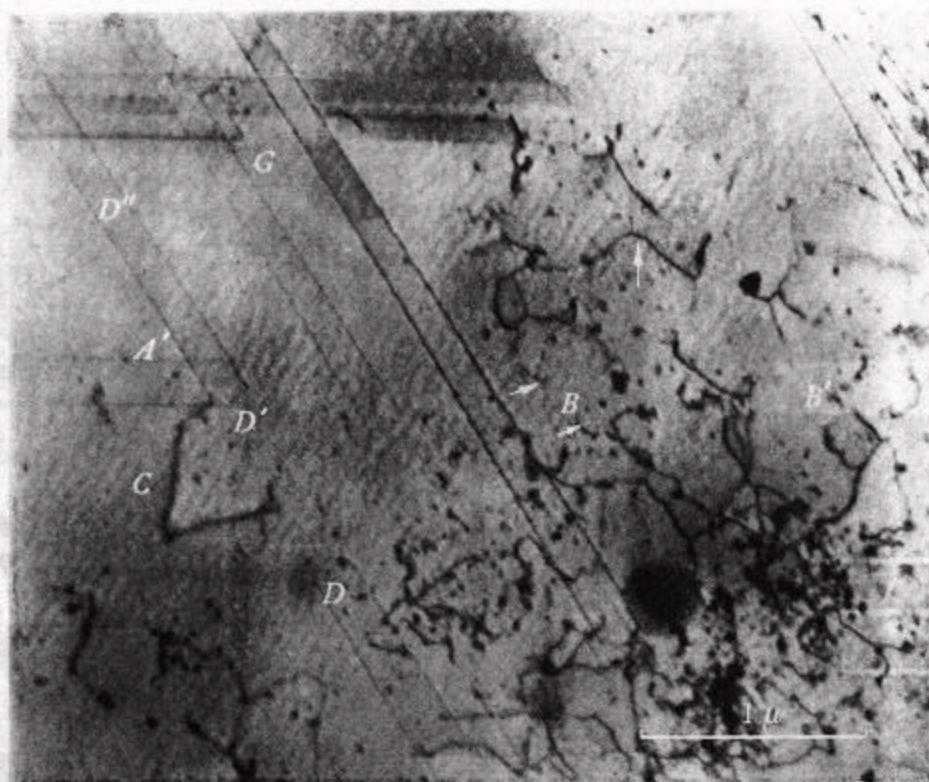


图3 (c) 约十秒钟后,位错A及D恢复运动出视场,位错B亦向右运动出视场,留下滑移痕迹A', D'及B'. G为滑移面I与II间的双交叉滑移痕迹.

