

# 晶粒组元沿晶界旋转的铜双晶在循环变形中的 滑移形貌与位错组态 \*

李 勇 李守新 李广义

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

**摘 要** 对晶粒组元因晶体生长时沿晶界发生旋转的铜双晶体进行了恒定塑性应变幅下的循环形变研究, 塑性应变幅为  $1.5 \times 10^{-3}$ 。通过扫描电子显微镜-电子通道衬度技术(SEM-ECC)对滑移形貌和位错组态的演化进行了观察, 发现由于晶粒内部的几何效应使沿晶界的位错组态随着晶粒的旋转方向的变化也相应发生变化, 逐渐表现为由滑移带与晶界的相互作用过渡到形变带与晶界的相互作用。形变带 II (DB II) 对于主滑移有着明显的阻碍作用。晶界无位错区 (DFZ) 伴随着形变带 II 在晶界的出现而产生。胞状结构的形成是由于次滑移系的开动使形变带 II 中的位错墙结构先破坏而后形成。

**关键词** 铜双晶, 晶界, 位错组态, 形变带 II, 晶界无位错区

中图法分类号 TG111.7

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2002)08-0819-06

## THE OBSERVATION OF SLIP MORPHOLOGY AND DISLOCATION STRUCTURE IN A FATIGUED COPPER BICRYSTAL WITH COMPONENTS ROTATING ALONG THE GRAIN BOUNDARY

LI Yong, LI Shouxin, LI Guangyi

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: LI Yong, Tel: (024)23843531-55225, E-mail: yli@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.59971058 and 59931020) and National Key Basic Research and Development Programme of China (No.G19990650)

Manuscript received 2002-01-11, in revised form 2002-04-05

**ABSTRACT** The push-pull cyclic deformation of a copper bicrystal with components rotated along the grain boundary (GB) was carried out under constant plastic strain amplitude at room temperature. The plastic strain amplitude was  $1.5 \times 10^{-3}$ . The evolution of slip morphology and dislocation structure was observed by using SEM-ECC technology. With components rotating, the dislocation structure changes gradually from the slip band to the deformation band acting with GB respectively. This phenomenon was caused by the geometrical effect of the rotating crystal planes. The second type of deformation band (DB II) blockaded the impingement of the primary slip system band. The formation of dislocation free zone (DFZ) at GB was resulted from the formation of DB II. When the secondary slip system interacted with the DB II, the wall structure of DB II turned into the cell structure gradually.

**KEY WORDS** copper bicrystal, grain boundary (GB), dislocation structure, deformation band II (DB II), grain boundary dislocation free zone (GBDFZ)

多年来, 人们对于单晶体循环形变, 特别是对铜单

晶体在不同应变幅、温度、取向以及加载方式下, 其位错组态的变化给予了广泛的研究<sup>[1-6]</sup>, 指出其中的位错组态一般为: 位错脉络、位错墙、梯状驻留滑移带、迷宫及胞结构。文献[7-10]中关于位错组态对单晶体循环形变行为的影响给出了直接的观察证据。在多晶体材料的循环形变中, 这些相应的位错组态也被观察到<sup>[11-13]</sup>。在多晶体材料中晶界作为一种缺陷其对于多晶体材料的性能

