

双晶铝晶界弛豫的转变温度

段玉华¹⁾ 葛庭燧 张天宜²⁾

中国科学院固体物理研究所内耗与固体缺陷开放研究实验室, 合肥 230031

1992年2月29日收到; 1992年7月22日收到修改稿

测量了夹角分别为 60° 和 153.4° 的 $[110]$ 对称倾侧铝双晶晶界的扭转滞弹性蠕变曲线, 指出了晶界的弛豫强度在低于温度 T_0 时变为零, 此温度 (T_0) 约等于该金属的熔点温度 (T_m) 的二分之一, 这说明晶界的内部结构在这个温度的附近发生了显著的变化。

PACC: 62401; 4630J

一、引 言

人们从理论模型及分子动力学 (MD) 模拟计算发现, 晶界在常温下具有一个稳定的结构, 但是约在金属体熔点温度 (T_m) 的二分之一处, 晶界开始出现无序或局部熔化现象^[1-4]。有人用高分辨电子显微镜进行了观察, 得出互相矛盾的结果^[5,6]。葛庭燧等人对细晶粒及竹节晶粒的铝进行了滞弹性测量^[7,8], 指出晶界的弛豫强度随温度的降低而减小, 当测量内耗的频率降低时, 晶界内耗峰出现在低温并且峰高降低, 采用微蠕变的方法进行测量时, 得到了在某一温度 T_0 时晶界的弛豫强度降为零 (对细晶粒 $T_0 = 0.43T_m$, 竹节晶粒 $T_0 = 0.34T_m$)。这表明在高于这一温度时晶界才开始发生明显弛豫。为了更好地定量研究晶界的弛豫行为、同时也便于与 MD 模拟结果作对比, 有必要从最简单的晶界入手。因此, 本文采用 $[110]$ 对称倾侧的不同夹角的铝双晶进行微蠕变实验, 实验结果发现了上述类似的现象。

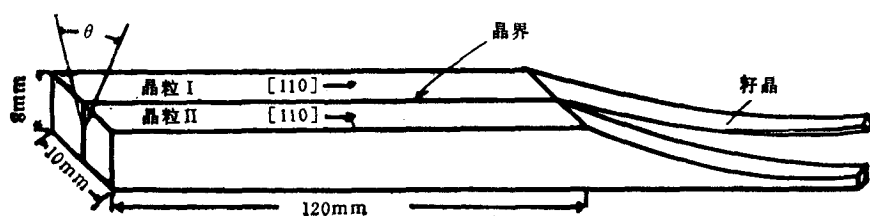
二、试样的制备与试验过程

本实验所用的试样是中国科学院金属研究所采用 Bridgman 方法制备出来的一系列 $[110]$ 轴向对称倾侧晶界的 99.999% 纯铝双晶体, 其原始形状与取向夹角 θ 的关系如图 1(a) 所示。

将原始的双晶试样沿着其取向线切割成厚度为 1.2mm, 宽度为 4.0mm, 长度为 50mm 的片状试样, 然后磨光表面, 在混酸 (50% HCl + 47% HNO₃ + 3% HF) 中进行表面处理。最后试样的尺寸及取向见图 1(b)。

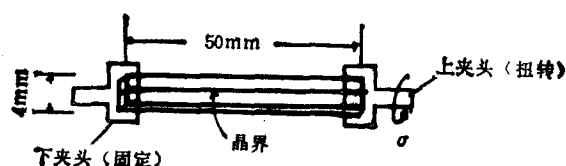
1) 中国科学技术大学物理系, 合肥 230026.

2) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110015.



