

将对 21 世纪高新技术革命和我国的现代化建设起重要的促进作用. 在今后的发展中希望能得到国家更大的支持.

参 考 文 献

[1] 黄昆. 物理, 1991, 20:321—331
[2] Zhang S L, Yang C L, Hou Y T *et al.* Phys. Rev., 1995, B52:1477—1480
[3] Jin K J, Pan S H, Yang G Z. Phys. Rev., 1994, B50: 8584—8588
[4] Shen D Z, Fan X W, Fan G H *et al.* J. Lumin., 1991, 48 & 49:299—302
[5] Lei X L. Phys. Rev., 1995, B51:5184—5191
[6] Ke S H, Wang R Z, Huang M C. Phys. Rev., 1994, B49: 10495—10501
[7] Gu B Y, Huo C R, Gan Z Z *et al.* Phys. Rev., 1992, B46: 13274—13288
[8] Niu C, Liu L J, Lin T H. Phys. Rev., 1995, B51:5130—5137
[9] Gai Z, Zhao R G, Yang W S. Phys. Rev., 1998, B57: R6795—R6798

[10] Shen S C, Zhu J B, Mu Y M *et al.* Phys. Rev., 1994, B49:5300—5305
[11] Li A Z, Wang J X, Zheng Y L *et al.* J. Crystal Growth, 1993, 127:566—569
[12] Zhou J M, Guo L W, Cui Q *et al.* Appl. Phys. Lett., 1996, 68:628—630
[13] Feng W, Zheng Z G, Huang Q *et al.* J Appl. Phys., 1996, 79:7404—7406
[14] Liu J L, Shi Y, Zheng Y D *et al.* Appl. Phys. Lett., 1996, 68:352—354
[15] Chen K J, Huang X F, Xu J *et al.* Appl. Phys. Lett., 1992, 61:2069—2071
[16] Wang X, Huang D M, Ye L *et al.* Phys. Rev. Lett., 1993, 71:1265—1267
[17] Qin G G, Jia Y Q. Solid State Commun., 1993, 86:559—563
[18] 李名复. 半导体物理学. 北京: 科学出版社, 1991.
[19] 谢希德, 陆栋. 固体能带理论. 上海: 复旦大学出版社, 1998.

(注: 由于参考文献条数的限制, 本文中有关中国科学院半导体研究所的论文和著作不再引用.)

晶界弛豫研究 50 年*

葛庭燧

(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)

摘 要 文章综述了我国科学工作者 50 年来关于晶界弛豫研究的早期开拓和近期发展. 前者包括扭摆内耗仪的发明、晶界内耗峰的发现和无序原子群晶界模型的提出. 后者包括澄清了关于晶界内耗峰来源的争论, 揭示了晶界弛豫具有一个临界温度, 从而提出了一个适合于各种温度的综合的晶界模型. 一个最重要的进展是关于竹节晶界内耗峰的发现与其机理的阐明, 从而揭示了晶界附近的位错亚结构能够影响晶界本身的性质和结构. 这对于研究多晶金属的力学性质提供了一个广阔的途径. 另外, 晶界与邻域位错的非线性交互作用的发现, 为奠定非线性滞弹性这门新学科提供了实验基础.

关键词 晶界弛豫, 早期开拓和近期进展, 临界温度, 综合晶界模型, 竹节晶界内耗峰, 非线性滞弹性

FIFTY - YEAR STUDY OF GRAIN BOUNDARY RELAXATION

Ge Tingsui (T. S. K \hat{e})

(Laboratory of Internal Friction and Defects in Solids, Institute of Solid State Physics,
The Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031)

Abstract This article gives an overview of the early development and recent progress of the study

* 国家自然科学基金资助项目

1999 - 04 - 08 收到

of grain boundary relaxation by Chinese scientists , ranging from , the invention of the torsion pendulum for internal friction measurement to the discovery of a critical temperature for the grain boundary relaxation. The important discovery of an internal friction peak associated with bamboo grain boundaries revealed that the dislocation substructure in the vicinity of the boundary can influence the behavior and the structure of the grain boundaries. This finding furnishes a broad route for the study of the mechanical properties of polycrystalline metals and alloys. Furthermore , the discovery of the non - linear interaction between the grain boundary and nearby dislocations provides an experimental foundation for the new discipline of non - linear anelasticity.

Key words grain boundary relaxation , early development and recent progress , critical temperature , unified grain boundary model , bamboo boundary internal friction peak , non - linear anelasticity

1 问题的提出

材料的界面问题是材料科学的一个带有共性的重大问题,因为界面可以具有与材料整体大不相同的结构和性质,从而对于整个材料体系的性能具有关键的影响.晶界是界面的一种类型.关于晶界的结构和性能的研究是一个古老的但是迄今未得到满意解决的问题,而这个问题无论在学术方面和实际应用方面都具有重要的意义,因为几乎所有在实际应用中的金属和合金都具有晶界.

一般的金属是由许多晶粒组成的,各个单个晶粒之间的界面叫做晶界.在一般情形下,含有晶界的多晶金属在低温时较强于不含晶界的单晶金属,而在高温时则较弱.在以前,人们只知道这是晶界所引起的效应,但是并不了解晶界本身的性质及其表现.人们曾尝试用内耗测量的方法来研究这个问题.内耗就是物体在振动当中所表现的能量消耗.物体开始振动以后,振动停止得越快,表明内耗越大,反之则内耗越小.当物体中含有缺陷或不规则区域时,在振动中就会产生内耗.晶界是金属中所含的一种缺陷,因而在适当的条件下就会成为产生内耗之源.内耗的出现与温度和振动频率有关.过去人们用来研究晶界的内耗装置所激发的振动频率太高,因而未能得到预期的结果.扭摆内耗仪的发明解决了这个问题,因为用它可以得到很低的振动频率.

2 扭摆内耗仪的发明

扭摆是一种众所周知的装置[见图 1(a)],但笔者是首次用这种装置的原理来进行内耗测量^[1].唯物辩证法所揭示的物质世界的普遍联系的原则以及鲁班发明锯的故事使笔者受到启迪,从而想到可以把在大学里做物理实验时所学得的用扭摆振动装置来测量杆状试样的切变模量所用的原理转用到内耗测量上,从而设计出图 1(b)所示的低频扭摆内耗仪.同时还根据做电学实验时所用的转动线圈电流计的原理[见图 1(c)],设计出可以进行准静态滞弹性测量的转动线圈弛豫仪[见图 1(d)].用这两种仪器可以很方便地用同一根试样测量试样在不同温度下的动态滞弹性性质(如内耗和动态模量),以及准静态滞弹性性质(如恒应力下的蠕变和恒应变下的应力弛豫).这一发现使内耗与各种滞弹性性质之间的测量数据可以彼此验证和换算,从而奠定了滞弹性这门新学科的基础.