\* 国家自然科学基金 59971058 和 59931020 以及国家重点基础研究发展规划 G19990650 资助项目

收到初稿日期: 2002-01-11, 收到修改稿日期: 2002-04-05

作者简介: 李 勇, 男, 1974 年生, 博士生

影响是不言而喻的<sup>[14-16]</sup>。由于晶界本身具有缺陷的性质,所以其与晶体中其它缺陷的相互作用,特别是与位错组态的作用为研究者所关注<sup>[17-19]</sup>。为了避免在对多晶体材料的形变研究中复杂应力场的影响,双晶体作为结构简单的模型材料已被广泛研究了<sup>[20-23]</sup>。关于双晶体的研究表明,在大角晶界附近出现明显的晶界影响区,它将协调晶体的形变,与此相应的表面滑移形貌表现为多滑移系的开动,对应的位错组态将不再是单一的。这些位错组态与晶界的相互作用主要表现为滑移带是否穿过晶界,以及位错组态在晶界附近的变化。关于晶粒内晶面沿大角晶界逐渐旋转的双晶体的研究尚未见报道,但是在晶体生长中,无论是双晶体还是多晶体,晶面取向发生不可控的旋转是很难避免的。在同一双晶试样里,由于晶粒内在生长过程中各部位发生了旋转,将使循环变形过程中沿晶界位错组态的演化,以及位错与晶界的相互作用都和晶粒各部位不沿晶界旋转的双晶体不同。本实验对带有晶面在晶界旋转的铜双晶体的形变行为进行了研究。

## 1 实验方法

采用纯度为 99.999% 的电解铜,利用 Bridgman 方法在水平的晶体生长炉中生长出板状铜双晶体,采用电火花切割机切割出样品。经电子背散射衍射 (EBSD) 技术对样品的 P1—P4 这 4 个部位定向,其取向矩阵分别为

$$P1: \begin{bmatrix} 0.2825 & -0.2236 & -0.9328 \\ -0.8920 & 0.2966 & -0.3412 \\ 0.3528 & 0.9285 & -0.1157 \end{bmatrix}$$

$$P2: \begin{bmatrix} 0.1484 & -0.2177 & -0.9647 \\ -0.9407 & 0.2700 & -0.2056 \\ 0.3052 & 0.9349 & -0.1647 \end{bmatrix}$$

$$P3: \begin{bmatrix} -0.7503 & -0.3822 & -0.5356 \\ -0.6222 & 0.6878 & 0.3739 \\ 0.2235 & 0.6138 & -0.7572 \end{bmatrix}$$

$$P4: \begin{bmatrix} -0.8064 & -0.4074 & -0.4286 \\ -0.5785 & 0.6896 & 0.4355 \\ 0.1178 & 0.5996 & -0.7916 \end{bmatrix}$$

其中,矩阵中的第 2 列为晶体的加载轴方向,第 3 列为试样的观察面法向。样品的尺寸、定向部位及两晶粒加载轴方向在标准极射取向三角形中投影的位置见图 1。经计算可见在同一晶粒中两测试点的轴向差大约为  $4^\circ$ ,在被观察的表面两晶粒沿晶界都同向发生了约  $8^\circ$  旋转(即 P1 与 P2 两点间发生了约  $8^\circ$  旋转, P3 与 P4 两点间也发生了约  $8^\circ$  旋转),经多点 EBSD 测定表明这一旋转是逐渐发生的。

试样经机械抛光和电解抛光后,得到光滑的自由表

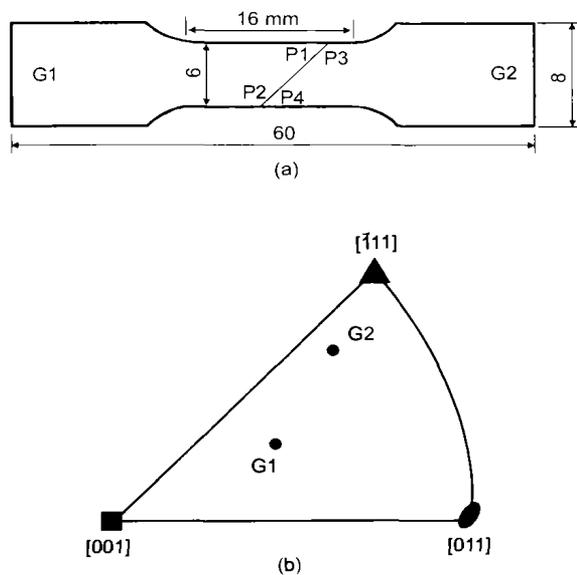


图 1 样品的尺寸和取向示意图

Fig.1 Schematic of the size and orientation of specimen  
(a) size and testing position of specimen (height is 5 mm)  
(b) nominal stress axis orientation of G1 and G2 in stereographic triangle