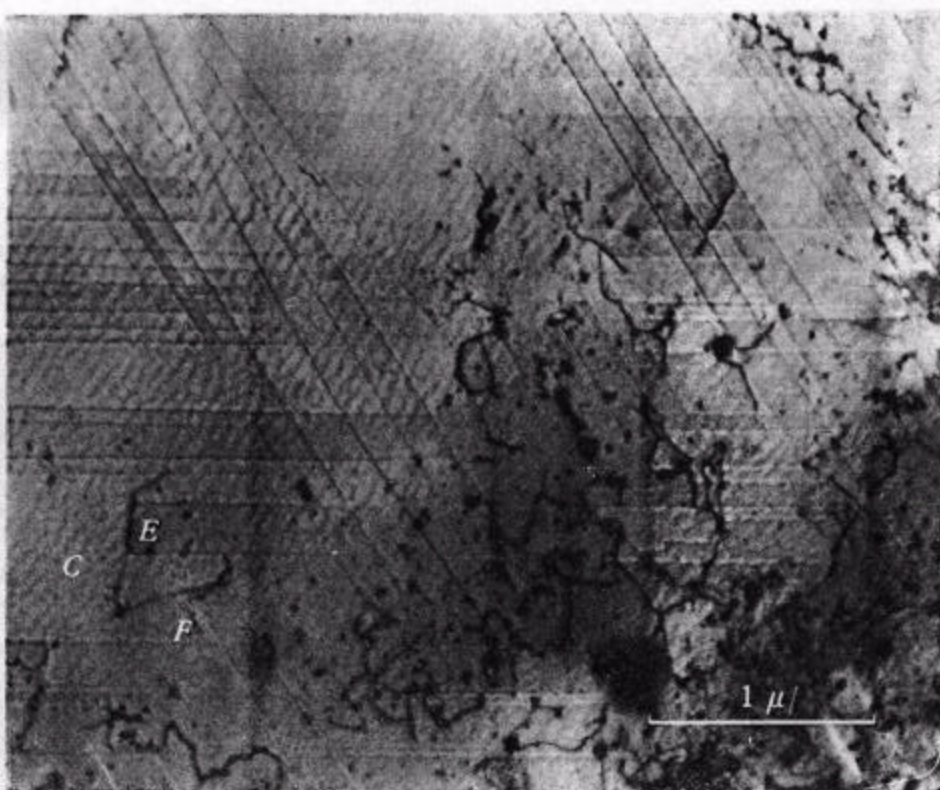


图3 (d) 约廿秒钟后,位错E及F的运动受位错C的障碍而停止.

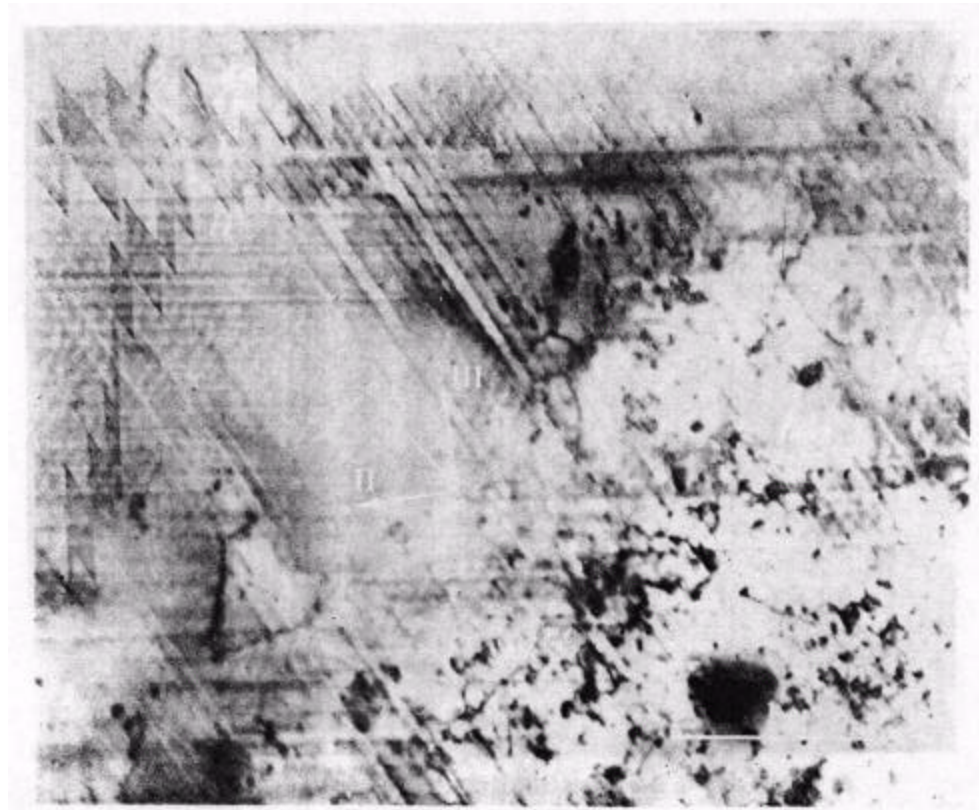


图3 (e) 数分钟后,在滑移面 I 与 III 间产生多次双交叉滑移。

图3 Al-6.7%Mg 合金在同一视场中位错运动的连续摄影

前人的工作^[1,2,4]也曾发现反向运动的位错列,但并没有考虑象图 3(a)—3(c) 所揭示的交互作用。

在图 3(b) 中, C 处有一个 $\angle$ 形位错,它先后挡住了三个运动着的位错 D [图 3(b)]、E、F [图 3(d)]。位错 D 只是在膜的表面处与位错 C 相截于一点,在图 3(b) 中受阻于 D' 处,到拍摄图 3(c) 时,已继续向左上角运动出视场。位错 E 和 F 与位错 C 的两枝相截而受阻塞,不能继续前进[在图 3(d) 和 3(e) 中间还拍摄了四张照片,位错 E 和 F 仍停留在原处]。