(a)

(a) 铝双晶的原始形状及取向关系



(b)

(b) 加工处理后试样的尺寸及取向

图 1

从图 1(b) 可见, 由于双晶的晶界坐落在试样的中间, 晶界面沿试样厚度的方向具有较大的面积 ($1.2\text{mm} \times 50\text{mm}$), 夹头则夹在试样的宽度面上, 因此, 当对试样进行扭转时, 试样除受扭力外, 在垂直于晶界面的方向还受到正应力的作用, 但它对于应变的贡献很小。

对于由原始双晶试样切下的单晶试样及双晶试样进行反复的试验发现, 由于试样本身的内应力及畸变较大, 在 350°C 以下退火及进行实验测量时晶界的状态基本上不改变, 而在 400°C 以上退火及进行测量时, 则晶界发生了迁移, 并出现晶内再结晶现象, 原来的单晶及双晶变成了多晶, 因此, 我们对切割后的试样的退火处理及测量温度都限制在 350°C 以下。

将处理好的试样装入我们实验室自制的多功能内耗仪。此仪器可用来进行自由衰减和强迫振动的动态内耗测量, 也可进行微蠕变和应力弛豫的准静态测量, 整个仪器由 IBM-PC 计算机加 8087 协处理器进行控制并对数据进行实时处理。在 350°C 进行原位退火 2h 后, 进行在不同温度下的微蠕变测量。测量程序是: 在每个温度下, 对试样施加一定的扭应力, 在 0.1s 内使试样的扭应变达到 2.0×10^{-5} , 然后保持这个应力 (σ), 在恒应力 σ 的作用下测量试样的应变 ε 随时间的变化 (即恒应力下的应变弛豫), 所选择的扭应变值是足以保证整个的微蠕变实验在弹性范围内进行的。在每个测量温度下, 由应力和应变可求出顺度 $J(t) = \varepsilon(t)/\sigma$, 测量时间为 2000s。在一个温度测量完毕后, 撤去应力进行弹性恢复 (弹性后效), 温度保持不变, 时间也是 2000s。然后再进行下一个较低温度点的测量。我们曾把在 350°C 原位退火的试样先冷至室温再逐步提高测量温度的方法, 按照上述同样程序进行微蠕变测量, 所得的结果与逐步降低测量温度一致。