3 晶界内耗峰的发现

1947年,笔者用这种十分简单的仪器很快地发现了纯铝的晶界内耗峰,即把内耗表示为测量温度的函数时出现一个峰值^[1].根据这个内耗峰的峰巅温度随着振动频率的变化,测出了与内耗峰相联系的激活能,从而提出了晶界的滑动机制,算出了晶界的粘滞系数及其随温

物理

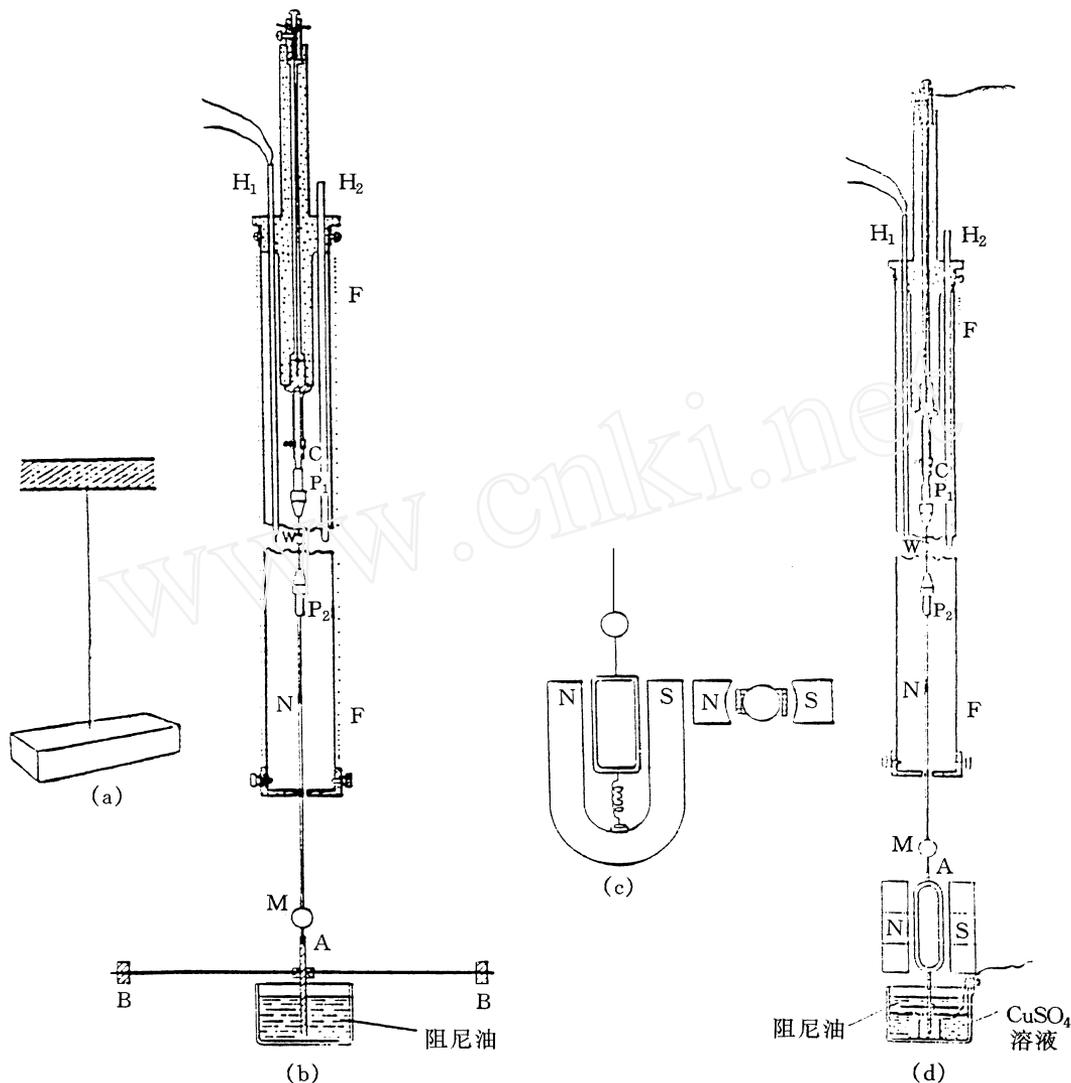


图 1 早期的扭摆振动装置

(a) 一般扭摆; (b) 扭摆内耗仪; (c) 转动线圈电流计; (d) 转动线圈弛豫仪^[1]

度的变化,这就在历史上第一次从实验上证明了晶界本身具有粘滞性质.人们认为这是仅有的能够揭示晶界本身的性质的最早的定量的实验.晶界内耗峰地发现及其机制的阐明,为随后关于晶界结构的研究以及各种因素对于晶界性质的影响,例如晶界偏析、晶界沉淀和晶界诱导脆性等问题,开辟了广阔的途径.

上述关于晶界内耗峰的实验结果及所提出的晶界粘滞滑动和应力弛豫机制一直被广泛地认可.直到 70 年代,意大利^[2]和法国^[3]的一些科学家提出不同的看法,认为这个晶界内耗峰

不是在晶界里所发生的过程引起的,因为他们在单晶体中,特别是在经过微量加工变形的单晶体中,也观测到与笔者所发现的晶界内耗峰类似的内耗峰,从而认为所谓的晶界内耗峰是来源于晶粒内的点阵位错的运动.为了澄清这个问题,1980 年在合肥筹建的中国科学院固体物理研究所内耗实验室的同志们(以下简称我们)用纯度相同的纯铝的多晶和单晶试样进行了大量的对比实验,不但确切地证明了单晶体里并不出现这个内耗峰,还明确地指出了意大利和法国的科学家得出错误结论的原因是他