图 3(b) 中,滑移已经在两套互相不相干的滑移面上进行,分别以 I 和 II 记之,它们的滑移痕迹的宽度相差不大,说明这两套滑移面与膜面的交角比较接近。在图 3(c) 中,已可以在 G 处看到这两套滑移系统间的“双交叉滑移”(double cross-slip),滑移由 I 转为 II,经过很短的滑移后又转为 I。在图 3(d) 中,滑移在这两套滑移面上已经进行得很繁密,最近的两个滑移痕迹的间距小于 0.1 微米。数分钟后[图 3(e)],已经有大量滑移在滑移面 I 和 II 上发生,相邻的 (111) 滑移痕迹在有些地方已经相连接起来,估计不大于 100 埃。同时,滑移也在系统 III 上开始,在 H 处产生滑移系统 I 和 III 间的多次双交叉滑移,有如锯齿一样。在 III 方向的滑移痕迹特别窄,说明滑移面 III 与膜面的夹角趋近 90° ,只是在滑移的稍后阶段才起作用。这种锯齿形交滑移的另一个例子如图 4 所示。

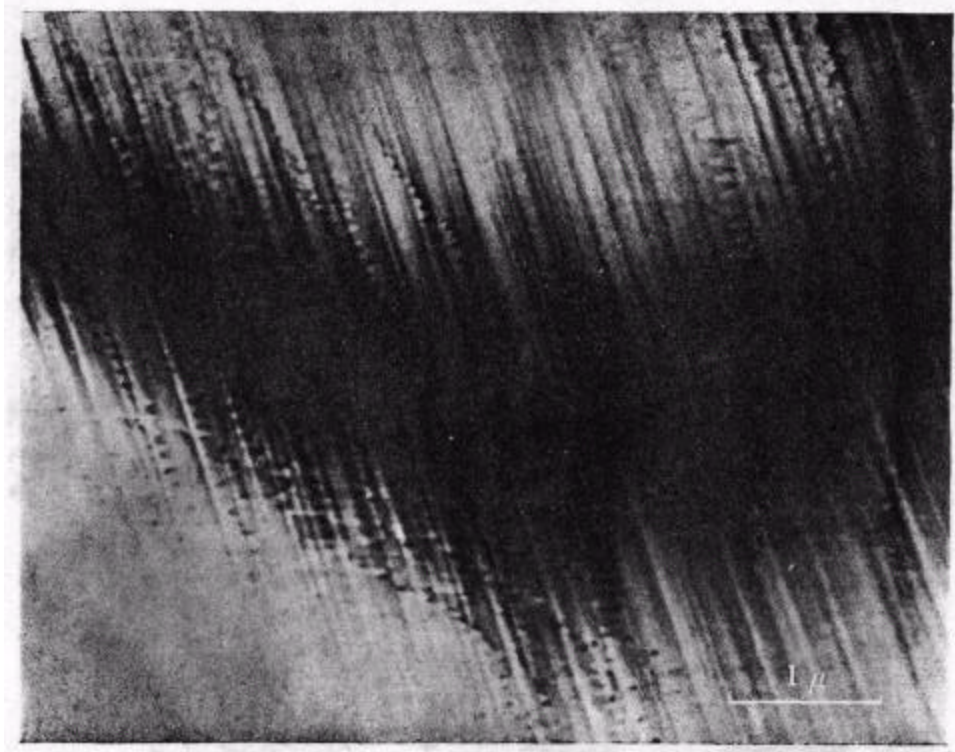


图4 Al-3.1%Mg 合金在滑移后期,滑移在与膜面交角较大的 $\{111\}$ 面上开始,
产生锯齿形双交叉滑移

在铝镁合金中,交滑移是相当频繁的,一则说明铝镁合金的层错能较高,二则说明合金薄膜中有许多螺型位错。螺型位错在一个 $\{111\}$ 面上运动受到障碍后,就会转移到与它共 $\langle 110 \rangle$ 方向的另一个 $\{111\}$ 面上进行,产生一次交滑移。在这个新滑移面上再遇到障碍就会产生双交叉滑移,又回到原来的 $\{111\}$ 面上进行。图5中的滑移痕迹 ABC ,就是螺型位错的运动在 A, B, C 三处受到其它位错应变场的排斥而产生交滑移的。当然,在显微照相中也常可以观察到滑移痕迹通过位错线,不受干扰,也可能是产生了很短的割阶而未被察觉;另一方面,一根位错线在运动过程中可以发生多次双交叉滑移,如图2(a)所示,而观察不到明显的改变滑移面的原因。尽管如此,图5还是可以来说明位错间的交互作用的。