面。在 5 kN 的 Shimadzu 电液伺服试验机上进行了恒定塑性应变幅的对称拉-压循环变形,其塑性应变幅为  $1.5 \times 10^{-3}$ ,加载频率为 0.1 Hz。为了保证试样对中性良好,使用低熔点合金固定试样下夹头。应力-应变滞后回线用计算机自动记录。为了更好地观察晶界与位错组态的相互作用,同一试样分别在 200, 1650, 3250, 3300 cyc 时中断疲劳实验,采用扫描电镜电子通道衬度 (SEM-ECC) 技术对样品的表面形貌及位错组态进行观察。

## 2 实验结果及讨论

### 2.1 表面形貌及位错组态

晶体生长中的晶粒旋转示意图见图 2。由于两晶粒都是单滑移取向,故在加载的开始阶段均为单滑移,且晶界的影响并未表现出来。从表面的滑移迹线分析出两晶粒的主滑移系统为  $(111)[\bar{1}01]$ 。由于晶面的旋转使得主滑移面沿晶界有所偏转(图 2)。

在循环 200 cyc 后,滑移线均布于观察表面,抛光后观察其位错组态是以杂乱的位错脉络为主(图 3a)。随着循环周次的增加,滑移的不均匀性逐步表现出来。在循环 1650 cyc 时晶粒 G2 中出现以下 3 类明显的形变带:晶粒上部沿主滑移带的第 1 类形变带 (DB I),沿晶界垂直于主滑移带的第 2 类形变带 (DB II) 和晶粒下部的第 3 类形变带 (DB III),同时在 DB II 与基体的交界处出现了交滑移系统。而在晶粒 G1 中只出现了 DB III(图 3b)。形变带与滑移带有很大的不同。它的宽度 (10—200  $\mu\text{m}$ )

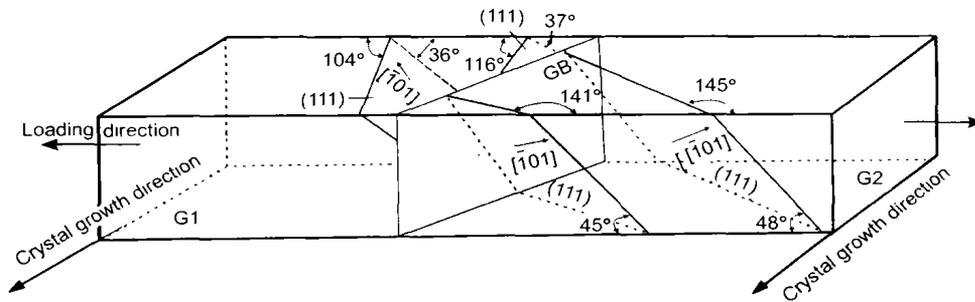


图 2 不同测试点的滑移系统及加载方向的几何关系

Fig.2 Illustration of geometrical relationship between slip systems at different positions and loading directions