们所用的单晶试样中含有大晶粒,从而并不是真正的单晶体,也由于他们在测量内耗时对于单晶试样不谨慎地进行了冷加工,从而出现了与冷加工形变有关的内耗峰^[4]. 经过大量的实验,我们发现,在单晶、大晶粒多晶(竹节晶)和细晶粒多晶经过不同的加工处理和热处理以后,都可在不同的温度出现高度不同的内耗峰,但是它们的产生机制各有不同,而笔者在1947年所发现的晶界内耗峰是经过完全退火所产生的细晶粒试样所特有的,在不含任何晶界并且未经过冷加工的单晶体中是不会出现这种内耗峰的,因而笔者所发现的内耗峰肯定是由于在晶界本身发生的过程所引起的. 图2是在99.999%纯铝中所观测到的出现在室温以上的具有各种不同机制的内耗峰^[5],其中的粗大的内耗峰(P_K 峰)是笔者首次发现的峰,粗的单调上升的两条曲线 S_1 和 S_2 分别是用Bridgmann法和区域熔化法所制备的“真正的”铝单晶的内耗曲线. 由图可见,出现在低于或高于 P_K 峰的各个内耗峰都与 P_K 峰无关,有的峰($P_L, P_H, P'_H, P_{365}, P_P$)可在单晶或竹节晶试

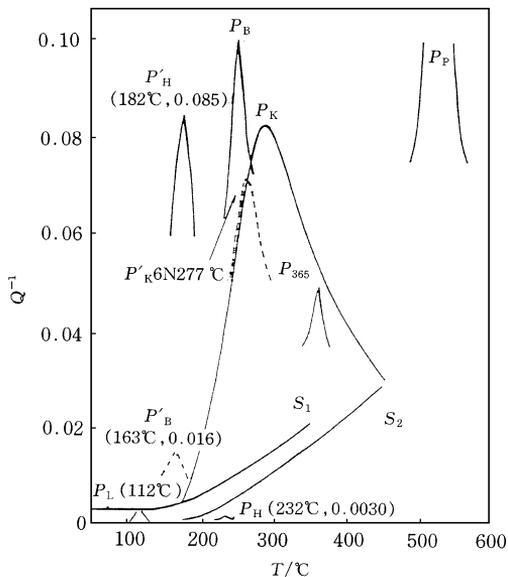


图2 纯铝(99.999%)试样在室温以上的内耗谱 (P_L, P_H, P'_H 是点阵位错内耗峰; P_B 是竹节晶界内耗峰; P_K 是晶界内耗峰; P_{365} 是位错网络内耗峰; P_P 是多边化内耗峰; P_K, P_B 是99.999%高纯铝中出现的 P_K 峰和 P_B 峰^[5])

样中出现,有的峰(P_B)可在竹节晶试样中出现,而惟有 P_K 峰(以及在文献中提到的与 P_K 峰相对应的 K_2 峰和 P_2 峰)只在多晶试样中出现. 因此可以肯定 P_K 峰是来源于在晶界发生的过程.

4 晶界内耗与扩散过程的联系

上面说到,晶界内耗峰的出现及其机制的阐明证明了晶界具有粘滞性质,但这并不意味着晶界是由一层粘滞性物质(例如由一层非晶态物质)所构成的,也不意味着晶界并不具有一定的结构. 所谓的粘滞性质只是说明加到它上面的切应力要随着时间的推移而发生弛豫,并且它的滑动速率与所加的切应力成正比,这就是牛顿粘滞规律. 非晶态物质遵从这种规律,但遵从这种规律的并不一定就是非晶态物质. 在有的文献和书籍中,有人就犯了这种逻辑上的错误,认为笔者关于内耗的实验证明了晶界是由非晶态物质组成的.

前面讲过,利用晶界内耗峰的峰巅温度随着振动频率而变化的实验事实,可以测出与晶界弛豫过程相联系的激活能. 笔者对于几种金属的晶界弛豫激活能进行了分析,发现它们与该金属的体积扩散激活能相近(见表1)^[6].

表1 几种金属的激活能($\times 4.18J/mol$)

金属	体积扩散	晶界弛豫
- 黄铜	41700	41000
- 铁	78000	85000
铝	37500	34500

笔者受到辩证唯物主义的普遍联系法则的启发,大胆地提出了晶界弛豫过程与体积扩散过程有关,从而第一次提出晶界内耗与扩散过程的联系. 虽然以后的实验表明,晶界弛豫激活能是介于体积扩散激活能与晶界扩散激活能之间,而后者约为前者的一半,但无论如何,晶界弛豫或晶界内耗与扩散过程有联系的看法却受到广泛的认可. 这种认识是一种飞跃,它为根据晶界内耗实验来推知晶界结构铺平了道路. 它第一次指出了引起晶界粘滞性滑动的晶界局域

结构必然是具有局域结构的某种缺陷,可把这种缺陷看成是独立的单元,而在这种缺陷单元之间的区域是较为完整的,具有正规的点阵结构.这就是说,即便在宏观上看起来是平滑的晶界,它在原子尺度上的结构也必然是不均匀的,是由一些有序和无序的区域交迭地组成的.换句话说,就是由好区和坏区组成的.

5 无序原子群模型的提出

图3是笔者提出的无序原子群模型的示意图^[7].这个模型假定大角晶界是由许多无序原子群所组成的,各个原子群之间的区域是好区.图中用阴影表示的两个原子周围的应力分布与其他区域的不同,它们可以通过挤开周围的原子而彼此滑动过去.这种局域的粘滞性位移具有与晶界平行的和垂直的分量,因而这位移是由滑动和迁动的组合而完成的.用扩散过程的语言来说,与这个热激活位移相联系的激活能对应着体积扩散或晶界扩散激活能,或介于二者之间.晶界两侧两个晶粒的相对宏观滑动,是各个无序原子群内的原子重新排列所引起的局域粘滞性位移的总和加上各个无序原子群之间的好区内所发生的弹性形变.

根据无序原子群模型所推导出来的晶界滑动速率和粘滞系数公式,与由宏观滑动模型所推导的在形式上一致.