刃型位错不能交滑移,而只能经过攀移,在 $(1\bar{1}0)$ 面上沿 $[11\bar{2}]$ 方向排列成许多等间距的平行直线组,构成倾斜型的亚晶界。倾斜晶界应当是易动的,所有刃型位错在各自的 (111) 面上运动就构成多边化亚晶界的滑动(glide polygonization)。在电子显微镜进行高温形变的试验中,已经观察到这种现象^[3,5]。我们既然已经在铝镁合金中观察到典型的倾斜型亚晶界^[7],自然也应当能观察到在电子束加热作用下,这种亚晶界的滑动。图6就是一个典型的例子,刃型位错基本上是等间距地排列成行,图中右侧几列位错无明显运动趋势,左边两列正在向左方即接近亚晶界的法线方向移动,并留下一些滑移痕迹,有如彗星一样。

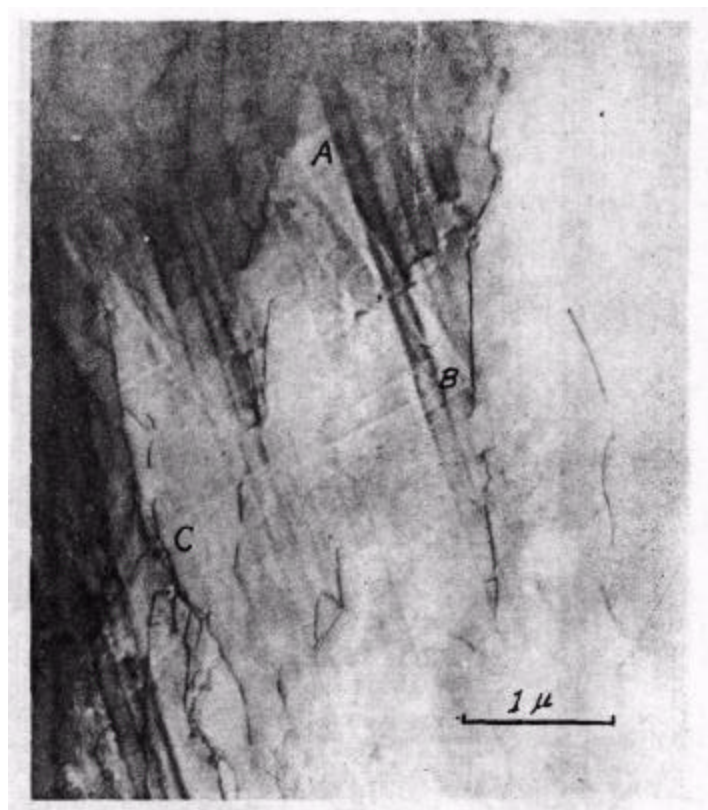


图5 Al-6.7%Mg 合金位错运动在 *A*, *B*, *C* 处受到其他位错的障碍而产生交滑移

从上述结果可以看出,利用照明电子束加热薄膜,以促使位错开始运动,可以发现许多位错运动与交互作用的细节。它的优点在于可以使位错运动的数目缓慢增加,即使无电影摄影装置,也还能跟迹初期的位错运动。在电子显微镜中安装形变装置固然可以控制应力大小与方向,但是由于位错开始运动所需的应力很小,很难控制到恰如其分的程度。前人在这方面的^[3-6]所发表的显微照相中都已经有大量位错在运动,不易分析位错间的交互作用的细节。我们在这方面的初步观察结果可以综合为下列几点:

(1) 位错运动在薄膜表面受到的阻力较大,所以在开始运动前,往往凸向运动方向[图 2(b) 和图 3(b) 中的位错 *A'* 和 *B*].