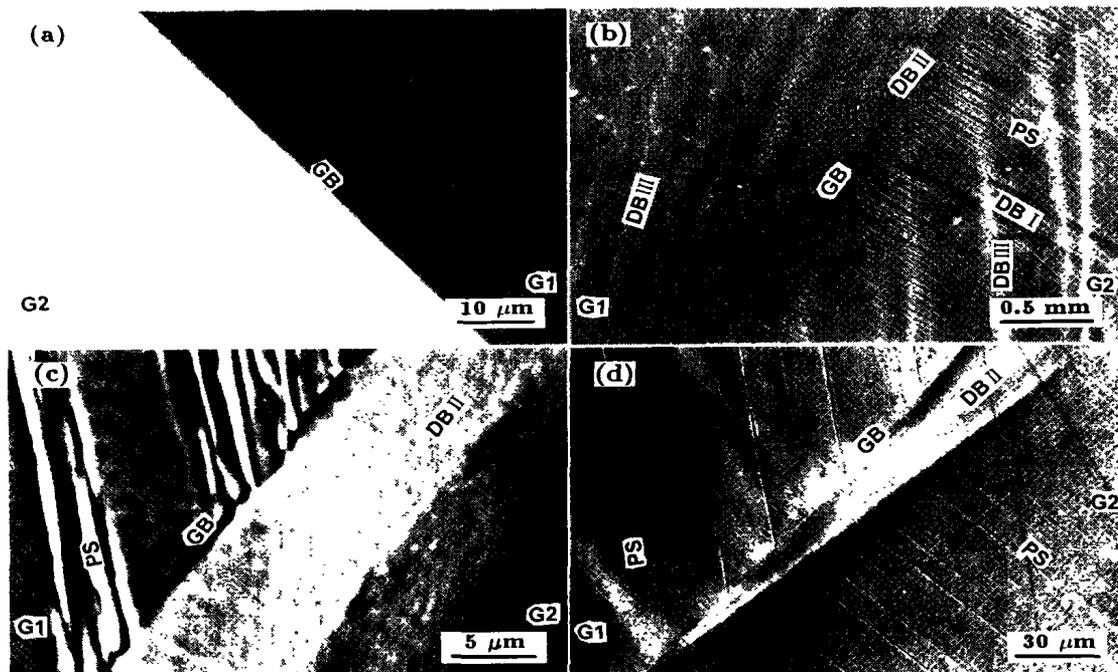


图 3 不同循环周次的表面滑移形貌及位错组态

Fig.3 Slip morphologies and dislocation structures at different cycles (PS—primary slip)

(a) dislocation structure at 200 cyc (b) slip morphology at 1650 cyc (c) dislocation structure and slip morphology at 3250 cyc (d) dislocation structure and slip morphology at 3300 cyc

远大于滑移带,在单滑移和双滑移取向的铜单晶中,一般只出现 DB I 和 DB II, DB I 基本平行于主滑移面  $\{111\}$ , 而 DB II 与主滑移面相垂直,其惯习面为  $\{101\}$ (详见文献 [24]), 而 DB III 只在多滑移的单晶体中被观察到,其惯习面为  $\{100\}$ . 由于在双晶体晶界处的复杂应力,可引起 DB III 的形成. 在循环 3250 cyc 时,晶界协调应变产生的局部次滑移对晶粒 G2 中 DB II 的影响已经体现出来,晶粒上部 DB II 的位错结构在次滑移的作用下发生了变动. 在 DB II 中,原先平行于晶界的位错墙在次滑移的影响下已沿次滑移方向排列,远离晶界处的位错墙仍然基本平行于晶界排列,靠近晶界处由于二次滑移系的起动,引起了位错墙沿二次滑移方向转变(图 3c). 由于应变的不相容性,晶粒 G2 的位错组态沿晶界出现明显的渐变

质,即 DB II 沿晶界呈楔状,在晶粒上部的 DB II 位错结构发生变化,中部的 DB II 保持完整的位错墙结构,下部则没有 DB II 形成. 晶粒中部的 DB II 在 3300 cyc 时仍然保持完好的位错墙结构(图 3d).

## 2.2 晶界应变不相容性的协调

为了协调晶粒 G2 与 G1 在晶界处的形变,晶粒 G2 首先在试样边缘沿晶界出现了 DB II,在 DB II 与基体之间则出现了交滑移系统(图 4). 本文作者认为,这是由于在晶体生长中晶粒的生长方向具有向最低能量方向生长的趋势,致使晶面发生了旋转. 表 1 中列出两晶粒各测试点初始滑移系统的 Schmid 因子  $\Omega$ ,以及在经过一次拉压后各点的旋转量.

