

用扫描电镜直接观察变形材料中的位错结构 ——[001]取向铜单晶疲劳位错结构的研究*

宫波 陈道伦 苏会和 王中光

(中国科学院金属研究所材料疲劳与断裂国家重点实验室, 沈阳 110015)

摘要 用扫描电镜(SEM)的电子通道衬度(ECC)技术研究了[001]取向铜单晶中的疲劳位错结构. 结果表明, SEM-ECC技术不仅可以真实地、全面地显示疲劳位错组态, 而且还揭示了表面出现的宏观形变带与位错结构的对应关系.

关键词 扫描电镜, 电子通道衬度技术, 铜单晶体, 位错结构

扫描电子显微镜(SEM)中电子通道现象是由 Coates^[1]发现于1967年. Stickler等人^[2]于1971年把这一现象首次用来研究材料的变形行为. 1973年 Joy 和 Booker^[3]用电子通道衬度(electron channeling contrast-ECC)法成功地观测了形变不锈钢中的亚晶结构. 尽管这一方法已提出二十多年, 但一直没有得到广泛的开发和利用. 直到最近几年, 一些研究者才重新认识到这种方法在研究材料变形, 特别是循环变形后位错结构方面的极大优越性^[4-7]. SEM-ECC技术较传统的透射电子显微术(TEM)有着独到的特点, 使用这种方法不仅样品制备容易, 观察视场大, 而且很容易研究用TEM技术较难实现的一些问题, 如裂纹尖端、晶界、相界附近等区域的位错结构观察. 本文报道应用这一技术在研究[001]Cu单晶疲劳位错结构方面的最新结果.

1 实验方法

当SEM操作在反射方式时, 背散射电子的强度取决于入射电子束与晶面的相对取向, 因此晶体取向和入射电子方向的改变都会导致不同的背散射强度. 背散射电子的强度直接反映了电子通道的衬度. 当晶体材料中存在缺陷时, 缺陷附近会产生晶格畸变, 那里的衬度与周围环境就会有所不同, 于是在显示屏上就可以看到这些位错的衬度像^[7]. 有关SEM-ECC成像原理和操作条件详见文献[8].

[001]取向铜单晶的生长、疲劳试样的定向切割及疲劳试验过程详见文献[9]. 疲劳试验结束后, 对试样表面先进行适当的机械研磨, 然后进行电解抛光, 以获得足够平整和光亮的表面. 所用抛光电解液配方为: 1000 ml H₂O(蒸馏水), 500 ml H₃PO₄, 500 ml C₂H₅OH, 10 g NH₂CONH₂, 100 ml CH₃CH(OH)CH₃的混合液, 电压设定为15 V, 抛光时间为2-4 min.

* 国家自然科学基金资助项目19392300-4

收稿日期: 1997-04-16

本文通讯联系人: 王中光, 研究员, 中国科学院金属研究所材料疲劳与断裂国家重点实验室, 沈阳 110015

这种抛光条件虽会抛去约 $30\ \mu\text{m}$ 厚的一薄层, 但会产生足够好的抛光面. 在本实验中 SEM 的观察面选定为(120).

2 实验结果及讨论

2.1 [001]铜单晶体的循环响应及位错结构

[001]铜单晶体的循环响应及位错结构在文献〔9, 10〕中已做了较详细的报道, 以下只做简单的介绍. 当塑性切应变幅(γ_{pl})大于 4.8×10^{-4} 时, 循环硬化曲线出现明显的应力过冲现象或软化现象, 表面原位观测实验表明, 这种现象与次滑移带的大量形成相对应. 当循环应力进入饱和阶段时, 表面出现两种宏观变形带: 一种由密集二次滑移带组成, 另一种具有扭折带的特点, 其惯习面与(211)面接近〔9〕. TEM 的观测表明, [001]晶体的位错组态主要有两种: 迷宫结构和单一的位错墙结构. 迷宫结构由两组位错墙组成, 其一为与应力轴垂直的(001)位错墙, 而另一组位错墙与应力轴平行, 可以是(210), (120)或(100). 单一的位错墙结构也为(001)位错墙. 图 1 是典型的迷宫结构和单一的位错墙结构 TEM 照片. 电镜薄膜平行于(120)表面, 塑性切应变幅(γ_{pl})为 1.8×10^{-3} .