(2) 运动着的位错可以通过其应变场激活近邻的位错,使之亦发生运动[图 3(b) 和 3(c) 中的位错 *A* 与 *B*].

(3) 运动着的位错受到其它位错的排斥作用,会暂时停止运动[图 3(b) 中的位错 *D'*],改变运动方向而产生交滑移(图 5 中的 *A*, *B*, *C* 处),或者被阻塞住[图 3(d) 中的位错 *E* 与 *F*].

(4) 螺型位错往往单个运动,并且很容易改变运动方向,刃型位错列有集体运动的趋势(图 6),这也可能是如第(2)点所述的近邻激活作用的结果。



图6 Al-6.7%Mg 合金倾斜晶界处刃型位错列,左边的两列向左方集体运动,产生多边化亚晶界滑移

四、滑移与交滑移的晶体几何分析

从上述观察结果可知,最初的滑移是由原来就存在于合金内的位错,在热应力的作用下开始运动而产生的。在初始阶段就同时在两个滑移面上进行[图 3(b)],并且有交滑移出现[图 3(c) 和图 2(b)],而在拉伸变形情况下,滑移一般是先在一个滑移面上进行,达到一定变形程度后,才开始在第二个滑移面上进行^[3]。这是由于电子束加热产生的应力,基本上是平行于膜面而在各个方向都可能有的缘故。滑移面间的距离在开始时都较大(0.1—1 微米),随着形变量的增大,这个距离减小到小于 100 埃,同时出现锯齿形的交滑移[图 1(b), 3(e)]。这是在与膜面交角较大的第三个滑移面上进行交滑移的结果,在这个面上的滑移痕迹非常窄。由此可知,与膜面接近正交的滑移面最不易开动。

为了进一步探讨滑移与交滑移的晶体几何特征,我们采用了只在一个面上有痕迹的极射赤面投影作图法^[9],来确定滑移面和滑移面取向,并利用交滑移的两个滑移面共一个方向来确定滑移方向。不过在具体作图时,我们参考了 Drazin 和 Otte^[10]的解析法,改用

(111)标准极图而不用(100)标准极图,这样可以较简捷地确定滑移面的取向¹⁾。

图7是图1中的四个滑移痕迹的具体分析,这个极射赤面投影图中的直线I—IV皆与图1中相应的滑移痕迹I—IV(按滑移先后次序排列,不过I与II一般都是同时开始的)正交,表征与所有可能产生该痕迹的晶面相应的极的轨迹;显然,滑移面的极应分别坐落在这四根直线上。面心立方金属的滑移面大都是{111}面,前人对铝进行的电子显微镜透射研究也已肯定滑移痕迹是由{111}面产生的^[1,3],现暂假设在铝镁合金中滑移面亦是{111}面。现将(111)标准极图上的四个{111}的极(∇),经过绕极图中心的适当旋转后再绕南北极NS旋转 ϕ 角,同时转到直线I—IV上。{111}的四个极($\blacktriangledown$)距极图中心的角度即{111}与膜面的夹角,分别为 44° , 31° , 74° 和 84° ,列于表1中。此外,根据这些夹角和各自的滑移痕迹宽度计算得出的膜厚均为 1600 ± 200 埃。上述的双重吻合一则肯定了{111}面是滑移面的假设是正确的;二则给出了膜面和四个滑移面的取向以及膜的厚度。