从表 1 可见,每一晶粒中不同部位的 Schmid 因子

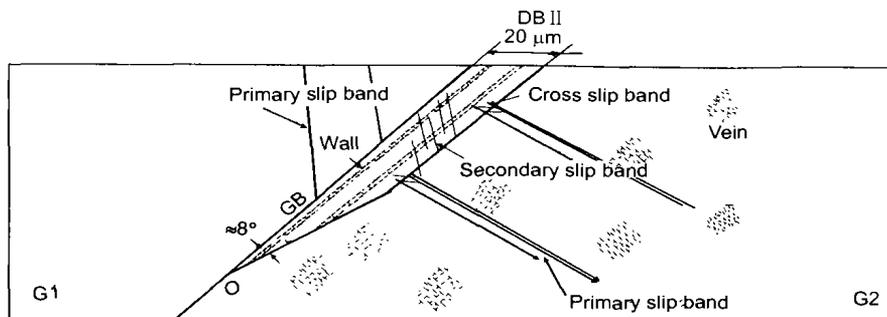


图4 晶界处起动的滑移系协调应变示意图

Fig.4 Illustration of the activated slip system in the vicinity of GB

表1 各测试点滑移系统的 Schmid 因子  $\Omega$ , 一次循环后的旋转角度和相应两点的旋转角度差  $\Delta\alpha$   
 Table 1 Schmid factor ( $\Omega$ ) and the rotational angle of each position, and the rotational angle deviation  $\Delta\alpha$  between the corresponding positions after one cycle

Grain	Tested position	$\Omega$ (before fatigue testing)	Rotational angle (after one cycle), deg	$\Delta\alpha_{P1-P2}$ deg	$\Delta\alpha_{P3-P4}$ deg
G1	P1	0.471	0.0607	0.0036	-
	P2	0.367	0.0643		
G2	P3	0.375	0.1067	-	0.0097
	P4	0.362	0.1164		

存在差别. 正是由于这一差别的存在, 使得在晶体的循环变形中, 由于各部位在拉压不对称性作用下引起的晶体旋转量不同而造成沿晶界出现不同位错组态的现象. 文献 [25] 对于单晶体在单向拉伸时晶体加载轴与  $[\bar{1}01]$  方向, 在压缩条件下加载轴与  $[111]$  方向夹角变化的计算公式进行了详细推导, 文献 [24] 曾应用此不对称性解释了形变带的成因. 其中, 拉伸时晶体加载轴与  $[\bar{1}01]$  方向角度变化公式为

$$\sin \lambda_1 = \frac{L_0}{L} \sin \lambda_0 \quad (1)$$

压缩时, 晶体加载轴与  $[111]$  方向角度的变化公式为

$$\cos \varphi_1 = \frac{L}{L_0} \cos \varphi_0 \quad (2)$$

式中,  $\lambda_0$  和  $\varphi_0$  分别为初始加载轴与主滑移方向  $[\bar{1}01]$  和主滑移面法向  $[111]$  之间的夹角,  $\lambda_1$  和  $\varphi_1$  分别为拉伸及压缩应力作用下加载轴与主滑移方向和主滑移面法向之间的夹角,  $L_0$  为试样的原始长度,  $L$  为试样变形后的长度.

依文献 [24] 中式 (6, 9), 则

$$\sin \lambda_1 = \frac{1}{1 + \gamma_{pl} \cdot \Omega} \sin \lambda_0 \quad (3)$$

$$\cos \varphi_1 = \frac{1}{1 - \gamma_{pl} \cdot \Omega} \cos \varphi_0 \quad (4)$$

式中,  $\gamma_{pl}$  为塑性分解切应变幅,  $\Omega$  为 Schmid 因子. 经式 (3, 4) 计算在一次拉压加载后, 晶粒 G1 中, P1 与 P2 两点的相对旋转角度差  $\Delta\alpha_{P1-P2}=0.0036^\circ$ , 而晶粒 G2 中,