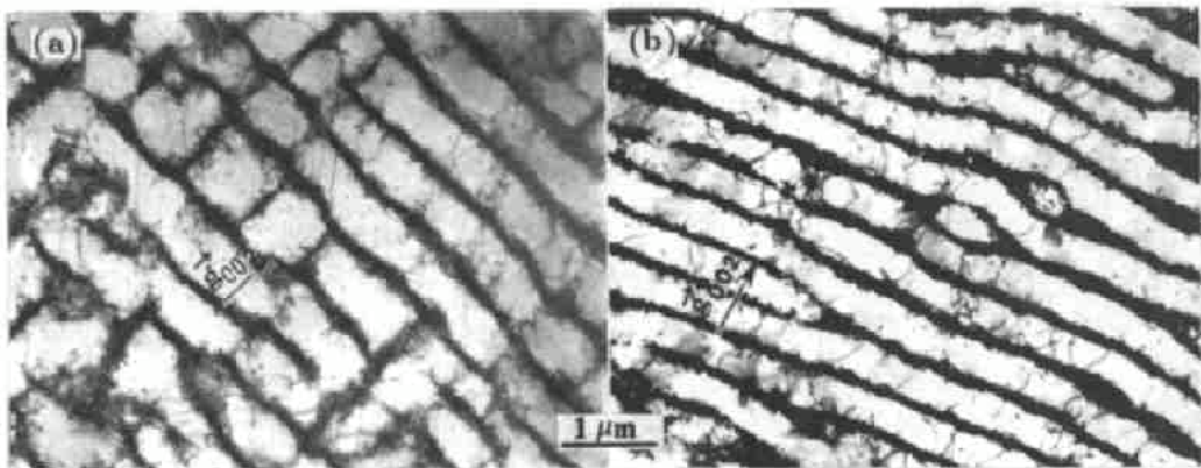


图 1 [001]铜晶体中典型疲劳位错结构的TEM像($\gamma_{pl} = 6.0 \times 10^{-4}$), 薄膜面平行于(120), $B = [120]$, $\bar{g} = [002]$

Fig. 1 The typical dislocation structures in cyclically deformed [001] copper crystals

(a) labyrinth structure (b) wall structure

2.2 [001]铜单晶体位错结构的SEM-ECC研究

2.2.1 迷宫位错结构 图 2 是[001]晶体在塑性切应变幅 $\gamma_{pl} = 6.0 \times 10^{-4}$ 下, 循环 34480 周次后的位错结构, 其中图 2a 是在较低倍数($\times 700$)下观察到的 SEM-ECC 位错结构像. 该图显示了大面积的迷宫结构, 因此更能真实地反映迷宫结构的特点. 迷宫结构也由两组位错墙组成, 它们分别与[001]方向平行或垂直, 与 TEM 观察的结果完全一致. 在迷宫结构的某些区域, 还可以观察到类似于驻留滑移带(P SB)的一组组条带结构; 条带的长度从几十微米到几百微米, 间隔从几微米到几十微米, 其方向(见图中箭头所示)与(111)滑移面在(120)表面上的迹线平行. 图 2b 在较高倍数下显示了条带结构与迷宫结构的关系. 可以看到迷宫结构中的位错组织连续地过渡到条带结构中, 条带结构使迷宫结构中的位错墙局部发生偏转, 这表