三、实验结果与分析

1. 双晶的滞弹性蠕变实验

图 2 和图 3 给出夹角分别为 60° 和 153.4° 铝双晶在不同温度下的微蠕变曲线(J - t 关系)。

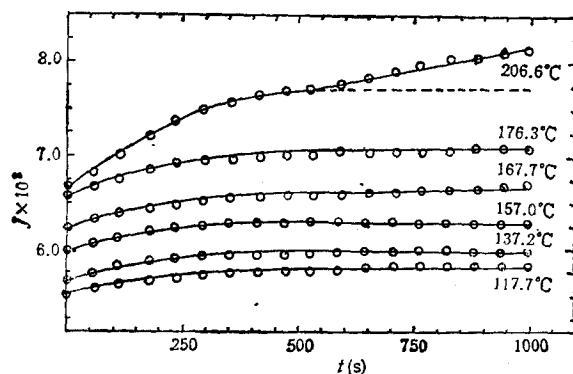


图 2 $\theta = 60^\circ$ 铝双晶的蠕变曲线

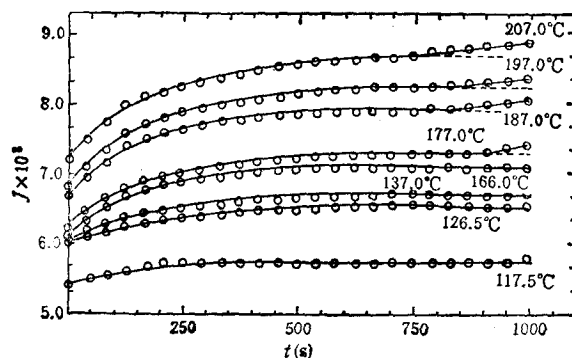


图 3 $\theta = 153.4^\circ$ 铝双晶的蠕变曲线

由图 2 和图 3 可见,低温下蠕变曲线随测量时间的延长达到一饱和值,此值就是相应的完全弛豫的顺度 J_R 。按照传统的滞弹性蠕变的概念, J_R 是 $t = \infty$ 时的蠕变值。现在取 $t = 2000s$ 时的蠕变饱和值(在实验误差以内已达饱和)作为 J_R 。我们曾进行了 18000s 的蠕变试验,用上述方法所得到的 J_R 值相同。在较高的温度下,蠕变曲线达到饱和值较快,但随后又开始增加,这是由于高温背景效应的影响。因此,在求 J_R 值时,把已达饱和的那一段曲线延长来定出相应值(如图 2 和图 3 中的虚线所示)。当 $t = 0.1s$ 时,外加的扭应力已保持恒定,把此时的 J 值定为该温度下的未弛豫顺度 $J_U (=J(0.1s))$ 。实际上, J_U 的准确值应该是 $J_U = J(0)$,但由于实验条件的限制,只能在加力 0.1s 以后进行准确的测量。在测量温度不太高时,这样引入的误差不大。表 1 和表 2 示出对应于图 2 和图 3 的 J_U , J_R 和 $\delta J (=J_R - J_U)$ 之值。

表 1 $\theta = 60^\circ$ 铝双晶的蠕变数据

$T(^{\circ}\text{C})$	$J_U \times 10^8$	$J_R \times 10^8$	$\delta J \times 10^8$	Δ
206.6	6.6578	7.7250	1.0672	0.1603
187.0	6.1805	7.1250	0.9445	0.1528
176.3	6.5950	7.0625	0.4675	0.0709
167.7	6.2495	6.6250	0.3755	0.0601
157.0	5.9906	6.3000	0.3094	0.0517
147.6	6.1192	6.4250	0.3058	0.0500
137.2	5.6707	5.9750	0.3043	0.0537
127.9	6.1407	6.3750	0.2343	0.0382
117.7 ₂	5.4875	5.6500	0.1625	0.0296

表 2 $\theta = 153.4^\circ$ 铝双晶的蠕变数据

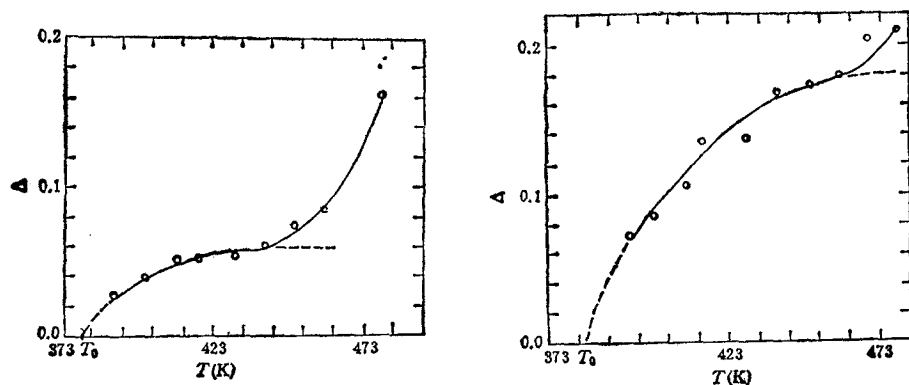
$T(^{\circ}\text{C})$	$J_U \times 10^8$	$J_R \times 10^8$	$\delta J \times 10^8$	Δ
207.0	7.2143	8.7333	1.5190	0.2106
197.0	6.8327	8.2500	1.4173	0.2074
187.0	6.7192	7.9333	1.2141	0.1807
177.0	6.2260	7.3000	1.0740	0.1725
166.0	6.1547	7.2000	1.0453	0.1698
157.0	5.6095	6.3500	0.7405	0.1321
142.0	6.0876	6.9106	0.8230	0.1351
137.0	6.0951	6.7167	0.6216	0.1020
126.5	6.0333	6.5000	0.5000	0.0829
117.5	5.4153	5.8000	0.3847	0.0711

从表 1 和表 2 中的 J_U 来看: 在个别温度点的 J_U 反倒大于邻近较高温度点的 J_U 值, 造成这一偏离的原因可能是由于加力偏差, 使得在给定加载时间内未达到或已超过所要求达到的弹性扭应变值。但是这一偏离对于测定弛豫强度并不发生影响, 因为 $\Delta = (J_R - J_U)/J_U = J_R/J_U - 1$, 而 J_U 偏高时, 整个蠕变曲线也被抬高, 所以 J_R/J_U 值在某一定温度下保持不变。