P3 与 P4 两点的相对旋转角度差  $\Delta\alpha_{P3-P4}=0.0097^\circ$ , 后者约为前者的 2.7 倍. 所以在晶粒 G1 中, 循环产生的应变分布较晶粒 G2 是均匀的, 又因其相对于晶粒 G2 为软取向, 其应变协调性要好于晶粒 G2, 所以它的滑移形貌相对晶粒 G2 较为单一, 其所对应的位错组态也单一. 但是对于晶粒 G2, 由于在 P3 与 P4 两点的拉压循环造成的旋转角度差较大, 所以在 P3 和 P4 点的塑性应变是不相等的. 即在一次循环变形中, 由于拉压不对称作用下, 晶体中各面的净旋转量不同, 使得在晶界处各部位的应变不相等. 在每一次循环变形的作用下, 各部位滑移系的 Schmid 因子将发生微小的变化. 随着 Schmid 因子变化而导致的各部位角度差的累积, 致使塑性应变增加. 从而 DB II 开始沿晶界形成. 在经过若干周后, 当滑移的净旋转量正好填补两点之间的角度差时, 此时整个晶粒开始协调地响应外载荷. 所以晶粒 G2 的形变是通过在循环加载的拉压不对称性作用下, 造成的滑移不均匀性导致试样逐渐地发生旋转, 从而填补两点间的角度差而不断地协调应变的. 图 4 中示意地表示了实验观察到 DB II 楔形的头部张角约为  $8^\circ$ , 随着循环次数的增加, DB II 的头部继续沿晶界向下发展, 但其稳定宽度为  $20 \mu\text{m}$ .

### 2.3 晶界无位错区 (DFZ)

通过对样品在 3250 cyc 的观察 (图 5) 可见, DB II 已经沿晶界出现, 且头部呈楔形分布, 此时 DB II 的位错结构是排列整齐的位错墙, 它有效地阻止了主滑移对于晶界的撞击作用. 通过测量可知, DB II 的最大宽度约为  $20 \mu\text{m}$ , 位错墙的间距约为  $1 \mu\text{m}$ , 且位错墙的间距不再



图 5 晶界处形变带中的晶界无位错区  
Fig.5 DFZ in the DB II (PS—primary slip)

发生变化，并且沿晶界出现无位错区 (DFZ)。在本实验中可见 DFZ 伴随着 DB II 的出现而形成，此时观察到的 DFZ 类似于位错墙间的通道，从晶粒的应变协调关系的分析可知，此时 DFZ 的出现与晶粒中的晶体旋转有一定关系。晶粒的旋转导致协调应变所产生的二次滑移系，在二次滑移系与基体脉络和基体墙的作用下，使它们相互湮灭而形成类似墙间通道结构的 DFZ。

2.4 胞结构的形成

从图 3c 可见，3250 cyc 时，晶粒 G2 中次滑移系已经使 DB II 中的位错结构沿次滑移方向排列。在图 6a 中分别显示了次滑移在基体和 DB II 中留下的痕迹：在基体里，可明显看出有两套驻留滑移带 (PSB) 结构；而在 DB II 中，位错的排列趋向次滑移方向。形变带形成有两个关键因素，一个是由于晶体拉压的不可逆旋转，致使晶体储存应变能，它是形变带形成的驱动力；另一个是次滑移启动时可动位错密度急剧增加，它是直接引发形变带形成的因素<sup>[26]</sup>。经抛光后确定在 DB II 里面位错组态已经表现为胞状结构。由于次滑移的开动改变了形变带的位错组态使其变为胞状结构 (图 6b)。Ackermann 等<sup>[27]</sup>指出，对应于饱和应力-应变曲线的高  $\gamma_{pl}$  端，面心立方单晶体中微观结构的变化顺序为含迷宫结构的基体相-PSB 和迷宫结构-胞结构。次滑移起源于 PSB-基体界面，并以