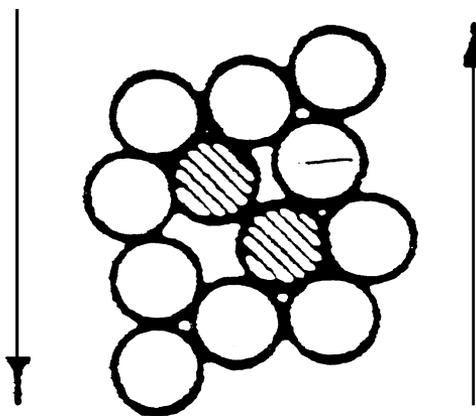


图3 无序原子群模型的示意图^[7]

6 晶界弛豫的转变温度

关于纯铝的晶界内耗测量结果指出,当振动频率为1Hz时,内耗在200附近开始变为显著的,在290增加到峰巅,随后渐渐减小.晶界内耗峰的出现,表明在晶界发生了弛豫过程.晶界峰的峰巅高度是晶界弛豫强度的一种量度.按照滞弹性理论,用较低的振动频率测量内耗,将使内耗峰的位置向低温移动.我们发现,当内耗峰移向低温时,它的高度降低.这表示晶界弛豫的强度随着温度的降低而降低.晶界弛豫强度的降低表明,在无序原子群内的局域原子位移即原子弛豫的程度降低,也即无序原子群内的无序度降低.我们用尽可能低的频率测量内耗,使晶界内耗峰尽量地移向低温,并用外推法得出内耗峰高度变为零时所对应的内耗峰的峰巅温度.这个温度表示无序原子群由无序变为有序时的温度,可以叫做晶界弛豫的转变温度 T_0 .在这个温度以上,晶界弛豫强度不等于零,无序原子群模型才是适用的.

7 用双晶体进行的实验

我们用具有各种取向差的铝双晶进行了内耗测量,用外推法求得 T_0 的数值约为 $0.4 T_m$, T_m 是铝的熔点温度.由于外推的范围较大,所得的结果可能误差较大,因此我们又用滞弹性蠕变测量的方法求得 T_0 值.这时的弛豫强度是 $\epsilon = (J_R - J_U) / J_U$, J_U 是未弛豫顺度, J_R 是弛豫顺度.我们在尽量低的温度下进行蠕变测量,以求得变为零时的温度,这个温度就是 T_0 .表2所示的是所测得的具有各种取向差的铝双晶的 T_0 值^[8].我们还从重位点阵模型(CSL模型)所描绘的铝双晶晶界结构出发,用分子动力学方法模拟在温度提高时的晶界结构变化情况,发现约在 $0.4 T_m$ 时,原来的CSL有序结构变为无序的.可以认为,这种无序结构就对应着无序原子群模型所描绘的晶界结构.因此,可以认为,在 T_0 以上,重位点阵模型是不

适用的. 表 3 是 T_0 的模拟值与实验值的比较^[9].

表 2 双晶铝的 T_0 值 ($T_m = 932.85 \text{ K}$)

	20°	30°	38.9°	50.5°	60.0°	70.5°	129.5°	153.4°
T_0 / K	387.1	391.7	397.1	389.7	382.5	384.2	354.7	373.1
T_0 / T_m	0.42	0.42	0.42	0.42	0.41	0.41	0.38	0.40

表 3 晶界无序化温度 T_0 的模拟值和实验值

	50.5°	129.5°	70.5°	109.5°
T_0 (模拟值)	11 a	11	3	3
T_0 (实验值)	0.50 T_m	0.32 T_m	0.38 T_m	$\sim T_m$

8 大角晶界的综合模型

任何的晶界模型必须能够说明晶界的粘滞性质. 晶界的粘滞滑动与扩散过程的联系使我们认识到晶界的结构是不均匀的. 在历史上, 人们先后提出了无序原子群模型、位错模型和重位点阵模型, 这些模型都认定晶界具有好区和坏区的不均匀结构. 与无序原子群模型同时提出来的小岛模型, 虽然也认定了晶界具有好区和坏区, 但是它所牵涉的基本过程是熔化, 从而并不能说明晶界的粘滞滑动.

无序原子群模型所需要解决的问题是如何定量地描述无序原子群内的具体的原子排列组态. 大量的实验已经指出, 晶界的性质随着晶界两侧的邻接晶粒的取向差以及晶界本身的取向而变化, 并且一些具有特殊取向差的晶界的能量似乎较低于无规取向差的晶界. 这就要求无序原子群模型必须考虑结晶学参数的影响. 以无序原子群内的原子的无规定位为基础并考虑原子半径的变化, 人们已经能够算出与给定的取向差相对应的无序原子群的自由体积, 所采取的措施是计算无序原子群内的以及在同体积的完整晶体内的原子数目. 特殊的取向差或许能产生特殊的原子排列, 从而使能量变为最低, 而另一种取向差则导致能量较高. 应用群过程理论对于无序原子群内的原子排列进行数学分析还是比较方便的.

早期的位错模型似乎只适用于小角晶界.

当取向差增大时, 由位错芯区组成的坏区中的畸变如此严重, 用位错的图像从几何学上来描述其中的原子排列是不可能的.

按照重位点阵模型, 两个邻接晶体在一些特殊取向差时将出现重位点. 重位点的出现具有明确的周期性. 在各个重位点之间是匹配得不好的区域. 因此, 这个模型中的“好区”就是重合点, 而“坏区”则根据取向差的不同而扩展, 具有一定的广度. 但是根据 O 点阵理论, 两个邻接点阵的重合并不只是一个阵点, 而是匹配得很好的线或面, 而坏区也用具有位错特征的晶界台阶来描述. 总之, 根据几何学考虑, 所构建的重位点阵晶界结构是不稳定的, 因为在晶界面处总会产生原子重叠或拥挤, 因而将发生原子调节或刚体平移使能量减小. 这样虽然仍能保持晶界的周期性, 但是, 重位点就不再与原子密合. 特别是当取向差很大或者与重合点阵取向差歧离时, 所形成的坏区将极为复杂. 用引入次级晶界位错的办法来描述所包含的物理概念是不清楚的, 从而使这种表象可能只具有数学上的意义.

可以认为, 当 $T < T_0$ 时, 未考虑温度效应的 CSL 晶界模型的基本框架还是适用的, 不过它关于好区和坏区的描述必须加以修正. 当取向差很小时, 重位点应当远大于 CSL 模型所提出的范围. 关于这方面, O 点阵的表象似乎是更合适的. 另外, 关于坏区的范围应当较小, 就是间界的周期应当小得多. 当 $T > T_0$ 时, CSL 模型的缺点很明显. 因为这个模型的构建只是根据几何学和晶体学上的考虑, 没有考虑温度的影响. 因此, 要把这个模型所推导的结论与实验结果作比较是很困难的. 固然在制备双晶试样时能够确切地得到所给定的取向差, 但是测量双晶试样性质的实验是在一定的温度下进行

的,从而不能保证原来给定的取向差的关系在进行测量时仍然保持不变,因为总会发生一定程度的原子弛豫.