2. 双晶的弛豫强度 Δ 与温度 T 的关系

根据蠕变实验结果可以求得在不同温度下的晶界弛豫强度 Δ , 其定义为: $\Delta = \delta J/J_U$, 按此式求出的 Δ 值已分别列入表 1 和表 2 中。图 4(a), (b) 分别给出夹角为 60° 和 153.4° 双晶的 Δ - T 关系。

由图 4 可见, 曲线的前半部呈抛物线形, 当温度降低时, 开始时 Δ 急剧下降, 随后在一段温度区内的变化不大, 温度更低时曲线呈抛物线形状。将曲线外推至 $\Delta=0$, 所得到对应的 T_0 值列入表 3 中, 其中 $T_m = 932.86\text{K}$ 是铝的体熔点温度。由此可见, 在 T_0 温度以下, 晶界不发生弛豫, 从 T_0 温度开始, 晶界发生了可观测到的弛豫。曲线在一段温度区内变化不大, 表明此时晶界已完全弛豫, 其它弛豫过程(高温背景效应)还没有参与进来。曲线的后半部(200°C 以上)呈直线上升表明此时已有其它弛豫组元参与弛豫, 已不是晶界本身的行为。表 3 所列的结果与文献 [6, 7] 用细晶粒试样和竹节晶试样所得的结

(a) $\theta = 60^\circ$ (b) $\theta = 153.4^\circ$ 图4 Δ - T 关系

果是一致的。

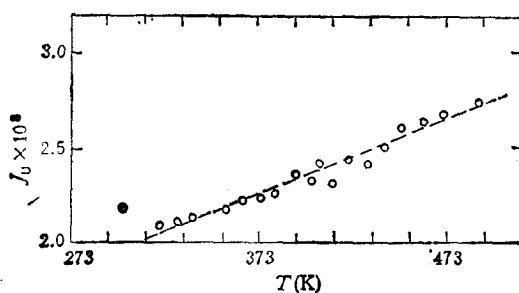
表3 铝双晶的 T_0 值

θ	60°	153.4°
(单位为 K)	382.5	373.1
(单位为 T_m)	0.41	0.40

四、讨论与结语

我们知道,在弹性范围内,金属晶体中如果没有弛豫现象发生,则它的弹性模量在一定温度范围内与温度成线性变化^[9]。因此,如果试样不发生蠕变,在各个温度所得的未弛豫顺度 J_0 [$=J(0.1)$] 应该与温度成直线关系。

为了与双晶的实验对比,在同样的条件下,对单晶试样进行了微蠕变试验。图5给出单晶试样的 J_0 - T 关系,由于所采用的单晶是从双晶上切割下来的,其尺寸和取向与用于实验的双晶基本相同,它们的内部状态应该差不多。因此,在很大程度上,单、双晶的蠕变结果可相互比较。实验结果表明,单晶也有一小的蠕变量,这是由于晶界以外其它因素引

图5 单晶的 J_0 - T 关系

起的,与双晶的蠕变量相比是一小量。因此,双晶的蠕变结果主要就是晶界弛豫的表现,图 2 和图 3 所示的蠕变曲线代表双晶晶界本身的行为。

由图 5 可见,在所测温度范围内(20—210℃),单晶的 J_U - T 基本上是一直线,表明无晶界弛豫发生,这与文献[9]的结果一致。

根据本实验所得的结果以及以前关于多晶和竹节晶铝所报道的结果^[7,8]可见,无论在多晶、竹节晶内或者在双晶内的晶界弛豫强度 Δ 都随着测量温度的降低而减小,在某一温度 T_0 时变为零。固然,按照传统的线性滞弹性理论来考虑,我们测定 J_R 所采用的措施带来一定的实验误差,从而表 3 中所列的 T_0 值也就包含着一定的实验误差,但 T_0 点的存在却是肯定的。另外,我们的实验结果也指出了晶界具有非线性的表现,而 Arrhenius 关系式并不完全适用,所以按照线性滞弹性蠕变方程来测定 J_R 也并不合适。由于晶界弛豫的发生与晶界的结构密切相关,所以晶界发生弛豫与否的转变温度 T_0 反映着晶界结构发生转变的温度。用滞弹性蠕变测量所得到的 T_0 值与用 MD 模拟的结果基本一致,这就把宏观测量与微观计算沟通起来,对于晶界结构特点的阐明无疑将提供一条很有效的途径。