胞结构的形式向外传播，填充 PSB，最后全部转变成胞状结构。对比基体中的位错组态可以看出，在这一累积塑性应变幅下，PSB-基体的界面并没有在次滑移的作用下发生变化 (图 6a)，但是可以肯定的是胞状结构的形成与次滑移的开动密切相关。胞结构的形成最先起源于次滑移与 DB II 中的位错墙结构的相互作用 (图 3c)，由于次滑移的作用使平直的位错墙破碎而形成胞状结构。图 6b 中仍可见次滑移痕迹。图 7 为胞结构在 DB II 中的形成过程示意图。由于次滑移与位错墙的作用使该处位错组态发生破损，离散的刃型位错通过通道中的螺位错运动带走，剩下的完好位错墙由于自发的减小能量而收缩呈近圆形，从而形成胞状结构。

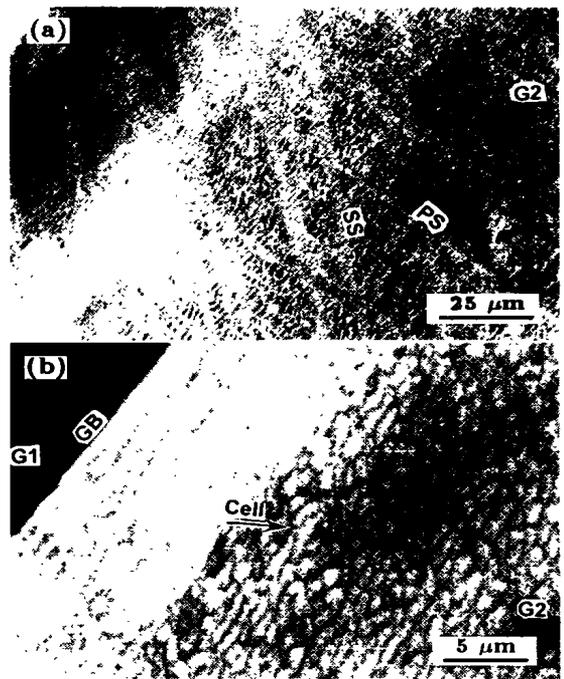


图 6 不同区域的位错组态  
Fig.6 Dislocation structures in different areas at the same cycle  
(a) dislocation structure in the matrix (PS—primary slip, SS—secondary slip) (b) the cell in DB II

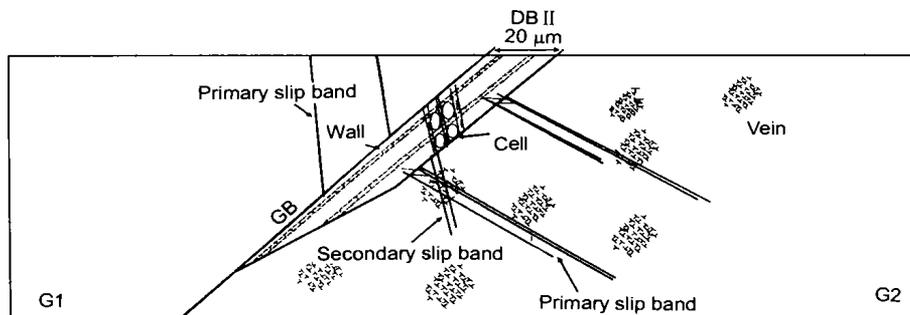


图 7 形变带中位错墙破碎形成胞结构的示意图  
Fig.7 Schematic of the cell structure formation

### 3 结论

(1) 在晶体生长过程中, 由于存在晶面的旋转, 致使同一晶粒不同部位的滑移面和滑移方向相对于加载轴的取向存在微小差别. 在循环载荷的作用下, 这一微小差别导致了不同部位产生不同的净旋转量, 从而形成 DB II 来协调晶界的变形. DB II 由试样边缘塑性约束较小地区开始沿晶界向内部伸展, 形成楔形. 这是由晶体的几何效应产生的. 在本实验过程中, 不论滑移带还是形变带都没有穿过晶界. DB II 对于主滑移带有一定的阻滞作用.