总的来说,我们提出的大角度晶界综合模型包含着适用于 $T < T_0$ 时的修正了的重位点阵模型和适用于 $T > T_0$ 时的无序原子群模型.

9 竹节晶界内耗峰的发现及其机理的研究

1982 年以来,我们在合肥对晶界内耗进行了系统深入的研究,除了肯定 1947 年关于这方面的一系列结果以外,还发现,在竹节晶粒构成的纯铝试样也出现类似于 1947 年在细晶粒多晶试样中所观察到的晶界内耗峰. 所谓竹节晶界,就是把冷加工试样经过特定的热处理程序后,使试样(丝状)里只含有竹节状晶粒,其晶界面与试样轴线方向垂直. 在这种试样里,并没有三叉晶界交角存在,因而在扭转应力(切应力)的作用下,沿着晶界的宏观粘滞滑动并不受到阻碍,应该不断地滑动下去,因而晶界内耗应该随着温度的提高而单调地增加,不应该出现一个内耗峰. 如果真的出现晶界内耗峰的话,那将动摇晶界粘滞滑动模型的基础和晶界的滞弹性行为的理论框架,对于 40 多年来众多工作者关于这方面的实验和理论成果都将是一种严峻的挑战. 由于这个问题的重要性和迫切性,我们开展了一个持续的攻坚计划,这包括:(1) 严格验证竹节晶界是否果真能引起一个晶界内耗峰;(2) 如果这个内耗峰是一个不同于细晶粒试样中出现的晶界内耗峰,则根据自己的实验结果和理论分析提出这个内耗峰的机理. 按照这个计划,我们连续地得到下述结果:

(1) 首先从实验上指出这个内耗峰的表现与细晶粒晶界内耗峰不同,指出这个内耗峰的高度 Q_{\max}^{-1} 与试样中所含的晶界数目成直线关系,并且这直线通过原点,如图 4 所示^[10],而细晶粒峰的高度则与晶粒尺度无关.

(2) 解决了日本学者 Iwasaki 关于竹节晶

28 卷 (1999 年) 9 期

界峰来源的争论. 1987 年, Iwasaki^[11] 指出,既然竹节晶界是晶界的一种,那么按照这个意义,竹节晶界峰与细晶粒晶界峰之间并没有什么区别. 他强调说,铝试样表面通常覆盖着一层很坚硬的氧化铝膜,这层膜制约了竹节晶界的宏观滑动,正如细晶粒试样中的晶界三叉交角所起的作用. 为了判断表面膜的影响,我们对比了试样上没有表面膜和覆盖着很厚的表面膜两种极端情况下的竹节晶试样的内耗,所得出的竹节晶界峰并没有显著的差别^[12].

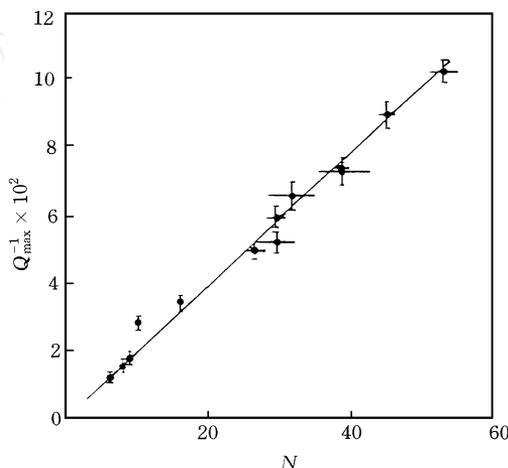


图 4 竹节晶界内耗峰的峰巅高度 Q_{\max}^{-1} 与竹节晶界数 N 的关系^[10]

(3) 从实验上指出了竹节晶界峰与细晶粒晶界峰的同时存在. 我们最初用丝状试样进行内耗实验时发现,在细晶粒试样中出现若干竹节晶界时,内耗峰变宽并略向低温移动,但是只观测到一个峰. 随后用片状试样进行试验,就得到能够分离的两个峰^[13],而竹节峰出现在较细晶粒峰为低的温度. 我们决定用片状试样的指导思想及其成功的原因如下:在经过冷拉的试样中,跨过试样直径的应力分布是各向同性的. 在退火后形成的再结晶晶粒比较规则,从而在进一步退火时,各晶粒均匀增长. 晶粒尺寸从小于试样直径到大于试样直径的转变是逐渐的和连续的,所以从细晶粒峰到竹节晶界峰的转变中,不能同时观测到两个峰. 由冷轧制备的片状试样中的应力分布是各向异性的,退火后所形成的晶粒并不均匀,有的晶粒可能小于试样

的宽度但却大于试样的厚度,这就成为竹节晶,而有的晶粒则小于试样的厚度成为细晶粒.由于细晶粒与竹节晶粒在试样中共存,所以竹节晶界峰就能够与细晶粒峰分离开来.

(4) 提出了竹节晶界峰的微观机理. 根据文献中关于晶界附近有时出现位错亚结构的报道,我们联想到,在我们用冷加工动态或静态退火的方法制备竹节晶试样的过程中可能有大量的点阵位错被吸附到晶界附近或晶界中去. 这就是说,在竹节晶试样里的竹节晶界附近已经有位错亚结构存在. 为了验证这个存在,我们把高温冷轧的纯铝片状试样连续高温退火,制备成竹节晶试样,并用它进行透射电镜观察. 图 5 表示在晶界附近观察到位错亚结构存在的一个例子^[14],它一般表现为松散的胞结构的形式.

我们还观察到晶界附近所出现的位错亚结构的组态与冷轧试样随后的退火温度有关,这与竹节晶界峰随着退火温度的提高而向低温移动的内耗实验结果是一致的. 因此,我们认为,竹节晶界内耗峰的出现与竹节晶界附近出现的位错亚结构密切相关.