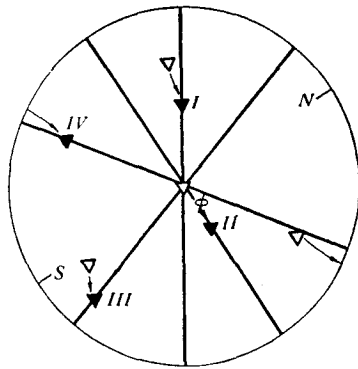


图7 图1中四套滑移痕迹的极图分析
直线I—IV分别与图1中四套滑移痕迹I—IV正交。 ∇ 是(111)标准极图中的四个{111}的极,绕NS轴旋转 ϕ 角,转到直线I—IV上,此即单晶膜中的四个{111}的极($\blacktriangledown$)。

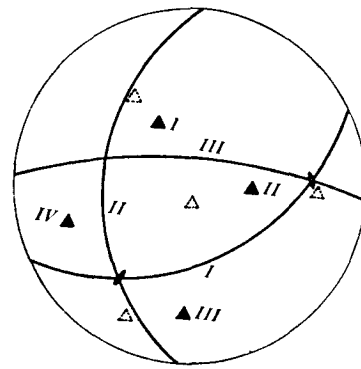


图8 图3中滑移痕迹的极图分析
▲ 单晶膜的四个{111}的极,(IV)未出现;
△ 与实际情况不符(给出不同膜厚)的解;
| 交滑移方向

根据 Drazin 和 Otte^[10] 的解析分析,当一个面上仅有三个痕迹时,用上述极射赤面投影求滑移面的取向往往有两套解,在少数情况下甚至有四套解。对图3中滑移痕迹I—III的图解如图8所示,两套解分别用▲和△表示之,距极图中心的角度分别为 44° , 37° , 71° 和 72° 以及 63° , 72° , 11° 和 79° 。由第一套解得出的膜厚皆为 1700 ± 200 埃,这显然是一个合理的解。用第二套解得出的膜厚相差悬殊;另一方面,滑移面III与膜面的夹角仅为 11° ,应产生极宽的滑移痕迹,这与图3(c)中的结果不符。于是可以肯定第一套解是正确的。当然其中只有I—III三个{111}的极与图3中的滑移痕迹相应,而滑移面IV上的滑移仍未开始,在表1中以()表示之。

确定了{111}的取向后,就可以进一步利用产生交滑移的两个{111}面共一个 $\langle 110 \rangle$ 方向来确定交滑移方向或螺型位错的柏氏矢量,如图8中大圆I和II的交截点I/II就是这两个滑移面的交滑移方向。在表1中也列举了交滑移方向 $\langle 110 \rangle$ 与膜面法线间的夹

1) 作者感谢王仁卉同志提出这个改进意见。

角。

我们共分析了六套多于三个滑移痕迹的动态观察结果,从表 1 中的数据可以看出下列明显的规律性:

(1) 滑移面——位错首先开始运动的滑移面 I 和 II 与膜面的夹角最接近 45° , 后开始滑移或始终未开始滑移的 {111} 面与膜面的夹角约为 70° 或更大一些。电子束加热所产生的应力与膜面平行,先开始的滑移面与膜面间夹角接近 45° 一事是与 Schmid 定律所预期的结果相符的。

(2) 交滑移——首先在滑移面 I 和 II 之间开始,后期在 I 或 II 与倾斜角较大的滑移面 III 或 IV 之间进行,交滑移方向亦即螺位错的柏氏矢量方向 $\langle 110 \rangle$ 与膜面法线间的夹角一般均大于 60° , 比较接近膜面。由于照明电子束加热所产生的应力几乎与膜面平行,这也是不难理解的,但由于热应力在膜面上各个方向均可能产生,一时尚难作进一步的分析。吴自良与 Smoluchowski^[11] 曾用劳厄法研究铝薄片在定向拉伸情况下的范性变形,发现滑移方向不是根据 Schmid 定律具有最大切应力分量的方向,而是 {111} 面上截试片最短的 $\langle 110 \rangle$ 方向;换言之,即最接近试片表面法线的 $\langle 110 \rangle$ 方向。他们的结果与上述实验结果适相反,说明试片尺寸及应力状态不同,滑移方向是会有所不同的。