明条带结构很可能是从迷宫结构中演化出来的。

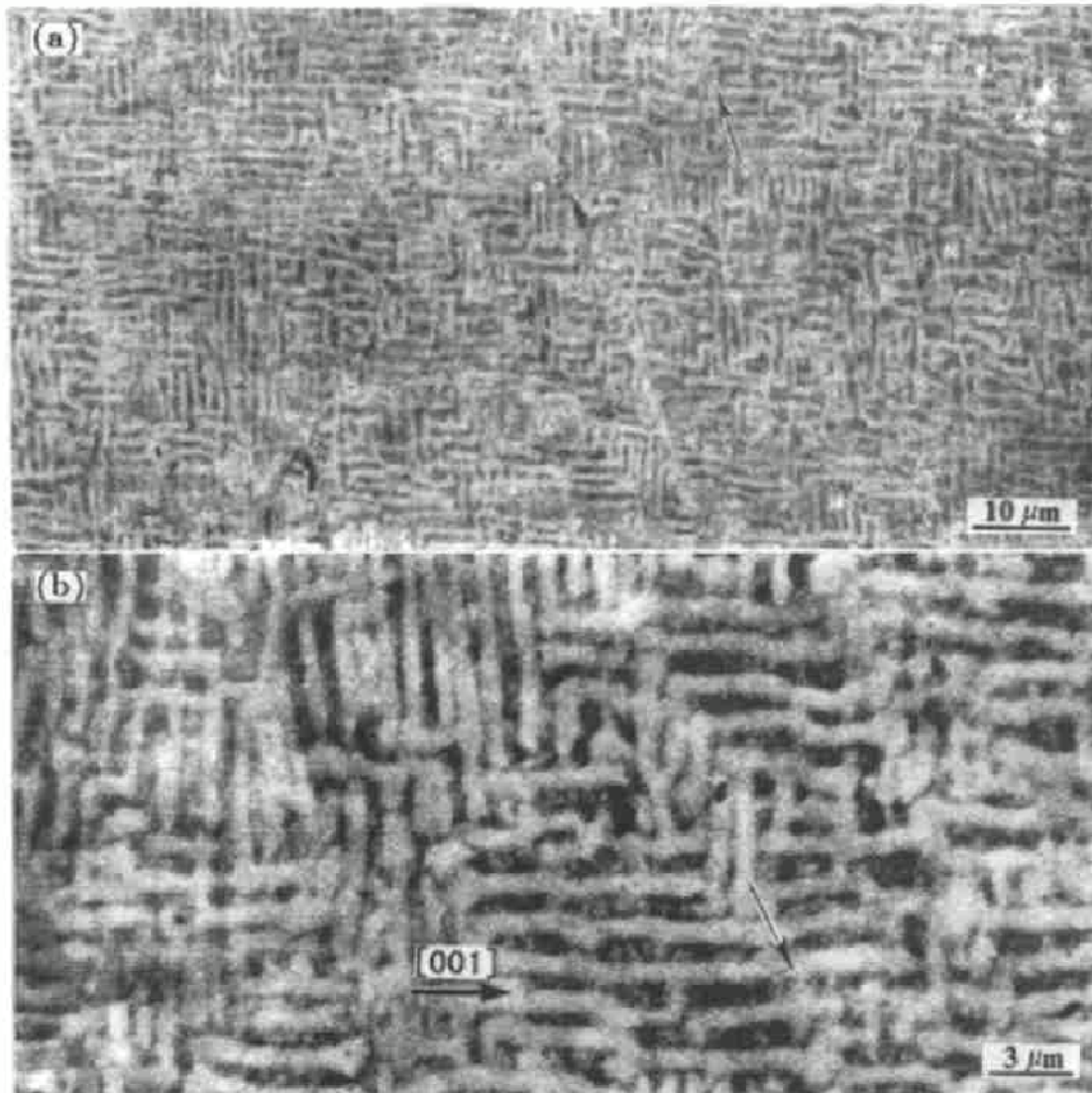


图 2 [001]铜单晶体中疲劳位错结构 SEM-ECC 像

Fig.2 SEM-ECC images of dislocation structures in the [001] copper single crystal cycled at $\gamma_{pl} = 6.0 \times 10^{-4}$