(5) 提出了竹节晶界内耗峰的力学模型——4 参数模型. 由前述的实验结果可见,在竹节晶界附近出现的位错亚结构是制约竹节晶界的宏观滑动的因素. 这与细晶粒中的三叉交角所起的制约作用类似但并不完全相同. 因为三叉交角的制约作用纯粹是弹性的,而位错亚结构的制约作用是它对于晶界滑动的拖曳力. 竹节晶界在滑动当中能够拖曳位错亚结构进行一定的运动. 由于亚结构中的位错组态能够在亚结构被拖曳的过程中发生变化,所以这种制约作用是弛豫的. 在细晶粒的情形,晶界的弛豫过程可用一个 Voigt 型的 3 参数力学模型来描述 [见图 6(a)]^[15]. 图下部的弹簧代表晶粒内部,并联部分的阻尼器代表晶界,弹簧代表晶界三叉交角. 在竹节晶的情形,竹节晶界的弛豫过程可用一个 4 参数 Voigt 型来描述 [见图 6(b)]. 与图 6(a) 不同之处是,用一个弹簧与一个阻尼器串联来代表竹节晶界附近的位错亚结构. 根据这个 4 参数模型用数值法所算出来的竹节晶界峰的出现条件与实验结果符合,还得出竹节晶界峰出现的温度较低于细晶粒内耗峰的推论.

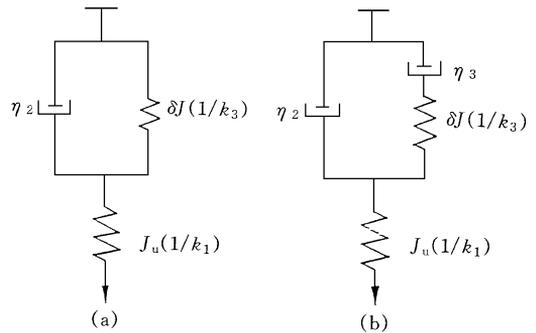


图 6 描述晶界的弛豫行为的力学模型

(a) 细晶粒晶界; (b) 竹节晶界^[15]

图 5 600 退火的纯竹节晶界附近的位错亚结构^[7]
[(a), (b), (c) 是不同的视场]

竹节晶界内耗峰的出现表明,晶界附近出

现的位错亚结构能够影响晶界的粘滞性质,从而使晶界内耗峰出现在较低的温度,这就把晶界与邻接的晶体联系到一起.由于我们已经了解了晶界本身的性质,所以现在再研究晶界与其邻接晶体的联合效应就顺理成章,给晶界研究提供了新动力.

竹节晶界内耗峰的机理的阐明使我们认识到,晶界本身的弛豫行为只在特殊条件下才能够被揭示出来,这就是当晶界附近没有位错出现,或者即便有位错出现但是在内耗测量所施加的小应力的作用下,位错并不会被驱动,也就是当晶界的宏观滑动只需要弹性或扩散过程来加以调节的情形之下,50年来晶界弛豫研究的经历使我们认识到,笔者在1947年的揭示晶界粘滞性质的实验之所以得到成功,是由于:(1)选择了内耗和滞弹性测量的方法来研究试样的力学性质,从而能够激发很小的应变振幅,这就使得在测量当中不会产生新的位错;(2)选择的研究试样是高度冷加工试样,经过高温完全退火,使试样达到完全再结晶状态,所形成的晶粒并未发生畸变,从而可以把晶界当做是平面的和平滑的.在这两种情形下,才可以假定在晶界与晶粒的交接处,晶界的粘滞滑动等于晶体点阵的弹性形变.这乃是晶界粘滞滑动模型所采用的边界条件.这就是说,沿晶界的宏观粘滞滑动只受到在晶界三叉交角处的弹性畸变的制约,而不受存在于晶界附近的少量的位错(如果存在的话)的影响.这种情况的重要性是晶界本身的性质得到了揭示,即证明了晶界具有粘滞性质.竹节晶界内耗峰的出现及其机理的阐明把我们带入了一个新境界,在晶界弛豫研究上是一个重要的突破.

10 高温淬火竹节晶界内耗峰的出现及其非线性行为的揭示

1991年,在我们研究高温淬火对于纯铝的晶界弛豫的影响的过程中,首次发现,当淬火温度足够高时,在远高于竹节晶界内耗峰的温度处出现了一个新内耗峰(如图7中的曲线所

示).这个淬火内耗峰的高度 Q_{\max}^{-1} 随着试样中所含的竹节晶界的数目 N 的增加而增加,如表4所示^[16].这表示这个峰(HT 峰)出现的条件是高温淬火以及试样中有竹节晶存在.这时由于试样中仅含有竹节晶界,所以细晶粒内耗峰不出现(其位置如图7中的虚曲线所示).

表4 Q_{\max}^{-1} 与 N 的关系(淬火温度 600 °C)

Q_{\max}^{-1}	5	13	34	44	51	54
N	~0	0.026	0.063	0.064	0.078	0.078

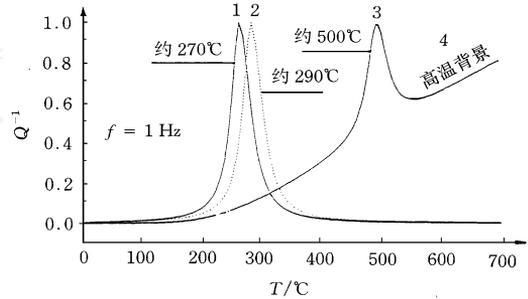


图7 纯铝的晶界弛豫内耗峰

[1为竹节晶界内耗峰(BB 峰); 2为细晶粒晶界内耗峰; 3为高温淬火竹节晶界内耗峰(HT 峰)]

在内耗测量后的透射电镜观察指出,600 °C空淬的竹节晶铝试样中的典型的电镜图样如图8所示^[17].其中的位错形成一定的网络结构,位错线较长而直,并且大多数与晶界相交.这个图样与图5所示的高温退火并炉冷试样的图样不同,该图样中的位错形成松散的胞状结构,位错是缠结的,位错线段很短.上面已经谈过,图5的位错图样对应着炉冷或退火试样中出现竹节晶界内耗峰(BB 峰)的情况.实验指出, HT 峰与 BB 峰有一定的互补关系.两峰的出现与否及其相对高度随着对于竹节晶试样所进行的热处理(退火、淬火或时效)而变化.用图6(b)所示的4参数模型能够说明 HT 峰与 BB 峰所表现的行为的区别.与 HT 峰相应的电镜图样(图8)中的位错线紧密地与晶界相交,这种位错组态所联系的粘滞系数 ζ_3 和力常数 ζ_3 [见图6(b)]是很高的,这种状态有利于 HT 峰的出现.图5中所示的与炉冷试样相对应的胞状结构中的位错缠结具有中等数值的 ζ_3 和 ζ_3 ,有利于 BB 峰的出现.较高得多的 ζ_3 和 ζ_3

值使 HT 峰出现在较高得多的温度.