表 1 滑移与交滑移系统的晶体学数据

图	{111} 面与膜面夹角 ¹⁾				交滑移方向 $\langle 110 \rangle$ 与膜面法线间的夹角			膜厚,埃(由滑移痕迹宽度计算得出)
	I	II	III	IV	I/II ³⁾	I/III	II/IV	
1	44°	31°	74°	84°	78°	—	73°	1600 ± 200
2	45°	40°	67°	$(72^\circ)^{2)}$	64°	75°	—	1900 ± 200
3	44°	37°	71°	(72°)	69°	70°	—	1700 ± 200
	41°	41°	70°	(70°)	67°	75°	—	—
	44°	50°	62°	(—)	—	60°	—	2200 ± 200
	57°	27°	63°	(84°)	—	60°	—	2800 ± 200

1) 按滑移开始顺序排列,不过 I 与 II 一般都是同时开始的。

2) () 表示未出现的滑移。

3) I/II 是最早开始在滑移面 I 与 II 间的交滑移。

从上述讨论可以得出的结论是,在照明电子束加热的情况下,滑移和交滑移最容易在倾斜角不太大亦不太小(接近 45°)的 {111} 面上,沿接近薄膜表面的 $\langle 110 \rangle$ 方向进行。

五、结 论

1. 研究了在电子显微镜的照明电子束作用下,铝镁合金中位错运动与交互作用的行为。

2. 螺型位错往往单个运动,并且很容易改变运动方向产生多次双交叉滑移。滑移和交滑移首先在与膜面接近 45° 的 {111} 面上进行,滑移方向为接近膜面的 $\langle 110 \rangle$,这与照明电子束所产生的应力与膜面平行一事相符的。

3. 刃型位错列有集体滑移的趋势,产生多边化亚晶界的滑动。

4. 运动着的位错可以通过其应变场激活近邻的位错,使之亦发生运动;亦可能受到其它位错的排斥力而受阻或改变运动方向。

参 考 文 献

- [1] Hirsch, P. B., Horne, R. W., Whelan, M. J., *Phil. Mag.*, **1** (1956), 677.
- [2] Whelan, M. J., Hirsch, P. B., Horne, R. W., Bollmann, W., *Proc. Roy. Soc.*, **A240** (1957), 524.
- [3] Berghezan, A., Fourdeux, A., *J. Appl. Phys.*, **30** (1959), 1913.
- [4] Wilsdorf, H. G. F., Symposium on Advances in Electron Microscopy (1958), 43.
- [5] Kear, B. H., *Acta Met.*, **11** (1963), 624.
- [6] Price, P. B., *J. Appl. Phys.*, **32** (1961), 1746.
- [7] 张修睦、林保军、郭可信, 物理学报, **21** (1965), 476.
- [8] Kuo, K. H. (郭可信), Chang, H. M. (张修睦), *Sci. Sinica*, **14** (1965), 636.
- [9] Barrett, C. S., *Structure of Metals* (1952).
- [10] Drazin, M. P., Otte, H. M., *Phys. Stat. Solidi*, **3** (1963), 824.
- [11] Wu, T. L. (吴自良), Smoluchowski, R., *Phys. Rev.*, **78** (1950), 468.

MOVEMENT OF DISLOCATIONS AND CROSS-SLIP
IN Al-Mg ALLOYS

KUO KE-HSIN AND CHANG HSIU-MU

Under the action of the illuminating electron beam in an electron microscope, dislocations in Al-Mg alloys start to move during examination. It was found that screw dislocations move and change easily their moving direction producing many double cross-slip traces, and that slip and cross-slip first occur on those $\{111\}$ planes lying close to the position at 45° with the foil surface. The cross-slip direction or the Burgers vector of the screw dislocation is the $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ making an angle of $60-80^\circ$ with the foil normal. These observations are in good agreement with the fact that the stress is assumed to be tangential to the foil surface during bending caused by heating.

The moving dislocation may through its stress field induce the movement of other dislocations lying close to its path, and on the other hand, may itself be stopped or forced to change its moving direction by the repulsive force of other dislocations.