(2) DFZ 伴随 DB II 的形成而产生. 在晶体旋转所产生的二次滑移系与基体脉络和基体墙的相互作用下, 基体脉络与基体墙发生湮灭而形成 DFZ.

(3) 胞结构的形成与次滑移密切相关, DB II 中的位错墙结构与次滑移的相互作用导致胞结构的形成. 胞结构最先起源于 DB II 中.

### 参考文献

- [1] Kuhlmann-Wilsdorf D, Laird C. *Mater Sci Eng*, 1977; 27: 137
- [2] Jin N Y, Winter A T. *Acta Metall*, 1984; 32: 989
- [3] Laird C, Buchinger L. *Metall Trans*, 1985; 16A: 2201
- [4] Lisiecki L L, Weertman J R. *Acta Metall Mater*, 1990; 38: 509
- [5] Basinski Z S, Korbel A S, Basinski S J. *Acta Metall*, 1980; 28: 191
- [6] Mughrabi H. In: Loretto M H ed., *Dislocation and Properties of Real Materials*, London: The Institute of Metals, 1985: 244
- [7] Hunsche A, Neumann P. *Acta Metall*, 1986; 34: 207
- [8] Ma B T, Laird C. *Acta Metall*, 1989; 37: 325
- [9] Ma B T, Laird C. *Acta Metall*, 1989; 37: 337
- [10] Li S X, Li Y, Li G Y, Wang Z G, Lu K. *Philos Mag*, 2002; 82A: 867
- [11] Winter A T, Pedersen O B, Rasmussen K V. *Acta Metall*, 1981; 29: 735
- [12] Wang Z R, Laird C. *Mater Sci Eng*, 1988; 100: 57
- [13] Louh T, Chang C P. *Acta Mater*, 1996; 44: 2683
- [14] Wu X J. *Adv Mech*, 1989; 19: 433  
(吴希俊. 力学进展, 1989; 19: 433)
- [14] Wu X J. *Adv Mech*, 1990; 20: 159  
(吴希俊. 力学进展, 1990; 20: 159)
- [15] Hirth J P. *Metall Trans*, 1972; 3A: 3047
- [16] Zhou Z Q. *Mater Sci Progr*, 1989; 3: 1  
(周自强. 材料科学进展, 1989; 3: 1)
- [17] Shen Z, Wagoner R H, Clark W A T. *Acta Metall*, 1988; 36: 3231
- [18] Shen Z, Wagoner R H, Clark W A T. *Scr Metall*, 1986; 20: 921
- [19] Lim L C, Raj R. *Acta Metall*, 1985; 33: 2205
- [20] Li Q S, Bretheau T. *Acta Metal Sin*, 1990; 26: 209  
(李庆生, Bretheau T. 金属学报, 1990; 26: 209)
- [21] Wu J S, Lin D L. *Acta Metall Sin*, 1996; 32: 527  
(吴建生, 林栋梁. 金属学报, 1996; 32: 527)
- [22] Hu Y M, Wang Z G, Li G Y. *Scr Mater*, 1996; 34: 331
- [23] Tan X L, Gu H C, Wang Z G. *Mater Sci Eng*, 1995; 196A: 45
- [24] Li X W, Wang Z G, Li S X. *Philos Mag*, 2000; 80A: 8, 1901
- [25] Reid C N. *Deformation Geometry for Materials Scientists*. New York: Pergamon Press, 1973: 125
- [26] Li S X, Li X W, Zhang Z F, Wang Z G. *Philos Mag*, in press
- [27] Ackermann F, Kubin L P, Lepinoux J, Mughrabi H. *Acta Metall*, 1984; 32: 715