热激活的. 由于这个振幅内耗峰与温度内耗峰同时出现, 并且只在温度内耗峰的温区以内才变得明显, 所以它的基本过程是非线性滞弹性, 它与 Granato 和 Lücke^[19]所提出的静滞后现象所引起的振幅效应完全不同. 从图 10 可见, 在复合 HT 峰的较低温度范围内, 振幅峰较明显. 由于 $HT - 1$ 是出现在较低温度, 所以反常振幅效应主要与 $HT - 1$ 峰有关.

根据图 8 所示的电镜衬度图以及相对应的衍射图并应用消光条件, 我们断定位错亚结构中的螺型位错的 Burgers 矢量是 $(a/2)[1\bar{1}0]$. 由于图样中的位错段并不是完全直的, 所以这位错是混合型的, 兼有螺型和刃型分量. $HT - 2$ 峰的激活能很高, 达到 2.1eV . 这说明它与位错的攀移有关. 可以想到, 淬火试样中所存在的多余空位促进了这种攀移过程. 纯铝试样中带着割阶 (jog) 的刃型位错的热平衡攀移激活能是 2.0eV ^[20], 这与本实验所测得的 $HT - 2$ 峰的激活能相近, 因而可以认为 $HT - 2$ 峰与刃型位错的攀移有关.

螺型位错不能攀移, 但是带着割阶的螺型位错能够由于产生空位而滑移, 所对应的激活能等于自扩散激活能^[21]. 铝的自扩散激活能是 1.45eV , 这与 $HT - 1$ 峰的激活能相近. 因而可以认为 $HT - 1$ 峰与带着割阶的螺型位错的滑移有关. 当外加的切应力较低时, 被割阶所钉扎的螺型位错在两个割阶之间向外弓出. 藉助于热骚动, 在割阶处产生空位, 从而使位错向前滑移^[21]. 当外加应力超过某一临界值时, 将要出现割阶的挣脱, 从而不再发生割阶与空位的重新结合, 割阶的净运动并不再需要空位的跳动. 因此, 带割阶的螺型位错能够在一个较低的外加应力下滑移, 从而引起了反常振幅效应和出现振幅内耗峰.

总之, 可以认为, BB 峰和 HT 峰都来源于竹节晶界的粘滞滑动拖曳它附近存在的位错亚结构这个基本过程. 这个拖曳过程对于竹节晶界的粘滞滑动进行制约, 扮演着细晶粒多晶试样中的三叉交角的类似角色. 这种制约效应的大小决定于晶界附近存在的位错亚结构的组态

物理

图 8 600 空淬的纯铝竹节晶界附近的位错亚结构^[17]
[(a), (b), (c) 是不同的视场]

随后, 我们用强迫振动法进行内耗测量, 以求得较准确的结果. 图 9 所示为用各种频率测得的竹节晶界试样的各个内耗峰的复合曲线, 并应用计算机模拟的方法把复合曲线分解成为 BB 峰 (曲线 1), $HT - 1$ 峰 (曲线 2), $HT - 2$ 峰 (曲线 3) 和高温背景内耗 (曲线 4) 如图中的虚曲线所示^[18], 原先观测到的 HT 峰现在分解为两个峰, $HT - 1$ 峰和 $HT - 2$ 峰. 这 3 个内耗峰都满足 Arrhenius 关系, 由此测出的激活能分别是 1.4eV (BB 峰), 1.4eV ($HT - 1$ 峰), 2.1eV ($HT - 2$ 峰). $HT - 2$ 峰较 $HT - 1$ 峰出现在较高的温度, 它的激活能较高.

图 10 表示 HT 峰的反常振幅效应, 出现了明显的振幅内耗峰^[18]. 当测量温度提高时, 振幅峰移向低振幅, 这表示 HT 峰的基本过程是

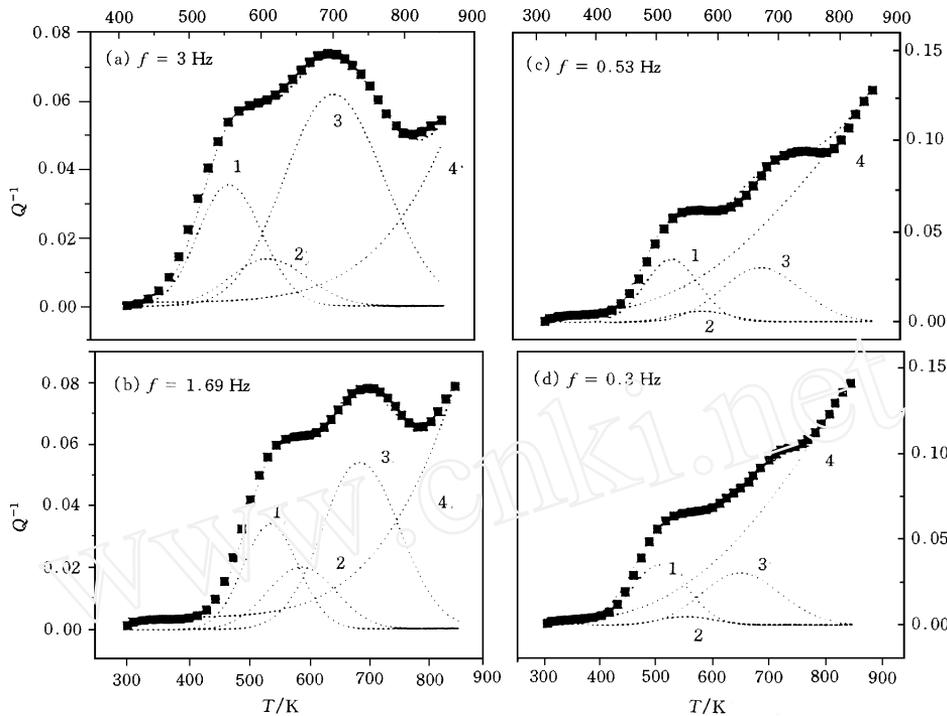


图9 600 纯铝竹节晶界试样的内耗复合曲线分解为:曲线1的 BB 峰; 曲线2的 $HT-1$ 峰; 曲线3的 $HT-2$ 峰; 曲线4的高温背景内耗^[18]