(a) lower magnification (b) higher magnification

2.2.2 宏观形变带与位错结构的关系 由于 SEM-ECC 技术只需要对表面进行很薄的抛光处理, 所以可以用来研究表面宏观形变带与位错结构的关系. 通过 SEM-ECC 观察, 本文发现具有扭折带特点的形变带, 即惯习面与(211)面接近的形变带对应特定的位错结构. 图 3 分别给出宏观形变带的低倍形貌(a)、局部放大的位错结构(b)及形变带界面处的位错结构(c). 形变带内的位错结构有以下几个特点: (1)位错结构是由单一的位错墙, 即(001)位错墙组成; 而形变带以外的位错结构是典型的迷宫结构. 由于形变带内不存在与拉伸轴平行的位错墙, 很难想象其位错结构是由迷宫结构演化而来, 更可能的是二者同步产生. (2)形变带以外的迷宫结构中的条带结构不能穿过形变带内的位错墙. (3)形变带内位错结构的几何尺度, 如通道(照片中的白区)宽度, 约为迷宫通道宽度的一半(见图 3c). 根据作者以往的研究^[10]得知: 位错结构尺度越小, 其携带的应变越大. 因此, 宏观形变带应是形变集中的地区.

在 TEM 实验中曾观察到迷宫结构和单一的墙结构,但是,由于 TEM 观察的局限性,很难解释迷宫结构与单一的墙结构之间的关系.通过 SEM-ECC 技术则可以很容易、很清楚地建立宏观变形带与内部位错结构的联系.