关于晶界弛豫组元的问题,在细晶粒的晶界方面已经提出了“无序原子群模型”^[10,11],在竹节晶界方面已经提出了“晶界附近位错亚结构阻碍机制”^[12],但是关于双晶方面还没有提出明确的看法,特别是双晶晶界为什么也出现可逆的弛豫过程并且具有明确的弛豫强度的问题还需要作出回答,关于双晶晶界弛豫的弛豫时间及其分布和激活能的测定也需要进行系统的研究。根据晶界的重位点阵(CSL)模型,在低温下晶界具有稳定的低能结构,包括完整的区域(重位点阵)和不完整的区域,当温度升高时由于原子的热运动,晶界的结构发生变化,但是目前还不能断定这种变化是体现不完整地区(局部无序区)的比重增加还是原有无序区的无序程度增大(熵增加)。在温度升高到 T_0 时,很可能这种变化达到可以发生明显的弛豫,从而能够用滞弹性蠕变测量观察出来。根据这种看法,则 T_0 值的大小将与双晶晶界的夹角 θ 有关。由于本实验只做了两种夹角的实验,还不能指出 T_0 与 θ 之间的定量关系,有关这方面以及改善实验结果精确度的研究正在进行中。

感谢中国科学院固体物理研究所内耗与固体缺陷开放研究实验室的崔平、袁立曦、朱爱武、关幸生等同志在实验工作中给予的帮助。

- [1] R. Kikuchi and J. W. Cahn, *Phys. Rev.*, **B21**(1980), 1893.
- [2] G. Kalonji, P. Deymier, R. Najafubadi and S. Yip, *Surf. Sci.*, **144**(1984), 77.
- [3] T. Nguyen and S. Yip, *Mater. Sci. Eng.*, **A107**(1989), 15.
- [4] S. J. Plimpton and E. D. Wold, *Phys. Rev.*, **B41**(1990), 2712.
- [5] T. E. Hsieh and R. W. Balluffi, *Acta Met.*, **37**(1989), 1637.
- [6] M. E. Glicksman and C. L. Vold, *Acta Met.*, **15**(1967), 1410.
- [7] T. S. Kê, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **24**(1990), 347.
- [8] 程波林、葛庭燧, 金属学报, **26**(1990), A3117; Chen Bolin and Ge Tingsui (Kê T. S.), *Acta Metall. Sinica, Series A*, **4**(1991), 79.
- [9] T. S. Kê, *Phys. Rev.*, **76**(1949), 579.
- [10] T. S. Kê, *J. Appl. Phys.*, **20**(1949), 274.
- [11] For a review, see T. S. Kê, in: Proc. of 9th Intern. Conf. on Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids, edited by T. S. Kê (International Academic Publishers, Beijing and Pergamon Press, Oxford, 1990).

TRANSFORMATION TEMPERATURE OF GRAIN BOUNDARY RELAXATION IN ALUMINIUM BICRYSTALS

DUAN YU-HUA¹⁾ GE TING-SUI (T. S. Kê) ZHANG TIAN-YI²⁾

Laboratory of Internal Friction and Defects in Solids, Institute of Solid State Physics, Academia Sinica, Hefei

230031

(Received 29 February 1992; revised manuscript received 22 July 1992)

ABSTRACT

Anelastic creep curves of [110] symmetrical tilt boundaries with mis-orientation angles 60° and 153.4° in aluminium bicrystals has been measured in torsion. It was found that the relaxation strength associated with the boundary becomes zero below a temperature T_0 which has a value of about one half of the melting temperature T_m of bulk aluminium. This shows that a perceptible change of the internal structure of the grain boundary has taken place around this temperature.

PACC: 6240I; 4630J

1) *Department of Physics, University of Science and Technology of China, Hefei 230026.*

2) *Institute of Metal Research, Academia Sinica, Shenyang 110015.*