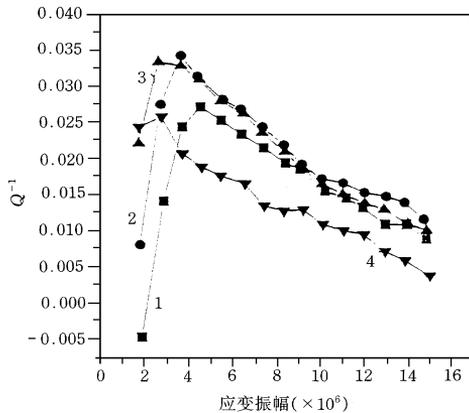


图10 空淬试样在各种温度下的内耗-应变振幅曲线 (曲线1为350 ; 曲线2为369 ; 曲线3为403 ; 曲线4为436)

情况. 在 BB 峰的情形, 位错缠结的约束作用较弱于晶界三叉交角, 因而 BB 峰出现在低于细晶粒晶界内耗峰的温度. 在 $HT-1$ 峰和 $HT-2$ 峰的情形, 带割阶的螺型和刃型位错的约束作用都较强于三叉交角, 从而都出现在高于细晶粒晶界峰的温度. 另外, $HT-2$ 峰的

激活能较高, 说明刃型位错的约束作用较强, 从而使它出现在较高于 $HT-1$ 峰的温度. 这些情况都能够应用图 6(b) 所示的 4 参数模型从形式上加以说明.

11 点阵位错对于晶界弛豫的作用

事物的发展是辩证的, 科学研究的进程也经常提供这样的例证. 原来研究晶界弛豫的目的是企图揭示晶界本身的性质, 从而把晶界本身的性质与所谓的晶界效应截然分开. 竹节晶界内耗峰的出现表明, 在一定的条件下, 必须考虑存在于晶界附近的点阵位错所起的作用. 因此, 研究的对象又回到晶界效应研究的范畴. 晶界弛豫研究 50 年的迂回曲折的漫长过程, 使我们体会到研究晶界附近的点阵位错的效应的重要性. 把晶界的结构和弛豫受到晶粒内部的结构和缺陷状态影响的研究, 与多晶试样的性质受到晶界的弛豫和结构的影响的研究二者融合到一起, 将对于研究多晶试样的力学性质(如高

温蠕变、循环形变、脆性和断裂等) 提供一个广阔的有效途径。

非线性内耗的发现说明晶界与其附近的位错的交互作用在一定的条件下是非线性的。这应该导致非线性的晶界滑动率, 即滑动速率并不与所加的切应力成正比。这使我们联想到 Crossman 和 Ashby^[22] 所提出的, 当晶界滑动受到范性调节时, 晶界滑动率所遵循的幂函数关系式 $v = A \tau^n$, 其中的 A 和 n 是常数, 而 $n > 1$ 。因此, 测量竹节晶界试样经过在高温下的适量的蠕变或疲劳形变以后的 HT 峰的变化, 将会对于阐明 HT 峰的机制并进而对于蠕变和疲劳形变机制提供有价值的信息。这是一个值得探索的具体的研究课题。

参 考 文 献

- [1] Kê T S(葛庭燧). *Phys. Rev.* 1947,71 :533;1947,72 :41
- [2] Benetti E, Evangelista E, Gordi P *et al.* *Nuovo Cimento*, 1976,33B :408
- [3] Woigand J, Armirault J P, de Fouquet J. in: *Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Crystalline Solid*, Lenz D, L üke (eds.), Springer, Berlin, 1975,2 :392
- [4] Kê T S, Cui P(崔平), Su C M(苏全民). *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1984,84 :157
- [5] Kê T S. J. *Mater. Sci Technol.*, 1998,14 :481
- [6] Kê T S. *Phys. Rev.*, 1948,73 :267
- [7] Kê T S. *J. Appl. Phys.*, 1949,20 :274
- [8] Kê T S, Duan Yuhua(段玉华). *Acta Metall. Mater.*, 1993,41 :1003
- [9] Chen Zhiying(陈致英), Duan Yuhua, Ge Tingsui(Kê T S). *Acta Mechanica Sinica*, 1995,11 :259
- [10] Kê T S, Zhang B S(张宝山). *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1986,96 :515
- [11] Iwasaki K. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1987,101 :97
- [12] Kê T S, Zhang L D(张立德), Cheng B L(程波林) *et al.* *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1988,108 :569
- [13] Kê T S, Zhu A W(朱爱武). *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1989,113 :K159
- [14] Zhu A W, Kê T S. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1989,113 :393
- [15] Kê T S, Cheng B L. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1989,115 :119
- [16] Kê T S, Cui P, Guan X S(关幸生). *Scripta Metall. Mater.*, 1992,27 :1151
- [17] Kê T S, Chen P P. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1993,148 :439
- [18] Yuan L X(袁立曦), Kê T S. *Phil. Mag. A*, 1997,76 :107
- [19] Granato A, L üke K. J. *Appl. Phys.*, 1956,27 :583,789
- [20] Seager A. in: *Report of the Conference on Defects in Crystalline Solids*, Mott N F ed. *Physical Society, London*, 1955,391—401
- [21] Hirth J P, Lothe J. *Theory of Dislocations*, 2nd edition, Wiley, New York, 1982, §15.5 and §11.2
- [22] Crossman F W, Ashby M F. *Acta Metall.* 1975,23 :425

1999 年第 10 期《物理》内容预告

庆祝建国 50 周年

我国天体物理研究进展(邓祖淦等);
我国磁层物理研究进展(刘振兴);
我国非线性声学研究进展(钱祖文);
中国物理学家对世界拉曼光谱学发展作出的历史性贡献(张树霖).

研究快讯

AlNiCo D 相准晶的隧道发现丰富的尖峰结构(张殿琳等);
量子态的概率克隆和认证(段路明等).

知识和进展

量子态远程传送的实验实现(潘建伟等);

熵概念的演化(韦群).

物理学和经济建设

新一代永磁型磁共振成像系统及其医学应用(陶笃纯);

全光非线性光孤子通信系统技术(钟卫平).

实验技术

新型扫描近场微波显微术(高琛等).

书刊评介

《高温超导物理》书评(甘子钊).

前沿和动态

1997 年度物理学成果精粹() (张端明等);
介观超导体中的顺磁迈斯纳效应(戴闻);
让相干原子束更像激光(戴闻).