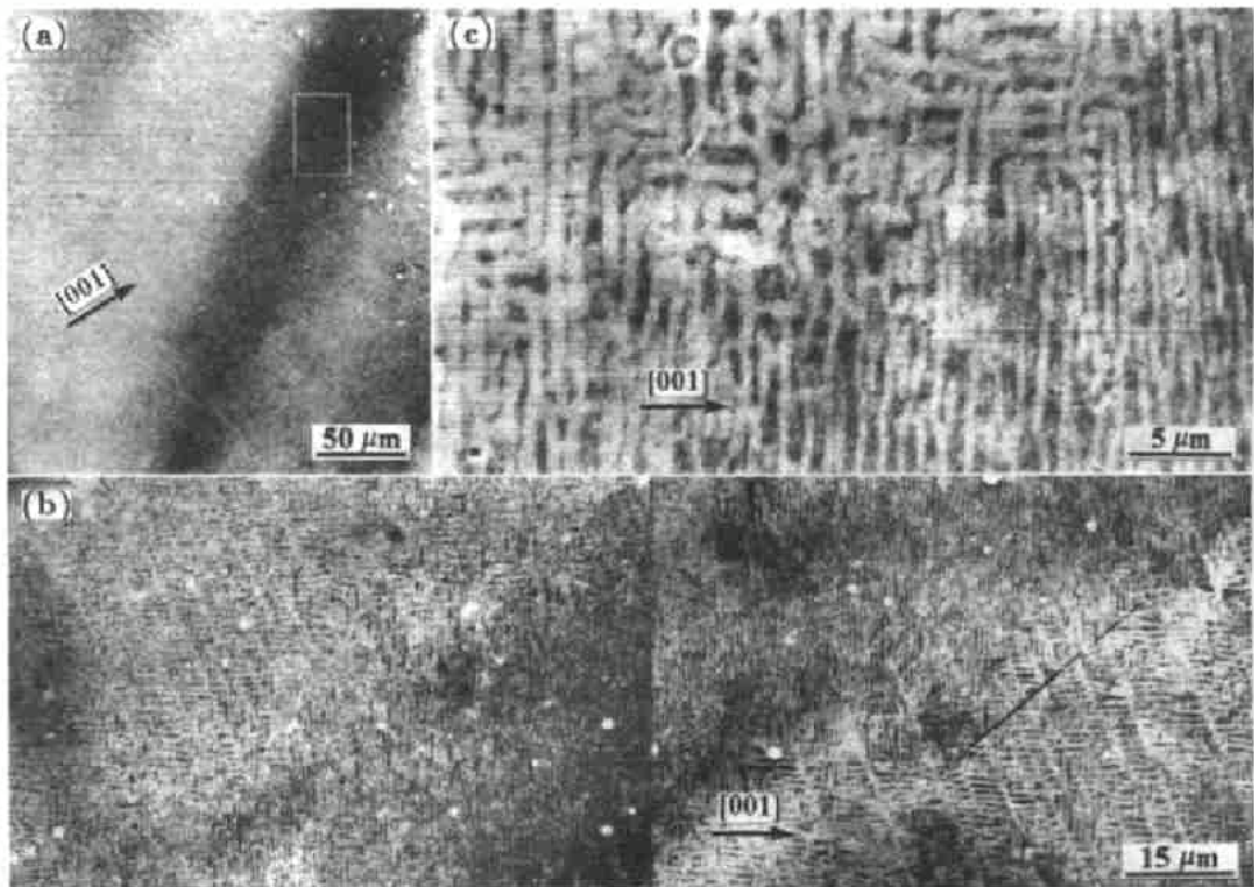


图 3 [001]铜单晶宏观变形带位错结构的 SEM-ECC 像

Fig.3 SEM-ECC images of dislocation structures in deformation bands of the [001] copper single crystal cycled at $\gamma_{01} = 6.0 \times 10^{-4}$

(a) lower magnification (b) higher magnification (c) interface between deformation bands and matrix

3 结 论

(1) 扫描电镜电子通道衬度 (SEM-ECC) 技术不仅可以真实地、全面地显示材料的疲劳位错结构,而且还可以揭示表面形貌与内部位错结构的对应关系.

(2) [001]取向铜单晶体的疲劳位错结构由迷宫结构和单一的位错墙结构组成.宏观变形带内的位错结构为单一的(001)位错墙.

本文作者之一(陈道伦)衷心感谢奥地利维也纳大学 Stickler 教授和 Weiss 教授提供重要的信息和与之进行的有益讨论.

参 考 文 献

- 1 Coates D G. *Philos Mag.* 1967; 16; 1179
- 2 Stickler R, Hughes C W, Booker G R. *Proc. of the 4th Annual Scanning Electron Microscope Symposium*, Chicago: IIT Research Institute, 1971:473
- 3 Joy D C, Booker G R. *Proc. of the 6th Annual Scanning Electron Microscope Symposium*, Chicago: IIT Resrarch Institute, 1973: 138
- 4 Zauter R, Petry F, Bayerlein M, Semmer C, Christ H J, Mughrabi M. *Philos Mag A*, 1992; 66: 425
- 5 Schwab A, Bretschneider J, Buque C, Blochwitz C, Holste C. *Philos Mag Let.* 1996; 74: 449
- 6 Melisova D, Weiss B, Stickler R. *Ser Mater*, 1997 (in press)
- 7 Chen D L, Melisova D, Weiss B, Stickler R. *Fat Fract Eng Mater Struct*, 1997 (in press)
- 8 胡运明, 陈道伦, 苏会和, 王中光. 材料研究学报, 1997; 11(3)待发表
- 9 Gong B, Wang Z R, Wang Z G. *Acta Mater*, 1997; 45: 1365
- 10 Wang Z R, Gong B, Wang Z G. *Acta Mater*, 1997; 45: 1379

DIRECT OBSERVATION OF DISLOCATION STRUCTURE IN DEFORMED MATERIALS BY SEM

——Dislocation Structure in a Fatigued [001] Cu Single Crystal

Gong Bo, Chen Daolun, Su Huihe, Wang Zhongguang(State Key Laboratory for Fatigue and Fracture of Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015)

(Manuscript received 1997-04-16)

ABSTRACT The dislocation configuration in a fatigued [001] copper single crystal has been studied by using a scanning electron microscope (SEM) with the electron channeling contrast (ECC) technique. It has been shown that this unique technique is efficient to reveal not only the fatigue dislocation structures in a large scale but also the relationship between the surface deformation bands and inside dislocation structures. It has been proven to be a powerful tool to connect macrostructures and microstructures in fatigued materials.

KEY WORDS scanning electron microscope, electron channeling contrast, copper single crystal, dislocation structure

Correspondent: Wang Zhongguang, professor, State Key Laboratory for Fatigue and Fracture of Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015